



Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

# TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

## PROJET DE FIN D'ETUDES

**Optimisation des pertes d'huile au niveau de la pâte de  
neutralisation.**

Présenté par :

◆ **OMARI SALMA**

Encadré par :

◆ **Pr. KANDRI RODI ADIBA (FST – Fès)**

◆ **Pr. ou Dr. EL FERROUDI FATIMA (Société)**

**Soutenu Le 7 Juin 2016 devant le jury composé de:**

- **Pr. KANDRI RODI ADIBA**

- **Pr. MOUGHAMIR KHADIJA**

- **Pr. SABIR SAFIA**

**Stage effectué à la SIOF**

**Année Universitaire 2015 / 2016**

# Remerciement

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué au succès de mon stage et qui m'ont aidée lors de la rédaction de ce rapport.

Je tiens à remercier, particulièrement, **Mlle Fatima** responsable de laboratoire, pour toute l'aide qu'il m'a apportée et son expérience qu'il m'a faite partager, ce qui m'a beaucoup servi durant mon stage.

Je conserve un remerciement spécial à **Mr. Er-rafik** directeur de la société SIOF et **Mr. Lazaar** responsable des ressources humaines, qui nous ont accueillis au sein de la SIOF.

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 terminerai cette partie en remerciant tous les enseignants du département **TACQ** à la FST de Fes pour leur encadrement, leur disponibilité, et leur aide qu'ils n'ont jamais hésité à nous apporter, particulièrement, Mme **Adiba KANDRI RODI** pour tous les efforts qui m'a pas épargné pour la conception de ce travail et surtout pour le soutiens et information qu'elle m'a apporté.

Ainsi je voudrais également remercier les membres du jury, Mme **S.SABIR**, Mme **K.MOUGHAMIR** et Mme **A. KANDRI RODI** pour avoir accepté de juger mon travail.

# Sommaire

Remerciement .....	01
Introduction.....	03
I.    Présentation générale de la SIOF .....	04
1) Présentation .....	04
2) Historique .....	04
II.   Produit fabriqués par la SIOF.....	05
III.  Raffinage, conditionnement et analyses de contrôle de qualité effectués à la SIOF.....	08
1) Description du procédé de raffinage de l'huile de soja .....	08
a) Démucilagination .....	10
b) Neutralisation .....	11
c) Décoloration.....	12
d) Filtration.....	12
e) Désodorisation.....	13
f) Fortification.....	13
2) Description des étapes de conditionnement .....	14
a) Remplissage et bouchage .....	14
b) Etiquetage et codage .....	15
c) Mise en carton.....	15
3) Analyses de contrôle de qualité effectuées au sein de la SIOF .....	15
a) Dosage de l'acidité de l'huile.....	16
b) Dosage de taux de savon .....	17
c) Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation .....	18
d) Excès de soude .....	19
4) Suivi des analyses au labo .....	20
IV.  Optimisation des pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation.....	21
1) Partie expérimentale .....	23
a) Variation de la température.....	23
b) Variation de la pression.....	24
c) Variation du temps de séparation.....	24
2) Vérification des résultats .....	25
Conclusion .....	27

# Introduction

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique (environ 100 %). La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés anti-oxydantes.

Cependant, de plus en plus soucieux de leur ligne et de leur équilibre alimentaire, les consommateurs (surtout les jeunes générations) tendent à réduire leur consommation de matières grasses. Face à cette crise, les industriels font preuve d'originalité en proposant des produits de plus en plus axés d'une part sur la praticité d'utilisation, et d'autre part, sur le côté naturel.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé 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.

Afin d'assurer cette qualité, il est essentiel de comprendre comment les propriétés des corps gras influencent les procédés de fabrication et les caractéristiques du produit fini.

Dans ce rapport, je vous présente deux parties essentielles :

- La première consiste à décrire les différentes étapes du procédé de raffinage, en suivant de près l'huile produite et en valorisant les différents paramètres qui peuvent influencer sur sa qualité.
- La deuxième consiste à l'optimisation des pertes d'huiles de soja au niveau de la pâte de neutralisation.

## I. Présentation général de la SIOF:

### 1) Présentation:

La **SIOF** « Société Industrielle Oléicole de Fès » est l'une des sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La **SIOF** dispose de deux sites industriels :

- Le 1er site se situe en zone industrielle *Sidi Brahim*, assure la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- Le 2ème est situé en zone industrielle *Dokkarat*, assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

La société dispose de plusieurs dépôts dans les principales villes marocaines : Oujda,

Casablanca, Oued Zem, Marrakech et Tétouan.

Quoique la **SIOF** produit une gamme variée d'huiles lui permettant de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme : **LESIEUR CRISTAL** «première sur les marchés des huileries au Maroc»

La **SIOF** possède une large gamme de produits avec une capacité de production de 150 t/j pour l'unité de raffinage. La production est assurée par 3 équipes 24h/24 et 7j/7.

### 2) Historique :

- **1961** : Création de la société industrielle oléicole de Fes (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 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.

## II. Produits fabriqués par la SIOF :

La société **SIOF** raffine, conditionne et commercialise une large gamme d'huiles et d'olives.



**FRIOR**: SIOF huile de tournesol est une huile saine avec que des avantages. Il contient une quantité élevée d'oméga 6 acides gras, ce qui est considéré comme favorable pour le contrôle du cholestérol sanguin.

**HUILE DE TABLE SURCHOIX** : L'huile de SIOF est faible en acides gras saturés et élevée en Omega 6. Elle a de nombreux avantages pour la santé, en particulier pour le cœur et a la capacité de contrôler le cholestérol. L'huile de SIOF donne de la saveur naturelle aux aliments. Enrichie en vitamine E naturelle et de la vitamine A et D.



**ANDALOUSIA** : huile de **grignons** raffinés.



**MOULAY IDRIS** : Huile d'olive Moulay Driss est entièrement réalisée avec des techniques naturelles. Avec une couleur vert foncé distinctive, la superbe huile d'olive est très fruitée et parfumé, avec une saveur de piquant agréable et persistante. L'huile d'olive Mly Driss est l'une des très rares huiles d'olive dans la Méditerranée, elle est produite à partir d'olives cultivées dans notre propre propriété dans la région de Fès, au Maroc.





- **L'huile de soja :**

L'huile de soja contient de l'acide oléique (23%), de l'acide linoléique (51%), et de l'acide alphalinoléique (7%). C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3.

- **L'huile de tournesol :**

L'huile de tournesol est l'huile végétale la plus riche en acides gras essentiels de la catégorie des Oméga-6. On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des Oméga-3.



- **L'huile d'olive :**

C'est la matière grasse extraite des olives (fruits de l'olivier) lors de la trituration dans un moulin à l'huile.

- **L'huile de grignon :**

On distingue trois types d'huile de grignon d'olive, à savoir :

**Huile de grignons d'olive brute** : obtenue par traitement au solvant de grignon d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par tout mélange avec des huiles d'autre nature.

**Huile de grignons d'olive raffinée** : huile obtenue par le raffinage d'huile de grignons d'olive brute.

**Huile de grignons d'olive** : obtenue par mélange des huiles brutes et raffinée. La matière grasse de grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.



### **III. Raffinage, conditionnement et Analyses de contrôle de qualité effectués au sein de la SIOF :**

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils)

Dès l'arrivée de l'huile, elle sera stockée dans des cuves en acier qui sont réservées, ensuite à l'aide d'un échangeur à plaques, l'huile sera chauffée à des températures entre 85- 90C. A la sortie d'échangeur, l'huile chauffée passe par une cuve de lancement où s'effectue une filtration générale de l'huile brute (empêche les particules mécaniques). Pendant cette opération, l'huile perd sa chaleur et donc on la réchauffe en passant par un échangeur tubulaire. Puis pompée par une pompe vers le circuit de Démucilagination.

#### **1) Description du procédé de raffinage de l'huile de soja :**

Le raffinage de l'huile de soja comporte différentes étapes :

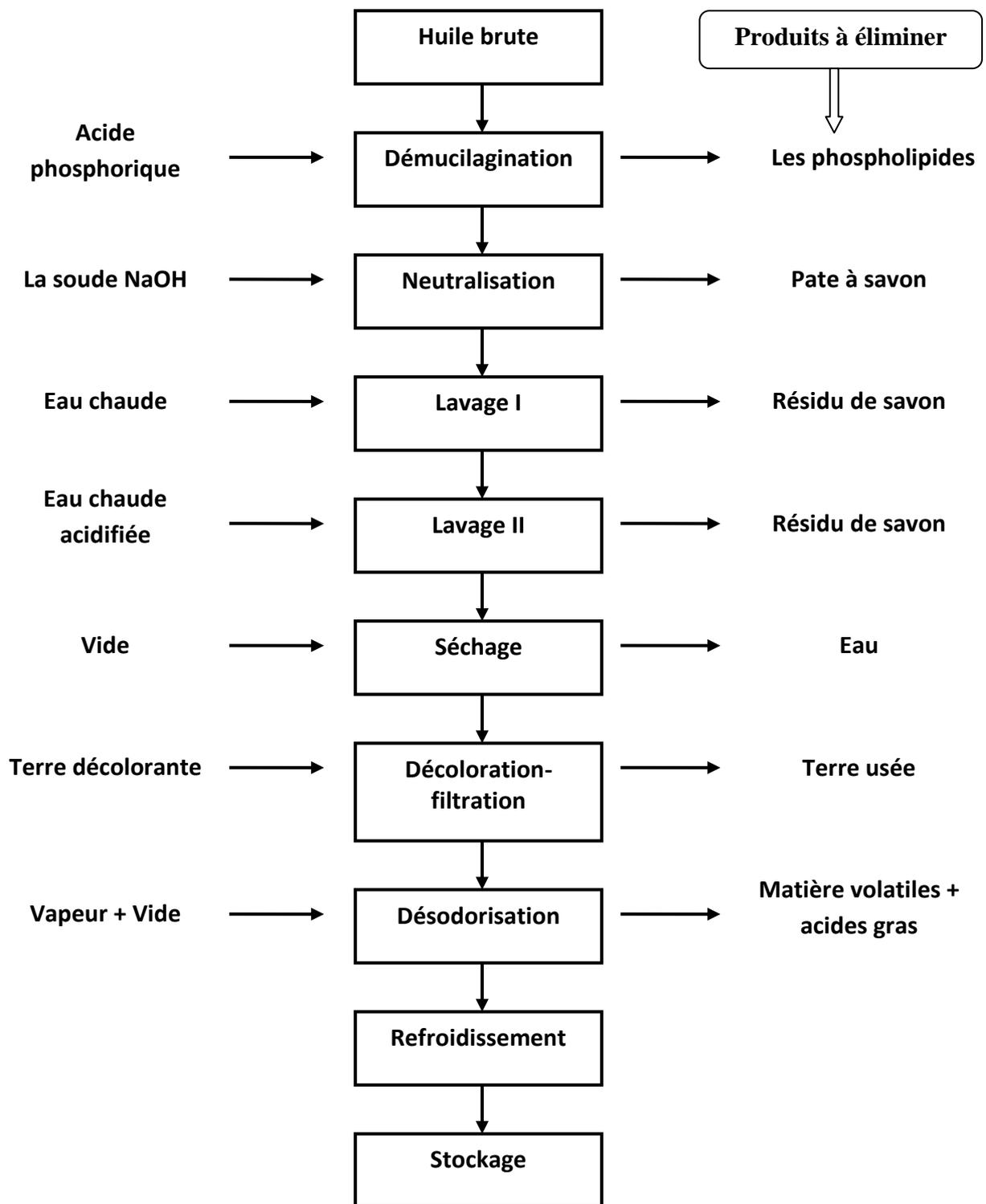


Figure 1 : Les différentes étapes du raffinage des huiles

### a) Démucilagination:

Cette opération comprend les étapes suivantes :

- Stockage et alimentation : l'huile brute de soja est stockée dans des cuves qui sont réservées. Avant de subir la démucligation, cette huile filtrée par les filtres d'avant pompe, puis pompée vers le circuit de neutralisation.
- Chauffage : il a lieu dans un échangeur tubulaire par la vapeur d'eau. L'huile brute entre au 1er échangeur à 22-30°C et sort du 2ème à 85-90°C.
- Injection de l'acide : la solution d'acide phosphorique, est injectée à l'aide d'une pompe avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide. Le mélange passe dans un 1er mixeur puis dans un bac de contact.

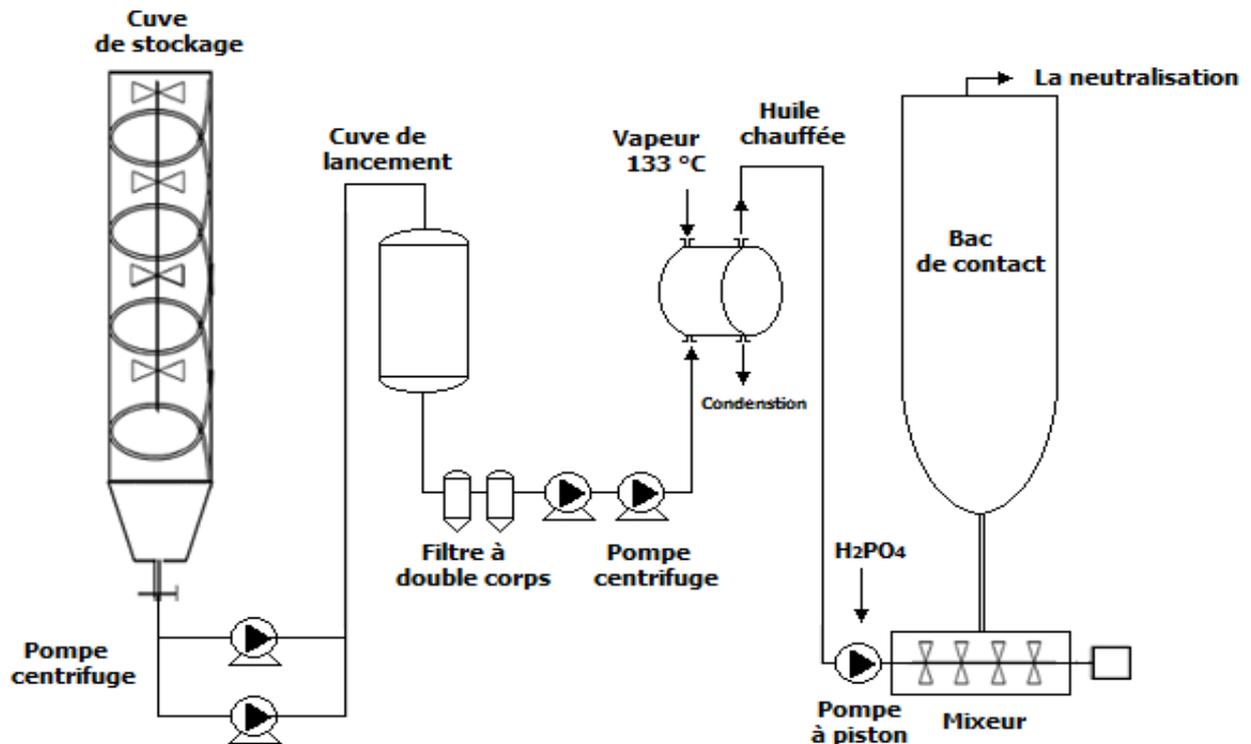


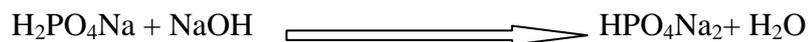
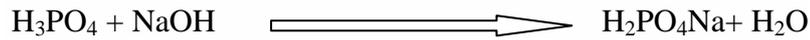
Figure 2 : Les étapes de démucligation

## b) Neutralisation :

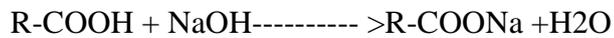
- Injection de la soude : elle se fait grâce à une pompe, le mélange huile et soude sont homogénéisés dans le mélangeur.

Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont:

- ✓ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique ajouté pour dégommer les huiles :



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



Acide gras+ base ----- > savon + eau

- Séparation : elle a lieu dans une centrifugeuse, le but de cette séparation est de donner une huile à 1200ppm de savons.
- Lavage (eau + acide citrique) : il se fait sur deux étapes : Le premier lavage se fait dans un séparateur et donne une huile lavée à une teneur de 300ppm de savons. Le deuxième lavage a lieu dans un autre séparateur donnant une huile à une teneur en savons de 50ppm.

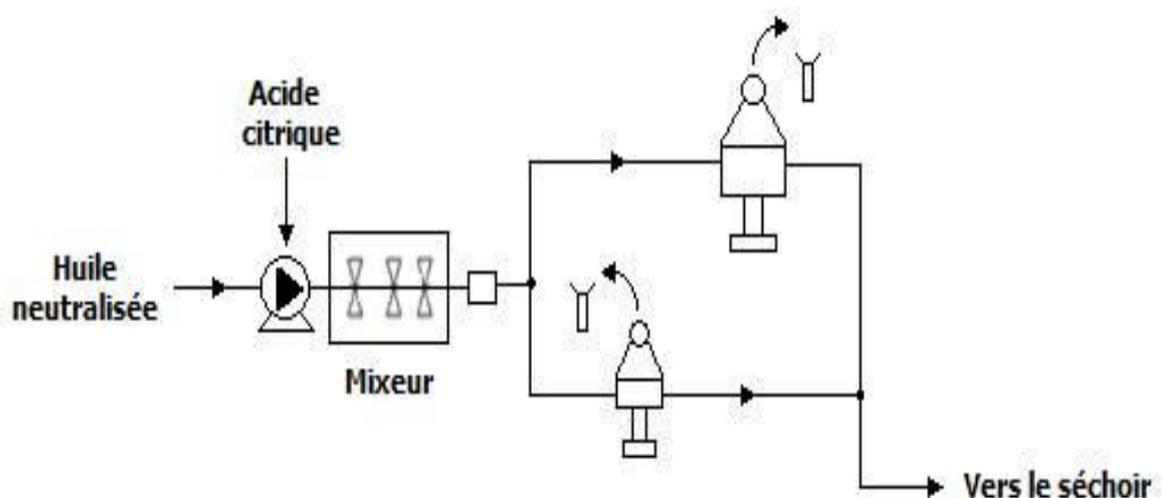


Figure 4 : lavage

- Séchage: un réservoir mis sous vide et prévu pour éliminer le reste d'eau après les deux lavages. A la fin de la neutralisation, l'huile est envoyée vers un bac où va commencer la décoloration.

### **c) Décoloration :**

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

La décoloration est le plus souvent obtenue par adsorption de ces substances sur un matériau spécifique. Le matériau adsorbant le plus largement utilisé est la terre ou l'argile décolorante

#### **Le rôle de la terre décolorante :**

C'est une terre argile traité par de l'acide citrique pour augmenter la polarisation de cette terre. A l'aide du phénomène d'adsorption, la terre quillâtes les pigments de couleur.

L'acide citrique à comme but de bruler tout trace de :

- ✓ Savon.
- ✓ la soude caustique.
- ✓ et les phospholipides.

### **d) Filtration :**

L'huile lavée est séchée sous vide avant de passer à l'étape suivante (Désodorisation). L'huile lavée, qui est à une température de 86°C, passe à travers des conduites et pulvérisée dans la section puis évacuée dans le séchoir continu sous vide, ce qui permet le contrôle de la teneur en humidité de l'huile lavée à moins de 1% mais le plus souvent elle sort à une teneur de 0.05% d'humidité pour être stocker dans des citernes.

### e) Désodorisation :

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

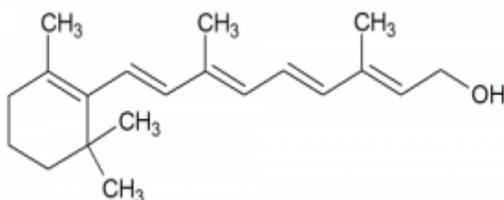
La désodorisation est la dernière phase du raffinage des huiles. Son but est d'éliminer les acides gras et les substances odoriférantes (aldéhydes et cétones), par entraînement à la vapeur sous vide et à température élevée.

Au début l'huile décolorée passe vers le bac de réception de la section de désodorisation. Cette opération consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide et soumise à une haute température variant entre 220 et 260°C

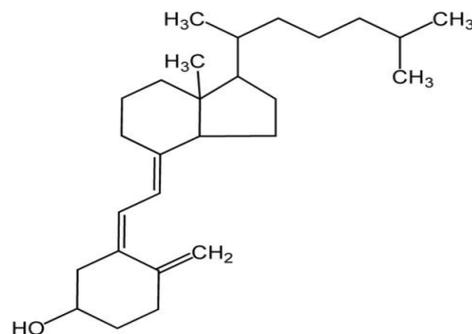
### f) Fortification :

L'huile finie destinée au conditionnement subit une fortification par les deux vitamines A et D3 pour améliorer l'état nutritionnel afin que toutes les personnes puissent avoir, une alimentation fournissant de l'énergie et toutes les macros et micronutriments nécessaires permettant une vie saine et productive.

#### **Vitamine A :**



#### **Vitamine D3 :**



✚ L'huile finie enrichie avec les vitamines A et D3, est pesée puis stockée

## **2) Description des étapes de conditionnement :**

C'est la dernière étape de processus de production .Elle consiste au soufflage de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffiné.

il est équipé par différentes machines françaises et italiennes.

Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne ½ ℓ / 1ℓ
- Une ligne 2 ℓ/ 5ℓ

### **Etapas du conditionnement :**

1. Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes pour que la matière devienne moule.
2. Un étirage par une tige d'élongation donne à la bouteille la hauteur prévue.
3. Le pré soufflage avec une pression de 7 bars, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.
4. Le soufflage est réalisé à une pression de 40 bars.
5. A l'aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale de la bouteille.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenues, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseur.

#### **a) Remplissage et bouchage :**

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse, qui seront par la suite fermées dans la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport.

### **b) Etiquetage et codage :**

Après vient le rôle de l'étiqueteuse pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 150°C. Une fois étiquetées, elles seront datées et dirigées vers l'encaisseuse.

### **c) Mise en carton :**

Après cette étape les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où ils seront remplis dans des cartons qui sont remis par la Formeuse qui leur donne une forme parallélépipédique. Les cartons sont par la suite fermés et datés puis encaissés manuellement et enfin stockés.

## **3) Analyses de contrôle de qualité effectuées au sein du laboratoire :**

Les analyses effectuées au laboratoire de la société SIOF ont pour rôle de garantir la qualité des huiles produites en faisant des contrôles qui se basent sur des techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

<b>Echantillon</b>	<b>Analyses</b>
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impuretés, taux d'humidité
Huile démulcinée(M)	Acidité
Huile neutralisée(S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pâte de neutralisation	Acidité
Huile séchée(HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtré (F)	Acidité
Entrée de désodoriseur(ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale

On s'intéressera sur l'acidité de l'huile neutralisée, son taux de savon et l'acidité de la pâte de neutralisation.

### a) Dosage de l'acidité de l'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 :
  - 5g d'huile brute.
  - 10 g d'huile neutralisé, séchée, décolorée, filtrée et désodorisée.
- On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage.

#### Expression du résultat :

\* 282 : Masse molaire d'acide oléique (g/mol).

\* V : Volume de KOH versé (ml).

\* N : Normalité de KOH (0,1N).

\* PE : Prise d'essai (g).

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

#### ➤ Norme :

	Opération effectuée	Normes
L'huile de Soja	Neutralisation	≈ 0.04-0,06%

## **b) Dosage de taux de savon :**

### **Définition :**

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles raffinées exprimée en milligramme d'oléate de sodium dans un kilogramme de matière grasse, pour savoir si on a une perte d'huile ou non. Il est effectué sur l'huile neutralisée, séchée et désodorisée.

### **Mode opératoire :**

- On prend un ballon (lavé avec l'acétone à 3%) dont on met 40 ml de l'acétone à 3%.
- On ajoute 7 gouttes de bleu de bromophénol => **Coloration jaune.**
- On ajoute 10 g d'huile.
  - Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.
  - Si l'huile contient du savon, on a un changement de couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas :
- on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

### **Expression des résultats :**

\* 304 : Masse molaire d'oléate de sodium (g/mol).

\* V : Volume de HCl versé (ml).

\* N : Normalité de HCl (0,01N).

\* PE : Prise d'essai (g).

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

### **➤ Norme :**

	<b>Opération effectuée</b>	<b>Normes</b>
<b>L'huile de Soja</b>	Neutralisation	1200-1400 ppm
	Séchage	< 50ppm
	Décoloration	0 ppm
	Désodorisation	0 ppm

### **c) Dosage de 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 environ 10 g de la pâte dans un ballon, on ajoute 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'acide sulfurique, 7 ml d'eau distillé et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- On met le ballon dans un chauffe ballon et on laisse le mélange chauffé jusqu'au virage de coloration vers le marron. Après le mélange est versé dans une ampoule à décanter, on extrait 3 fois avec 25 ml d'hexane extra pur, puis les phases organiques sont rassemblées et lavées 2 fois avec l'eau chaude, on filtre sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau dans un ballon taré, on ajoute à peu près 150 ml d'hexane et on met le ballon sous un soxlet et un réfrigérant pour récupérer les traces d'huile collant sur le papier filtre et éliminer l'hexane. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min puis refroidi dans le dessiccateur.
- On pèse la quantité de matière grasse et on détermine son acidité en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au **rose pâle**.

#### **Expression des résultats :**

\* 282 : Masse molaire d'acide oléique (g/mol).

\* N : Normalité de KOH (1N).

\* PE : Prise d'essai (g).

\* V : Volume de KOH versé (ml).

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

➤ **Norme :**

**La norme de la pâte doit avoir :** Une acidité  $\geq 60\%$

**d) 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 (saponification parasite).

**Mode opératoire :**

- Dans un bêcher où 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.  $\implies$  **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.

$\implies$  **Excès de soude =  $n \cdot 5\%$**

n = le nombre d'ajout de 5 ml d'huile brute.

#### 4) Suivi des analyses au laboratoire :

La détermination de l'acidité et le taux de savon au cours du processus de raffinage nous permettent la modification des conditions de raffinage (quantité d'acide phosphorique et de soude ajoutée, contre pression,...) dans le but d'avoir une huile qui correspond aux normes avec des caractéristiques bien précises.

En cas d'anomalie, l'équipe de la raffinerie doit être avertie pour effectuer toutes les modifications nécessaires le plus vite possibles.

Au cours de mon stage, j'ai suivi le développement de ces analyses et plus spécifiquement l'acidité de l'huile et de la pâte et le taux de savon au niveau de la neutralisation car ces derniers connaissent une grande variation et doivent être contrôlés plus de deux fois par jour.

On a effectué ces analyses sur l'huile de soja 4 jours successifs et on a constaté les résultats du tableau ci-dessous :

Jour d'analyse	Acidité (%)	Taux de savon (ppm)	Acidité de la pâte (%)
1er jour	0,038	716	50,6
2ème jour	0,053	625,13	63,42
3ème jour	0,039	602,33	54,34
4ème jour	0,055	581,98	55,08

**Pour l'acidité de l'huile :** Si la valeur est supérieure à 0,06 % on ajoute la soude pour neutraliser l'huile, et si c'est le contraire (inférieure à 0,04%) on diminue la quantité de la soude.

**Pour le taux de savon :** Les résultats du taux de savon sont acceptables par rapport aux normes

**Pour l'acidité de la pâte de neutralisation :** La pâte doit avoir une acidité supérieure à 60%, une acidité inférieure signifie qu'il y a perte d'huile, si ce n'est pas le cas les responsables doivent être informés afin d'effectuer toutes les modifications nécessaires au cours de la neutralisation.

## **IV. Optimisation des pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation :**

L'étape de neutralisation permet essentiellement d'éliminer les acides gras libres par transformation en savons et séparation, ainsi que divers composés résiduels (phospholipides, composés de nature protéique, etc.).

Le procédé traditionnel comprend les phases suivantes : addition d'une solution de soude, mélange, séparation par centrifugation, lavages à l'eau, séparation puis séchage sous vide. Le procédé génère des pâtes de neutralisation (qui peuvent être valorisées en savonnerie, par exemple). La quantité de soude à employer est calculée à partir de l'acidité de l'huile.

Cette étape là est la plus critique car on peut avoir des fuites d'huile dans la pâte ou de la pâte dans l'huile. On cherche quelle sont les paramètres qui peuvent influencer sur cette séparation, on trouve :

- la température de l'huile à neutralisée.
- La contre-pression du séparateur.
- Le temps de séparation.
- la concentration de la soude utilisée.

On doit trouver les conditions optimales pour optimiser les pertes des huiles au niveau de la neutralisation. Pour cela ce travail va être divisé en deux parties :

- La première consiste à trouver ces conditions en modifiant chaque fois l'un de ces paramètres.
- La deuxième a pour but de vérifier les résultats, en fixant les paramètres idéaux trouvés précédemment.

### **✓ La température :**

La température est un facteur important lors de la neutralisation. La réaction de saponification est caractérisée par sa lenteur ce qui peut causer la saponification de l'huile neutre et pour cela dès le début de raffinage, l'huile brute est portée de la température

ambiante (température de stockage extérieure) puis à une température qui a voisine les 90C° pour accélérer la réaction de saponification.

✓ **Le temps de séparation :**

C'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases, légère qui contient de l'huile neutre et lourde composée de pâte de neutralisation, celui-ci varie d'une huile à l'autre selon sa quantité en phospholipides, en acides gras libres et les impuretés qu'elle contient.

✓ **La contre pression:**

La contre pression est un élément aussi important et qu'il faut contrôler tout au long de notre opération, l'intervalle de variation de pression est limité entre 1bar à 2 bars. Car si on dépasse cette limite de 2 bars on risque le passage d'huile dans la pâte de neutralisation; et si on a atteint pas 1 bar on risque le passage d'une grande quantité des savons dans l'huile neutralisée.

✓ **Concentration de la soude :**

La soude ajoutée est de concentration variante entre 16-20 Be°, il faut respecter cet intervalle car si on le dépasse on a la possibilité de produire une saponification partielle des triglycérides composants de l'huile brute. Cette réaction, appelée «saponification parasite », est totalement nuisible puis qu'elle augmente en grande mesure les pertes et doit donc être évitée.

Et si la concentration est inférieure à 16 Be°, les acides gras risquent de ne pas être tous neutralisés et donc avoir une mauvaise qualité de l'huile neutre.

Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits via plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique à chaque étape du raffinage qu'elle vécue plusieurs difficultés, ce qui la rend un point très critique.

### 1) Partie expérimentale :

Au sein la SIOF le rendement de l'huile de soja raffiné ne dépasse pas les 80% lors de l'étape de neutralisation dans le procédé de raffinage, c'est à dire des pertes de 20%.

Pour cela, on a varier les différents paramètres qui peuvent influencer sur le rendement de l'huile afin de préciser qu'elles sont les meilleurs valeurs pour obtenir une bonne huile qui correspond au normes on mesurant l'acidité, le taux de savon et l'acidité de la pâte.

Lorsque l'acidité de la pâte augmente, on dit que le rendement est on amélioration.

Pour cela on varie la Température de l'huile brute, les résultats son donnés dans le tableau suivant :

#### a) Variation de la température :

Température	Acidité (%)	Taux de savon (ppm)	Acidité de la pâte (%)
75°C	0,023	465,3	38,45
80°C	0,058	475,6	22,56
85°C	0,059	496,3	37,10
90°C	0,022	528,9	52,92
95°C	0,032	510,67	65 ,46
105°C	0,096	406	60,42

#### **Interprétation :**

On interprétant les résultats, on constate que la valeur optimale pour l'acidité de la pâte est de 65,46% qui correspondent à 95°C.

La bonne séparation correspond donc à 95°C où l'acidité de la pâte sera élevée et de là le rendement sera également élevé.

### **b) Variation de la pression :**

La pâte de neutralisation est séparée de l'huile à une certaine contre pression qu'il faut contrôler afin d'optimiser sa valeur. Pour cette raison il était nécessaire d'effectuer quelques essais de séparation de l'huile neutre en faisant varier la contre-pression, en maintenant la température constante à 95°C.

Sur un intervalle de contre pression entre 1 et 2,5 Bar, on prend des échantillons de la pâte et on suit l'évolution de leur acidité ainsi que l'acidité de l'huile brute et son taux de savon, les résultats sont cités dans le tableau ci-dessous :

Pression (bar)	Acidité(%)	Taux de savon (ppm)	Acidité de la pâte(%)
1	0,046	577,6	59,42
1,5	0,052	729,6	66,35
2	0,031	383,06	53,71
2,5	0,063	363,7	50,2

### **Interprétation :**

On constate que la valeur optimale de l'acidité de la pâte est 66,35% et qui correspondent à 1,5 Bar.

Donc la bonne séparation se fait à une pression de 1,5 Bar où l'acidité de la pâte sera élevée et le rendement sera également élevé.

### **c) Variation du temps de séparation :**

La centrifugeuse qui sert à séparer l'huile neutre de la pâte de neutralisation nécessite un débouage de la machine afin d'évacuer les précipités qui restent en suspension. Il faut donc régler ce temps de séparation et chercher à l'optimiser afin d'obtenir un meilleur rendement.

A SIOF la séparation entre la pâte de neutralisation et l'huile neutre se déroule dans un temps variable entre 1400 et 800 s donc il est très important de trouver le temps qui donne le meilleur rendement.

Temps de séparation (s)	Acidité(%)	Taux de savon (ppm)	Acidité de la pâte
300	0,05	309,6	52,57
500	0,048	614,52	56,82
700	0,06	610	63,4
900	0,049	658	66,18
1100	0,057	667	58,8

Pour cette raison, on fait varier le temps de séparation et on fixe la température à 95 et la pression à 1,5 Bar, les résultats obtenus sont les suivantes :

### **Interprétation :**

Le temps de séparation croît de 300s à 900s, dans ce domaine une légère augmentation au niveau de l'acidité de la pâte est observée et elle atteint son maximum à 66.18% pour un temps de séparation = 900s

On peut conclure que la bonne séparation se fait à 900s où l'acidité de la pâte sera élevée et le rendement sera également élevé.

### **2) Vérification des résultats :**

Pour confirmer les résultats trouvés, on a réalisé les analyses d'acidité, taux de savon et la pâte de neutralisation au niveau de séparateur sur un échantillon en fixant les paramètres suivants :

- ✓ Température : 95°C
- ✓ Pression : 1,5 Bar
- ✓ Temps de séparation : 900s

L'étude menée montre qu'en fixant les valeurs des paramètres influents sur la séparation de l'huile et des pâtes de neutralisation tels que,  $T=95^{\circ}\text{C}$ ,  $P=1,5$  bar,  $t=900\text{s}$  on arrive à avoir une huile d'une acidité de 0,04 %, un taux de savon de 763 ppm et une pâte de neutralisation avec une acidité de 60,5% qui sont bien dans les normes.

Ceci nous amène à avoir des pertes moins abondantes d'huile, autrement dit, à bien augmenter le rendement d'huile lors de la production.

# Conclusion

Le raffinage permet d'éliminer les composés indésirables de l'huile de soja brute, à savoir les phospholipides (démucilagination), les acides gras libres et pigments (neutralisation et décoloration), et les composés odorants (désodorisation).

Cependant, il reste une technologie dépendante du savoir faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico- chimiques spécifiques et de stabilité des différentes huiles. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque huile brute les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables sans dégrader ou perdre ses constituants originaires intéressants.

SIOF réunit cette double compétence technologique et scientifique et apporte l'environnement et l'expérience nécessaire pour développer des travaux d'optimisation et d'innovation de cette technologie.

Le projet réalisé s'est apparu intéressant et enrichissant pour mon expérience professionnelle, grâce à ce stage, j'ai travaillé sur un projet qui m'a permis d'entrevoir en quoi consiste le travail de groupe ainsi que d'approfondir les connaissances théoriques et pratiques dans le domaine des corps gras et leurs technologies de production, aussi de connaître à l'échelle industrielle, les traitements obligatoires et indispensables que subissent les huiles avant leur consommation.

D'après l'étude réalisée durant ce stage, on est arrivé à atteindre un bon rendement d'huile de soja et ceci grâce à une optimisation qui a touché trois paramètres importants, une température d'huile de 95°C, une contre pression de 1,5 bar, et un temps de séparation de 900s, sachant que le 4ème paramètre qui est la concentration de la soude reste constant à 16°Be, ceci nous a donné des résultats qui sont bien dans les normes et de là, les pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation seront moins abondantes.

Fort de cette expérience et en réponse à ses enjeux, j'aimerais beaucoup par la suite essayer de m'orienter via un prochain stage, vers le même secteur d'activité. Car c'est un secteur qui est toujours en évolution et où je peux toujours apprendre des nouvelles choses.