



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

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

Présenté par :

◆ Mlle Mouna AZOGAGH

Encadré par :

◆ Mme Fatiha BOUSSALAMI (SIOF)
◆ Pr Hammou SOUHA (FST)

Soutenu Le 09 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr E.H. LAMCHARFI
- Pr A. ELGHAZOUALI
- Pr H. SOUHA

Stage effectué à Société Industriel Oléicole de Fès SIOF

Année Universitaire 2013 / 2014

Sommaire

P

*INTRODUCTION	
.....1	
*Partie 1	2
I - <u>PRESENTATION DE LA SIOF</u>	3
1- <i>Historique</i>	3
2- <i>Activité</i>	4
3- <i>Produits</i>	5
4- <i>stratégie</i>	5
*Partie 2	7
I - <u>PRESENTATION GENERALE DES HUILES</u>	8
1- <i>Composition</i>	8
II - <u>PRESENTATION DES HUILES ELABOREES DANS LA SIOF</u>	11
1- <i>Huile de soja</i>	11
2- <i>Huile d'olive</i>	12
3- <i>Huile de grignon</i>	12
4- <i>Huile de tournesol</i>	13
III - <u>PROCEDE DE RAFFINAGE</u>	14
1- <i>Raffinage</i>	14
2- <i>Procédé de raffinage de l'huile brute</i>	14
A- <i>Démucilagination (dégommage</i>	14
B- <i>Neutralisation</i>	15
1- <i>-Injection de la soude</i>	15
2- <i>Séparation</i>	16
C- <i>Lavage</i>	17
D- <i>Séchage</i>	17
E- <i>Décoloration</i>	17
F- <i>Filtration</i>	18
G- <i>Désodorisation</i>	19

VI- ANALYSE AU LABORATOIRE DE SIOF	24
1- <i>Contrôle de l'acidité</i>	24
2- <i>Contrôle de savon</i>	24
3- <i>Pate de neutralisation</i>	25
4- <i>Dosage d'excès de soude</i>	26

***Partie 3**

Optimisation des pertes d'huile au niveau de la neutralisation :	27
I -NEUTRALISATION	28
II- SAPONIFICATION	28
III- PARAMETRES INFLUENÇANT SUR LA NEUTRALISATION	29
1- <i>Température</i>	29
2- <i>Temps de séparation</i>	30
3- <i>Pression</i>	30
4- <i>Concentration de la soude caustique</i>	30
<i>A - Variation de température</i>	31
<i>B - Variation du temps de séparation</i>	32
<i>C- Variation de la pression</i>	33
<i>D- Variation de la concentration de soude caustique</i>	34
VI- ANALYSE A L'ECHELLE DE LABORATOIRE	34
V- CONCLUSION GENERALE	37

Introduction

Les huiles et les graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire.

En parallèle, les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables et de sa mauvaise conservation. D'où on fait appel au procédé de raffinage qui comprend une série de traitement qui nous confère une huile raffinée et prête à consommer.

Ce stage garde tout son intérêt dans le suivi des différentes étapes du procédé de raffinage de l'huile de soja, et les analyses effectués dans le laboratoire de la SIOF ainsi que mon sujet qui vise à optimiser les pertes d'huiles au niveau de la neutralisation et se compose de deux parties :

- Analyses à l'échelle industrielle.
 - Analyses à l'échelle de laboratoire.
-

Partie : 1

Présentation de SIOF



I-PRESENTATION DE LA SIOF

1 – Historique :

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

La SIOF a été créé en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression d'olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve d'olives.

1966, La SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12000 tonnes/an.

1972 la société SIOF a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour le remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (1/2 L, 1L, 5L).

1977, Cette nouvelle installation a permis à la société de devenir un complexe important pour le capsulage des produits.

1978 le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts à différentes régions du royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30.000 tonnes/an.

A partir de 1980, elle s'est transformée en une Société Anonyme (S.A) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

1993, la mise en place d'une raffinerie de l'huile brute à base de soja.

1994, recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part de marché.

2003-2004, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (type de plastique). Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L, 2L, 5L.

2 - Activités

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

Pour atteindre ses objectifs en termes de production, l'entreprise s'est installée progressivement sur trois sites:

Le premier au quartier industriel DOKARAT à Fès dont les activités sont : le raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.

Le deuxième au quartier industriel SIDI BRAHIM à Fès qui a intégré l'extraction des huiles de grignon, les conserve et les conditionne.

Et le troisième à Ain Taoujdate, spécialisé en extraction des huiles de grignon et qui intègre l'amont agricole.

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.

3 - Produits

a- Les huiles alimentaires :

Huile de table en vrac ou conditionnée sous la marque « **SIOF** » en ½, 1, 2 et 5 L.

Huile d'olive extra-vierge, en vrac ou conditionnée sous la marque « Moulay Idriss » en ½, 1, 2 et 5 L.

Huile d'olive vierge, en vrac

Huile d'olive raffinée, en vrac

Huile de grignon d'olive, en vrac ou conditionnée sous la marque « Andalusia » en ½, 1, 2 et 5 L.

Huile de tournesol, en vrac ou conditionnée sous la marque « Prior » en ½, 1, 2 et 5 L.

b- Les olives de table :

Olives vertes entières, dénoyautées ou en rondelles conditionnées en boites de ½, 1, 3 et 5 Kg.

Olives noires façon Grèce conditionnée sous vide en sac de 5 kg.

Olives noires confites entières, dénoyautées ou en rondelles conditionnées en boites de ½, 1, 3 et 5 Kg.

Olives taillées ou cassées conditionnées en boites de ½, 1, 3 et 5 Kg.

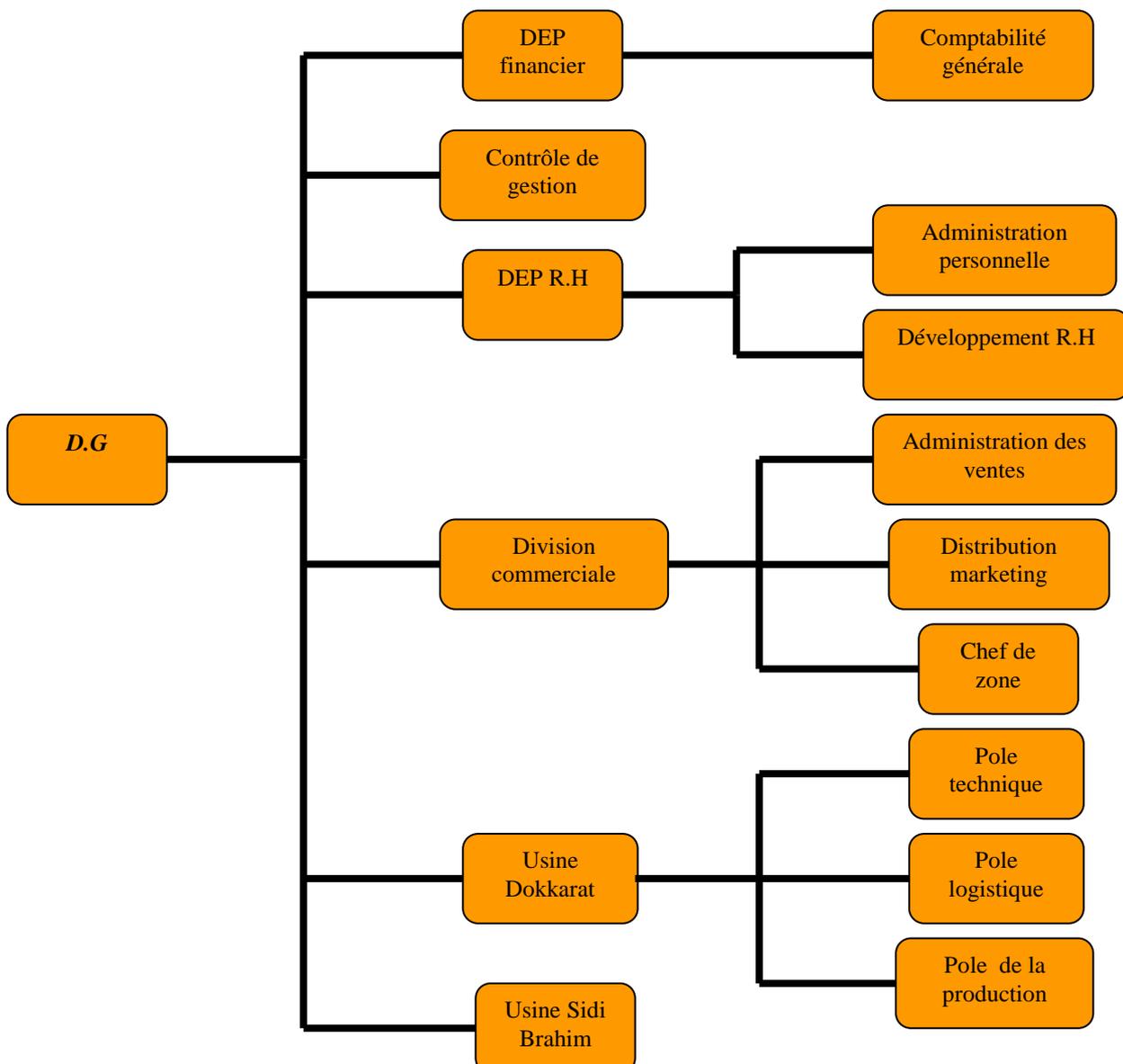
Olives tournantes taillées ou cassées conditionnées en boites de ½, 1, 3 et 5 Kg.

4-Stratégie

Après une période houleuse, la **SIOF** a redressé le cap en 2006. Grâce à une stratégie articulée autour de l'adoption d'une politique des prix menée indépendamment des tendances baissières liées au dumping. Le développement de nouveaux marchés à l'export (Afrique et Europe) et le rééquilibrage de la politique de production par le développement d'autres produits à forte valeur ajoutée (huile d'olives) a donné un nouveau souffle à l'entreprise implantée à Fès.

Organigramme de la SIOF :

L'aspect organisationnel de la **SIOF** ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponibles au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivant :



Partie : 2

Présentation générale des huiles et procédé de raffinage

I-PRESENTATION GENERALE DES HUILES

Une huile est un corps gras qui est à l'état liquide à température ambiante et qui ne se mélange pas à l'eau.

Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales d'utilisation. Les huiles utilisées en cuisine sont d'origine végétale et sont constituées d'acide gras. L'huile végétale est fabriquée à partir des graines de plantes riches en lipide.

I- Composition

Toutes les huiles sont composées, en proportions variables par des acides gras :

Un acide gras est une molécule formée d'une chaîne de carbones liée à des hydrogènes (c'est ce qu'on appelle un hydrocarbure en chimie organique) terminée par un groupement acide : COOH.

Dans les aliments d'origine végétale, la chaîne carbonée comporte rarement plus de 18 atomes de carbone. Dans les aliments d'origine animale et dans notre organisme, la chaîne carbonée peut atteindre plus de 30 atomes de carbone : cet « allongement » est possible grâce à des métabolismes complexes au sein de nos cellules.

Il existe trois types d'acides gras : **saturés**, **insaturés** (**mono-insaturés** et **polyinsaturés**).

a-Acides gras saturés

Qu'ils proviennent du règne animal (beurre, crème, saindoux ou graisse de porc, suif ou graisse de bœuf, graisse d'oie, de canard, etc.) ou végétal (huile de noix de coco, huile de

palme), les lipides saturés se présentent sous forme solide à la température ambiante. Ils sont généralement moins fragiles que les acides gras insaturés, supportent mieux la chaleur et sont moins susceptibles de rancir. Bien qu'ils aient mauvaise réputation parce qu'on les associe à la formation du cholestérol sanguin, ils apportent tout de même leur contribution à l'alimentation des humains depuis la nuit des temps. Bien qu'on doive éviter de trop en consommer, les gras saturés ont leur place dans l'alimentation humaine.

b-Acides gras insaturés

Ces gras se divisent en deux groupes, soit les gras mono-insaturés et les gras polyinsaturés.

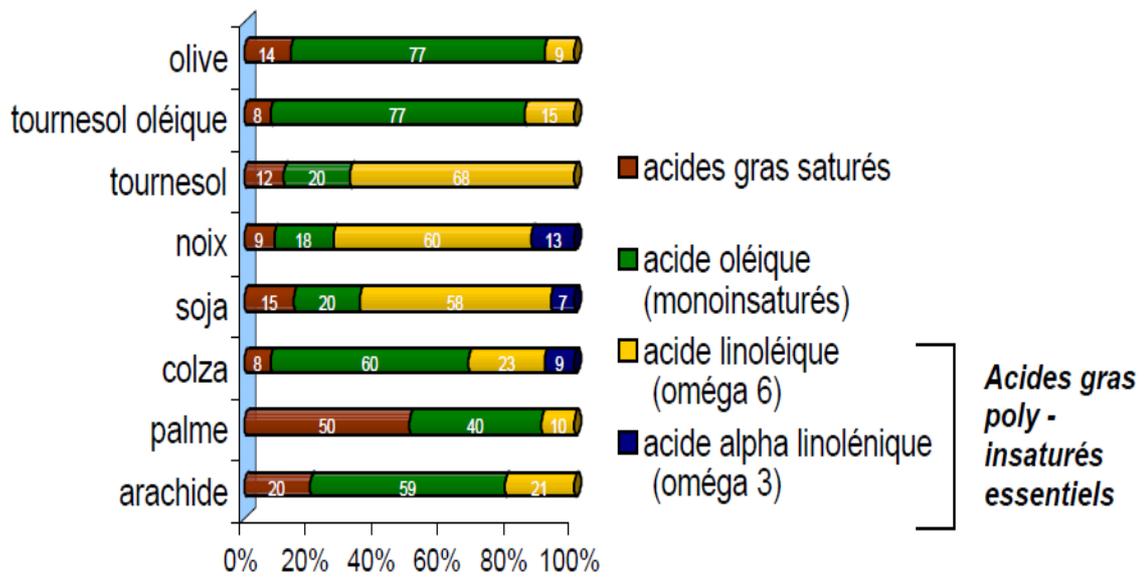
La principale source d'acides gras mono-insaturés, aussi appelés oméga-9, est l'huile d'olive, Les noix, les arachides et l'avocat en renfermant aussi de bonnes quantités. Ils sont liquides à température ambiante, et supportent bien la chaleur : on peut donc les utiliser pour la cuisson. Considérés comme de « bons gras », les lipides mono-insaturés ont des effets bénéfiques reconnus sur la fonction cardiovasculaire.

Les principales sources d'acides gras polyinsaturés sont les huiles végétales. Ces gras sont liquides à la température ambiante et sont fragiles à l'oxydation. Ceux qui sont de type **oméga-3** sont les plus fragiles et ne doivent pas être chauffés : les graines de lin et l'huile qu'on en tire sont particulièrement riches en oméga-3. Les noix, les graines de chanvre et l'huile qu'on en tire en renfermant également, mais en moindre proportion.

Les gras polyinsaturés de type **oméga-6** (huile de soya, de maïs, de tournesol) sont moins fragiles que les oméga-3, mais ne conviennent pas pour la cuisson à haute température. Il est préférable de les utiliser pour la cuisson au four où la chaleur est moins intense.

Les acides gras polyinsaturés sont de bons gras car ils protègent la fonction cardiovasculaire.

Composition des huiles



II-PRESENTATION DES HUILES ELABOREES DANS LA SIOF :

1-Huile de soja :



grains de soja

L'huile de soja est une huile végétale de 1^{ère} pression à froid extraite à partir des graines de soja, appelées parfois fèves. Le soja est une légumineuse ancestrale aux origines orientales. Ces utilisations en alimentation sont nombreuses : lécithine de soja, lait de soja, farine de soja, tofu... Et le soja entre également dans la composition de biocarburants, de plastifiants, de peintures, d'encres... C'est l'huile la plus consommée aux Etats-Unis qui sont d'ailleurs le 2^{ème} producteur mondial après la Chine.

Composée à 50% d'oméga 6, l'huile de soja comporte également l'oméga 3 mais son rapport oméga 6/ oméga 3 reste un peu élevé, affichant 6,7 pour une recommandation aux alentours de 5. Elle comporte aussi l'oméga 9 et l'acide gras mono-insaturé. L'huile de soja non raffinée est une bonne source de vitamine E et fournit de nombreux minéraux. Un des composants remarquable de l'huile de soja est la lécithine aux vertus hypocholestérolémiantes.

L'huile de soja est une huile plutôt bon marché mais qui s'oxyde rapidement. Une fois ouverte, mieux vaut la conserver au réfrigérateur et la consommer dans l'année. L'huile de soja de 1^{ère} pression à froid ne peut être chauffée contrairement à son homologue raffinée.

2- Huile d'olive :



a-Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive contient $\frac{3}{4}$ des acides gras mono-insaturés qui sont associés à une diminution du risque des maladies cardio-vasculaires et abaissent le mauvais cholestérol.

L'huile d'olive comprend un peu d'oméga 3, mais surtout riche en omégas 6 et 9, du calcium, du potassium, de la vitamine K (coagulation du sang et formation des os) et de la vitamine E (améliore le système immunitaire, favorise la conservation et un antioxydant).

L'huile d'olive renferme différents antioxydants : des phénols, du scalène et de la vitamine E. Ils participent au ralentissement du vieillissement et de certaines maladies dégénératives ou de certains cancers.

- 3-Huile de Grignon :



Les **grignons d'olive** sont des sous-produits 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 résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés [margines](#).

-4-Huile de tournesol :



L'huile de tournesol saine et normale est produite à partir de graines de tournesol. Elle fournit plus de vitamine E que n'importe quelle autre huile végétale. C'est une combinaison de mono insaturée et les graisses poly insaturées avec de gros niveaux saturés bas. La polyvalence de cette huile saine est identifiée par des cuisiniers internationaux. De l'huile de tournesol est évaluée pour son goût léger, faisant frire l'exécution et les prestations maladie. L'huile de tournesol satisfait les besoins des fabricants du consommateur et de nourriture de même d'une huile végétale saine et élevée du rendement non transgénique.

III-PROCEDES DE RAFFINAGE :

1-Raffinage :

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute 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, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...).

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

2-Procédés de raffinage de l'huile brute :

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**.

A-Démucilagination (dégommage) :

a-but :

Ce procédé consiste à :

* précipiter les phospholipides (fig. 1); les pigments (carotènes /chlorophylles), etc.....

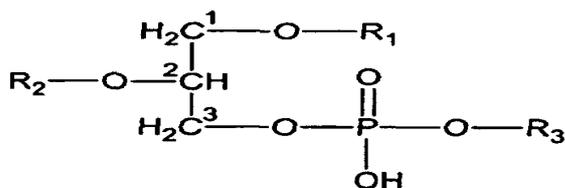


figure1: structure d'un phospholipide

*former des mucilages qui seront éliminés ultérieurement.

*Déstabiliser et améliorer l'élimination des pigments dans l'étape de décoloration.

*Améliorer la couleur et stabiliser le goût d'huile finie désodorisée.

Ce procédé consiste aussi à injecter l'acide phosphorique (H_3PO_4) sur l'huile brute .ce mélange sera homogénéisé dans un premier temps par un mélangeur qui va disperser l'acide dans l'huile avant d'entrer dans la cuve de contact qui est prévue pour augmenter le temps du contact/temps de séjour (20min) et parfaire l'opération d'hydrolyse des phospholipides non hydratables par l'acide.

B- Neutralisation

L'élimination des acides gras libres est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par les bases élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément «pâtes 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 (difficile de s'en débarrasser par des procédés physiques: adsorption sur les terres décolorantes) et des contaminants divers.

1-Injection de la soude :

L'injection de soude se fait par le biais d'une pompe doseuse, 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:



Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès de 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 dégommees.

2-Séparation :

Le but de cette étape est de séparer la pâte de l'huile pour donner une huile neutre dépourvue des mucilages et savons.

Après l'homogénéisation de la soude avec l'huile, ils seront envoyés vers le séparateur à bol-auto-débordeur RSA150 (4700tours/min) pour séparer la pâte de l'huile et récupérer l'huile neutre.

Il est possible de coupler la démulagination et la neutralisation. Dans ce cas, les phospholipides et savons sont séparés en une seule étape de centrifugation. Les deux opérations sont effectuées en continu à des températures entre 86C°-90C°.

- A la fin du Processus de neutralisation, l'huile neutre doit vérifier les conditions suivantes en termes d'acidité et savons :

* Acidité (g/100g) : 0.02 – 0.06

* Savons (ppm) : 800 – 1400

C- Lavage :

a-but :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une

bonne séparation. Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de ne pas être éliminée.

b- Procédé :

Le lavage s'effectue par l'ajout de l'eau chaude de température de 90C° et acidifié par l'acide citrique sur l'huile brute. Le mélange est homogénéisé par le mixeur et partagé dans deux séparateurs (RSE60-OSM800) pour augmenter l'efficacité de lavage d'huile.

D-Séchage :

L'huile lavée est séchée avec un séchoir sous vide avant de passer à l'étape suivante (Décoloration). L'huile lavée, qui est à une température de 86C°, 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 ;moins de 1% mais le plus souvent elle sort à une teneur de 0.05% d'humidité pour être stocker dans des citernes .

E-Décoloration :

a-but :

Le but de la décoloration (blanchiment) est d'obtenir une huile décolorée et aussi la purifier pour les opérations ultérieures.

L'huile raffinée chimiquement contient des traces d'un certain nombre d'impuretés indésirables (les pigments ; les traces de savon ; les traces de métaux...), soit dans la solution, soit sous forme colloïdales.

Ces impuretés rivalisent avec les pigments de couleur pour une place sur la surface absorbante.

La décoloration est réalisée avec des terres décolorantes naturelles ou actives, de la silice synthétique ou du charbon actif.

b-Procédé :

L'huile séchée est partagée en deux parties :

- 80% est de l'huile séchée est réchauffée par un échangeur pour atteindre une température de 110C°.
- L'autre partie de 20% est dirigée vers un mélangeur de la terre décolorante.
- Ensuite le tout est mélangé et envoyé vers le dé-colorateur où la terre décolorante a le temps de contacter l'huile pendant une durée suffisamment longue pour que l'huile cède ses pigments avec l'agitation. Ce processus se fait toujours sous vide (70mbar) de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion d'huile sur les particules de terre .la quantité de celle-ci est de 0.2% à 0.4%.

F-Filtration :

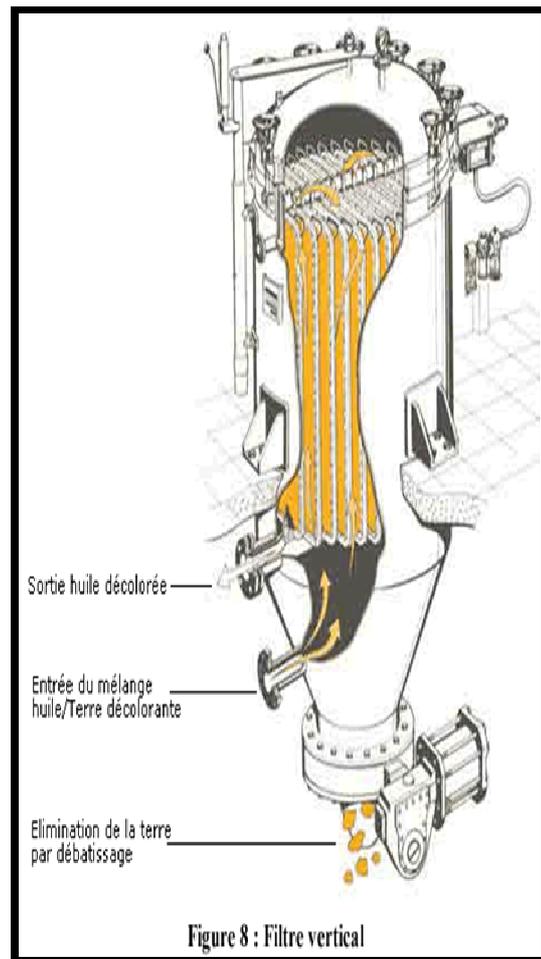
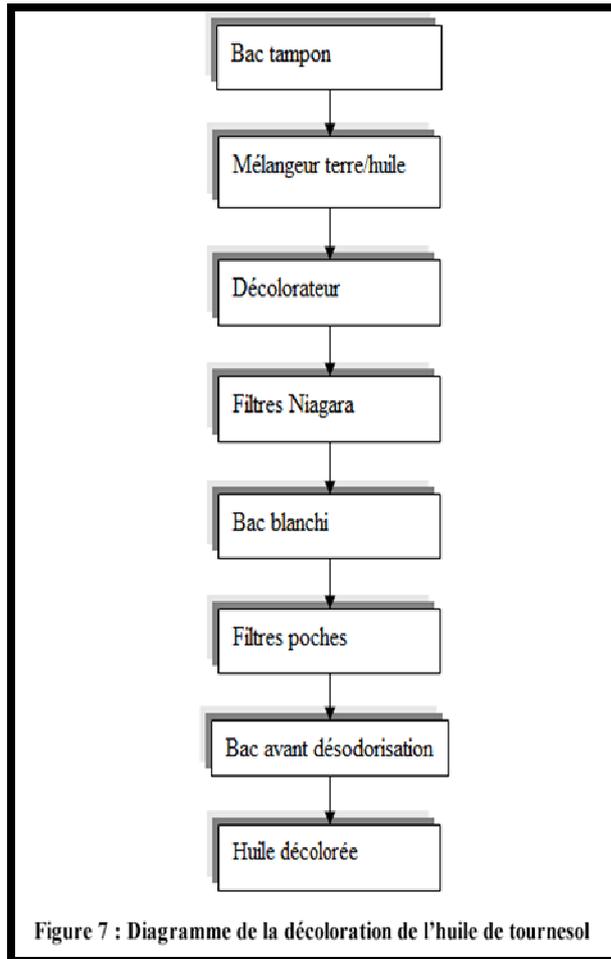
Après que la terre décolorante ait capturé sélectivement les impuretés, elle doit être retirée de l'huile avant qu'elle ne devienne un catalyseur qui favorise le développement de décoloration et d'autres réactions indésirables.

La filtration est le procédé utilisé pour l'enlèvement de la terre décolorante usée.

Elle est effectuée par l'intermédiaire de deux filtres à plaques (fig. 8) (un en fonctionnement, L'autre en arrêt).

Le procédé consiste au passage du mélange obtenu de l'opération de décoloration par des plaques perméables permettant de passer l'huile et retenir la terre usée et d'autres impuretés.

L'opération de décoloration peut être résumée comme suit :



G-Désodorisation :

La désodorisation, comme son nom l'indique, 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.

Voici par la suite les différents stades du procédé de désodorisation :

a-Préchauffage :

(Désaération et chauffage de l'huile) : L'huile est ainsi chauffée en 3 étapes :

- Dans l'échangeur thermique faisant circuler l'huile désodorisée à 140°C.
- Dans les serpentins installés, dans le réservoir de préchauffage.
- Dans le réchauffeur par un serpentins faisant circuler de l'huile minérale dont la température est réglée par le thermostat de la chaudière.

b-Désodorisation de l'huile :

Le désodoriseur est de forme cylindrique verticale. Dans cette partie du Processus, on élimine l'ensemble des composés odoriférants par l'effet d'un vide poussé auquel est soumise toute l'installation 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. L'huile est maintenue dans le désodoriseur en état d'agitation permanente pendant une durée de 2 heures d'environ.

c-Refroidissement de l'huile :

L'huile désodorisée coule continuellement du dernier compartiment du désodoriseur vers le réservoir de refroidissement. Ce réservoir est sous le même vide que le désodoriseur et de la vapeur vive est injectée de façon à éliminer les dernières traces d'acides gras et de substances odoriférantes. Après refroidissement, l'huile sort à une température de 65°C et elle est dirigée vers les filtres de polissage.

d-Polissage de l'huile :

Cette phase du processus est indispensable pour donner une huile finie brillante. Ce filtrage permet d'éliminer les dernières traces de terre décolorante ayant échappé aux filtres

Niagara. Pour ça, on utilise des filtres presses constitués de plateaux empilés séparés par des papiers de cellulose, et pressés les uns contre les autres (Figure 9).



Figure 9 : Filtration de sécurité avec un filtre poche

e-Condensation des acides gras :

Les vapeurs venant du désodoriseur contiennent en plus de la vapeur d'eau, des acides gras, des substances odoriférantes et des insaponifiables. Ces gaz doivent être refroidis de façon à condenser les acides gras et d'obtenir ainsi, à la sortie du condenseur barométrique, une eau avec un taux de matière grasse considérable. Les acides gras liquides sont récoltés au fond du séparateur pour être repris par la pompe et refoulés.



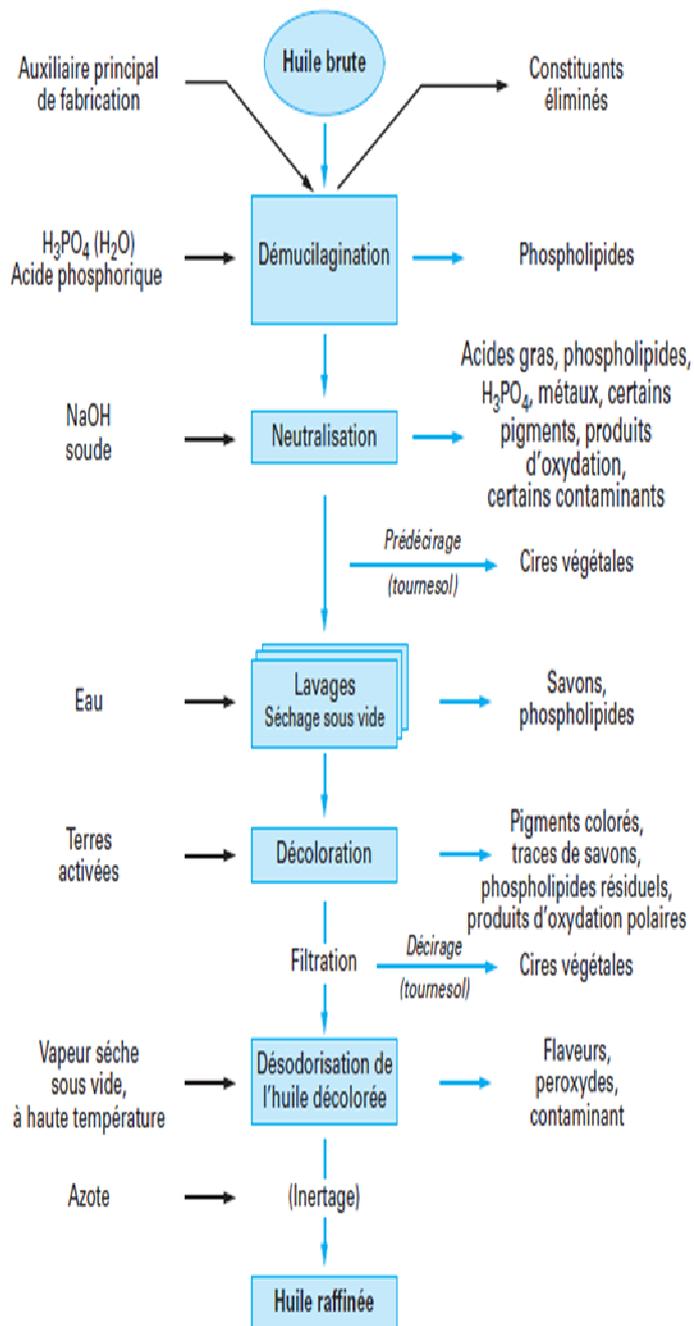
fig.10 : Désodoriseur

Tableau 3 qui résume les constituants indésirables dans les huiles brutes éliminés au cours du raffinage :

Tableau 3 – Constituants indésirables dans les huiles « brutes » éliminés au cours du raffinage			
Nature des constituants	Pourcentage ou teneur	Origine	Inconvénients de leur présence
Acides gras libres	0,3 à 5 %	Constituants naturels libérés par hydrolyse	Goût, fumée à chaud Hydrolyse Instabilité organoleptique
Phospholipides	0,2 à 1,8 %	Constituants naturels	Aspect trouble Instabilité organoleptique Dépôt et brunissement à chaud
Produits d'oxydation	Variable avec l'état de la matière première	Auto-oxydation	Instabilité organoleptique Couleur Nutrition ?
Flaveurs	< 0,1 %	Naturelle Auto-oxydation	Odeur Goût
Cires	$N \times 100$ mg/kg	Constituants naturels	Aspect trouble
Pigments	$N \times 10$ mg/kg	Constituants naturels	Couleur Instabilité organoleptique
Métaux (fer, cuivre)	$N \times$ en mg/kg	Constituants naturels Contamination	Catalyseurs d'oxydation
Contaminants Métaux lourds Pesticides HAP Mycotoxines	$N \times 10$ mg par tonne	Contamination	Hygiène alimentaire Santé

HAP hydrocarbures polycycliques aromatiques.
N entier naturel compris entre 0 et 9.

Le schéma suivant montre les différentes étapes de raffinage de l'huile brute.



VI-ANALYSES AU LABORATOIRE DE SIOF :

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 :

-1- Contrôle de l'acidité :

a-Définition :

L'acidité est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage % d'acide oléique.

b- expression de formule :

L'acidité est donnée par la formule suivante :

$$\% \text{ AC} = \frac{\mathbf{N \times V \times M \times 100}}{\mathbf{PE \times 1000}}$$

Avec :

- V : volume de KOH versé en L.
- M : poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol.
- PE : prise d'essai en g.
- N : Normalité (0.1N)

-2-Contrôle de savons:

a- Définition:

C'est la détermination de la quantité de savon dans les huiles raffinées en mg d'oléate de sodium dans un kg de matière grasse ; pour savoir si on a une perte d'huile ou non .

Le dosage est effectué sur l'huile neutralisée.

b- expression de formule :

$$\text{Taux de savon (ppm)} = \frac{\mathbf{V \times N \times 304 \times 1000}}{\mathbf{PE}}$$

Avec :

- V : Volume tombé de burette de HCl en L.
- 304 g/mol= poids moléculaire d'oléate de sodium.
- PE : prise d'essai en g.
- N : Normalité

3- la pâte de neutralisation : Mesure de la matière grasse et de l'acidité :

a-Définition :

-cette analyse permet de savoir s'il y a des pertes d'huile pendant la neutralisation, en déterminant la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

b- expression de formule :

$$* \quad \text{Acidité(\%)} = \frac{V \times 2.82}{PE}$$

Avec :

- V : Volume versé de KOH.
- PE : prise d'essai en g.

$$T (\%) = \frac{M \times 100}{PE}$$

Avec :

- M : masse de résidu d'huile après étuvage.
- PE : prise d'essai en g.
- T : pourcentage de matière grasse dans la pâte de neutralisation.

4-Dosage d'excès de soude:

a-Définition :

Cette analyse consiste à détecter l'excès de soude. Sa présence identifie la consommation d'une quantité élevée de soude à la neutralisation de l'huile.

b- expression de formule :

Le pourcentage d'excès exprimé est le volume d'huile brute ajouté.

$$E_{\text{NaOH}} = n \times 5\%.$$

Avec : n est le nombre de fois d'ajout de 5ml d'huile brute.

Partie : 3 sujet de stage

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

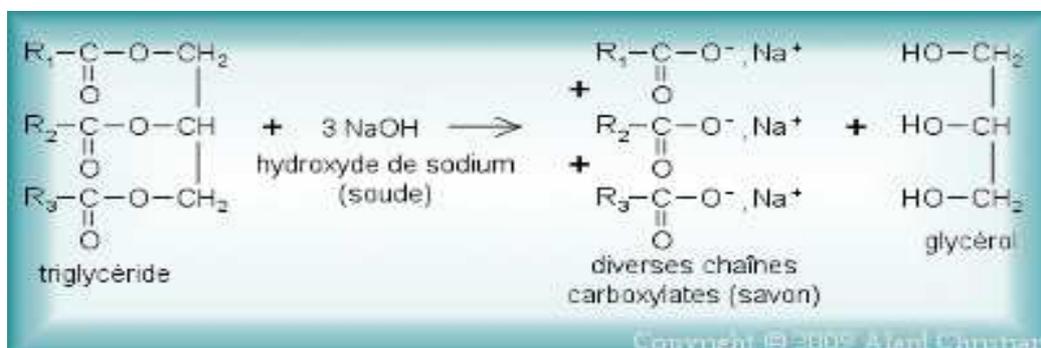
Optimisation des pertes d'huile au niveau de la neutralisation :

L'objectif de raffinage chimique continu, des huiles végétales, est de produire de l'huile raffinée avec une qualité acceptable ou avec un rendement maximal dans le procédé de raffinage.

I-NEUTRALISATION :

La neutralisation est considérée comme étape primordiale dans tout le processus de raffinage d'huile brute, car on peut y avoir des réactions indésirables et on peut avoir des pertes d'huile à ce niveau là.

Pour le procédé chimique continu, les huiles végétales sont raffinées par réaction de soude avec l'huile brute, les acides gras sont neutralisés selon la réaction suivante :



II-LA SAPONIFICATION:

La réaction de saponification n'est autre qu'une hydrolyse basique en milieu alcalin. C'est à dire que dans une solution basique, un corps gras (ou huile végétale) est hydrolysé par un alcali. L'alcali étant une base : soude caustique NaOH ou la potasse caustique KOH. L'utilisation de cette base provoque la rupture d'une liaison entre les acides gras et l'ester de glycérol. La réaction forme alors les produits suivants : un alcool (le glycérol) et les ions carboxylates à longues chaînes carbonées qui constituent le savon. L'utilisation de soude donne lieu à l'apparition de carboxylate de sodium tandis que la potasse produit du carboxylate de potassium.

La saponification est une réaction chimique assez lente et exothermique. Pour accélérer cette réaction, il est possible de jouer sur différents facteurs tels que la température, qui, plus elle est élevée, accélère la réaction ou encore utiliser un agitateur pour favoriser la rencontre des réactifs du mélange de soude et d'ester pour maintenir une émulsion.

III- PARAMETRES INFLUENÇANT SUR LA NEUTRALISATION :

Cette étape est déterminée par des facteurs importants :
La **température** ; la **pression** ; le **temps de séparation** ; La **concentration de soude caustique**.

- 1-Température :

La température est un facteur important pendant la neutralisation. La réaction de saponification est caractérisée par sa lenteur se qui peut causée 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) à une température qui avoisine les 90C° pour accélérer la réaction de saponification.

-2-Temps de séparation :

Comme son nom l'indique c'est le temps nécessaire pour séparer les deux phases légères qui contiennent de l'huile neutre et la phase lourde composée de pâte de neutralisation, et il varie d'une huile à l'autre selon sa qualité et la quantité des impuretés qu'elle contient .

-3-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 bar. Car si on dépasse cette limite de 2 bar on a risque du passage 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.

-4-Concentration de la soude :

-La soude caustique ajoutée est de concentration variante entre 16-20 Be° selon la qualité de l'huile brute, 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 puisqu'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.

A- variation de température :

Dans un premier temps, on fixe : la pression ($P=2\text{bar}$), la concentration de soude ($C=16^\circ\text{Be}$), et le temps de séparation =1400s, et on va varier la température.

Le tableau 1 suivant résume les résultats trouvés :

Températures (C°)	90	89	88	87	86
Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.05	0.06	0.06	0.044	0.047
Taux de savon (ppm)	889.75	774	622.6	1380	1026
Acidité de la pâte (%)	58.3	59.6	63	72.54	77.34

Conclusion :

- D'après les résultats obtenus on constate que les températures 87C° - 86C° sont idéales car, d'une part, l'acidité de la pâte est supérieure à 60%, et d'autre part le taux de savon est compris entre 800et 1400ppm.
- Par conséquent, les pertes d'huile obtenue dans la pâte sont minimisées ainsi que la quantité des savons est aussi minimisée dans l'huile neutre.

B-Variation de temps de séparation

Dans la 2^{ème} opération, on fixe la température à 86C° , la Concentration de soude= 16Be° , la pression $P=2\text{bar}$ et on varie le temps de séparation :

Le tableau 2 suivant résume les résultats trouvés :

Temps de séparation (s)	800	940	960	990	1000	1100
Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.05	0.06	0.05	0.05	0.07	0.06
Taux de savon (ppm)	1942	1733	1300	2096	1319	1842
Acidité de la pâte (%)	66.5	78	82.2	75.3	72.88	67.83

1-Analyse de résultats:

- Le temps de séparation croît de 800s à 960s, dans ce domaine une légère augmentation au niveau de l'acidité de la pâte est observée et elle atteint son maximum à (82.2%) pour un temps de sep = 960s, ensuite elle diminue.
- Le taux de savon diminue avec l'augmentation de temps de séparation jusqu'à 960s ; et augmente dans l'intervalle de 960s à 990s et il décroît ensuite comme l'indique le tableau 2.

2- Conclusion :

Les résultats obtenus : la bonne séparation (pâte /huile) et neutralité de l'huile pour temps=960s sont en accord avec les normes.

C-Variation de la pression

3^{ème} étape : fixation de de T=86C° ; temps de séparation =montrent que la bonne séparation 960s, Concentration de soude =16 Be° et on varie la pression :

Le tableau 3 suivant résume les résultats trouvés :

Pression (bar)	1	1.5	2	2.5

Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.07	0.06	0.043	0.05
Taux de savon (ppm)	3262.4	2886	2015	2900
Acidité de la pâte (%)	75	78.87	81	73

1-Analyse des résultats:

D'après les résultats obtenus, il y a une augmentation de l'acidité de pâte en fonction de la pression jusqu'à 2 bar. Au delà de cette valeur elle diminue.

De même, pour le taux de savon diminue mais n'atteindra jamais la valeur de la norme qui est de 1400ppm.

2 -Conclusion:

De ce qui précède on peut conclure que : la pression convenable, qui nous assure une bonne séparation huile neutre /pâte, en plus, sans qu'il est de perte d'huile dans la pâte ou passage d'une grande quantité de savon dans l'huile neutre, est de P=2 Bar.

D-Variation de la concentration de soude :

Et à la fin, on fixe : la T=86C° ; la pression =2 mbar ; le temps de séparation=960s et on varie la concentration de soude :

Le tableau 4 suivant résume les résultats trouvés :

Concentration de			
-------------------------	--	--	--

soude (Be°)	16	17	18
Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.037	0.034	0.029
Taux de savon (ppm)	2015	2215	2897
Acidité de la pâte (%)	81	70.5	68.17

-1-Analyse et Conclusion:

- On observe qu'à partir de [soude]=16 Be°, qui est caractérisé par une acidité de 81%, il y a une diminution au cours de l'augmentation de la concentration comme le tableau l'indique.
- D'après cette analyse on constate que **la concentration de la soude caustique qui conforme les normes** est 16 Be°.

-VI-ANALYSES A L'ECHELLE DE LABORATOIRE :

*** pour confirmer les résultats trouvés au niveau de la centrifugeuse, on a réalisé des analyses au laboratoire comme l'indique les tableaux ci-dessous :**

a- variation de température :

On fixe les paramètres suivantes : [soude] = 16 Be° ; temps de séparation = 1400s, et on varie la température.

Le tableau 5 suivant résume les résultats trouvés :

Températures (C°)	90	88	86	84
Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.054	0.053	0.051	0.053

Taux de savon (ppm)	563	545, 61	614.78	601.33
Acidité de la pâte (%)	51.25	54.4	62.12	57.32

b-Variation de temps de séparation :

On fixe la T=86C°, [soude] = 16 Be° et on varie le temps de séparation.

Le tableau 6 suivant résume les résultats trouvés :

Temps de separation (s)	1200	1080	960	800
Acidité de l'huile utilisée S1(%)	0.049	0.05	0.051	0.053
Taux de savon (ppm)	699,2	605	677.31	597.75
Acidité de la pâte (%)	55.69	61.24	65.08	53.12

c-Variation de concentration de la soude ajoutée :

On fixe la T=86C°, le temps de séparation et on varie la concentration de la soude caustique.

Le tableau7 suivant résume les résultats trouvés :

Concentration de soude (Be°)	16	17	18
Acidité de l'huile entrante de séparateur S1(%)	0.049	0.05	0.051
Acidité de la pâte (%)	66.47	61.23	59.01

d- Conclusion:

Les analyses effectuées au niveau de séparateur et celles obtenues au laboratoire sont en bon accord pour les paramètres étudiés :

- Température : égale à 86 C°.
- Pression : égale à 2 Bar.
- concentration de la soude: égale à 16 Be°.
- Temps de séparation : égale à 960 s.

Pour avoir une bonne séparation et réduire les pertes d'huiles dans l'opération de neutralisation.

V- CONCLUSION GENERALE

Mon stage s'est déroulé à l'usine SIOF et principalement dans la section raffinage d'huile de Soja. Dans cette section l'opération de neutralisation d'huile par la soude caustique est une opération clé du procédé du raffinage des huiles.

En effet, L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. En plus cette même huile a subit, avant sa neutralisation, une opération de dégommage par l'acide phosphorique pour éliminer les impuretés indésirables.

Donc l'objectif de la neutralisation par la soude caustique est double : neutraliser l'acide phosphorique et neutraliser les acides gras sous forme de savons appelés «pâtes de neutralisation ».

D'où cette opération nous exige un contrôle et un suivi continu pour garder les normes et en même temps avoir un bon rendement.