



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Le suivi des paramètres influençant l'acidité de la
pâte de neutralisation de l'huile de soja**

Présenté par :

- ◆ BEN HOUMMADA Nada

Encadré par :

- ◆ Mme F. BOUSSLAMI (SIOF)
- ◆ Pr As. BOUAYAD (FST)

Soutenu Le 07Juin 2017 devant le jury composé de:

- Pr Aw. BOUAYAD
- Pr K. MISBAHI
- Pr As. BOUAYAD

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2016 / 2017

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

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

Remerciements

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

J'adresse mes remerciements à Monsieur **KHALIL LAHBABI** président directeur général de la société industrielle oléicole de Fès, qui m'a offert l'opportunité d'effectuer mon stage au sein de la société SIOF.

Mes chaleureux remerciement vont à mon professeur, **Mr ALILOU El Houssine de la FST Fès** qui m'a beaucoup aidé dans ma recherche de stage et m'a permis de postuler dans cette entreprise. Son écoute et ses conseils m'ont permis de cibler mes candidatures, et de trouver ce stage qui était en totale adéquation avec mes attentes.

Je tiens à remercier vivement **Mr BOUAYAD Abdelouahed**, pour son soutien, son critiques et les orientation que m'a apporté afin de réaliser ce travail.

J'adresse également mes remerciements à :

Mr BOUAYAD Abdessalam mon encadrant de stage pour ses conseils, ses directives et recommandations.

Mme BOUSSLAMI Fatiha responsable du laboratoire des analyses physico-chimique mon encadrant au sein de la SIOF de m'avoir tant donné et aidé dans les différentes tâches et étapes de ce stage.

Je n'oublie pas de dire un grand merci à toutes les personnes, tous Les employés, tous les professionnels pour le temps qu'ils m'ont donnée pour me guider, m'orienter et pour leur encadrement, leur soutien et leur compréhension durant toute la période de stage.

Sincèrement et cordialement je profite de cette occasion pour les remercier et en particulier **Mr .EL KASSIMI** et **Mr. Youssef**.

Je remercie également les membres de jury, **Mr AW. BOUAYAD** et **Mr K. MISBAHI** de nous avoir honoré de leur présence et de porter leur jugement sur ce modeste travail.

Dédicace

Je tien à dédier cet humble travail :

- ✓ A mes chers parents avec tous les sentiments de respect, d'amour, gratitude et de reconnaissance pour tous les sacrifices déployés pour assurer mon éducation et mes études dans les meilleures conditions ;
- ✓ A mes professeurs sans exception, pour leurs efforts afin de m'assurer une bonne formation ;
- ✓ A mes amis (es) et tous ceux que j'aime pour leurs encouragements et leurs soutiens ;
- ✓ A tous ceux qui ont veillé à ce que ce travail soit à la hauteur ;

Merci infiniment.

Liste des tableaux et figures :

Tableau 1 : Les différentes analyses effectuées au sein de la SIOF.

Tableau 2 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la Température.

Tableau 3 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression de séparateur.

Tableau 4 : variation de l'acidité de la pâte en fonction du temps de séparation.

Figure 1 : Organigramme de la SIOF.

Figure 2 : l'étape de décirage pour l'huile de Tournesol ou de Grignon

Figure 3 : Schéma général du raffinage.

Figure 4 : l'étape de la démucilagination.

Figure 5 : schéma de la neutralisation de l'huile.

Figure 6 : vitamines A et D₃

Figure 7 : Séparateur S1.

Figure 8 : influence de la variation de la température sur l'acidité de la pâte.

Figure 9 : influence de la variation de la contre pression sur l'acidité de la pâte.

Figure 10 : influence de la variation du temps de séparation sur l'acidité de la pâte.

Sommaire

Introduction:	1
----------------------------	----------

Chapitre 1 Présentation de la SIOF

A. Aperçu de la SIOF.....	3
1. Historique.....	3
2. Présentation.....	4
3. Organigramme	4
B. Présentation de l’huile élaborée par SIOF.....	5
1. Huile d’olive	5
2. Huile de soja	5
3. Huile de grignon	6
4. Huile de tournesol	7

Chapitre 2 Procédé de Raffinage et analyses effectuées au sien du laboratoire de la SIOF

I. Introduction	9
II. Raffinage	9
1. Définition.....	9
2. Principe.....	9
III. Les étapes du raffinage de l’huile de soja :.....	13
1) Préparation de l’huile	13
2) Démucilagination (ou dégomme) :.....	13
3) Neutralisation	14
4) Lavage	15
5) Séchage	16
6) Décoloration	16
7) Filtration	17
8) Désodorisation	18
9) Fortification	18
IV. Différentes analyses effectuées au sein de laboratoire de la SIOF	19

Chapitre 3 Le suivi des paramètres influençant l’acidité de la pâte de neutralisation

I. Problématique.....	21
II. Analyses de l’acidité de la pate de neutralisation.....	22
III. Les paramètres qui influencent l’acidité de la pâte de neutralisation.....	23
1. Variation de la température	23
➤ Résultats et interprétation.....	23
2. Variation de la contre pression de séparateur	25
➤ Résultats et interprétation.	25
3. Variation du temps de séparation	26
➤ Résultats et interprétation.....	26
IV. Conclusion générale	28

Introduction

L'Industrie Agroalimentaire (IAA) représente un des secteurs moteurs de l'économie marocaine et bénéficie d'une forte base agricole et d'un soutien gouvernemental important. Elle contribue à près de 29% à la valeur ajoutée industrielle et de 25% à l'emploi. Ce secteur regroupe un ensemble des activités allant du producteur au consommateur.

Une huile alimentaire est une huile végétale comestible extraite à partir des plantes oléagineuse comme : le soja, l'olive, le tournesol et le colza, elle est fluide à une température de 15C° et produite par le secteur agroalimentaire quand elle est destinée à la commercialisation.

SIOF occupe les premières places au sein des sociétés agro-industrielles marocaines. Elle est également l'un des opérateurs leaders dans son secteur à l'échelle national.

L'entreprise produit et commercialise une gamme étendue d'huiles de grande qualité, à travers des marques qui ont pu conquérir l'adhésion et la fidélité de millions de consommateurs depuis plusieurs années.

Parmi ces produits, l'huile de soja la plus consommée à travers le monde, le passage de cette huile par un procédé de raffinage est obligatoire afin d'avoir une huile comestible puisqu'elle provient d'une huile brute non comestible.

Dans ce cadre, j'avais l'honneur d'effectuer mon stage de fin d'étude au niveau du service raffinage au sein de la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF), de suivre les paramètres influençant l'acidité de la pate de neutralisation au cours du procédé de raffinage et plus précisément à l'étape de la neutralisation, afin de minimiser les pertes d'huile et alors d'augmenter le rendement.

Mon rapport sera présenté en trois chapitres :

- **Chapitre 1** : une présentation générale de la SIOF.
- **Chapitre 2** : une explication du procédé de raffinage industriel de l'huile de soja, ainsi les analyses effectuées au sien du laboratoire de la SIOF.
- **Chapitre 3** : le suivi des paramètres influençant l'acidité de la pate de neutralisation.

Chapitre 1 :

Présentation de la SIOF

A- Aperçu de la SIOF

La SIOF « Société Industrielle Oléicole de Fès » est considérée parmi les 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 assure le raffinage de 4 produits

SIOF: huile de table raffinée à base de soja.

Moulay Idris: huile d'olive vierge courante.

Andaloussia : huile de grignon d'olive.

Frior : huile de friture, 100% tournesol.

Remarque : « Moulay Idriss : huile non raffinée ».

1)-Historique

Avec un capital qui atteint **30.000.000dhs**, le chiffre d'affaire plus de **200 millions** dont les actions sont répartis entre la famille **LAHBABI** (9 associés).

La SIOF a été créée en **1961** sous forme d'une société à responsabilité limitée (S.A.R.L), l'activité de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.

En **1972**, la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour les matériaux nécessaire au remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (½ l, 1l, 2l, 5l).

En **1977**, et grâce à cette nouvelle installation, la société est devenue un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits.

En **1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au lancement de la première campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du Royaume, le recrutement des représentants et surtout l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) avec deux matériaux de remplissage. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

En **1980**, et afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage d'une capacité de **30000** tonnes par an.

A partir de **1985**, elle s'est transformée en une société anonyme S.A avec un capital de **52 millions de dirhams** dont les actions sont réparties entre la famille **LAHBABI**.

En **1993**, l'entreprise a mis en place une raffinerie d'huile brute à base de soja.

En **1994**: recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise.

En **2003-2004** : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles **PET** (Type de plastique). Pour le conditionnement des huiles en format (1/2L, 1L, 2L, 5L).

2)-Présentation de la SIOF

Actuellement , la SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1er se situe à la zone industrielle **Sidi Brahim**, assurant la trituration des olives, la production de conserve d'olives et l'extraction de l'huile de grignon.
- Le 2ème se situe à la zone industrielle **Dokkarat**, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3ème site est une ferme localisée dans les régions **d'Ain Taoujdat** dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

3)-Organigramme

L'aspect organisationnel de la SIOF ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein des autres établissements, il se présente de la manière suivante :

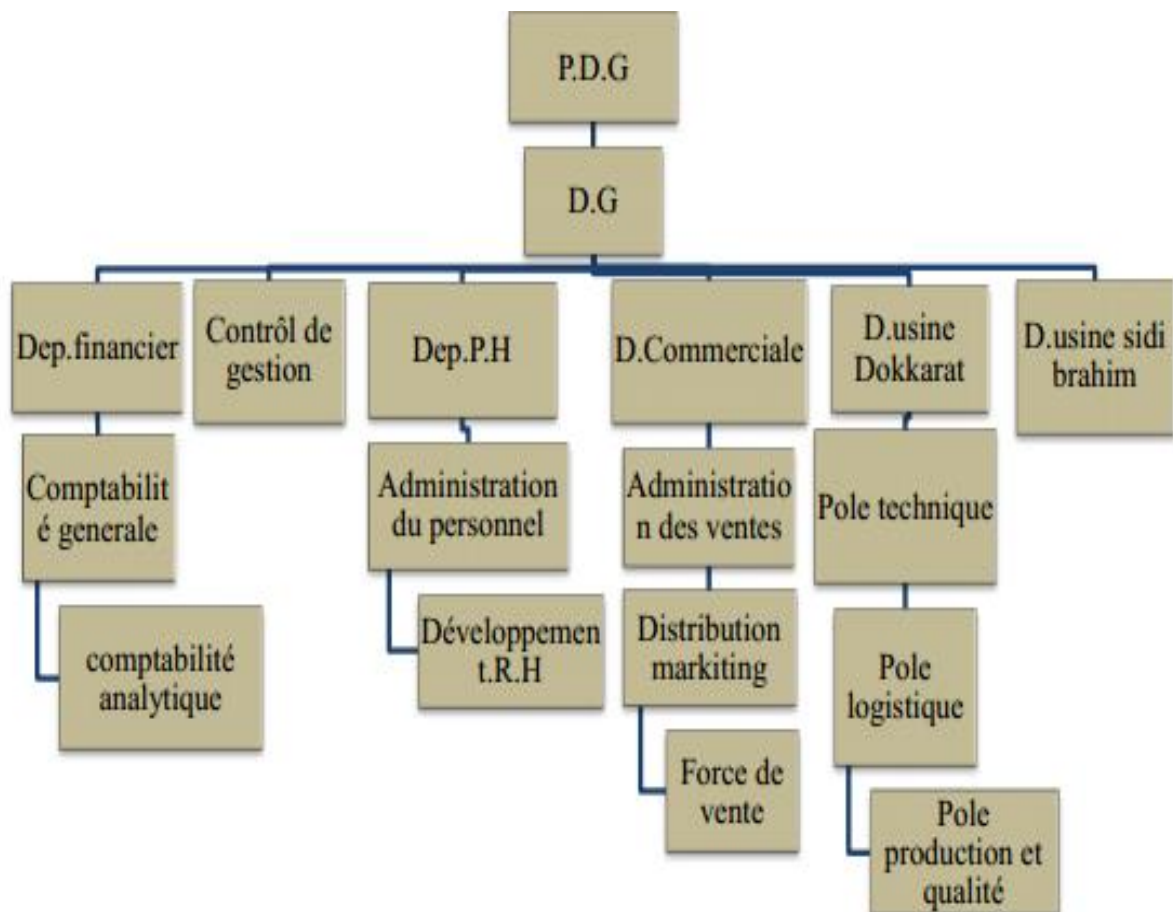


Figure 1:Organigramme de la SIOF.

B- Présentation de l'huile élaborée par la SIOF

1. Huile d'olives



Le terme huile d'olive désigne exclusivement l'huile extraite du fruit de l'olivier, l'huile d'olive dont le bon goût et les bienfaits pour la santé sont largement reconnus, se confond avec le paysage et l'histoire du bassin méditerranéen.

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

L'huile d'olive contient :

- 14% d'acide gras saturés.
- 74% d'acides gras mono-insaturés (acide oléique).
- 8% d'acides gras polyinsaturés.
- Vitamines : A, D, E et K.
- Autres composés.

Remarque: pour l'huile d'olive à la réception elle subit un test d'acidité, si cette dernière est élevée l'huile passe dans le raffinage, sinon elle passe au stockage.

2. Huile de Soja



Les graines de soja sont riches en lipides, et sont orientées vers la production d'huile de soja. L'huile de soja extraite de la fève par broyage ou extraction chimique est jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en vitamine E, acides gras

polyinsaturés et la lécithine, elle ne supporte pas la chaleur et doit être utilisée uniquement en assaisonnement.

L'huile de soja contient :

- 14,4% d'acides gras saturés.
- 23% d'acides gras mono-insaturés.
- 57,9% d'acides gras polyinsaturés.
- 6,8% d'acide linoléique (Oméga-3).
- 51% d'acide linoléique (Oméga-6).

3. Huile de Grignon



Les grignons d'olive sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive. Composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultats de l'extraction d'huile.

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

NB : Les grignons purs se présentent comme un très bon Combustible, d'emploi facile et doté d'un pouvoir calorifique élevé, qui peut être utilisé comme substitut du bois de chauffage en granulés pour chaudières.

4. Huile de tournesol :



L'huile de tournesol est extraite des graines soit Par Broyage ou extraction. Sa saveur est douce, elle rappelle le gout de la graine de tournesol fraîche. C'est une huile très fluide d'un jaune plus ou moins pâle. Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en Vitamine E (tocophérol).

L'huile de tournesol est l'huile 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 et % d'acide linoléique (C18:2 w-6 polyinsaturé).

L'huile de Tournesol contient :

- 67% d'acide linoléique (C18:2-w-6 polyinsaturé).
- 19,7% d'acide oléique (C18 :1-w-9 mono-insaturé).
- 6% d'acide palmitique (C16 :0 saturé).
- 5% d'acide stéarique (C18 :0 saturé).

Remarque: Cn: p-w- m

n : nombre d'atomes de carbones

p : nombre de doubles liaisons

m : position de 1er double liaison (de gauche à droite (w))

Chapitre 2 :

Procédé de Raffinage et analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF

I – introduction

Les huiles brutes renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation.

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

Il existe deux types de raffinage :

- ✓ Le raffinage chimique.
- ✓ Le raffinage physique.

Le choix entre les deux types de raffinage se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés.

NB : La SIOF effectue un raffinage chimique

II- Raffinage

1° Définition

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiable, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité.

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

2° Principe

Le principe de raffinage des huiles brutes consiste à corriger des défauts non désirés, comme l'acidité, la couleur, l'odeur et la saveur, c'est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute (non comestible) en un produit comestible, en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

Le raffinage nécessite plusieurs étapes on peut citer :

La démulgation, la neutralisation, le lavage, le séchage, la décoloration, la filtration et enfin la désodorisation de l'huile brute

Remarque

Les différents types d'huile fabriqués à la SIOF suivent les mêmes étapes à l'exception de quelques différences.

Pour l'huile de grignon ou de Tournesol qui contiennent les cires, le passage par une étape de décirage qui est supplémentaire afin d'éliminer les cires est obligatoire cette étape se fait suivant cet enchainement :

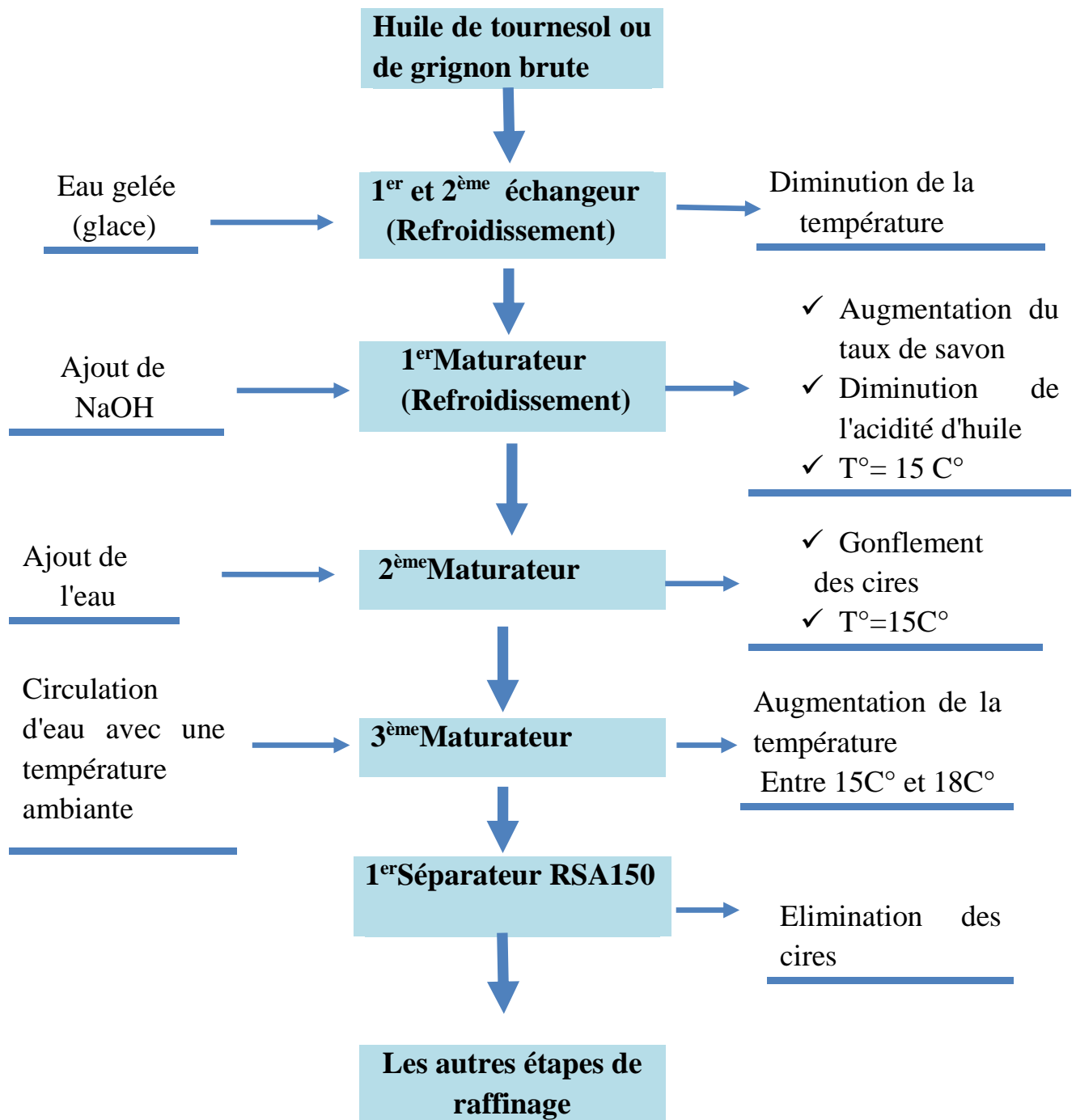


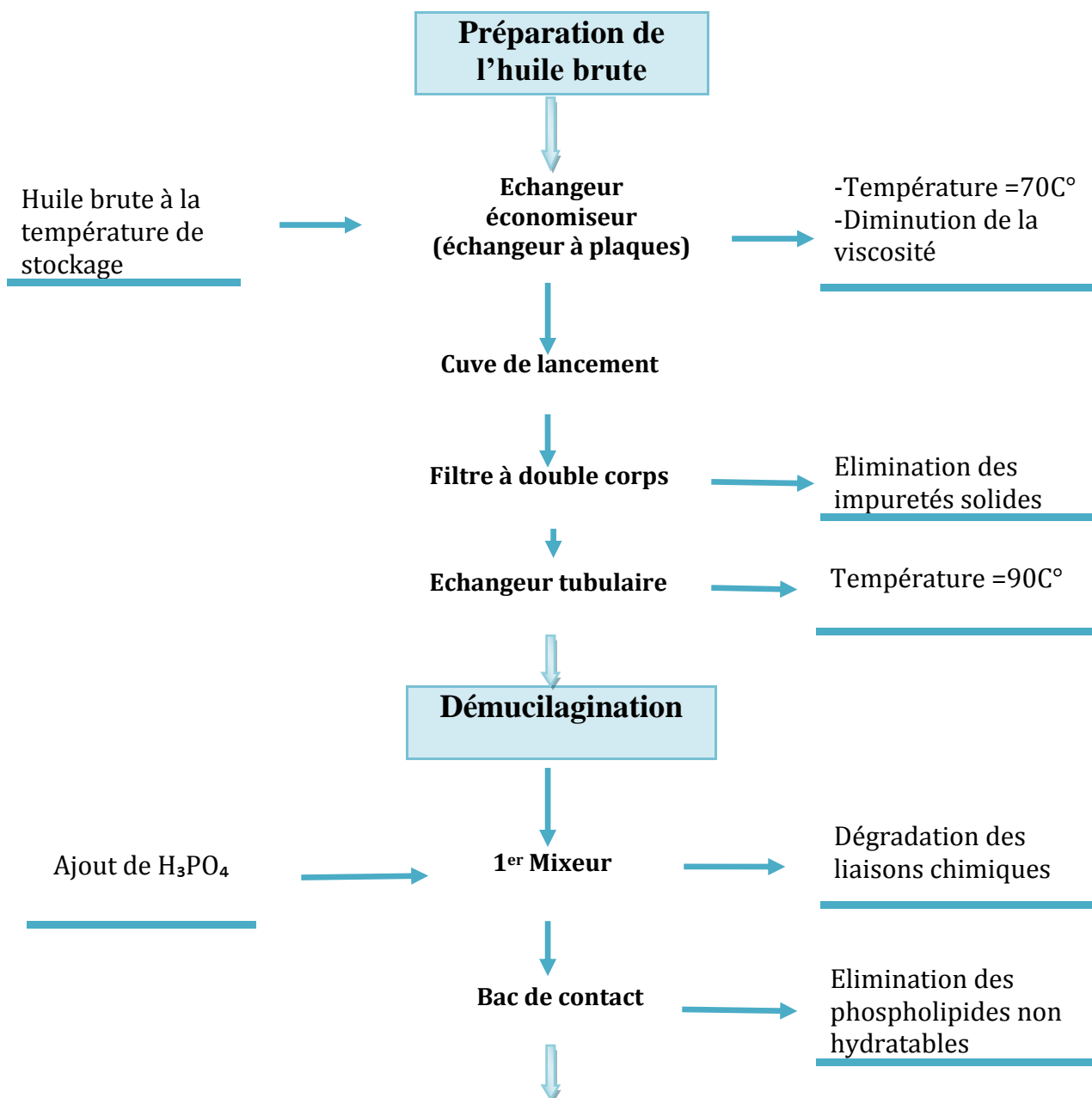
Figure 2: l'étape de décirage pour l'huile de Tournesol ou de Grignon

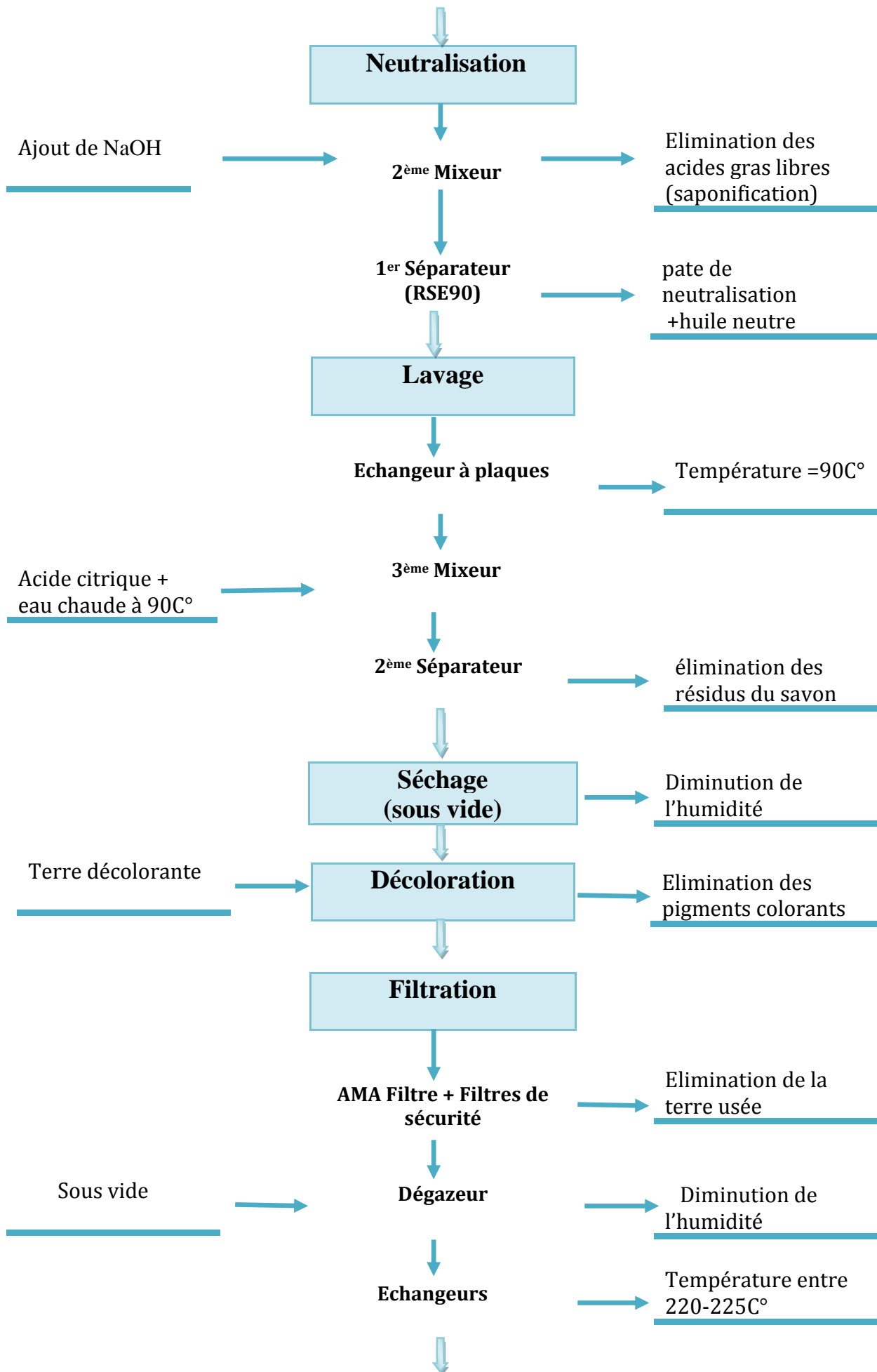
Description du processus de raffinage industriel d'huile de soja

La **S.I.O.F** reçoit chaque jour des citernes de l'huile brute de Soja provenant de Casablanca (**COSTOMA**) où se trouve le dépôt de toutes les huileries du Maroc. Les citernes d'huile sont pesées, déchargées dans une fausse et ensuite l'huile est stockée dans des cuves de stockage en acier inoxydable.

Au moyen de tuyaux munis d'un filtre destiné à retenir les éventuels corps étrangers. Au niveau de la SIOF il y a 5 cuves de stockage (3 cuves pour l'huile de soja, 1 pour l'huile de tournesol et 1 pour l'huile de grignon).

Le raffinage de l'huile de Soja se divise en plusieurs étapes :





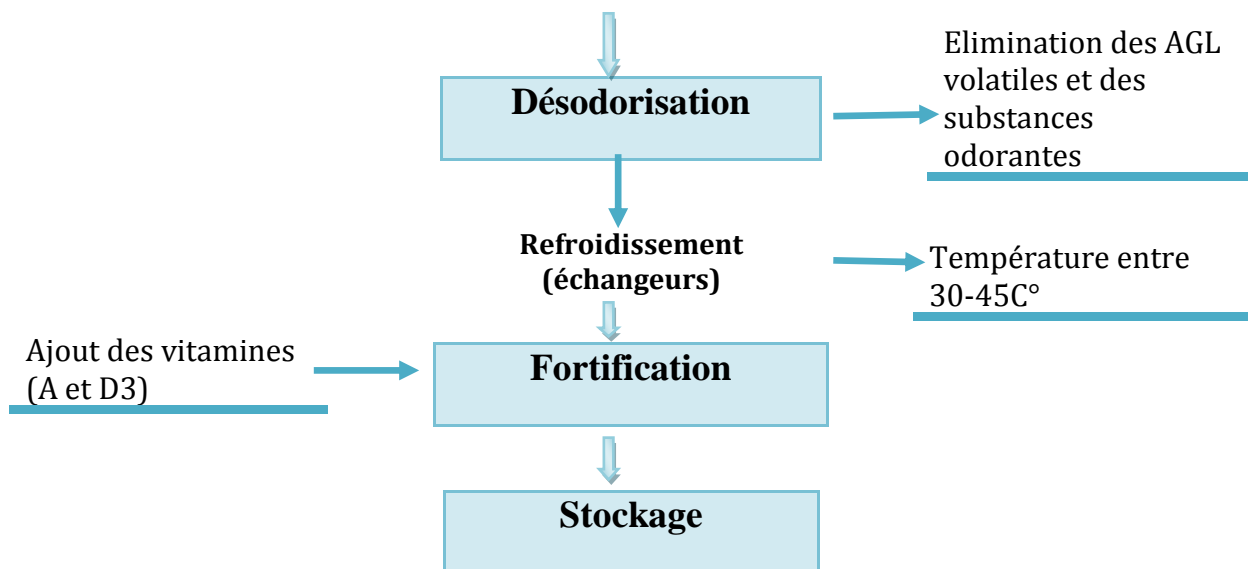


Figure 3:Schéma général du raffinage.

III. Les étapes du raffinage de l'huile de soja

1) Préparation de l'huile brute

L'huile brute venant du bac de stockage passe par un échangeur à plaques à contre courant (échangeur économiseur), elle est préchauffée à 70 °C avec l'huile désodorisée (sortie désodoriseur), avant de la refouler à la cuve de lancement.

L'huile est ensuite filtrée dans un filtre à double corps contenant un tamis pour éliminer les grosses substances, puis chauffée à 85-90 °C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact.

2) Démucilagination

➤ Le but

Cette opération vise à éliminer de l'huile brute, les phospholipides, les lécithines, les pigments et les impuretés mécaniques. L'ensemble de ces produits est souvent désigné sous le nom de gommes, qui sont nuisibles à la santé, à la conservation et aux opérations du raffinage de l'huile, ces gommes sont hydrolysées grâce à un acide et se détachent alors des triglycérides.

➤ Le procédé

Dans la société SIOF, l'opération de démucilagination se fait comme suit :

L'ajoute de l'acide phosphorique (H_3PO_4) par une pompe doseuse avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide (l'action de l'acide est optimale à une température supérieure à 80°C).

Le mélange (huile-acide) passent a dans un mélangeur rapide (6000tr/min) pour la dispersion d'acide dans l'huile. Et c'est afin d'avoir un mélange intime, avant de le refouler vers le bac

de contact, dans lequel il va séjourner entre 15 à 20 minutes pour permettre l'hydratation des phospholipides. Ce temps de séjour est suffisant pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation. Le mélange est ensuite envoyé vers l'étape de neutralisation.

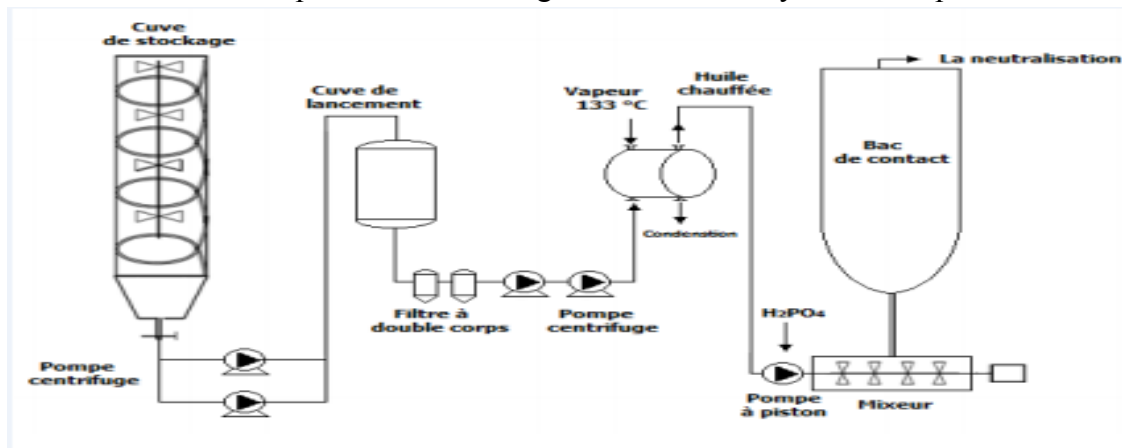


Figure 4 : l'étape de la démucilagination.

Remarque : La quantité de l'acide phosphorique ajoutée dépend de la teneur de l'huile en phospholipides, par exemple, pour l'huile de soja qui est riche en phospholipides la quantité d'acide ajoutée est supérieure à celle utilisée pour l'huile de grignon qui contient moins de phospholipides, car l'action de l'acide phosphorique a quelques inconvénients sur l'huile :

- Elle renforce la couleur de l'huile.
- Elle provoque l'altération de la qualité de l'huile.

3) Neutralisation

➤ Le but

Cette opération consiste essentiellement à éliminer les acides gras libres, ces derniers sont indésirables par l'huile, car ils sont des catalyseurs d'oxydation. La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation.

Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont :

- La neutralisation des acides gras libres en formant les savons (Réaction de saponification : est une réaction chimique assez lente et exothermique. Pour accélère cette réaction, il est possible de jouer sur différents paramètres tels que la température, ou encore utiliser un agitateur pour favoriser la rencontre des réactifs du mélange de soude)
- La réaction de neutralisation de l'excès d'acide phosphorique (H_3PO_4)

Réaction de saponification :



La réaction de neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :



➤ Le procédé

A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile provenant du bac de Contact : 16% à 18% (débit=80L /h) pour l'huile de soja et 20% pour l'huile de grignons et de Tournesol.

Le mélange d'huile et de soude passe dans un deuxième mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyée vers un premier séparateur à bol auto débourbeur **RSE 90** (centrifugeuse à 4700tr /min).

Le mélange est divisé en deux phases :

- **Phase lourde :pâte de neutralisation.**
- **Phase légère :huile neutre.**

A la sortie de l'étape de neutralisation, l'huile neutralisée doit avoir les caractéristiques suivantes :

- **Acidité : 0,02-0,04%.**
- **Traces de savon :entre 1000 et 1200 ppm.**
- **Acidité de la pate% :≥60.**

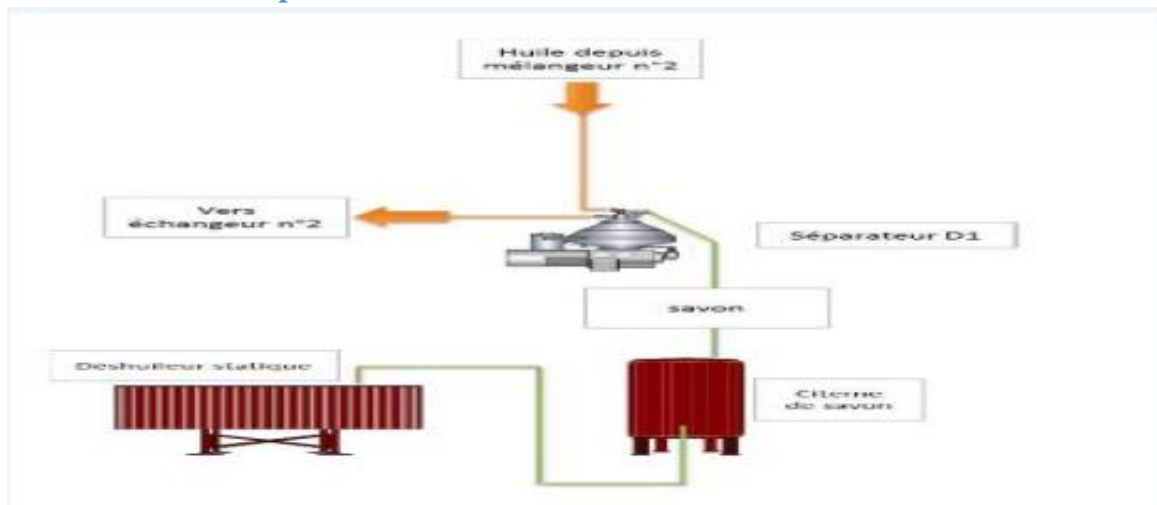


Figure 5 : schéma de la neutralisation de l'huile.

4) Lavage

➤ Le but

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile sortante du séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides, et d'autres impuretés.

➤ Le procédé

La conduite de lavage au sein de la SIOF peut s'effectuer de différentes façons selon la nature d'huile.

L'huile neutralisée de soja provenant du premier séparateur passe par un échangeur à plaque ($T^{\circ}=90C^{\circ}$) puis reçoit une eau de premier lavage chaude à $90^{\circ}C$ acidifiée avec l'acide citrique. Ensuite, le mélange passe dans un mixeur, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur auto-débordeur (RSA 60).

L'huile sortante du premier lavage est réchauffée à la 2^{ème} fois, puis reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique passe dans un mélangeur rapide et le Mélange est séparé par centrifugation (séparateur RTA).

A la sortie de l'étape de lavage, l'huile lavée doit présenter les caractéristiques Suivantes :

- **Acidité % : 0.06 à 0.08 %**
- **Taux de savons (ppm) : <50ppm**

5) Séchage

➤ Le but

Cette étape consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres dans l'étape de la filtration.

➤ Le procédé

La technique de séchage est simple, l'huile neutralisée sortant du lavage à une température de $90^{\circ}C$ est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous vide à une pression de 0,6 à 0,8 bar (sécheur).

A la sortie du sécheur On doit avoir les résultats suivant :

- **Acidité % : 0.06 à 0.08 %**
- **Taux de savons (ppm) : < 50 ppm**
- **Taux de phosphore (ppm) : < 5 ppm**

6) Décoloration

➤ Le but

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore, une partie du phosphore et les peroxydes responsable de la couleur foncée de l'huile brute que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

➤ Le procédé

Cette opération fait intervenir un phénomène physique appelle absorption sur terres décolorantes et/ou le charbon actif, à la sortie du sécheur, l'huile est séparée en deux conduites :

- 1)- conduisant 90% de l'huile vers un échangeur thermique tubulaire pour être chauffée pour atteindre une $T^{\circ} = 100^{\circ}\text{C}$ puis vers le décolorateur.
- 2)- conduisant 10 % vers une cuve munie d'un agitateur mélangeur où l'huile sera mélangée avec la terre décolorante ensuite ce mélange rejoint les 90% d'huiles dans le décolorateur qui est constitué de 2 compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentín où circule de la vapeur afin que l'huile garde une T° de 110°C , l'agitation se maintient pendant 20 min ce qui favorise le contact, un Temps de contact suffisant pour que l'huile cède ses pigments, l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisé par l'air.

A la sortie du Décoloration on doit avoir les résultats :

- **Acidité % : < 0.1 %.**
- **Taux de savons (ppm) : < 50 ppm.**

7) Filtration

➤ Le but

L'objectif de cette opération est de débarrasser l'huile de la terre décolorante qu'elle contient en suspension (terre usée), enlèvement totale cette dernière est très important car le résidu agit en tant que oxydant puissant.

➤ Le procédé

L'huile après décoloration est envoyée vers un gros filtre à plaques poreuses (appelé AMA Filtre) où il y aura une séparation liquide-solide. On récupère à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée.

La filtration se poursuit dans les filtres à poches (filtration de sécurité). Chacun de ces derniers contient 4 poches à toile pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre. Après filtration, l'huile décolorée est envoyée vers un bac de stockage qui servira comme alimentation de l'opération de désodorisation.

A la sortie de filtration on doit avoir les résultats suivant :

- **Acidité % : < 0.1 %**
- **TRANSMISSION % : 30%**

8) Désodorisation

➤ Le but

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer une partie des pigments carotènes.

➤ Le procédé

L'huile décolorée filtrée venant du réservoir de stockage est pompée d'abord vers un filtre puis passe dans une série d'échangeurs pour que sa température soit entre 210-220°C.

L'huile est acheminée tout d'abord vers un échangeur à plaques (N°1) où elle sera préchauffée par l'huile déjà désodorisée, jusqu'à une température de 140°C.

Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur ou elle va subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Puis l'huile passe par un échangeur à plaques (N°2) où elle sera chauffée par l'huile désodorisée, après elle passe par un échangeur tubulaire 40 bar (huile-vapeur d'eau déminéralisée jusqu'à une température de 190°C).

Ensuite, l'huile s'écoule dans un désodoriseur qui comporte 5 étages, qui permet son chauffage à 210-220°C, par le fluide thermique de la chaudière. Il est de forme cylindrique verticale pour éliminer les composés odoriférants volatils, puis elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5^{ème} du bas du désodoriseur, car il est considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour empêcher les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par une série d'échangeurs à plaques afin de baisser sa température, enfin l'huile passe par un échangeur à plaques où le refroidissement est assurée par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50°C.

A la sortie du désodorisation on doit avoir les résultats suivant :

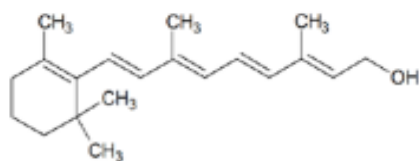
- **Acidité : <0,1%**
- **Taux de savons (ppm) : 0ppm**

9) Fortification

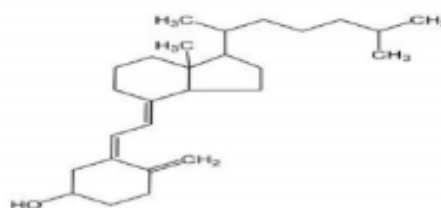
➤ Le but

Le but de cette opération est d'ajouter les vitamines **A** et **D₃** nécessaires à l'état nutritionnelle est à la sante de la population marocaine.

Le procédé



Vitamine A



Vitamine D₃

Figure 6 : vitamines A et D₃

Les vitamines **A** et **D₃** sont injectées à l'huile à l'aide d'une pompe doseuse (une quantité bien définie et précisée par la réglementation : teneur en vitamine **A**=3000UI/100g d'huile, teneur en vitamine **D₃**= 300UI/100g d'huile)

A la fin l'huile est stockée dans des citernes sous atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

IV. Les différentes analyses effectuées au sein de laboratoire de la SIOF :

Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits par plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

Les analyses effectuées au laboratoire de la SIOF constituent une étape primordiale qui a comme but le suivi de l'huile dès son entrée à la société à l'état brute jusqu'à la fin du processus de raffinage et la vérification de sa conformité avec les normes imposées.

Parmi ces analyses il y a celles qui s'effectuent quotidiennement à un intervalle de temps régulier et celles qui sont sur demande au cas d'un phénomène anormal lors du raffinage.

La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage comme suit :

Echantillon	Analyse
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impureté, taux d'humidité
Huile déémucilaginée (M)	Acidité
Huile neutralisée (S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pate de neutralisation	Acidité
Huile séchée (HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtrée	Acidité
Entrée de désodoriseur (ED)	Acidité, savon
Sortie désodoriseur (SD)	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale

Tableau 1 : Les différentes analyses effectuées au sein de la SIOF.

Chapitre 3 :

Le suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation

I.Problématique

Le Thème de mon stage porte sur la neutralisation qui est une partie importante dans les étapes de raffinage car celle-ci élimine les acides gras libres, les matières colorées et les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces car ce sont des catalyseurs d'oxydation qui peuvent accompagner l'huile lors de stockage.

La neutralisation se fait par injection de la soude par une pompe. Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débourbeur destinée à séparer les pâtes de neutralisation.

Nous avons donc essayé de suivre les variations de l'acidité de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en fonction de la variation des trois paramètres : **la température, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur**, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser les pertes d'huile au niveau de la pâte et pour avoir le meilleur rendement lors de l'étape de neutralisation, en respectant les normes du taux de savon d'huile et de son acidité.

A la SIOF le rendement de l'huile de soja raffiné ne dépasse pas les 80% (pour des acidités d'huile brute qui ne dépassent pas 0,6%). Autrement dit plus de 20% de pertes en huile raffinée.

Donc l'objectif de mon stage consiste à améliorer le rendement.



Figure 7:Séparateur S1.

II. Analyses 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 l'acidité de la pâte.

➤ Matériels

- Balance
- Ampoule à décanter de 250 ml
- Ballon
- Chauffe ballon
- Burette de 25 ml
- Eprouvette de (10 et 100 ml).

➤ Réactif

- Acide sulfurique concentré
- Hexane extra pur
- Indicateur coloré : orange de méthyle
- Solution de KOH 1N
- Phénophtaléine
- Dioxane
- Sulfate de sodium anhydre

➤ Mode opératoire

- On introduit environ 10 g de la pâte dans un ballon, on ajoute 40 ml de dioxane pur, 7 ml d'eau distillé, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- On met le ballon dans un chauffe ballon et on laisse le mélange chauffé jusqu'à dissolution et 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.
- Le mélange (hexane –phases organiques) est mis dans un rota vapeur pour éliminer l'hexane ajouté par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min puis refroidis dans le dessiccateur.
- On pèse la quantité de matière grasse et on détermine son acidité en ajoutant 100ml d'alcool neutralisé en présence de phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

➤ Expression des résultats :

$$\% \text{ Acidité} = (V \cdot 282 \cdot 10^{-3} \cdot 100 / PE)$$

Avec : **V** : volume de la solution de KOH versé en (ml).

PE : prise d'essai en (g).

282 : masse molaire de l'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$).

➤ Norme :

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

III. Les paramètres qui influencent l'acidité de la pâte

La valeur de l'acidité de la pâte est déterminée par des facteurs importants :

- **La température**
- **La contre pression**
- **Le temps de séparation**

1) Variation de la température

La température est un facteur important pendant la neutralisation. La réaction de saponification est lente ce qui peut causer la saponification de l'huile neutre (saponification parasite) et pour cela dès le début de raffinage, l'huile brute est portée de la température ambiante (température de stockage extérieure) à une température qui a voisine les $90C^\circ$ pour accélérer la réaction de saponification.

➤ Résultat et interprétation

Le but est d'améliorer le rendement en huile brute c'est-à-dire augmenter l'acidité de la pâte. Pour cela on fixe les paramètres suivants :

- La concentration de la soude ($C=16^\circ Be$)
- Le débit de la soude 67 L /h
- Temps de séparation= 1200 s
- La contre pression ($P=2bar$)

On fait varier la température de l'huile brute. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

La température (C°)	AC. pâte (%)
90	60,5
88	61
86	67,5
84	58,46
82	57

Tableau 2 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la Température.

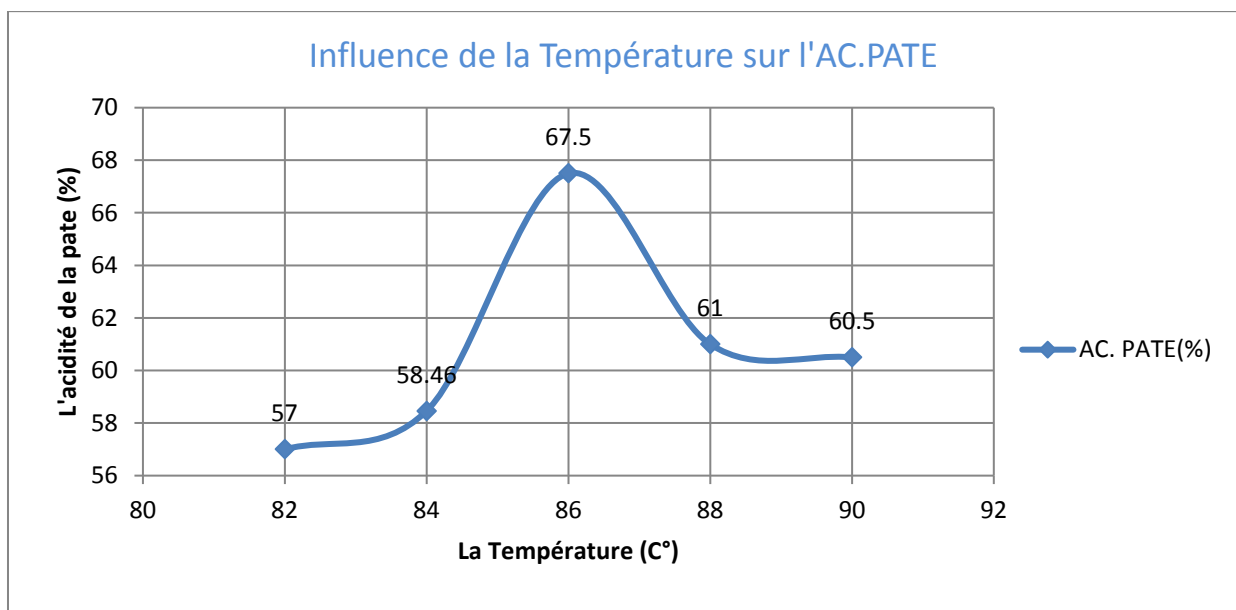


Figure 8 : influence de la variation de la température sur l'acidité de la pâte.

On constate que l'acidité de la pâte augmente avec la température jusqu'à une valeur optimale de l'ordre de 67,5% à T=86°C et après elle commence à diminuer.

On peut conclure qu'une bonne séparation correspond donc à 86°C où l'acidité de la pâte sera élevée et le rendement sera également élevé.

Donc on doit fixer ce paramètre à cette valeur pour la suite de l'expérience.

2) Variation de 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 2,6 bar. Car si on dépasse cette limite de 2,6 bar on a l'entraînement d'huile dans la pâte de neutralisation; et si on a atteint pas 1bar on a risque de passage d'une grande quantité des savons dans l'huile neutralisée.

➤ Résultat et interprétation

On fixe d'abord les paramètres suivants :

- La température =86C°
- La concentration de la soude (C=16°Be)
- Le débit de la soude =67L/h
- Le temps de séparation=1200s

On varie la contre pression, on obtient les résultats suivants :

La contre pression (bar)	L'AC.pâte (%)
1	52,5
1,4	57,1
2	60,5
2,2	64,23
2,5	63,45
2,8	62,12

Tableau 3 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression de séparateur.

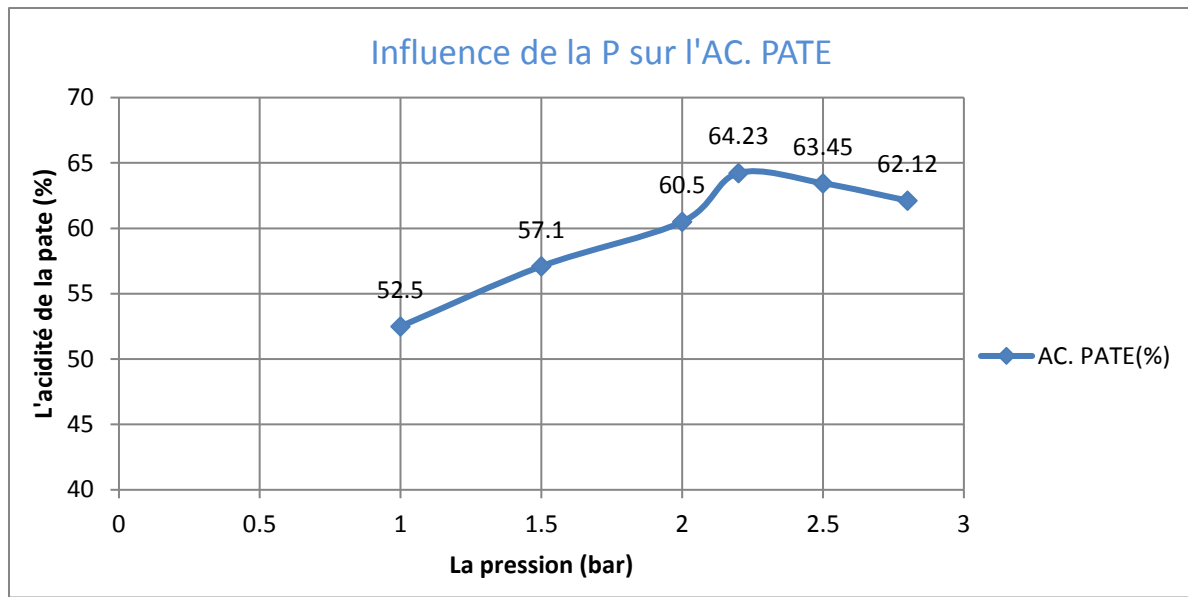


Figure 9 : influence de la variation de la contre pression sur l'acidité de la pâte.

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente quand la contre pression augmente, elle atteint une valeur maximale de 64,23% à 2,2 Bar, après elle diminue.

Donc la bonne séparation se fait à une pression de 2,2 Bar où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

Il faut donc fixer ce paramètre à cette valeur pour la suite de l'expérience.

3) Variation du temps de séparation

Comme son nom l'indique c'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases légères que contient l'huile neutre.

➤ Résultat et interprétation

On maintient constant les paramètres suivants :

- La température = 86°C
- La concentration de la soude (C=16°Be)
- Le débit de la soude = 67L/h
- La contre pression = 2,2bar

On varie le temps de séparation, on obtient les résultats suivant :

Temps (s)	AC. pâte (%)
600	60,5
900	65,7
1000	61
1200	60,9
1400	59,24

Tableau 4 : variation de l'acidité de la pâte en fonction du temps de séparation.

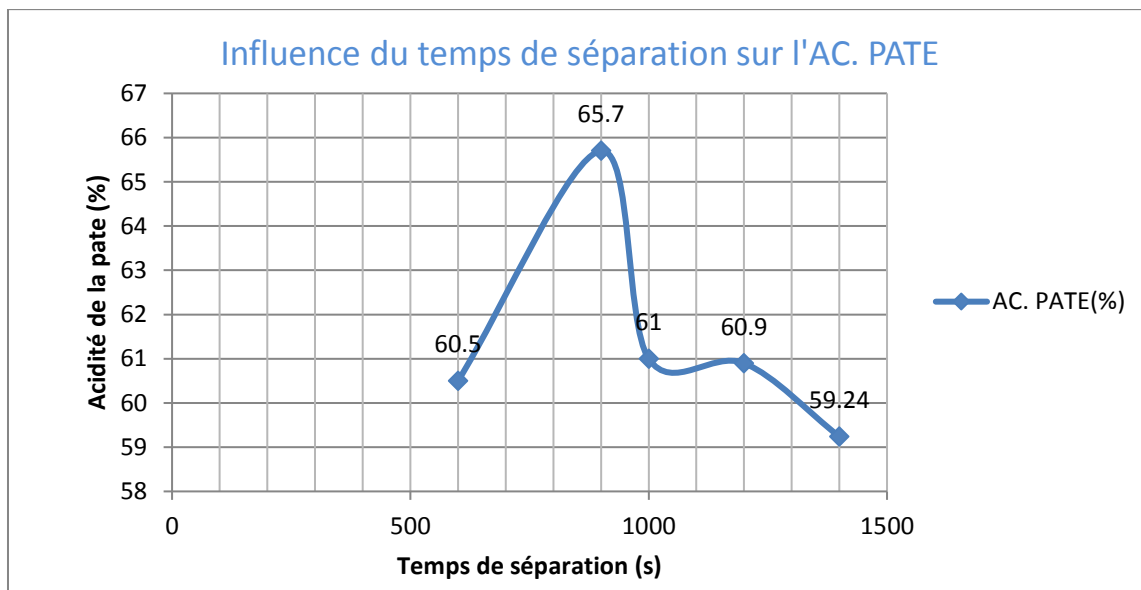


Figure 10 : influence de la variation du temps de séparation sur l'acidité de la pâte.

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente avec le temps de séparation, elle atteint une valeur maximale de 65,7 % à 900s, après elle commence à baisser.

On peut conclure que la bonne séparation se fait à 900s ou l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

IV. Conclusion générale

D'après cette étude nous pouvons conclure que les conditions optimales qui peuvent nous assurer un bon rendement et de minimiser les pertes d'huile dans la pâte lors de l'étape de neutralisation sont les suivants :

T=86°C ; Contre pression =2,2 bar ; temps de séparation = 900s

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

- Température : 86°C.
- Pression : 2,2bar.
- Temps de séparation : 900s.

Cette étude nous montre qu'on arrive à avoir une pâte de neutralisation avec une acidité de 64,5% qui est bien dans la norme.

Dans ces conditions un entrainement moins abondant d'huile dans la pâte, autrement dit, une augmentation du rendement d'huile lors de la production.

Mon stage au sein de la SIOF a constitué une véritable expérience professionnelle qui m'a permis, outre la mise en pratique de mes connaissances théoriques, d'avoir une perception réelle sur l'organisation et le fonctionnement de l'entreprise.

Bibliographie

Fichiers de la SIOF.

Cours de génie des industries alimentaire.

<http://WWW.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/>

http://WWW.memoireonline.com/01/09/1883/m_suini-etcomparaison-des-parametrs-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html

https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Huile_alimentaire

<http://WWW.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/>