



Licence Sciences et Techniques (LST)

# GENIE CHIMIQUE

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### la pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation

#### Présenté par :

- ◆ Yaakoubi khbiza khawla

#### Encadré par :

- ◆ Mme Fatiha BOUSSLAMI (SIOF)
- ◆ Pr k.MOUGHAMIR (FST)

**Soutenu Le 15 Juin 2015 devant le jury composé de:**

- Pr. A. MELIANI
- Pr. A.KANDRI
- Pr. K .MOUGHAMIR

**Stage effectué à SIOF**

**Année Universitaire 2014 / 2015**



# **REMERCIEMENTS**



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

\*Tout d'abord, j'adresse mes remerciements au chef de la filière génie chimie **Mr SAID CHAKROUNE pour ces nombreux conseils**

\* mon professeur, **Mme Khadija Moughamir de la Faculté Des Sciences Et Technique de FES** qui m'a beaucoup aidé dans ma recherche de stage et ma permis de postuler dans cette entreprise. Son écoute et ses conseils m'ont permis de cibler mes candidatures et de trouver ce stage me correspondait totalement.

\*Mes profonds remerciement pour les membres de jury **Mme ADIBA KANDRI RODI** et **Mr A MELIANI** qui ont accepté de juger ce travail.

\*Mes sincères remerciement a **Mr YOUSSEF LAZAAR** directeur des ressources humaines, **Mr ER-RAFIK** responsable de la production de SIOF qui m'accepté au sein de la société pour effectuer ce stage

\*Je tiens à remercier vivement mon maitre de stage, **Mme FATIHA BOUSSELLAMI, responsable de laboratoire au sein de l'entreprise SIOF.**

\*Je remercie également toute l'équipe de raffinage pour leur accueil, leur esprit d'équipe et en particulier **Mr KASSIMI et Mr YOUSSEF**, qui m'ont beaucoup aidé à comprendre les problématique durant toute la période de stage .

\*Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont conseillé et relu lors de la rédaction de ce rapport de stage : ma famille, mes amies.

# Dédicace

Je dédie ce travail

\*A ma mère

\*A mon père

\*A mes frères

\*A mes sœurs

Merci pour m'avoir toujours supporté dans mes décisions. Merci pour tout votre amour et votre confiance, pour m'avoir aidé à ranger mon éternel désordre et pour votre énorme support pendant la rédaction de mon projet!

Je vous aime beaucoup.



# Sommaire

<b><u>Introduction</u></b> .....	1
<b><u>1<sup>ère</sup> partie : présentation de la siof et sa processus de raffinage notamment l'huile de soja</u></b> .....	2
I. Aperçus de siof.....	2
1. Historique.....	2
2. Présentation.....	3
3. Organigramme.....	3
II. Préparation d'huile élaborée par Siof.....	4
1. Huile de soja.....	4
2. Huile de tournesol.....	5
3. Huile d'olive.....	6
4. Huile de grignon.....	7
III. Le raffinage au niveau de la siof .....	8
1. Définition.....	8
2. Principe.....	8
IV. Description du processus de raffinage industriel de l'huile de soja.....	11
1. Introduction.....	11
2. Les étapes du raffinage de soja .....	11
<b><u>2<sup>ème</sup> partie : optimisation des pertes d'huile au niveau de la neutralisation</u></b> .....	23
I. Différentes analyses effectuées dans le laboratoire de Siof .....	23
1. Introduction.....	23
2. But.....	23



II. Situation de la problématique.....	24
III. Analyse effectuée au niveau de la neutralisation.....	25
1. Analyse de la pate neutralisation.....	25
2. Dosage de l'acidité de l'huile.....	26
3. Dosage du taux de savon.....	27
IV. Résultats expérimentaux.....	28
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>33</b>



# *1<sup>ère</sup> partie :*

Présentation de la siof et sa  
processus de raffinage  
notamment l'huile de soja

# 2<sup>ème</sup> partie :

Optimisation des pertes d'huile  
au niveau de la neutralisation

# Introduction

- Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante du secteur agroalimentaire qui ont des activités basées sur des matières premières qui sont des produits agricoles végétaux ou animaux.
- Parmi ces produits, l'huile de soja c'est l'huile la plus consommée à travers le monde et qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final.
- Le présent travail a pour objectif l'optimisation des pertes d'huiles de soja au niveau de la pâte de neutralisation dans le traitement de raffinage. Par conséquent le contrôle de processus de raffinage de l'huile est important pour minimiser les pertes en matières.
- Mon rapport sera présenté en deux parties :
  - Partie bibliographique qui est réservée à une description de toutes les étapes de raffinage d'huile de soja.
  - Partie expérimentale consacré à l'optimisation de la quantité de soude ajoutée afin d'optimiser les pertes d'huiles au niveau de pâte de neutralisation.





## I- présentation de SIOF :

### I- 1 Historique :

La **SIOF** «Société Industrielle Oléicole de Fès » est considérée parmi les sociétés les plus performantes à l'échelle nationale , c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives, avec un capital qui atteint 30.000.000dhs, le chiffre d'affaire plus de 200 millions dont les actions sont répartis entre la famille LAHBABI (9 associés).

La SIOF a été crée :

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

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

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

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

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

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

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

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

En 2003\_2004 : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (poly-éthylène-téréphtalate--type de plastique--) pour le conditionnement des huiles en forme ½ l, 1l, 2l, 5l.

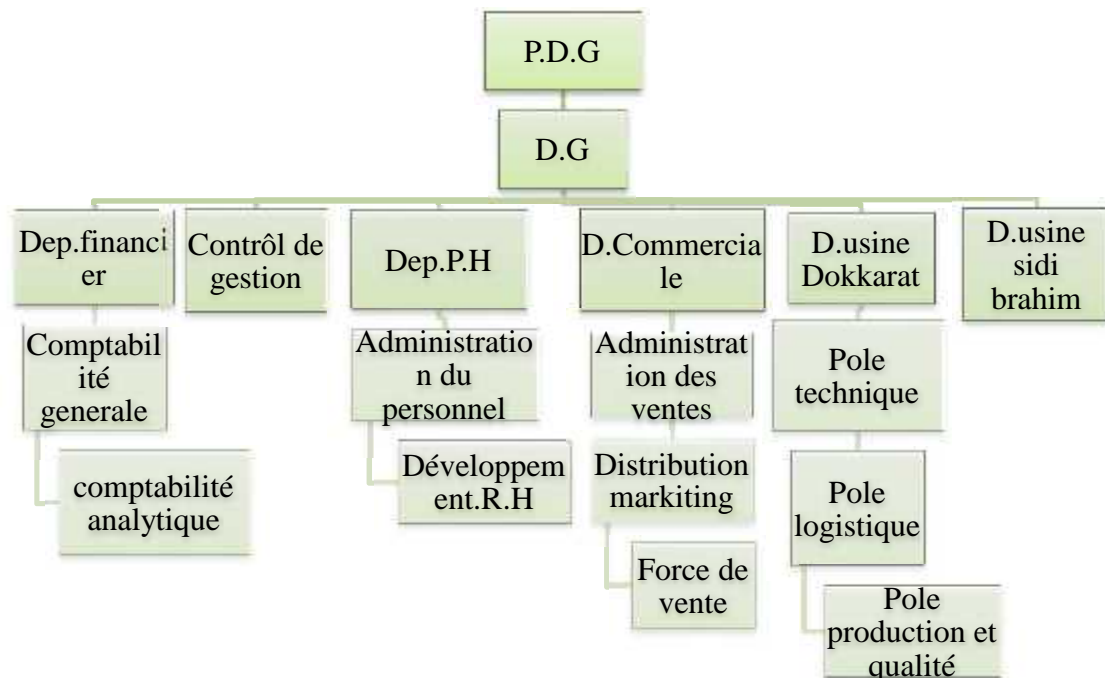
## I-2. Présentation :

Actuellement, La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1er se situe à la zone industrielle Sidi Brahim, s'étend sur une superficie de 20000 m<sup>2</sup> assurant la trituration des olives et la production des conserves d'olives.
- Le 2ème se situe à la zone industrielle Dokkarat, occupe une superficie de 1200 m<sup>2</sup> assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3ème se situe à Ain Taoujtat nommé ELHAMD, occupe une superficie de 2000 m<sup>2</sup>, assure l'extraction de l'huile de grignon.

## I-3. Organigramme :

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



**Figure 1 : organigramme**

## II. Présentation de l'huile élaborée par SIOF :

La SIOF subit une concurrence accrue de la part de différentes sociétés oléiques du Maroc : Lesieur-Cristal, les huiles de Sousse, Aicha... Etc.

Malgré cette concurrence la société détient actuellement à 7% de la part de marché nationale des huiles grâce à sa capacité de production et surtout grâce à la diversité de ses produits qui intéressent une large catégorie.

La SIOF assure la production de quatre marques des huiles :

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

### 1- Huile de soja :



Figure2 : huile et graines de soja

C'est une plante grimpante originaire d'Asie cultivée pour ses graines oléagineuses elle renferme une grande quantité de protéines et constitue L'un des aliments naturels riches en glucides, potassium, calcium, Magnésium, vitamines A et D et fer.

L'huile de soja extraite de la fève par broyage ou extraction chimique est jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en vitamine E, acides gras

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

Les compositions d'huile de soja en acides gras :

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

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides bi et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités.

Elle diffère des autres huiles végétales par le niveau de la forme d'insaturations et la quantité appréciable d'acide linoléique (C18 :3), ce dernier est très sensible à l'oxydation donc vaut mieux éviter le contact de l'huile avec l'oxygène.

Plus le degré d'insaturations augmente, plus la vitesse de dégradation des acides gras est importante.

## 2-Huile de tournesol :



Figure 3 : huile de tournesol

Cette plante est très cultivée pour ses graines Riches en huile alimentaire (environ 40% de leur composition). L'huile de tournesol est extraite des graines soit Par Broyage ou extraction.

Sa saveur est douce, elle rappelle le goût de la graine de tournesol fraîche. C'est une huile très fluide d'un jaune plus ou moins pâle. Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en Vitamine E (tocophérol). L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et elle se conserve bien longtemps.

Elle est riche en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-6. On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-3

Les compositions de l'huile de Tournesol en acides gras sont :

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

### 3-Huile d'olive :



Figure 4 : huile d'olive

L'olivier existe dans une aire de culture qui définit la zone méditerranéenne, laquelle ouvre les pays orient, ceux du Maghreb, l'Espagne, la Grèce, l'Italie et la France. Cependant on trouve l'olivier en Portugal, en Californie et en Amérique du sud. L'huile d'olive, dont le bon goût et les bienfaits pour la santé sont largement reconnus, se confond avec le paysage et l'histoire du bassin méditerranéen. Simple et délicate à la fois, l'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : de la cueillette, à la production d'huile, en passant par le lavage, le broyage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage. L'huile d'olive ainsi produite doit être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

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

Remarque : « Moulay Idriss : huile non raffinée »

Les compositions de l'huile d'olive en acides gras sont :

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

#### 4-Huile de grignon :



Figure 5 : huile de grignon

Les grignons d'olive sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultats de l'extraction d'huile. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon.

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



granulés pour chaudières. La matière grasse de grignon est très riche en acides gras Insaturés notamment C16 et C18 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.

### **III – le Raffinage au niveau de la SIOF:**

#### **III.1 Définition :**

Le raffinage est l'ensemble d'opérations chimiques ou physicochimiques par les quelles on traite l'huile brute, pour la purifier, séparer certaines substances ou composés, débarrasser de toutes les impuretés, substances nuisibles, améliorer sa couleur, ce qui lui confère sa qualité nutritionnelle.

#### **III.2 Principe :**

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

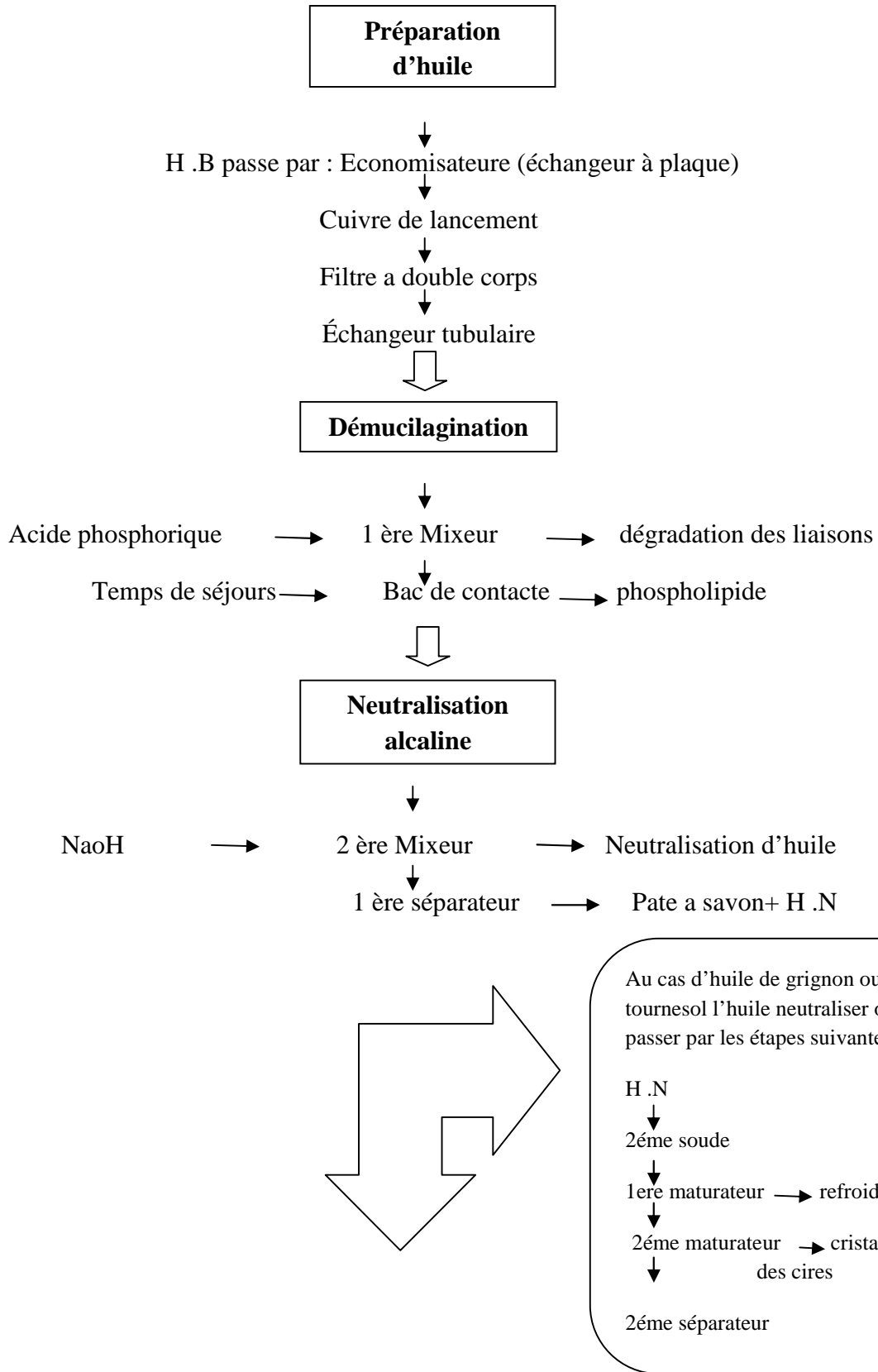
Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que pesticides, glycosides) mais également les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces et généralement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

Le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sûr du savoir-faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des corps gras glycérides. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables, sans dégrader ou perdre les constituants utiles, tels que les acides gras polyinsaturés, les stérols ou la vitamine E.

Au niveau de la SIOF, il existe deux lignes de raffinage séparées :

- La première ligne réservée au raffinage des huiles de tournesol et de grignon.
- La deuxième ligne réservée à l'huile de soja.

Les différentes huiles traitées à la SIOF, subissent un raffinage selon l'organigramme suivant :







## **IV- Description du processus de raffinage industriel de l'huile de soja :**

### **IV -1 Introduction :**

Le procédé de production d'huile comestible peut traiter différentes qualités de produits pour répondre aux besoins du marché. Dans certains cas, les clients n'ont besoin que du procédé d'extraction d'huile végétale, mais afin d'obtenir une huile de première qualité, il sera nécessaire d'utiliser le procédé de **raffinage d'huile végétale**. Nous examinons les procédés le plus couramment et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité.

### **IV -2 Les étapes du raffinage de l'huile de soja :**

#### **a- Réception des huiles brutes :**

- ✓ Pesage des huiles brutes.
- ✓ Déchargement des huiles des citernes aux cuves de stockage en acier inoxydables, au moyen de tuyaux munis d'un filtre destiné à retenir les éventuels corps étrangers.
- ✓ Stockage temporaire des huiles dans les cuves de stockage, au niveau de la SIOF il y a 5 cuves de stockages (3 cuves pour l'huile de soja ,1 pour l'huile de tournesol et 1 pour l'huile de grignon).

#### **b- Préparation de l'huile :**

L'huile brute venant du bac de stockage à une température ambiante il se passe par un Economisateure ou échangeur à plaques à contre-courant, elle est préchauffée à 60 °C avec l'huile désodorisée (chaude), avant de la refouler à la cuve de lancement.

L'huile est ensuite filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grosses substances, puis chauffée à 85-90 °C dans un échangeur tubulaire à spiral avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, (l'eau condenser va être éliminé par le condenseur chaleur) cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompé vers le bac de contact .



Figure7 : Echangeur à plaque



figure 8 : cuivre de lancement



Figure 9 : Echangeur tubulaire

### c- Démucilagination (ou dégomme) :

#### \*But :

La démucilagination est la première étape du procédé de raffinage qui consiste à éliminer de l'huile brute les :

- ❖ les phospholipides non hydratables
- ❖ débarrasser les huiles brutes des mucilages (ensemble de phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et de gomme provenant des enveloppes de la graine) qui peut entraîner un certain nombre d'inconvénients :

Acidification et oxydation rapide des huiles en donnant un gout désagréable.

Réduction du rendement lors de la première opération de filtration car ceux-ci désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapide des filtres.

#### \*Procédé :

L'opération se poursuit par l'ajout de l'acide phosphorique par 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 est optimale à une température supérieure à 80°C.

Ils sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, et pour la dégradation des liaisons chimiques après le mélange réactionnel est ramené au bac de contact dans lequel l'huile va séjourner 15-20 min pour qu'il y ait formation des mucilages (gonflement), le mélange est ensuite envoyé pour l'étape de neutralisation.

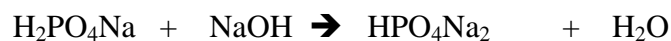
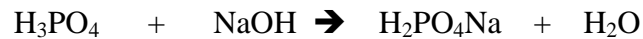


**Figure 10 : Bac de contact :**

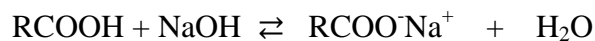
### d-Neutralisation :

\*But :

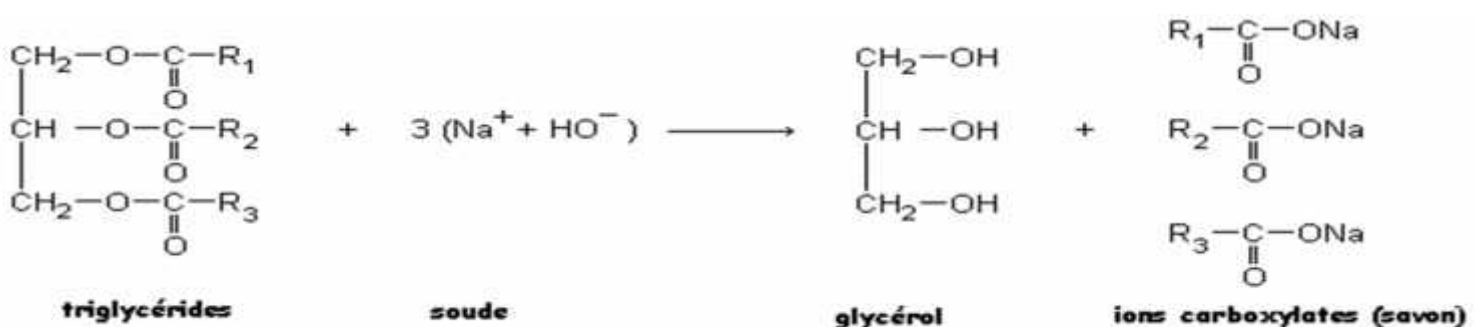
- L'élimination des acides gras libres par de la soude est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par les bases élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément «pâtes de neutralisation», qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile neutre entraînée, des colorants, des produits d'oxydation mais il consiste également à neutraliser l'acide phosphorique.
- Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont :
  - ✓ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :



- ✓ La neutralisation des acides libres en formant les savons sodiques (Réaction de saponification) :



- Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès d'alcali 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 avec de l'acide phosphorique contenant une quantité de phosphore résiduelle inférieure à 2 ppm. S'il est mal dosé il peut produire une saponification partielle des triglycérides pour engendrer des glycérols et des savons sodiques. Cette réaction appelée « saponification parasite », est totalement nuisible car elle augmente beaucoup les pertes.
- ✓ Saponification parasite des triglycérides :



**\*Procédé :**

- A l'aide d'une pompe doseuse, la soude caustique (16% à 18 %) est injectée dans l'huile sortante du bac de contact (le débit=80 l/h).
- Pace par un 2<sup>ème</sup> mixeur pour saponifier l'huile
- Puis il va être envoyé vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur (RSE 90) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile neutre (phase légère).

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

Acidité : 0,04-0,06%

Traces de savon : 1000 -1200 ppm



**Figure 11 : Séparateur RSE90**

**e. Lavage :**

**\*But :**

C'est l'opération qui permet d'éliminer :

- les substances alcaline ( Trace de savons et soude en excès ) présentes dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation,
- les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

Il est essentiel que l'huile brute subisse 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.

**\*Procédé :**

La conduite de lavage peut s'effectuer de différentes façons selon la nature de l'huile, au niveau de la SIOF il se passe par les étapes suivantes :

- L'huile neutralisée de soja provenant du séparateur passe par un échangeur à plaque (pour rejoindre la température à 90°C qui a perdu au niveau de la pâte) , après il reçoit 10% d'eau de premier lavage chaude à 90°C acidifiée avec l'acide citrique 20% à raison 5%, ensuite, le mélange passe dans un 3ème mixeur sans risque d'émulsion, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur auto-débordeur de type RSE 60.
- L'huile sortante du premier lavage est réchauffée à la 2ème fois, puis reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation <<séparateur RTA (OSM 800)>>.
- L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité à 0,04%.



**Figure 12 : Séparateurs RSA 60 et RTA (OSM 800) :**

**Remarque :** Il est important de noter que les huiles de grignon ou tournesol 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<sup>ème</sup> 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<sup>ème</sup> 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.

#### **f. Séchage :**

##### **\*But :**

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

##### **\*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.



**Figure 13 : Sécheur sous vide**

#### **g. Décoloration :**

**\*But :**

Cette opération vise à éliminer :

- les pigments de l'huile : chlorophylle et pigments caroténoïdes, nuisibles à sa couleur et à sa conservation, que la neutralisation n'a que très partiellement détruits Pendant cette étape.
- Une partie du phosphore et les peroxydes responsable de la couleur foncée de l'huile brute.
- adsorbés des produits primaires et secondaires d'oxydation, des métaux, des savons, des composés phosphatidiques et polyaromatiques.
- Certains composés moins profitables, comme les tocophérols.

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car elle peut provoquer un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon.

**\*Procédé :**

Cette opération fait intervenir un phénomène physique : absorption sur terres décolorantes.

A la sortie du sécheur, l'huile est séparée en 2 conduites :

- ✓ Une première conduisant 80 % de l'huile vers un échangeur thermique tubulaire pour être chauffée pour atteindre une  $T^{\circ} = 100^{\circ}\text{C}$  puis vers le décolorateur.
- ✓ Une deuxième conduisant 20 % vers une cuve munie d'un agitateur : mélangeur où l'huile sera mélangée avec la terre décolorante ensuite ce mélange rejoint les 80 % d'huiles dans le décolorateur qui est constitué de 2 compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentin où circule de la vapeur afin que l'huile garde une  $T^{\circ}$  de  $110^{\circ}\text{C}$ , l'agitation se maintient pendant 20 min ce qui favorise le contact, un temps de contact suffisant pour que l'huile cède ses pigment, l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favoriser par l'air. la quantité de terre utilisée est de 0,2 à 0,4% .



**Figure 14 : Décolorateur :**

#### **h. Filtration :**

**\*But**

L'objectif de cette opération est de débarrasser l'huile de la terre décolorante qu'elle contient en suspension.

**\*Procédé :**

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

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



Figure 15 : Filtres à plaques



figure 16 : filtres à poches :

### **i. Désodorisation :**

#### **\* But :**

- ✓ La désodorisation, la dernière phase du raffinage des huiles, a pour but d'éliminer, des produits (stérols, tocophérols, hydrocarbures...), les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation.
- ✓ Cette opération consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide à haute température (~ 210°C) Un chauffage prolongé à température élevée doit être évité, car il risque de provoquer une polymérisation.
- ✓ L'absence d'air est impérative, on ajoute parfois des antioxydants ainsi que certains sels (citrate, phosphates, tartrates) qui complexent les traces de métaux de cuivre et de fer, pouvant être présents.

#### **\*Procédé :**

- L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée par échange thermique avec l'huile de sortie du désodoriseur jusqu'à une température de 140 °C, elle est ensuite envoyée vers un dégazeur où elle va subir une désaération

et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Puis l'huile passe par un autre échangeur à plaque où elle sera chauffée par l'huile désodorisée, après elle passe par un échangeur tubulaire (huile –vapeur jusqu'à une température de 190 °C).

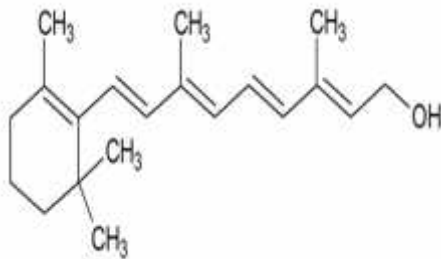
- Ensuite l'huile s'écoule dans un réchauffeur d'huile qui permet son chauffage à 210-220 °C par le fluide thermique de la chaudière.
- Après, l'huile réchauffée entre dans le désodoriseur comportant 5 étages, pour éliminer les composés odoriférants volatils, elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5<sup>ème</sup> de bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).
- L'opération se fait sous vide et a à une haute température qui varie entre 220 et 260 °C).
- L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour éliminer les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par un échangeur à plaque afin de baisser sa température ensuite l'huile passe par un échangeur à spirale où le refroidissement est assuré par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50 °C .



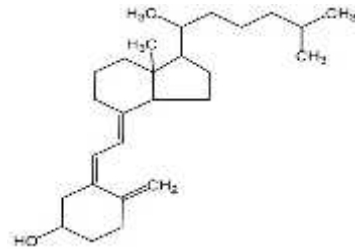
Figure 17 : Désodoriseur :

### j. Fortification :

La malnutrition due aux carences en micro nutriments surtout les vitamines A et D3 affecte profondément l'état nutritionnel, la santé et le développement d'une proportion importante de la population marocaine. Ainsi plusieurs efforts sont faits pour se dépasser de ce problème, la solution la plus connue c'est la fortification des produits alimentaires (huile, margine...Etc.) par ces deux vitamines. La fortification a pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs.



Vitamine A :



Vitamine D 3

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

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



Figure 18 : bac de vitamine

## I -Différentes analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF :

### I.1 Introduction :

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

### I.2 But :

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

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

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

Tableau 1 : des analyses effectuées au niveau du raffinage

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

NB : que 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.

## II- Situation de la problématique :

Le Thème de mon stage porte sur la neutralisation qui est une partie importante dans les étapes de raffinage car celle-ci élimine les acides gras libres, les matières colorées et les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces car se sont des catalyseurs d'oxydation qui peuvent accompagnés l'huile lors de stockage. La neutralisation se fait par injection de la soude par une pompe. Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débourbeur destinée à séparer les pâtes de neutralisation.

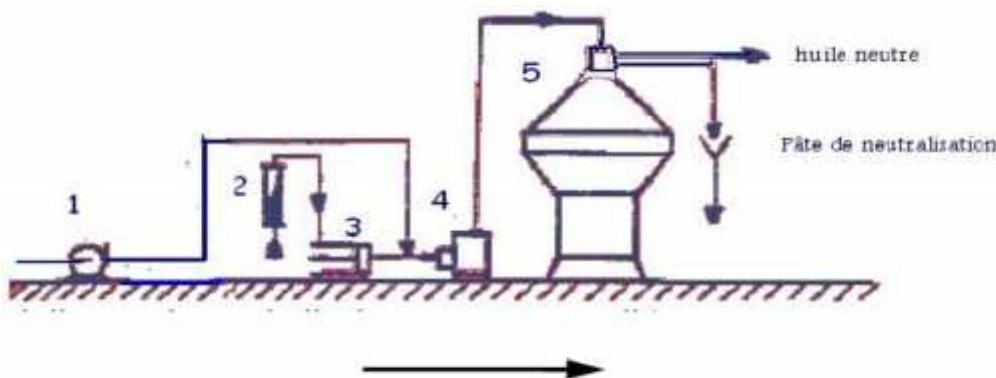


Figure 19 : schéma de la neutralisation de l'huile.

- 1 Entrée de l'huile dégommée
- 2 Débitmètre de la solution de la soude caustique
- 3 Pompe doseuse de la soude caustique
- 4 Mélangeur rapide
- 5 Séparateur centrifuge

Nous avons donc essayé de suivre les variations de pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en jouant sur 4 paramètres : la température, la concentration de la soude , le temps de séparation et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser ces pertes d'huile et pour avoir le meilleur

rendement lors de l'étape de neutralisation, en respectant les normes du taux de savon d'huile et de son acidité.

Principaux facteurs influençant sur le processus de séparation de la pâte de neutralisation des huiles de soja sont :

- ❖ La température de l'huile.
- ❖ La concentration de la soude en degré Baumé.
- ❖ Le temps de séparation.
- ❖ La contrepression de séparateur.

Au début la SIOF a un rendement de l'huile de soja raffiné qui ne dépasse pas les 80% pour des acidités d'huile brute qui ne dépassent pas 0,6% .autrement dit plus de 20% de pertes en huiles raffinée. Donc l'objectif de mon stage consiste à optimiser ce rendement.

### **III - Analyse effectuée au niveau de la neutralisation :**

#### **III.1 Analyse de la pâte de neutralisation :**

##### **\*But :**

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile au niveau de la pâte de neutralisation en déterminant son acidité.

##### **\*Mode opératoire :**

- On pèse environ 10g de pâte, on ajoute 40 ml de dioxane, 7ml d'eau, 7ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- On laisse le mélange chauffer jusqu'à dissolution de la pâte et virage de couleur de rouge vers le marron.
- Une fois dissoute, on place le mélange dans une ampoule à décanter et on ajoute 25 ml d'hexane, il y a apparition des deux phases, on récupère la phase aqueuse dans une autre ampoule à décanter.
- On lave la phase aqueuse avec 25 ml d'hexane et on prend la phase organique de ce dernier ,puis on le récupère dans la première ampoule à décanter.
- La phase organique est lavée par la suite 2 fois avec 25 ml d'eau distillée puis filtrée sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau existantes.



- Le mélange hexane-matière grasse est mis dans un rotavapeur pour éliminer l'hexanes par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min .

Après, on calcul la teneur en acidité ( en % en masse ) dans la pâte de neutralisation selon le protocole suivant :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)
- On ajoute une prise d'essai de la matière grasse d'environ 1g
- On titre par KOH 1N, le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

**\*Expression des résultats :**

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

282 : Masse molaire

V : volume de KOH versé

PE : prise d'essai

%AC : acidité de la pate

### III.2 Dosage de l'acidité de l'huile :

L'acidité peut être défini comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique.

**\*Mode opératoire :**

Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250ml Comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)

- On pèse la quantité d'huile nécessaire au dosage (5 à 10 g)
- On titre par KOH 0,1N le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

\*Expression du résultat :

$$\%AC = \frac{2,82 \times V}{PE}$$

282 : Masse molaire d'acide oléique

V : volume de KOH versé

PE : prise d'essai

%AC : l'acidité d'huile neutralisé

### III.3 Dosage du taux de savon :

La détermination de savon contenu dans la matière grasse est effectuée par addition à l'huile de la solution acétone puis titrage avec l'acide chlorhydrique.

\*But :

C'est la détermination de la quantité de savon contenue dans les huiles raffinées, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

\*Mode opératoire :

- On prend un ballon dans lequel on met 40 ml de l'acétone à 30%
- On ajoute quelques gouttes de bleu de bromophénol et 10g d'huile.
- On titre par HCl (0,01N)

Lorsqu'on ajoute l'huile :

- Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.

-Si l'huile contient du savon on a un changement de coloration de jaune en vert foncé dans ce cas on titre par HCl jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

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

3040 : masse molaire du savon

V : volume de HCl versé

PE : prise d'essai.

## **IV -résultats expérimentaux :**

Au début, la SIOF a un rendement de l'huile de soja raffiné qui ne dépasse pas les 80% pour des acidités d'huile brute qui ne dépassent pas 0,6% car lors de l'étape de neutralisation dans le procédé de raffinage, l'huile de soja connaît des pertes d'ordre de 20%, pour cela on a essayé de suivre les variations de pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en jouant sur 4 paramètres : la température, la concentration de la soude, le temps de séparation, et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser ces pertes d'huile et pour avoir le meilleur rendement lors de l'étape de neutralisation.

### **IV-1 impact de la température d'huile lors de la phase de neutralisation sur le rendement :**

**\*But de l'expérience :**

Le but ici est de maximiser le rendement en huile brute c'est-à-dire augmenter l'acidité de la pâte.

Pour cela on fixe les paramètres suivants :

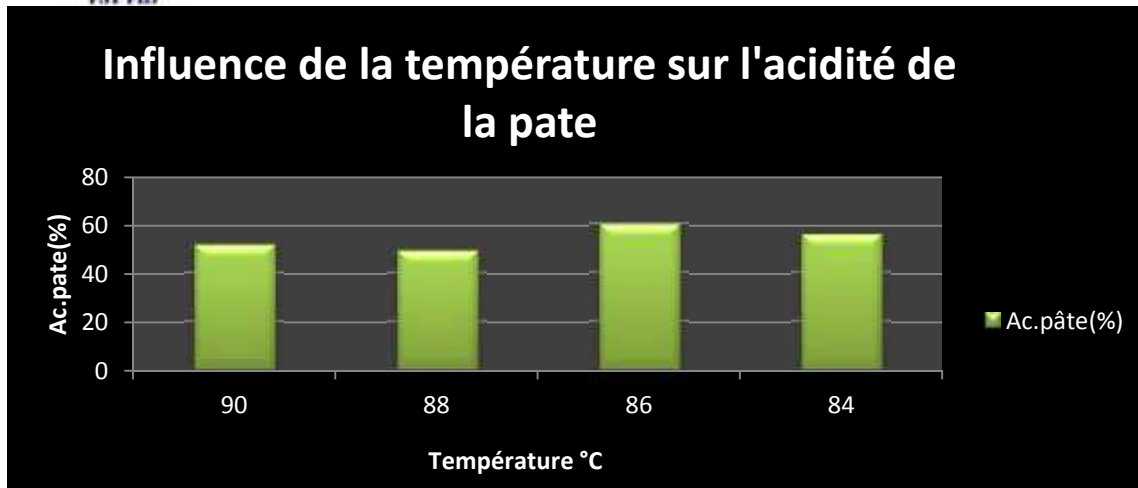
- ✓ Acidité d'huile brute=0,48
- ✓ [NaOH]=16°Be
- ✓ Temps de séparation= 1400 s=23,33 min

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

**Tableau 2 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la température.**

T(°C)	Ac. HB(%)	Ac.S1(%)	T S.S1(ppm)	Ac. pâte(%)
90	0,48	0,058	560,29	51,91
88	0,48	0,043	536,61	49,45
86	0,48	0,051	621,80	60,19
84	0,48	0,054	589,41	56,12

- AC, HB : l'acidité d'huile brute.
- AC, S1 : l'acidité d'huile neutralisé.
- TS, S1 : le taux de savon d'huile neutralisé.
- AC, Pâte : l'acidité de la pâte.



**Figure 20 : Influence de la température sur l'acidité de la pate**

**\*Interprétation :**

D'après les résultats obtenus on observe que La bonne séparation se faite à 86°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

#### **IV -2 Impact de temps de séparation sur le rendement :**

**\*Principe :**

La centrifugeuse qui sert à séparer l'huile neutre de la pâte de neutralisation nécessite un débouillage de la machine afin d'évacuer les précipités qui restent en suspension.

Il faut donc régler ce temps de séparation et chercher à l'optimiser afin d'obtenir un meilleur rendement.

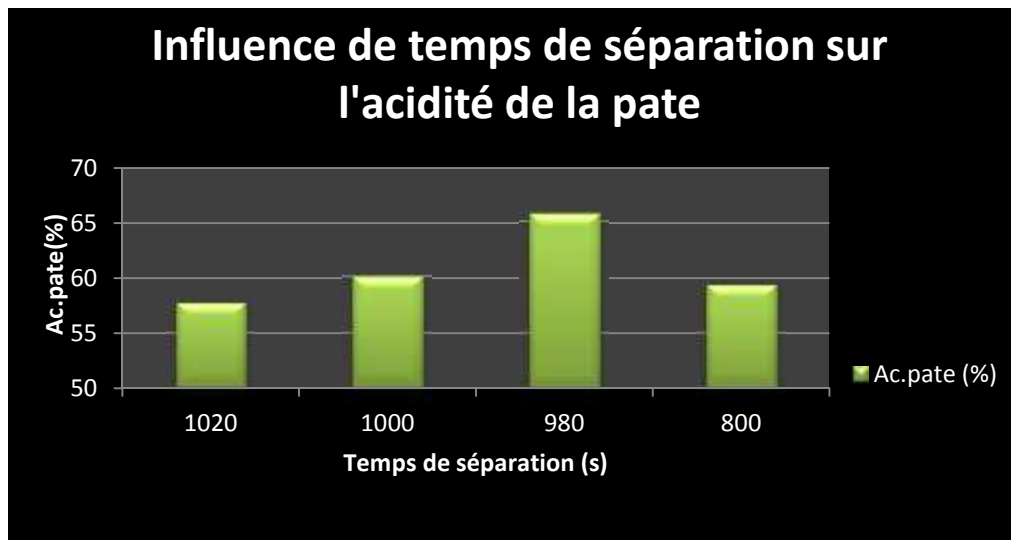
A la SIOF la séparation entre la pâte de neutralisation et l'huile neutre se déroule dans un temps variable entre 1400 et 800 s donc il est très important de trouver le temps qui donne le meilleur rendement

**\*Protocole :**

On fixe la température en 86°C, la [NaOH] en 16°Be et on varie le temps de séparation :

**Tableau 2 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de temps de séparation.**

t.s(s)	Ac.HB(%)	Ac.s1(%)	T S.s1(ppm)	Ac.Pate(%)
1020	0,48	0,056	1300	57,69
1000	0,48	0,054	654,66	60,03
980	0,48	0,049	800	65,76
800	0,48	0,051	893,24	59,29



**Figure 21 : Influence de temps de séparation sur l'acidité de la pate**

**\*Interprétation :**

D'après l'observation on peut dire que la bonne séparation se fait à 980s ou l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

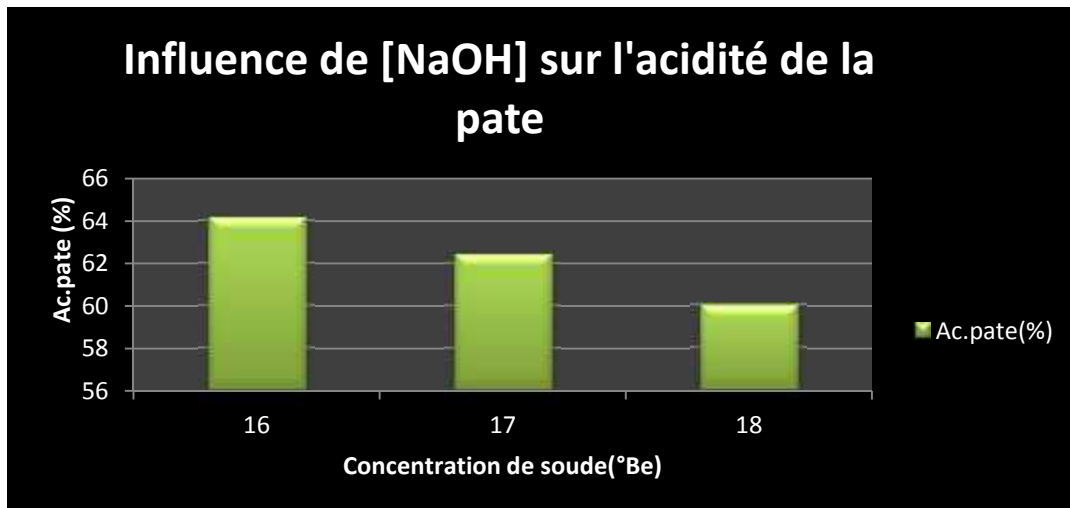
#### **IV -3 Impact de la concentration de la soude sur le rendement :**

La concentration de la soude caustique joue un rôle intéressant dans le rendement de l'huile de soja chose qu'on a essayé de prouver avec la totalité des expériences qu'on a effectuées.

On fixe la température en 86°C, et le temps de séparation en 980 s et on varie la concentration de 16, 17 et 18 °Be:

**Tableau 3 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la concentration de la soude.**

Concent(°Be)	Ac.HB(%)	Ac.s1(%)	T S.s1(ppm)	Ac.Pate(%)
16	0,48	0,048	893,07	64,15
17	0,48	0,052	860,97	62,42
18	0,48	0,056	820,78	60



**Figure 22 : Influence de [NaOH] sur l'acidité de la pâte**

**\*Interprétation :**

D'après les résultats obtenus on observe que la bonne séparation se fait avec une [NaOH]=16°Be où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

#### **IV 4-Impact de contre-pression de séparateur sur le rendement :**

**\*Principe :**

La pâte de neutralisation est séparée de l'huile à une certaine contre-pression qu'il faut contrôler afin d'optimiser sa valeur. Pour cette raison il était nécessaire d'effectuer quelques essais de séparation de l'huile neutre en faisant varier la contre-pression et en maintenant les autres paramètres constants par ailleurs (T=86°C, temps de séparation=980s, [NaOH]=16°Be).

**\*Protocole :**

Sur un intervalle de contre-pression entre 1 et 2,5 Bar, on prend des échantillons de pâte et on suit l'évolution de leur acidité par la même méthode d'analyse citée précédemment.

**Tableau 11 : Variations d'acidité de la pâte, le taux de savon en fonction de la contre-pression.**

Pression(Bar)	Débit NaOH(l/h)	Taux de savon (ppm)	AC .Pate(%)
1	100	654,66	63
1,5	100	523,30	65,4
2	100	1300	74 ,21
2,5	100	893,24	69,86

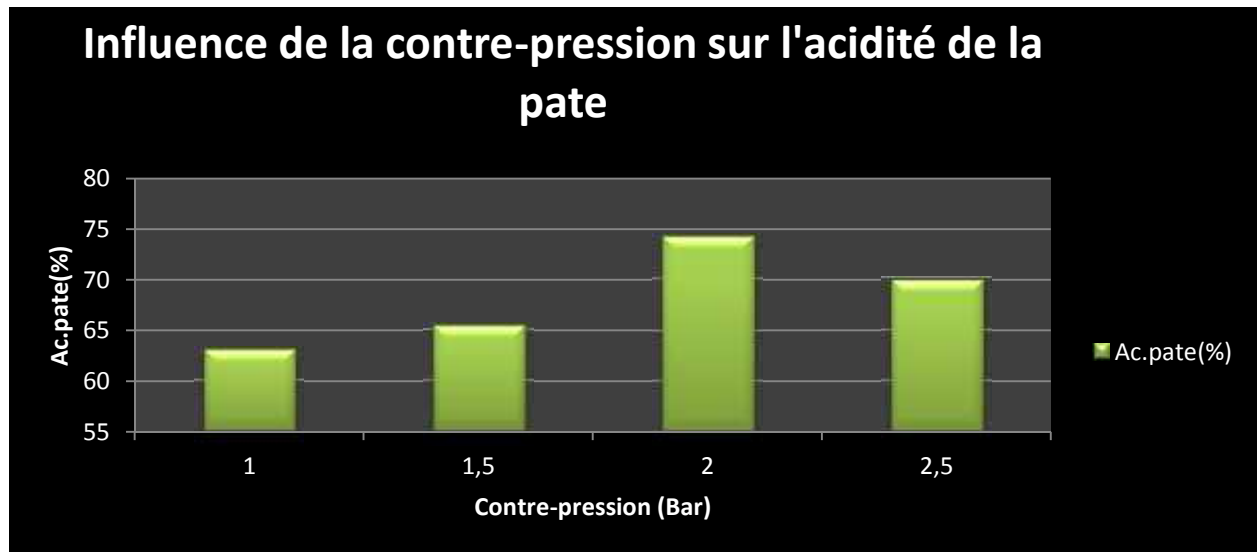


Figure 23 : Influence de la contre-pression sur l'acidité de la pâte

**\*Interprétation :**

D'après l'observation on peut dire que la bonne séparation se fait à 2 Bar où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

**\*Interprétation générale :**

D'après l'étude que nous avons menée on est arrivé à atteindre des conditions optimales ( $T=86^{\circ}\text{C}$ , temps de séparation=980s,  $[\text{NaOH}]=16^{\circ}\text{Be}$  et contre-pression=2 Bar) assurant un bon rendement au niveau de la pâte de neutralisation au cours de procédé de raffinage notamment l'étape de la neutralisation de l'huile.

# Conclusion

- La société industrielle oléique de Fès est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles.
- C'est dans ce cadre que SIOF est appelée d'une part, à développer ses procédés de production sur le plan qualitatif, d'autre part d'améliorer sa capacité de satisfaire les besoins des consommateurs.
- Pour aboutir à cette fin, plusieurs démarches ont été entreprises, à savoir l'installation d'un équipement sophistiqué et l'application d'une bonne gestion des ressources disponibles tant humaines que matérielles.
- Le chemin devant SIOF s'annonce très long pour que son statut occupera le marché national, Cependant plusieurs pas sont à accomplir comme la qualité qui s'impose comme une nécessité impérieuse pour toute unité de production.
- D'après l'étude qu'on a menée durant ce stage , on est arrivé à atteindre un bon rendement, et ceci grâce à une optimisation qui a touché quatre points essentiels, une concentration de soude de  $16^\circ\text{Be}$ , une température d'huile à  $86^\circ\text{C}$ , une contre-pression = 2bar et un temps de séparation environ 980s. On a donc obtenu un rendement en huile neutre important qui dépasse les 95% et des pertes minimales qui ne dépassent pas 5% en huile neutre.
- Enfin, ce stage m'a été très fructueux, il m'a permis de confronter mes acquis théoriques à la réalité pratique du monde de l'entreprise, et aussi de consolider mes connaissances sur le registre de l'industrie des huiles par une pratique quotidienne, en faisant face aux multiples difficultés et imprévus.
- Bien que mon stage n'a duré qu'un mois et demi, je considère que cette expérience a été très formatrice et bénéfique sur tous les niveaux.



## Annexe

Abréviations	
PIB	Produit interieur brute
SA	Société anonyme
L	Litre
PET	Ploy-éthylène-tétéphtalate
HB	Huile brute
AC.HB	Acidité d'huile brute
M	Huile démuclaginée
S1	Huile neutralisée
HS	Huile séchée
ED	Entré de désorisateur
BBT	bleu de bromothymol
Rd	Rendement
°Be	Degrée baumé
TS.HB	Taux de savon d'huile brute
AC.S1	Acidité d'huile neutralisée
TS.S1	Taux de savon d'huile neutralisée
Vf	Volume final
AC. Pâte	Acidité de la pâte