



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Optimisation des pertes d'huile au niveau de la neutralisation

Présenté par :

◆ Lamiae MAKHTOUM

Encadré par :

◆ Mme Fatiha BOUSSLAMI (Société)
◆ Pr Ahmed HARRACH (FST)

Soutenu Le 13 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr Hammou SOUHA
- Pr Hicham ZAITAN
- Pr Ahmed HARRACH

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2013 / 2014

Dédicace

Je dédie ce travail :

A mes chers parents

A mon frère et mes sœurs

A tous mes amis

Remerciements

Plus par élan de reconnaissance et de gratitude que par conformité à la tradition que je consacre cette page à mes remerciements.

Mes premiers mots de remerciements s'adressent à **Mr Khalil LAHBABBI**, président directeur général de la SIOF et **Mr Youssef LAZAR**, directeur des ressources humaines, de m'avoir accueilli au sein de leur société en qualité de stagiaire.

Mes sincères remerciements seront à l'égard de mon encadrant **Mr Ahmed HARRACH ; professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de FES**, pour son aide remarquable, pour ses conseils, ses instructions et précieuses directives, qui ont permis le bon déroulement et la mise en œuvre de mon projet.

Par ailleurs je remercie **Mr Said CHAKROUNE**, le chef de la filière Génie Chimique à la FST de Fès, pour ces nombreux conseils qui m'étaient très utiles.

Mes sincères remerciements s'adressent à **Mme Fatiha BOUSSELLAMI**, responsable de laboratoire pour ses conseils et son support permanent.

Eventuellement, j'adresse mes chaleureux remerciements et mes meilleurs respects à toutes les personnes qui m'ont volontairement aidé en sacrifiant une grande partie de leur temps au bénéfice de mes questions.

Mes profonds remerciements pour les membres de jury, **Mr Hammou SOUHA** et **Mr Hicham ZAITAN**, qui ont accepté d'évaluer ce travail.

Mes sincères remerciements à tous mes enseignants du département de chimie pour leurs efforts et la bienveillance dont ils ont fait preuve tout au long de ma formation.

Sommaire

Chapitre 1 : Présentation de la société

I.	Présentation de la société	2
II.	Historique	3
III.	Activités diversifiées	4
1.	Huile de soja :	4
2.	Huile de tournesol :	4
3.	Huile d'olive :	5
4.	Huile de grignons:	5
IV.	L'organigramme de l'entreprise:	6
V.	Contexte du stage :	7

Chapitre 2 : Processus raffinage-conditionnement et analyses effectuées

Introduction.....	8
-------------------	---

A : Raffinage et conditionnement des huiles alimentaires

I.	Raffinage.....	8
1.	Démucilagination.....	9
2.	Neutralisation	10
3.	Lavage.....	11
4.	Séchage.....	12
5.	Décoloration	13
6.	Filtration	13
7.	Désodorisation	14
8.	Fortification	14
II.	Conditionnement	16
1.	Fabrication d'emballage	16
2.	Remplissage et capsulage.....	17
3.	Etiquetage et codage.....	17
4.	Encaissage.....	17

B : Analyses effectuées au sein de la SIOF

I.	Contrôle de l'acidité	18
II.	Contrôle des savons	19
III.	Analyse de la pate de neutralisation	21
IV.	Contrôle de l'humidité	22
V.	Indice de peroxyde	23
VI.	Transmission.....	25
VII.	Dosage du phosphore	25
Conclusion	27	

Chapitre 3 : L'optimisation des pertes d'huile au niveau de la neutralisation

Introduction..... 28

A: Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation à l'échelle de la production

I) Résultats des analyses effectuées..... 28

II) Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation 29

1. Variation de la température de l'huile à neutralisée 29

2. Variation du temps de séparation du bol auto-débourbeur 30

3. Variation de la concentration de la soude caustique 31

4. Variation de la contre-pression du séparateur 31

B : Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation à l'échelle du laboratoire

I) Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation 32

II) Optimisation des pertes d'une huile de caractéristiques différentes au niveau de la neutralisation 33

1. Variation de la température de l'huile à neutralisée 33

2. Variation du temps de séparation du bol auto-débourbeur 34

3. Variation de la concentration de la soude caustique 34

Conclusion générale : 35

Liste des abréviations

- **AC** : acidité
- **°B** : degré baumé
- **HB** : huile brute
- **HS** : huile séchée
- **N** : normalité
- **Neutra** : neutralisation
- **PE** : prise d'essai
- **PET** : polyéthylène téréphtalate
- **ppm** : partie par million
- **TB** : tombé de burette
- **T_D** : température au sein de la désodorisation
- **T_{eau}** : température de l'eau
- **T_{SD}** : température à la sortie de la désodorisation

Table des illustrations

Liste des tableaux :

Tableau 1: Les opérations communes entre le procédé de l'huile de soja et celui de tournesol.....	9
Tableau 2: Les normes de l'acidité de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.....	19
Tableau 3 : Les normes du taux de savon de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.....	20
Tableau 4 : Les normes de l'humidité de quelques huiles.	23
Tableau 5: les normes de la coloration de quelques huiles.	25
Tableau 6: Quelques résultats des analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF.	29
Tableau 7 : Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.....	30
Tableau 8: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.....	30
Tableau 9: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la concentration de la soude.....	31
Tableau 10: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la contre-pression	31
Tableau 11 : Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.	32
Tableau 12: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.	32
Tableau13: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la concentration de la soude.....	33
Tableau 14 : Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.	33
Tableau 15: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.	34
Tableau16: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la concentration de la soude.....	34

Liste des figures :

Figure 1 : Les divers activités de la SIOF	4
Figure 2: schéma général du raffinage de l'huile de soja au sein de la SIOF.	15

Introduction :

Le secteur des industries agroalimentaires est l'un des piliers de l'économie marocaine, avec un chiffre d'affaires de plus de 60 milliards de dirhams. Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur. Ces huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité.

La production des huiles alimentaires fait partie des industries agroalimentaires qui ont des activités basées sur la transformation des matières premières sous formes des produits agricoles végétaux ou animaux en produit fini. Cela se traduit par un enchaînement bien défini de différentes opérations unitaires.

De l'huile brute à l'huile raffinée, les technologies d'obtention et de transformation des huiles doivent garantir parfaitement la qualité microbiologique, chimique et physique du produit fini. Pour cela, les exploitants du secteur alimentaire doivent mettre en œuvre des moyens pour garantir la maîtrise de la sécurité des denrées alimentaires.

Dans ce cadre, et durant ce stage au sein de la SIOF, l'intérêt a été porté sur le suivi du procédé de raffinage de l'huile de soja et sur l'optimisation des pertes d'huiles au niveau de la neutralisation (séparation huile-pâte).

Le présent travail est constitué de trois parties. La première partie est réservée à la présentation de la SIOF, son historique, ses activités et ses différents produits. La seconde partie abordera le processus du raffinage au sein de la SIOF ainsi que les analyses effectuées au laboratoire au sein de la société SIOF. Dans la troisième partie, on mettra l'accent sur l'optimisation des pertes d'huiles au niveau de la neutralisation.

I. Présentation de l'entreprise

La SIOF « La 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 pour l'extraction, raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et la conserve des olives.

L'entreprise SIOF produit et commercialise une gamme étendue d'huiles de grande qualité, à travers des marques qui ont su conquérir l'adhésion et la fidélité de millions de consommateurs depuis plusieurs années. Elle est régulièrement exposée à une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles en particulier LESSIEUR CRISTAL qualifiée de « Première sur le marché des huileries au Maroc ».

L'amélioration de la qualité, du rendement, de la réduction des coûts de la production et de la capacité de satisfaire les besoins des consommateurs sont éventuellement le souci de toute entreprise pour rester compétitive et conquérir de nouveaux marchés. C'est dans ce cadre, que la SIOF est appelée à développer et améliorer ses procédés de production, pour être continuellement dans la course des leaders. Elle exige un contrôle régulier aux différents points de la chaîne de production.

La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1^{er} est situé à la zone industrielle **Sidi Brahim**, assurant la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- Le 2^{ème} est situé à la zone industrielle **DOKKARAT**, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3^{ème} site est une ferme localisée dans les régions **d'Ain Taoujtate** assurant l'extraction de l'huile de grignon.

Avec un capital qui atteint 30.000.000 Dhs « dont les actions sont repartis entre la famille LAHBABI (9 associés) », la société réalise sa production grâce à l'appui de trois équipes menant le système des 3 fois 8.

La SIOF a implanté cinq dépôts permettant une bonne distribution des produits sur les différents points du royaume comme suit :

- Dépôt Casablanca
- Dépôt Oujda
- Dépôt Marrakech
- Dépôt Oued-Zem
- Dépôt Tétouan

II. Historique

- 1961 : Création de la SIOF sous forme d'une société à responsabilité limitée « SARL ». La SIOF est une réalisation familiale 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 des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.
- 1966, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table « Tournesol, Soja, Colza, et coton... », Avec une capacité de 12000 tonnes/an.
- 1972 : la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour les matériaux nécessaires au remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles « ½ L, 1L, 2L, 5L »
- 1978 : le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, à l'ouverture des dépôts aux différentes régions du royaume « Oujda, Casablanca, Marrakech, et Oued-ZEM », au recrutement des représentants, à l'installation d'un nouveau système de décirage « élimination des cires »

avec des nouveaux matériaux de remplissage et surtout au suivi permanent du marché au niveau de la qualité du produit du prix de vente et de la concurrence.

Tout cela a permis à la société de devenir plus proche du consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

- 1980 : afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage plus perfectionnée d'une capacité de 30000 tonnes/an.
- 1984 : la société a entamé une série d'investissements pour moderniser l'outil de production.
- 1985 : elle s'est transformée en une société anonyme S.A, avec un capital de 30 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.
- 1993 : la mise en place d'une raffinerie d'huile brute à base de soja.
- 2002-2003 : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles P.E.T.

Dans le souci d'être continuellement dans la course des nouvelles techniques, SIOF choisit rigoureusement ses moyens humains et matériels et pousse toujours plus loin l'innovation et la qualité de ses produits.

III. Activités diversifiées

La SIOF assure le raffinage de quatre produits :

- « **SIOF** » huile de table raffinée à base de **soja**.
- « **Moulay Idriss** » huile d'**olive** vierge courante.
- « **Andaloussia** » huile de **grignons** raffinée.
- « **Frior** » huile de friture, 100% **tournesol**.

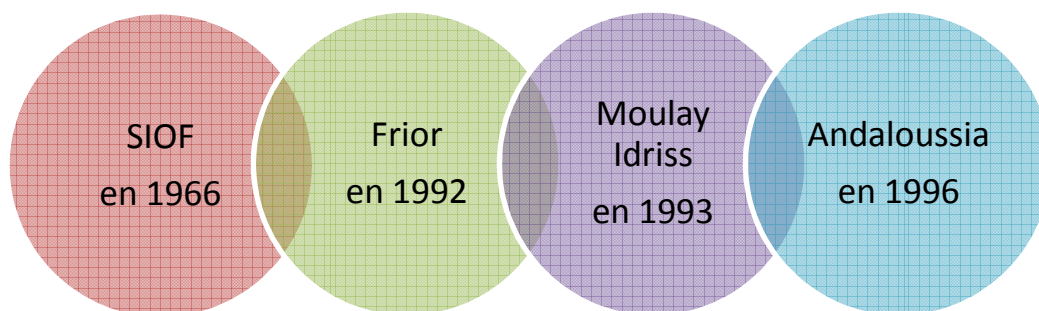


Figure 1 : Les divers produits de la SIOF

Huile de soja

Le soja ou le soya est une plante grimpante de la Famille des Fabacées, proche du haricot, largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommé dans le monde.

Le terme désigne aussi ses graines, qui constituent l'un des aliments naturels les plus riches en protéines, lipides, glucides, vitamines A et B, Potassium, Calcium, Magnésium, Zinc et Fer. Il contient aussi des acides gras polyinsaturés, la lécithine qui a une action hypocholestérolémiant, donc il possède des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

L'huile de soja est extraite en grandes quantités par broyage ou par extraction chimique. C'est une matière première intéressante parce qu'elle est chimiquement souple, abondante et renouvelable.

Huile de tournesol

Le Tournesol est une grande plante annuelle, appartenant à la Famille des Astéracées, son nom scientifique *Hélianthes annuus*. C'est une plante oléagineuse très riche en huile alimentaire (environ 40% de leur composition).

Le principal domaine d'application des huiles de tournesol est l'alimentation humaine, comme huile de salade, huile de cuisine ou pour la préparation des margarines.

L'huile de tournesol est extraite de graines décortiquées soit par broyage soit par pressage.

Elle est conseillée pour la prévention des maladies cardio-vasculaires par richesse en acides gras essentiels comme « oméga 6 ». Elle est aussi riche en lipides que les autres huiles.

Huile d'olive

Le terme **huile d'olive** désigne exclusivement l'huile extraite du fruit de l'olivier.

L'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : en passant par le lavage, le broyage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage. L'huile d'olive ainsi produite doit alors être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

Composition de cette huile :

- 14% d'acides gras saturés ;
- 74% d'acides gras mono insaturés (acide oléique) ;
- 8% d'acides gras polyinsaturés ;
- Riche en vitamines A, D, E et K et provitamine A (carotène) ;
- Les composés mineurs s'agitent de phénols, stérols et sel minéraux...

Huile de grignons

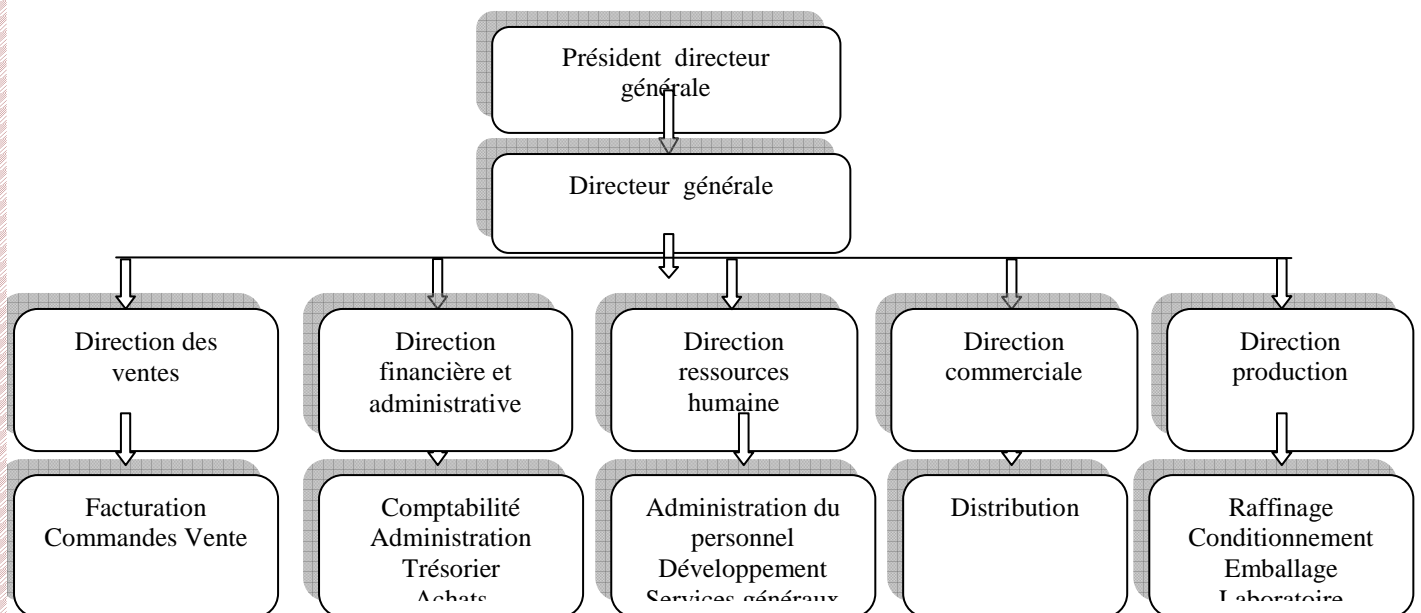
Après l'extraction de l'huile d'olives, il en résulte un sous-produit, le **grignon**, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche d'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive.

Le grignon est séché, broyé et traité par un solvant pour obtenir une huile dite de grignon.

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 vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques.

IV. Organigramme de l'entreprise

L'aspect organisationnel de la **SIOF** ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autre établissement. Il se présente de la manière suivante :



V. Contexte du stage

Le thème de mon stage porte sur l'étape de neutralisation qui est très intéressante car elle élimine les acides gras libres qui sont des catalyseurs d'oxydation. Elle élimine aussi les matières colorées et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors de stockage.

La neutralisation se fait par injection de la soude à l'aide d'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 pates de neutralisation.

Les différents paramètres influençant les processus de neutralisation et de séparation sont :

- l'acidité de l'huile brute ;
- la concentration de la soude utilisée ;
- la température de la soude ;
- la température de l'huile à neutralisé ;
- La contre-pression du séparateur ;
- Le temps de séparation ;

L'objectif de mon stage est d'étudier l'effet de chaque paramètre influençant les processus de neutralisation et de séparation afin de minimiser les pertes d'huiles au niveau de la neutralisation.

Pour faire face à cette problématique, il faut d'abord connaître les différentes étapes de procédé du raffinage des huiles et de comprendre les différents modes opératoires d'analyses effectuées au laboratoire.

Introduction

Dans ce chapitre, on présentera le procédé du raffinage des huiles alimentaires avec ses différentes étapes, en précisant ses principes, qui suivent un ensemble d'analyses de contrôle de qualité avant d'être conditionnées.

A: Raffinage et conditionnement des huiles alimentaires

I. Le raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible et à obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état.

La plupart des huiles brutes doivent être débarrassées des impuretés qu'elles renferment afin d'améliorer leurs conservations, leurs goûts, leurs aspects et leurs digestibilités.

L'activité principale de la SIOF est le raffinage des huiles brutes reçus de COSTOMA (compagnie de stockage marocaine) qui distribue l'huile brute venant de plusieurs pays à citer ; le Canada, le Brésil et l'Argentine aux diverses huileries du Maroc.

Au niveau de cette société, deux lignes de production séparées l'une de l'autre sont à distinguer :

- La 1^{ère} ligne est réservée au raffinage des huiles de tournesol et celle de grignon.
- La 2^{ème} ligne est réservée à l'huile brute de soja.

Les deux lignes suivent les mêmes étapes à l'exception de quelques différences. On va décrire les opérations essentielles communes entre les deux procédés.

Le raffinage effectué au niveau de SIOF est un raffinage chimique qui se fait selon les opérations élémentaires suivantes :

Tableau 1: Les opérations communes entre le procédé de l'huile de soja et celui de tournesol.

Opération	Composés éliminés ou réduites en quantités
Démucilagination	<ul style="list-style-type: none">• Composés hydratables tels que les phospholipides
Neutralisation alcaline	<ul style="list-style-type: none">• Acides gras libres• Phospholipides résiduels• Matières colorantes (réduites)
Séchage	<ul style="list-style-type: none">• Humidité (réduite)
Décoloration	<ul style="list-style-type: none">• Agents colorants : chlorophylle, caroténoïdes• Agents toxiques
Désodorisation	<ul style="list-style-type: none">• Acides gras libres• Tocophérols (réduits)• Résidus de pesticides et mycotoxines

Démucilagination

Principe

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile c'est une opération nécessaire, qui consiste à éliminer les composés des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de H_3PO_4 .

La teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration : ils peuvent représenter 0,5-0,1% de l'huile de soja.

La présence des mucilages dans l'huile peut entraîner aussi un certain nombre d'inconvénients :

- De nombreux essais ont montré qu'une huile mal raffinée (mal débarrassée de ces phospholipides) s'acidifie, s'oxyde et prend plus rapidement un goût désagréable.
- Ces substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation, désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.
- Les composés phosphorés en présence d'eau forment des précipités dits mucilages qui ne sont pas admis dans une huile livrée à la consommation.
- Ces phospholipides peuvent provoquer des émulsions.

Procédé

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

L'huile brute venant du bac de stockage appelé cuve de lancement, filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grossières substances.

Ensuite elle traverse un échangeur à plaques avec une température comprise entre 85-90°C, par la vapeur d'eau.

L'opération se poursuit par l'injection de l'acide phosphorique à l'aide d'une pompe doseuse à raison de 0,1 à 0,3%, avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide, l'action de l'acide optimale à une température supérieure à 80°C.

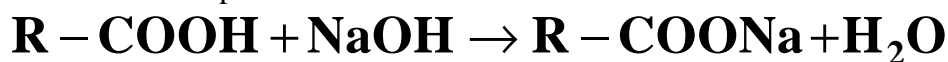
L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide (6000tr/min) pour la dispersion d'acide dans l'huile puis dans un mélangeur à l'axe vertical (bac de contact) assurant un temps de contact d'au moins 15-20 minutes pour qu'il y soit conditionnement des mucilages, le mélange est ensuite envoyé à l'étape de la neutralisation.

Neutralisation

Principe

Cette opération consiste essentiellement à éliminer les acides gras libres, ces derniers sont indésirables dans 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.

La réaction de saponification est la suivante :



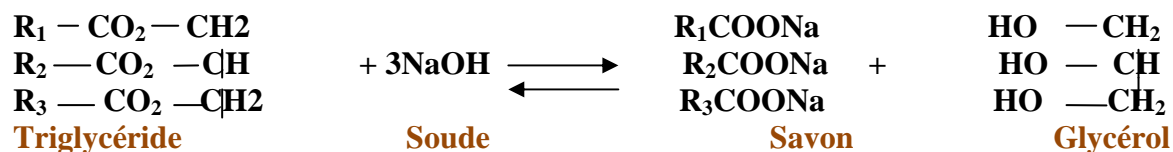
Acide gras

Soude

Savon

Eau

- C'est une réaction équilibrée. Ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation du savon, on ajoute une quantité bien déterminée de soude de 5% à 10%. Si la soude est mal dosée on peut avoir la saponification des triglycérides dite saponification parasite :



Proc\u00e9d\u00e9

A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est inject\u00e9e dans l'huile provenant du bac de contact : 16% \u00e0 18% (d\u00e9bit=80L/h) pour l'huile de soja et 20% pour l'huile de grignons et de tournesol.

Le m\u00e9lange d'huile et de soude passe dans un deuxi\u00e8me m\u00e9langeur \u00e0 grande vitesse pour \u00e9liminer tout risque de saponification parasite avant d'\u00eatre envoy\u00e9e vers un premier s\u00e9parateur \u00e0 bol auto d\u00e9bourbeur (centrifugeuse \u00e0 4700tr/min).

Le m\u00e9lange est divis\u00e9 en deux phases :

- **Phase lourde** : p\u00eate de neutralisation.
- **Phase l\u00e9g\u00e8re** : huile neutre.

A la sortie de l'\u00e9tape de neutralisation, l'huile neutralis\u00e9e doit avoir les caract\u00e9ristiques suivantes :

- **Acidit\u00e9** : 0,02-0,04%.
- **Traces de savon** : entre 1000 et 1200 ppm.

Lavage

Principe

Cette op\u00e9ration permet d'\u00e9liminer les substances alcalines (savon et soude) pr\u00e9sent dans l'huile sortante du s\u00e9parateur de neutralisation, ainsi que les derni\u00e8res traces de m\u00e9taux, de phospholipides et autres impuret\u00e9s. Il est essentiel que l'huile brute subi une bonne pr\u00e9paration si non il se produit des \u00e9mulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas \u00eatre \u00e9liminer.

Proc\u00e9d\u00e9

La conduite de lavage au sein de la SIOF peut s'effectuer de diff\u00e9rentes fa\u00e7ons selon la nature de l'huile :

- L'huile de soja neutralis\u00e9e provenant du s\u00e9parateur re\u00e7oit une eau acidifi\u00e9e avec l'acide citrique, passe dans un troisi\u00e8me m\u00e9langeur rapide et le m\u00e9lange est s\u00e9par\u00e9 par centrifugation.
- L'huile lav\u00e9e doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidit\u00e9 inf\u00e9rieure \u00e0 0,04%.
- Les eaux de lavage contiennent encore de l'huile qu'on r\u00e9cup\u00e8re par d\u00e9cantation (environ 1 \u00e0 3% de mati\u00e8re grasse).

- **Remarque**

Il est important de noter que les huiles de grignon subissent un lavage peu différent. Après la neutralisation, on le refroidit dans un premier échangeur huile-huile (huile froide qui sort de décirage va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation) et aussi dans un second échangeur huile-eau jusqu'à 11°C.

- Huile refroidit est injectée une 2^{ème} fois par NaOH 15-16 Bé (degré baumé) pour créer des savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
- L'huile est conduite vers un premier maturateur où on peut ajouter l'eau pour bien cristalliser des cires sous forme de graines pour faciliter leur élimination. Après l'huile passe d'un second maturateur à un troisième dans un circuit plus long pour garantir un temps de séjour plus long.
- Dès le 3^{ème} maturateur l'huile est pompée vers un échangeur huile-eau à 25°C qui va augmenter la température d'huile à 15-16 °C tout en évitant la rupture des cires cristallisées.
- A l'aide de la force de centrifugation du séparateur les cires sont éliminées de l'huile.
- L'huile décirée est chauffée par l'échangeur huile-huile (huile qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort de décirage) et aussi par échangeur huile-vapeur jusqu'au 90°C, et après le lavage se poursuit comme le soja.

Séchage

Principe

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.

La technique de séchage est basée sur le phénomène de l'évaporation de l'eau à une température inférieure à sa température normal d'évaporation, en appliquant des pressions élevées.

Procédé

La technique de séchage est simple, l'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous vide à une pression de 0,6 à 0,8 bar.

A la sortie du sécheur on doit avoir :

- Une acidité inférieure à 0,04%
- Une humidité inférieure à 0,1% (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5 et 0,7%).
- Des traces du savon inférieur à 50 ppm.
- Un pourcentage en mucilages ne dépassant pas 10 ppm.

Décoloration

Principe

Après le séchage, l'huile passe à la décoloration qui vise à éliminer les peroxydes, les produits secondaires d'oxydation et essentiellement les pigments coloré (les chlorophylles et les carotènes). Elle fait intervenir le phénomène d'adsorption sur la terre décolorante.

La terre décolorante utilisée est traitée avec de l'acide (acide chlorhydrique ou sulfurique) pour améliorer leur capacité d'adsorption. Autant les substances dissoutes que celles qui sont dispersées dans l'huile peuvent se lier à la surface des adsorbants.

Procédé

Au niveau de la SIOF, la décoloration se fait comme suit : à la sortie du sécheur est séparée en deux conduites :

- Une première, conduisant 90% de l'huile directement vers un échangeur thermique à spirale puis vers le décolorateur.
- Une deuxième, conduisant 10% d'huile vers un mélangeur (une petite cuve munie d'un agitateur) où elle sera mélangée avec de la terre. Ce mélange rejoint ensuite les 90 % d'huile dans le décolorateur.
- Le décolorateur est constitué de deux compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentin où circule de la vapeur afin que l'huile garde une température de 90°C, et avec une agitation efficace qui favorisera le contact pendant 20 min. l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

- **Remarque**

Pour l'huile de grignon, la décoloration se fait par du charbon actif car il est plus efficace.

Filtration

Principe

L'huile qui sort de la décoloration passe à la filtration. Cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

Procédé

Au sein de la SIOF, l'huile sortante du décolorateur doit être débarrassée de la terre qu'elle contient en suspension, pour cela, l'huile passe tout d'abord dans un gros filtre à plaque, puis dans deux autres filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contienne plus de la terre ou de matière en suspension. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

Désodorisation

Principe

La désodorisation produit une huile à saveur neutre qui n'a pas d'odeur, spécifique aux aliments. Ce procédé élimine aussi les restes de substances (acide gras) susceptibles de faire rancir l'huile. Cette étape de désodorisation prolonge la durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Les huiles neutralisées et décolorées obtenues possèdent une odeur et un goût particulier d'une part par leurs origines et d'autres parts en raison des traitements effectués pendant le raffinage. Le but de cette étape est donc d'effectuer un entraînement des produits odoriférants (aldéhydes, cétones...) en même temps que les acides gras volatils sans altérer

les triglycérides. Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevée avec injection de vapeur.

Procédé

Après la filtration l'huile, maintenue à une température de 70°C, passe dans une série d'échangeurs pour que sa température soit atteigne 240°C. Puis l'huile est acheminée vers le désodoriseur où on injecte de la vapeur sèche dans l'huile qui est maintenue sous vide. Il s'agit donc d'un entrainement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile.

Fortification

Principe

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principe nutritif de ces aliments au dessus de la valeur considérée. La fortification des aliments avec des vitamines A et D₃, est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines.

Procédé

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D₃. Ces vitamines ajoutées d'une quantité bien définie par la réglementation, sont d'abord mélangées dans des petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées. Après, l'huile raffinée est pesé puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

On peut résumer le procédé du raffinage dans le schéma suivant :

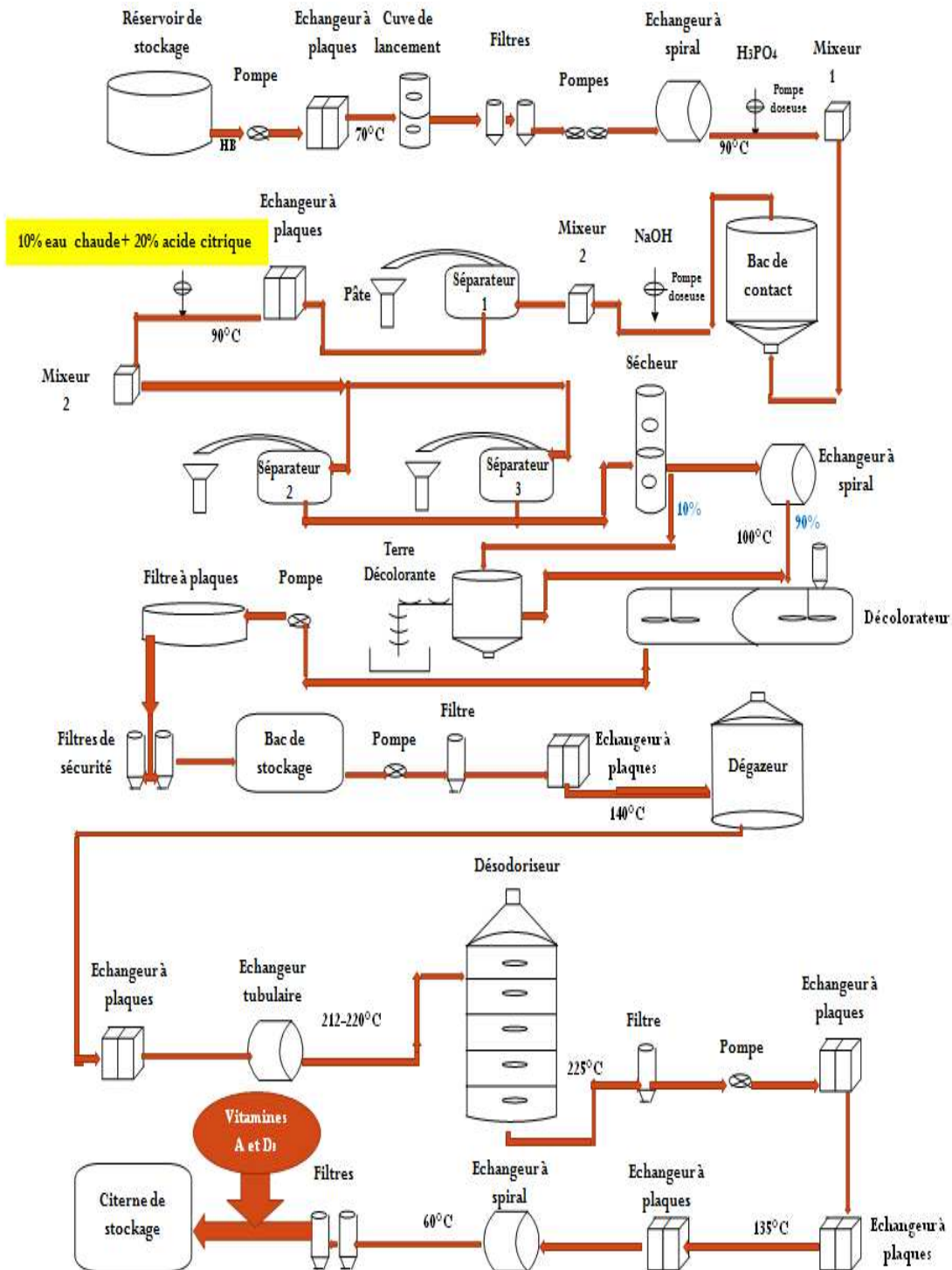


Figure 2 : schéma général du raffinage de l'huile de soja au sein de la SIOF

Spécificité du produit :

Après tout ce long processus du raffinage le produit doit avoir les critères suivants :

- Acidité inférieur à 0,1%.

- Teneur en phosphore inférieur à 5 ppm.
- Taux de savon égale à 0 ppm.
- Teneur en vitamine A=3000 UI/100 g d'huile.
- Teneur en vitamine D=3000UI/100g d'huile.
- Absence d'humidité car c'est un agent de lipolyse.
- Absence de chlorophylle et de carotène car se sont des agents de photo-oxydation.
- Absence de fer et de cuivre car ce sont des catalyseurs d'oxydation.
- Absence d'odeur indésirable et de flaveur.

Conditionnement

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons. Ces derniers sont emballés dans des cartons ensuite dans des palettes et déposés dans le stock des produits finis.

Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne 0,5L et 1L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne 2L et 5L PET où le remplissage est volumique.

Le processus du conditionnement se résume dans les étapes suivantes :

Fabrication d'emballage

Il consiste à la fabrication de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffinée. Il est équipé de différentes machines conçues en France, en Allemagne et en Italie.



Remplissage et capsulage

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

L'étiquetage et codage :

Après vient le rôle pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C.



Une fois les bouteilles sont étiquetées, elles sont dirigées vers l'encaisseuse.

L'encaissage :

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où ils seront remplis dans des cartons qui sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

B : Les analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF

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.

Les analyses effectuées au niveau de la SIOF sont :

- Contrôle de l'acidité de l'huile.
- Contrôle de savons.
- Analyses de la pâte de neutralisation.
- L'humidité.
- L'indice de peroxyde.
- Contrôle de la transmission.
- Dosage du phosphore.

NB : Lors de chaque contrôle, les responsables du laboratoire renseignent les techniciens de raffinage de toute non-conformité ; ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

I. Contrôle de l'acidité

1. Définition

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

2. Réactifs :

- Alcool éthylique 95%.
- Phénolphtaléine.
- KOH 0.1N.

3. Mode opératoire

- Dans un ballon de 250 ml, On met à peu près 100 ml d'alcool.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.
- Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de KOH 0,1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle.
- Puis, on pèse à peu près 10 g d'huile et on titre par une solution d'hydroxyde de potassium de normalité 0,1 N.

4. Calcul :

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB \times N \times PM}{PE} \times 100$$

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB(ml) \times 0,1 \times 282}{PE \times 1000} \times 100$$

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB(ml) \times 2,82}{PE}$$

Avec :

- TB = tombée de burette.
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de KOH = 0,1 N.
- PM = poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol.

5. Normes :

Tableau 2: Les normes de l'acidité de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.

L'huile de Soja	Opération effectuée	Normes
	Neutralisation	≈ 0,02%
	Séchage	0,06-0,1%
	Décoloration	≈ 0,1%
	Désodorisation	< 0,06%

II. Contrôle des savons

1. Définition

C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium, donc c'est la quantité de savons contenue dans la matière grasse.

2. Réactifs

- Solution acétonique.
- Bleu de bromophénol.
- HCL 0,01N.

3. Mode opératoire :

- Dans un ballon de 250 ml, On introduit 40 ml d'une solution acétonique.
- On ajoute 7 à 8 gouttes de bleu de bromophénol jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune.
- On introduit une prise d'essai de 10 g d'huile.
- Ensuite, on titre avec une solution d'acide chloridrique de normalité 0.01 N.

4. Calcul :

$$\text{Taux de savon} = \frac{TB \times N \times PM}{PE}$$

$$\text{Taux de savon} = \frac{TB(l) \times 0,01 \times 304}{PE}$$

$$\text{Taux de savon} = \frac{TB(ml) \times 3040}{PE}$$

Avec :

- TB = tombée de burette.
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de HCL = 0,1 N.
- PM = poids moléculaire de l'oléate de sodium = 304 g/mol.

5. Normes

Tableau 3: Les normes du taux de savon de l'huile de soja à quelques étapes du raffinage.

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

III. Analyses de la pâte de neutralisation

1. Définition

Cette analyse a pour but de déterminer la quantité de la matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

2. Réactifs

- Alcool neutralisé en présence de phénolphaléine.
- KOH 1N.
- Hexane.
- Orange de méthyle.
- l'acide sulfurique.
- Dioxane pur.

3. Mode opératoire :

- On met environ 10 g de la pâte dans un ballon, On ajoute 40 ml de dioxane pur, 7 ml d'eau distillée, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle.
- On chauffe le mélange jusqu'au virage de la coloration vers le marron, puis le mélange est transvasé dans une ampoule à décanter où il y a séparation des deux phases :
- La phase aqueuse est lavée trois fois avec 25 ml d'hexane.
- La phase contenant la matière grasse est lavée trois fois avec l'eau chaude, puis filtrée sur papier filtre contenant le sulfate de sodium afin d'éliminer les traces d'eau existantes.
- Le mélange (hexane – matière grasse) est mit dans un rotavapeur pour éliminer l'hexane par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103 °C pendant 15 min puis refroidit dans un dessiccateur.

- On pèse la quantité de la matière grasse, on ajoute 100 ml d'alcool neutralisé en présence de phénolphthaléine puis on titre avec KOH (1N) jusqu'à virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

4. Calcul :

$$\% \text{ matière grasse} = \frac{(m - m_0)}{PE} \times 100$$

$$\% \text{ acidité} = \frac{TB(ml) \times N \times 28,2}{PE}$$

Avec :

- m_0 = La masse du ballon vide.
- m = La masse du ballon remplie de la matière grasse.
- PE = Prise d'essai.
- TB = tombée de burette en ml.
- N = Normalité de KOH = 1N.

5. Normes :

La pâte doit avoir :

- Une acidité $\geq 60\%$
- $30\% \leq$ Pourcentage de matière grasse $\leq 40\%$

IV. L'humidité

1. Définition

L'humidité de l'huile est la quantité d'eau perdue après étuvage d'une prise de l'échantillon pendant un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 103 °C.

2. Appareillage

- Dessiccateur.
- Balance.
- Etuve réglée à 103 °C

3. Mode opératoire :

- On tare un petit cristalliseur, ensuite on pèse 10 g d'échantillon d'huile.
- On met le cristalliseur dans une étuve réglée à 103 °C pendant deux heures.
- Puis, on met le cristalliseur dans le dessiccateur contenant le sulfate de sodium anhydride pendant 5 min afin d'éliminer les dernières traces d'eau.
- On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur en pesant à chaque fois le cristalliseur jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,002 g.

4. Calcul

$$\% \text{ Humidité} = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$$

Avec :

- m_0 = La masse de l'échantillon avant étuvage.
- m_1 = La masse de l'échantillon après étuvage.

5. Normes

Tableau 4: Les normes de l'humidité de quelques huiles.

Type de l'huile	Normes
L'huile d'olive vierge	Inférieure à 0,2 %
L'huile d'olive raffinée	Inférieure à 0,1 %
L'huile de grignon d'olive	Inférieure à 0,1 %

V. L'indice de peroxyde

1. Définition

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes. Ce phénomène a lieu au cours du stockage des corps gras : C'est le rancissement.

La détermination de la quantité des peroxydes d'un corps gras montre son altération par oxydation. Ces peroxydes se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés, aldéhydes, hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...etc.).

2. Principe

Le principe de la méthode repose sur le traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, puis le titrage de l'iode par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Le dosage des peroxydes formés se fait indirectement en présence d'iodure de potassium.

3. Réactifs

- Chloroforme exempté d'oxygène.
- Acide acétique exempté d'oxygène.
- Iodure de potassium.
- Thiosulfate de sodium 0,02 N.
- Empois d'amidon se prépare par mélange d'un gramme d'amidon dans 100 ml d'eau.

4. Mode opératoire

- Prendre une prise d'essai de 1 à 2 g d'huile dans un flacon.
- Ajouter 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium saturé.
- Boucher le flacon, agiter pendant une minute et abandonner 5 min à l'abri de la lumière.
- Ajouter environ 75 ml de l'eau distillée.
- Titrer l'iode libéré par une solution de thiosulfate de Sodium en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon récemment préparé.

- Effectuer parallèlement et simultanément de la même façon un essai à blanc.

Remarque

Si le résultat de l'essai à blanc excède 0,05 ml de solution de thiosulfate de sodium 0.01N, de nouveaux réactifs doivent être préparés.

5. Calcul :

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{(v_1 - v_0) \times N \times 1000}{PE}$$

Avec :

- v_0 = Le volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.
- v_1 = Le volume de thiosulfate de sodium pour la prise d'essai.
- N = Normalité de thiosulfate.
- PE = La masse de la prise d'essai en g.

VI. Transmission

1. But:

Ce contrôle a pour but de s'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.

2. Principe :

Le contrôle de la transmission (ou coloration) consiste à doser la coloration de l'huile à l'aide d'un spectromètre UV visible.

3. Mode opératoire :

Après la mise à zéro du spectromètre (étalonnage) par de l'eau distillée, la coloration doit être 100 ou 99,99 % pour avoir un bon étalonnage.

On procède à la lecture de la transmission à une longueur d'ondes de 420 nm par l'échantillon mis dans une cuve en quartz.

4. Calcul :

La couleur de l'huile est mesurée à partir d'un colorimètre et elle peut aussi être donnée par la formule :

$$\% \text{ coloration} = \text{Transmittance} + 30$$

5. Normes :

Tableau 5: Les normes de la coloration de quelques huiles.

Type de l'huile	Normes de coloration
Huile de soja	78 à 86 %
Huile de tournesol	85 à 93%

VII. Dosage du phosphore :

1. But et principe :

Cette méthode a pour but de déterminer la quantité du phosphore dans les huiles, dans les lipides, souvent on rencontre le phosphore sous forme d'esters phosphoriques.

Le principe du dosage du phosphore est la destruction de la matière organique par minéralisation en présence d'oxyde de magnésium, aussi l'hydrolyse du phosphore à l'état d'orthophosphate et formation en milieu acide du complexe jaune de phosphovanadomolybdate d'ammonium de coloration stable.

2. Appareillage :

- Bec à gaz.
- Creuset en silice.
- Four à moufle réglé à 700 °C.
- Spectromètre visible.

3. Réactifs

Oxyde de magnésium.

4. Mode opératoire

Première étape

- Introduire dans un creuset en silice une prise d'essai de 10 g d'huile.
- Rajouter une pincée d'oxyde de magnésium.
- Brûler d'abord l'huile jusqu'à calcination totale, puis introduire le creuset dans un four jusqu'à obtenir des cendres blanches.
- Après avoir sorti le creuset du four, on le laisse refroidir.

- Puis, verser 10 ml d'acide nitrique (10%) au creuset.
- Chauffer pendant 5 min.
- Transvaser le contenu du creuset dans une fiole de 100 ml, à travers un papier filtre.
- Compléter le volume avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.

Deuxième étape

- Prélever 10 ml de la solution obtenue.
- Rajouter 10 ml de réactif nitro-vanado-molybdique puis homogénéiser l'échantillon.
- Préparer un essai à blanc contenant 10 ml de réactif + 10 ml d'eau distillée.
- La détermination du phosphore se fait à l'aide d'un spectrophotomètre avec une longueur d'onde de 420 nm par rapport à un essai à blanc.

5. Calcul :

La concentration du phosphore en mg par Kg d'huile est :

$$P = \frac{m_1 \times V}{10 \times m}$$

Avec :

- m_1 = Le nombre de μg de phosphore contenu dans 10 ml de solution (m_1 est donné par lecture directe sur la courbe d'étalonnage).
- V = Le volume dans la fiole jaugé.
- m = La masse de la prise d'essai en mg.

Conclusion

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. Ces étapes rencontrent plusieurs difficultés, ce qui les rend des points très critiques.

Introduction

Le mélange huile-soude passe par un mixeur avant de séparer la pâte de l'huile à l'aide d'un séparateur à bol auto-débourbeur. Cette étape là, appelée neutralisation, est la plus critique car on peut avoir des fuites d'huile dans la pâte ou de la pâte dans l'huile. Les différents paramètres influençant cette séparation sont :

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

On doit trouver les conditions optimums pour optimiser les pertes des huiles au niveau de la neutralisation. Pour cela, mon travail est divisé en deux parties :

- La première consiste à trouver ces conditions et les réaliser sur le terrain.
- La deuxième a pour but de vérifier, les résultats trouvés, au laboratoire.

A : optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation à l'échelle de la production

I. Résultats des analyses effectuées :

Durant les dix premiers jours du stage, on a assisté au procédé du raffinage, ainsi on a effectuées plusieurs analyses au laboratoire. Les résultats sont regroupés dans le tableau 6.

Tableau 6: Résultats des analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF.

	Acidité		Taux de savon		Dosage du phosphore		Coloration	Paramètres
	PE (g)	%	PE (g)	Z (ppm)	PE (g)	ppm		
H. Brute	5,10	0,39						7000Kg/h $T_D=215^\circ\text{C}$ $T_{SD}=53^\circ\text{C}$ $T_{eau}=31^\circ\text{C}$ Concentration du phosphore est 32°Be
Mélangeur	12,4	0,82						
% acidité	52,43 %							
S1	20,87	0,06	10,52	1358,17				
H. Séchée	12,83	0,086	12,68	23,97	10,05	14,04		
Filtre	16,25	0,11						
Entrée Désodorisation	13,82	0,064		0				
Sortie Désodorisation	26,3	0,059		0	10,35	5,10	80	
Pate	10	78,3						
H. Acide		58,8						
Eau Acidifiée C4		34,3						
Eau Acidifiée C2		2,27						

II. Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation :

Pour trouver les conditions optimums de la neutralisation, on a étudié les paramètres influençant cette séparation (huile-pâte).

Pour cela, on varie un paramètre et en fixant les trois autres pour une huile brute avec une acidité connue. Ensuite, on effectue des analyses de l'acidité de la pâte ainsi que celle de l'huile neutralisée et son taux de savons à la sortie du séparateur à bol auto-débourbeur.

L'huile brute utilisée a une acidité de l'ordre de 0,52% et 93,17 ppm de taux de savons.

1. Variation de la température de l'huile à neutralisée :

Au cours de cette expérience, on a fixé les paramètres suivants :

- La concentration de la soude qui est de l'ordre de 16°Be ;
- Le temps de séparation de 1400 s ;
- La contre-pression qui égale 2 bars.

Par contre, on fait varier la température de l'huile à neutralisée.

Les résultats des analyses obtenus sont présentés dans le tableau 7 :

Tableau 7: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.

La température en °C	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pate en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
90	0,065	889,75	58,3
89	0,057	774	59,6
88	0,051	622,6	63
87	0,046	1424	72,54
86	0,044	1026	77,32

On remarque que l'acidité de la pâte atteint une valeur très intéressante (**77,32%**) et que l'acidité de l'huile à la sortie du séparateur est très faible à la température **86°C**. Cette valeur est supérieure à la norme exigée **60%**.

On peut donc déduire que la meilleure température pour cette huile est celle de **86°C**. Pour cela, on fixe ce paramètre à cette valeur pour la suite des expériences.

2.Variation du temps de séparation du bol auto-débourbeur

Au cours de cette expérience, les paramètres fixés sont :

- La température de l'huile à neutralisée est 86°C (d'après l'étape précédente)
- La concentration de la soude est égale à 16°Be
- La contre-pression est de 2 bars

Alors que le paramètre varié est le temps de séparation du bol auto-débourbeur.

Le tableau 8 regroupe les résultats d'analyses d'acidités et le taux de savons :

Tableau 8: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.

Le temps de séparation en s	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pate en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
1400	0,047	1026	77,32
1200	0,046	1074,9	70,5
1100	0,06	1842	67,83
1000	0,07	1319	72,88
990	0,042	2096	66,65
960	0,039	2160	82,6

940	0,06	1942	78
800	0,05	1733	66,5

Lorsque le temps de séparation est égal à $t = 960$ s, on remarque que l'acidité de la pâte atteint une valeur importante **82,6%**. Cette valeur obtenue reste conforme à la norme puisqu'elle dépasse **60%**. En revanche l'acidité de l'huile à la sortie du séparateur est très faible (**0,039%**)

Pour cette raison, le temps de séparation sera fixé pour la suite des expériences à la valeur de **960 s**.

3. Variation de la concentration de la soude caustique:

Pour cette expérience, on réglera la température de neutralisation à 86°C et le temps de séparation $t = 960$ S. On fixera la contre-pression à la valeur de 2 bars et on varie la concentration de la soude caustique.

Le tableau 9 présente les résultats de l'analyse de l'huile à la sortie du séparateur et le pourcentage de l'acidité de la pâte.

Tableau 9: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la soude caustique.

La concentration de la soude en $^{\circ}\text{Be}$	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pâte en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
16	0,029	2015	81
17	0,034	2215	70,5
18	0,037	2897	68,17

Les résultats regroupés dans le tableau 9 montrent que l'acidité de la pâte atteint une valeur très intéressante (**81%**) en utilisant la concentration de la soude **16 Be**. cette valeur dépasse la norme exigée par la société **60%**.

4. Variation de la contre-pression du séparateur:

Pour la suite, on varie la contre-pression du séparateur et on garde les autres paramètres fixes :

- La température de l'huile à neutralisée est à 86°
- Le temps de séparation est de 960 s
- La concentration de la soude est de 16°Be

Les analyses obtenues sont regroupés dans le tableau 10.

Tableau 10: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la contre-pression.

La contre-pression du séparateur en bar	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pâte en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
1	0,07	3262,4	75
1,5	0,06	2886	78,87
2	0,037	2015	81
2,5	0,05	3010,25	63

On constate que le meilleur pourcentage de l'acidité de la pâte et la faible acidité de l'huile à la sortie du séparateur sont obtenus à la contre-pression de **2 bars**. L'acidité de la pâte atteint une valeur (**81%**) qui dépasse largement la norme exigée par la société **60%**.

B : Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation à l'échelle du laboratoire

Cette partie a pour but de comparer les résultats effectués à l'échelle de laboratoire à celle trouvés à l'échelle de la production et de montrer que l'acidité et les taux de savons de l'huile brute ont une influence sur ces paramètres de neutralisation.

I. Optimisation des pertes des huiles au niveau de la neutralisation

Au sein du laboratoire, on a réalisé les mêmes expériences sur l'huile brute, mêmes conditions de l'acidité et le taux de savons (0,52% et 93,17 ppm), en variant un paramètre et en gardant deux autres fixes parmi les paramètres tels que la température de la neutralisation, la concentration de la soude ou le temps de séparation de la centrifugeuse.

Les résultats des analyses obtenus sont regroupés dans les tableaux 11, 12 et 13

Tableau 11: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.

La température en °C	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pâte en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
90	0,054	563	51,25
88	0,053	545,61	54,4
86	0,051	614,78	62
84	0,053	601	57,32

Tableau 12: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.

Le temps de séparation en s	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pâte en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
1200	0,05	699,2	55,69
1140	0,052	605	61,24
960	0,051	677,31	65,08
900	0,053	597,75	53,12

Tableau 13: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la soude caustique.

La concentration de la soude en °Be	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pâte en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	

15	0,052	897	63,86
16	0,049	415	66,47
17	0,05	602	61,23

D'après les résultats regroupés dans les tableaux 12, 13 et 14, on observe les mêmes conditions optimums de la neutralisation que celle obtenues à l'échelle de la production pour une huile d'une acidité de **0,52%** et **93,17 ppm** de taux de savon tels que :

- La température de la neutralisation **86°C**
- Le temps de séparation **960s**
- La concentration de la soude **16° Be**

II. Optimisation des pertes d'une huile de caractéristiques différentes au niveau de la neutralisation

Au cours de cette expérience, on va vérifier si l'acidité et le taux de savon de l'huile brute peuvent modifier les paramètres optimums au niveau de la neutralisation.

Pour atteindre ce but, on a travaillé sur une huile différente (huile 2), avec d'autres paramètres d'acidité et de taux de savon (0,7% - 132,63 ppm). On a suivi le même procédé que pour l'huile précédente au sein du laboratoire.

1. Variation de la température de l'huile à neutralisée

On cherche la température optimale pour minimiser les pertes des huiles au niveau de la neutralisation. Pour cela on utilise :

- La concentration de la soude qui est de l'ordre de 16°Be ;
- Le temps de séparation de 1400 s ;

Les résultats des analyses nécessaires obtenus sur l'huile 2 sont regroupés dans le tableau 15.

Tableau 14: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la température.

La température en °C	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pate en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
90	0,046	351	64,52
88	0,06	2504,7	67,18
86	0,034	723,81	69,76
84	0,053	516,9	57,32

2. Variation du temps de séparation de la centrifugeuse

Sur le tableau 15, on présente les analyses de l'acidité et le taux de savon obtenus sur l'huile 2 en fixant la température à la valeur 86°C et la concentration de la soude à 16°Be ; Par contre, on varie le temps de séparation du bol auto-débourbeur.

Tableau 15: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation du temps de séparation.

Le temps de séparation en s	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pate en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
1200	0,041	541,7	61,2
1140	0,026	516,9	79,1
960	0,08	602	77,6

3. Variation de la concentration de la soude caustique

On fixe les paramètres suivants:

- La température de l'huile à neutralisée qui égale 86°C ;
- Le temps de séparation avec 1140 s ;

On varie la concentration de la soude caustique.

Les résultats des analyses obtenus sont regroupés dans le tableau 17.

Tableau 16: Comparaison des résultats d'analyses au cours de la variation de la soude caustique.

La concentration de la soude en °Be	L'huile à la sortie du séparateur		L'acidité de la pate en %
	Acidité en %	Taux de savons en ppm	
16	0,026	516,9	79,1
17	0,021	598,2	87,56
18	0,043	625,8	53,89

Le raffinage, de la nouvelle huile 2 qui contiennent à son état brut **132,63ppm** de taux de savon et **0,7%** comme acidité, doit être conditionné, au niveau de la neutralisation par les paramètres suivants :

- La température de l'huile, à l'entrée de cette étape, de **86°C** ;
- Le temps de séparation du bol auto-débourbeur est **1140 s** ;
- La concentration de la soude caustique est de **17°Be**.

Ce qui prouve que chaque type d'huile nécessite un suivi, afin de trouver les conditions optimums de son raffinage.

Conclusion générale

Mon stage s'est déroulé à l'usine SIOF et principalement dans la section raffinage des huiles 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 dégomme 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 ».

Or la production de l'huile varie selon la campagne et selon la nature d'huile traitée. Cette variation de production s'accompagne souvent d'une variation de l'acidité d'huile brute. Donc plusieurs paramètres sont mis en évidence pour garder une acidité de l'huile traitée constante de l'ordre de **0.04 %** en acide oléique, point qui faisait l'objet de mon sujet de stage à SIOF.

Pour atteindre cet objectif, on a proposé un suivi des paramètres influençant le bon déroulement de la neutralisation de l'huile. Ce suivi est réalisé sur terrain du raffinage pour qu'il soit vérifié à l'échelle du laboratoire en variant à chaque fois un paramètre et fixer les autres.

Les résultats obtenus ont montré que la qualité de l'huile brute (acidité et taux de savon) nécessite un changement de ces paramètres (température de l'huile à neutralisée, la concentration de la soude, le temps de séparation du bol auto-débourbeur et la contre-pression) qui doivent être bien étudiés à l'arrivée de chaque nouvelle huile.

Bibliographie

- <http://www.est-usmba.ac.ma/Rabi/PFE/sfel1011.pdf>
- <http://www.azaquar.com/doc/raffinage-de-l'huile-brute>
- <http://www.internationaloliveoil.org/documents/viewfile/4038-morocco-fr>
- http://www.undp.org/content/dam/undp/library/corporate/Partnerships/Private%20Sector/Resume%20Analytique_Les%20roles%20et%20les%20opportunities%20pour%20le%20secteur%20privé%20de%20l'industrie%20agroalimentaire.pdf
- http://www.finances.gov.ma/depf/publications/en_chiffres/bord_annuel/tableau_bord_sectoriel.pdf
- <http://www.mission-maroc.ch/fr/pages/79.html>
- Rapport de JANATI IDRISSE Sara (2012-2013)

Glossaire

- **Société anonyme** : c'est une société commerciale. Son capital est divisé en actions négociables. Le

nombre des actionnaires ne doit pas être inférieur à 5 associés et le capital ne doit pas être inférieur à 300.000 DH.

- **Société à responsabilité limitée** : constituée par une ou plusieurs personnes. Le capital doit être de 10.000 DH au moins et le nombre des associés ne peut être supérieur à 50.
- **Degré Baumé** est une unité de mesure indirecte de concentration, via la densité, inventée par Antoine Baumé. On le note par °B, °Be ou °Bé.

Annexe

Dans ce paragraphe, on présente le procédé de la neutralisation d'une huile brute au sein du laboratoire et la façon de déduire la quantité de la soude nécessaire pour chaque type d'huile.

1 : Neutralisation d'une huile brute au sein du laboratoire

Pour la neutralisation d'une huile brute, avec des caractéristiques bien déterminées, au sein du laboratoire, on suit le mode opératoire suivant :

- On prend 300g de cette huile, on la chauffe jusqu'à la température désirée de la neutralisation.
- On ajout 0,3ml de l'acide phosphorique.

- On agite pendant 20 min et on ajoute la soude caustique avec une quantité bien déterminée (dépond de la concentration de la soude)
- On met l'huile dans des tubes, ensuite dans la centrifugeuse afin de séparer la pate de l'huile et on fixe le temps de séparation.
- Après l'épuisement du temps, on obtient deux phases séparées (huile neutralisée et la pate).
- On réalise les analyses nécessaires pour les deux phases.

2 : Calcul de la quantité de la soude nécessaire à ajouter

A la fin de la neutralisation, on souhaite avoir une huile avec une acidité inférieure à 0,04%, pour cela l'ajout de la soude est un point critique dont il doit être en quantité optimum.

La réaction de saponification :



Donc :

$$m(NaOH) = \frac{m(RCOOH) \times M(NaOH)}{M(RCOOH)}$$

Avec :

$$m(RCOOH) = \frac{(Ac(HB) - Ac(Neutra)) \times m(HB)}{100}$$

On souhaite avoir un excès de 10% :

$$m_e(NaOH) = \frac{m(NaOH) \times 110}{100}$$

Elimination de l'acide phosphorique ajouté :

$$m_a(NaOH) = \frac{2 \times m_e(NaOH) \times M(NaOH)}{M(H_3PO_4)}$$

La masse totale de la soude à ajouter est :

$$m_t(NaOH) = m_e(NaOH) + m_a(NaOH)$$

Le volume de la soude à ajouter est :

$$V(NaOH) = \frac{m_t(NaOH)}{m(NaOH/1L)}$$

Avec :

$$M(NaOH) = 40g/mol$$

$$M(H_3PO_4) = 98g/mol$$

$$M(RCOOH) = 282g/mol$$

**La masse de NaOH contenues dans un litre de la solution en
fonction de la concentration**

Concentration de la soude en °Be	1 litre de la solution contient en g de NaOH
15	114,9
16	124,4
17	134,9

18	145
19	155,5