



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Suivi de procédé de raffinage et optimisation des pertes d'huile au niveau des eaux de lavage

Présenté par :

- ◆ Mr. Abdelilah AMIRAT

Encadré par :

- ◆ Mme. Fatiha BOUSSELAMI (SIOF)
- ◆ Pr Mr. F. Khalil (FST FES)

Soutenu Le 11 Juin 2013 devant le jury composé de:

- Pr Mr. J.HAZM
- Pr Mr. A.LHASSANI

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2012 / 2013

Sommaire

Chapitre I : Identification de la SIOF

Introduction	1
I- Historique et présentation de la SIOF :.....	3
II- Les différentes huiles traitées au niveau de la SIOF :.....	4
I-1. L'huile de soja :.....	4
I-2. L'huile de tournesol :.....	4
I-3. L'huile d'olive :.....	4
I-4. L'huile de grignon :.....	5

Chapitre II: Procédé industriel de raffinage de l'huile brute

I- Le raffinage :	8
II- Description du processus de raffinage industriel :	8
II-1. Réception des huiles brutes :	8
II-2. Démucilagination (ou dégomme) :.....	9
II-3. Neutralisation :.....	10
II-4. Décirage :.....	16
II-5. Lavage :.....	16
II-6. Séchage :.....	17
II-7. Décoloration :.....	17
II-8. Filtration :	18
II-9. Désodorisation :.....	19
II-10. Fortification :	21

Chapitre III: Les analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF

I- Introduction :	24
I-1. Contrôle de l'acidité :	24
I-2. Contrôle des savons :	25
I-3. Analyses de la pâte de neutralisation :	27
I-5. L'humidité :.....	28
I-5. L'indice de peroxyde :.....	29
I-6 Transmittance:.....	30

I-7. Dosage du phosphore :.....	31
Chapitre IV: Optimisation des pertes d'huile dans les eaux de lavage	
I- Introduction	35
II- Objectif : Quantification des pertes en matière grasse entraînée par les eaux de lavage: 35	
III- Définition :	36
IV- Les principaux facteurs influençant le processus de séparation des huiles dans les eaux de lavage :	36
V- Les différentes méthodes utilisées:	37
VI- Résultats:	39
Conclusion.....	
.....	43

REMERCIEMENT

Au terme de ce stage, je tiens à remercier tous les enseignants du département génie chimique pour les efforts qu'ils ont fournis pour notre formation.

Je tiens à remercier aussi tous ceux qui ont contribué à rendre mon stage instructif et fructueux et pour tous ceux qui ont ouvert à la mise sur pied de ce stage.

J'adresse surtout mes plus sincères remerciements à :

Mr. KHALIL Fouad mon encadrant de stage.

Mme. Fatiha BOUSSLAMI : responsable du laboratoire des analyses physico-chimique.

Je conserve un remerciement spécial à :

Mr. ERRAFIK : directeur général de la SIOF, de m'avoir accueilli comme stagiaire au sien de son département.

Mr. Youssef LAZAAR : directeur des ressources humaines.

Je tiens à remercier **Mr Shimi** qui m'a accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de pédagogie et pour la confiance qu'il m'a accordé.

Je remercie **Mr Kassimi** , **Mlle Mouna**, **Mlle fatima** qui m'ont donné beaucoup de conseils et ont pu me prodiguer au cours de ces deux mois .

Enfin, Je remercie l'ensemble des employés et tous ceux qui ont participé, de près ou de loin, à réussir ce modeste travail.

BIBLIOGRAPHIE :

- <http://fr.calameo.com/read/001251763cf533a72c863>.
- www.Wikipédia.com.
- www.google.com.
- <http://www.azaquar.com/doc/raffinage-de-huile-brute>.
- www.azaquar.com/doc/contrôle-qualité-dans-les-huileries.
- www.est-usmba.ac.ma/Rabi/PFE/sfe1011.pdf.

- http://www.memoireonline.com/01/09/1883/m_Suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html.
- http://www.google.com/#output=search&sclient=psy-ab&q=le+processus+su+raffinage+de+l%27huile&oq=le+processus+su+raffinage+de+l%27huile&gs_l=hp.3...11233.37995.1.38673.36.36.0.0.0.802.14717.2-4j16j9j6j1.36.0...0.0.0..1c.1.15.hp.v3ynOwpuE9U&psj=1&bav=on.2,or.r_qf.&bvm=bv.47244034,d.Yms&fp=e8586431b7a751d7&biw=1282&bih=658.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Nos chères pères et mères : qui nous ont beaucoup soutenu et encouragé, ils symbolisent pour nous le sacrifice, et la source d'où naît la lumière qui éclaire notre vie.

Nos sœurs et nos frères : acceptez les sentiments de l'affection et de l'amour fraternel que nous vous devons.

Nos amis : qui représentent pour nous tous le sens de la sincérité et de la fidélité, et avec qui nous avons passé des moments inoubliables.

Nos formateurs : qui nous ont dirigé vers le chemin du succès, leur compréhension et leurs conseils nous ont permis de mieux apprécier la formation disposée au sein de la FST de Fes.

Notre encadrante : veuillez accepter mes remerciements les plus sincères, pour votre encouragement et votre soutien durant la réalisation de notre modeste projet.

A tous ceux qui nous aiment et nous souhaitent le bonheur.

Et à tous ceux qui ont contribué de près et de loin à la réalisation de ce travail et à l'élaboration de ce rapport.

Introduction

Pour mettre en valeur la formation reçue, il est primordial d'effectuer un stage au sein d'une entreprise afin d'amener l'étudiant à se confronter à des situations réelles, d'élargir sa formation dans le domaine pratique, et d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

Mon stage était une occasion exceptionnelle qui m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société SIOF avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles.

Les huiles et les graisses sont toujours constitués une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix au niveau du goût, de l'utilisation, de prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique : environ 100% soit près de 900 Kcal/100 ml. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ces propriétés anti-oxydantes.

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

Parmi ces produits, l'huile de Soja, de grignon et de tournesol qui proviennent de l'huile brute et qui nécessitent, 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, nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final.

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

Le présent travail m'a permis :

- Premièrement, d'assister aux différentes étapes de procédé et de suivre de près l'huile produite.
- Deuxièmement, De connaître les différentes analyses effectuées au niveau de laboratoire.
- Et enfin De faire un suivi sous le thème : **optimisation des pertes d'huiles au niveau des eaux de lavage.**

Chapitre I : identification de la SIOF

I- Historique et présentation de la SIOF :

La SIOF "Société industrielle oléicole de fes" est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et conserves des olives, avec un capital qui atteint 42 000 000 Dhs dont les actions sont répartis entre la famille LAHBABI (9 associés).

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

En 1966, la SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12 000 tonnes/an.

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

En 1978, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts à différentes régions du royaume.

En 1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30 000 tonnes/an.

A partir de 1985, elle s'est transformée en une société anonyme (S.A).

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

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

Actuellement, la SIOF dispose de trois sites industriels :

- ❖ Le 1^{er} se situe à la zone industrielle *Sidi Brahim*, assurant la trituration des olives, la production de conserve d'olives et l'extraction de l'huile de grignon.
- ❖ Le 2^{ème} se situe 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 Taoujdat* dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

La SIOF assure le raffinage de 4 produits :

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

Remarque : « **Moulay Idriss** : huile non raffinée ».

II- Les différentes huiles traitées au niveau de la SIOF :

I-1. L'huile de soja :

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

Type d'huile	Sa composition
L'huile de Soja	<ul style="list-style-type: none">-14.4% d'acides gras saturés.-23% d'acides gras mono-insaturés.-57.9% d'acides gras polyinsaturés : (51% d'acide linoléique et 6.9% d'acide α-linoléique).-Oméga-3.-Oméga-6.

I-2. L'huile de tournesol :

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

Type de l'huile	La composition de cette huile
L'huile de Tournesol	<ul style="list-style-type: none">-67% d'acide linoléique (C18 :2 w-6 polyinsaturé).-19.7% d'acide oléique (C18 :1 w-9 mono-insaturé).

I-3. L'huile d'olive :

C'est la matière grasse extraite des olives (fruits de l'olivier) lors de la trituration dans un moulin à l'huile. L'huile d'olive est un produit simple et complexe à la fois.

Simple parce que l'huile est issue de la trituration des olives à l'exclusion de tout autre produit (du moins en ce qui concerne l'huile vierge de notre moulin).

Complexe car les variétés d'olives liées au terroir associées au tour de main du Maître du moulin, confère un goût différent à chaque huile.

Complexe aussi par la réglementation concernant les différentes qualités d'huile.

Type de l'huile	La composition de cette huile
L'huile d'olive	<ul style="list-style-type: none">-14% d'acide gras saturés.-74% d'acide gras mono-insaturés (acide oléique).-8% d'acide gras polyinsaturés.-Vitamines : A, D, E et K.-Provitamine A (carotène).-autres composés.

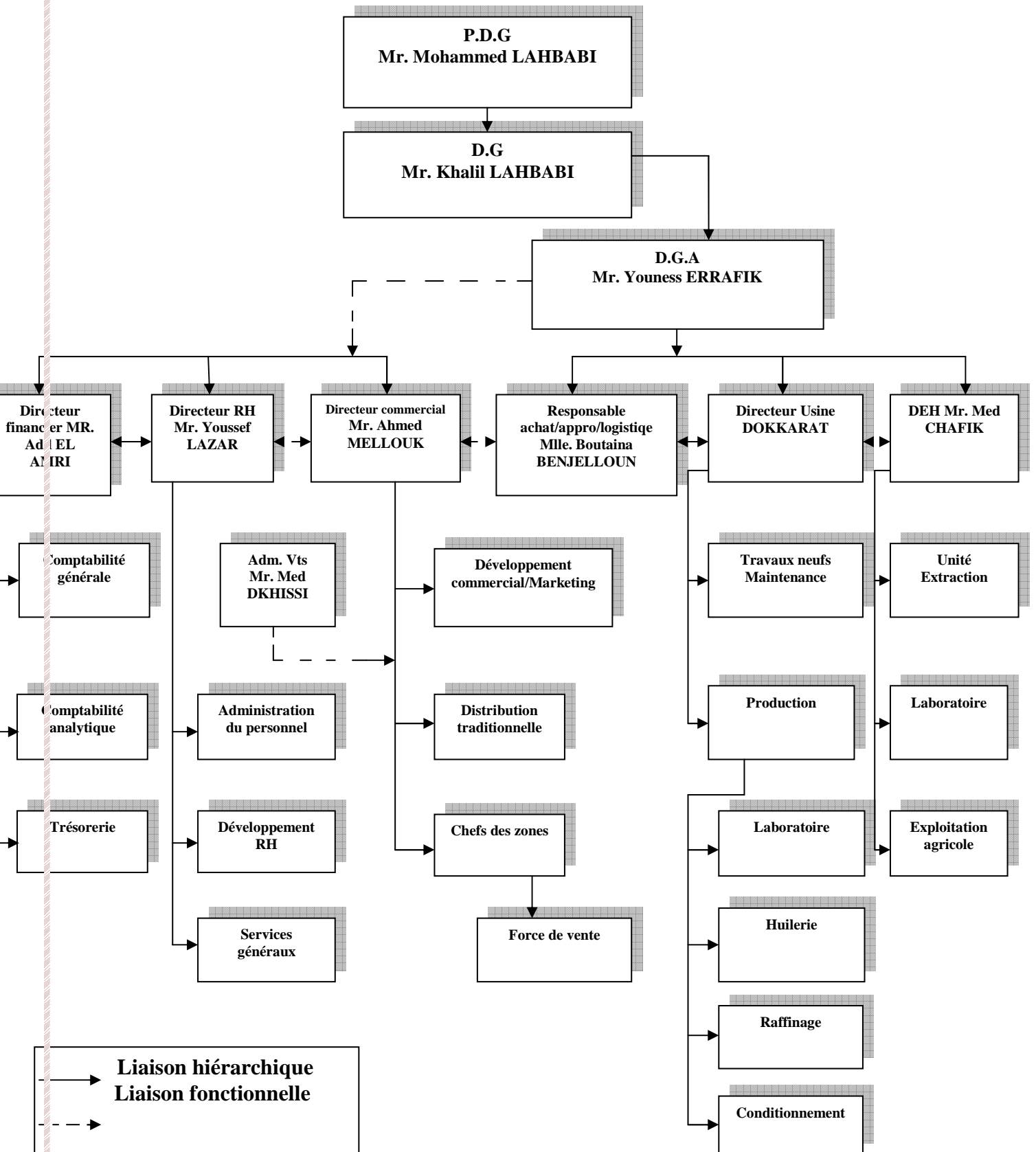
I-4. L'huile de grignon :

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

- **Huile de grignons d'olive brute** : obtenue par traitement au solvant de grignon d'olive, à l'exclusion des huiles obtenues par tout mélange avec des huiles d'autre nature.
- **Huile de grignons d'olive raffinée** : huile obtenue par le raffinage d'huile de grignons d'olive brute, dont l'acidité libre ne peut être supérieure à 0.5g/100g.
- **Huile de grignons d'olive** : obtenue par mélange des huiles brutes et raffinée, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 1.5g /100g.

La matière grasse de grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

Organigramme de la S.I.O.F



Chapitre II : Procédé industriel de raffinage de l'huile brute

I- Le raffinage :

Le procédé de raffinage des huiles brutes consiste à corriger des défauts non désirés, comme l'acidité, la couleur, l'odeur et la saveur, c'est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible et à obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes, en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

➤ Le raffinage effectué au niveau de la SIOF comprend plusieurs opérations élémentaires :

Opération effectuée	Composés éliminés/réduits
Démucilagination	-Produits hydratables non gras, principalement l'hydrate de carbone et protéines partiellement extraits. -Lipides hydratables tels que les phospholipides.
Neutralisation alcaline	-Les acides gras libres et autres impuretés. -Les phospholipides résiduels extraits. -Matières colorantes réduites.
Lavage	-L'excès de soude. -Les phospholipides. -Les traces de savons.
Séchage	-L'humidité.
Décoloration	-Agents colorants: les carotènes et les chlorophylles. -Agents toxiques: hydrocarbures aromatiques.
Filtration	-Terres décolorantes usées.
	-Acides gras libres.

Désodorisation	<ul style="list-style-type: none"> -Les substances odoriférantes (cétones et aldéhydes). -Tocophérols réduits. -Résidus de pesticides et mycotoxines.
-----------------------	--

II- Description du processus de raffinage industriel :

II-1. 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 stockage (3 cuves pour l'huile de soja, 1 pour l'huile de tournesol et 1 pour l'huile de grignon).

II-2. Démucilagination (ou dégomme) :

a- But :

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile, elle permet de débarrasser les huiles brutes des substances dites mucilages qui sont des phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et autres impuretés contenues dans l'huile brute.

L'élimination parfaite du phosphore est une opération très importante pour obtenir une bonne qualité de l'huile.

Les principaux inconvénients des phospholipides sont présentés comme suit :

- Ils provoquent des émulsions.
- Ils réduisent le rendement lors de la première opération de filtration car ils désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapides des filtres.
- Leur présence conduit à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation ; une huile raffinée mal débarrassée de ces phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.

b- procédé :

L'huile brute (froide) venant du bac de stockage reçoit un appoint de 2 à 3% d'eau dans les maturateurs pour gonfler les phospholipides hydratables pour qu'ils soient faciles à les séparer, puis elle

passer par un 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 substances grossières, puis chauffée à 85 -90°C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact.

Ensuite, l'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique commercial à 75% par une pompe doseuse à raison de 1 à 3%. L'huile et l'acide sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, avant de le refouler vers le bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 15 à 20 minutes, ce temps de séjour est suffisant pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation.

Remarque :

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

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

II-3. Neutralisation :

a- but :

L'élimination des acides gras libres est l'opération la plus importante du raffinage. La neutralisation par la soude caustique 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 et des contaminants divers.

b- Principe :

La soude permet de neutraliser à la fois l'acide phosphorique ajouté pour dégommer les huiles et les acides gras en formant les savons sodiques. Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès de soude qui est d'habitude entre 1 et 10% pour s'assurer que la réaction soit déplacée dans le sens de formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite. La possibilité que l'excès d'alcali ajouté, et qui, s'il est mal dosé peut produire une saponification partielle des triglycérides pour engendrer des glycérols et des savons sodiques. Cette réaction, est appelée «saponification parasite», est totalement nuisible puisqu'elle augmente en grande mesure les pertes et doit donc être évitée.

Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont :

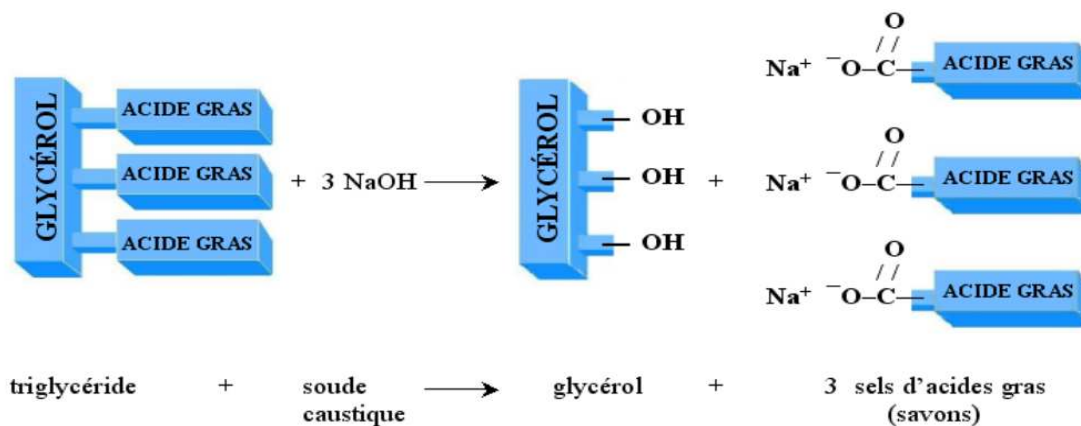
❖ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :



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



❖ La quantité de l'excès de soude caustique :



c- Procédé :

Au niveau de la SIOF, la neutralisation se fait comme suit :

- ✓ A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile sortante du bac de contact (le débit de la soude à injecter à l'huile est déterminé par le calcul).
- ✓ Pour éliminer tout risque de saponification parasite le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur (RSA150) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile (phase légère).

Remarque :

Le degré baumé indique la concentration d'une solution.

La centrifugation est une technique de séparation des éléments d'un mélange en le faisant tourner à grande vitesse.

d- Exemple de calcul du débit de soude nécessaire à la neutralisation :

Données :

- L'acidité de l'huile à l'entrée du séparateur 1 = 1.3%.
- L'acidité de l'huile à la sortie du séparateur 1 = 0.04%.
- Débit de l'huile neutre = 4000 l/h.
- Concentration de la soude caustique = 16°Be.
- H₃PO₄ 1‰.
- L'excès de soude = 5%.
- La masse molaire de l'acide oléique = 282 g/mol.
- La masse molaire de la soude = 40 g/mol.
- La masse molaire de l'acide phosphorique = 98 g/mol.

Pour calculer cette quantité il faut prendre en considération la neutralisation des acides gras libres, de l'acide phosphorique et de l'excès de soude qui doit être ajouté, donc on doit chercher trois masses.

➤ La quantité nécessaire à la neutralisation des acides gras libres :



- On a une mole d'acide gras réagit avec une mole de soude, donc :

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{RCOOH})$$

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

$$\Rightarrow m(\text{NaOH}) = m(\text{RCOOH}) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{RCOOH})}$$

- Puisque l'acide oléique est l'acide gras le plus abondant dans les huiles brutes, donc on obtient :

$$m(\text{NaOH}) = m(\text{acide oléique}) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{acide oléique})}$$

Sachant que :

$$\% \text{ acidité} = \frac{m(\text{acide oléique})}{\text{Débit}} * 100$$

Alors $\Rightarrow m(\text{acide oléique}) = \% \text{ acidité} * \frac{\text{Débit}}{100}$

Or, à la sortie du séparateur 1, l'acidité de l'huile doit passer de 1,3 à 0,04, donc on doit neutraliser $(1,3 - 0,04) = 1,26\%$.

D'où,

$$m(\text{acide oléique}) = 1,26 * \frac{4000}{100}$$

\Rightarrow **$m(\text{acide oléique}) = 50,4 \text{ Kg.}$**

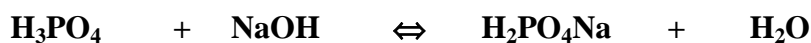
En remplaçant cette masse dans l'équation (1), on obtient :

$$m(\text{NaOH}) = 50,4 * \frac{40}{282}$$

\Rightarrow **$m_1(\text{NaOH}) = 7,14 \text{ Kg.}$**

Donc la quantité de soude nécessaire à la neutralisation des acides gras libres est 7.14 Kg pour un débit d'huile est égale à 4000 l/h.

➤ **La quantité de soude nécessaire à la neutralisation de l'acide phosphorique :**



- On a deux moles de soude réagissent avec une mole d'acide phosphorique, donc :

$$n(\text{H}_3\text{PO}_4) = \frac{n(\text{NaOH})}{2}$$

$$\Rightarrow \frac{m(\text{H}_3\text{PO}_4)}{M(\text{H}_3\text{PO}_4)} = \frac{1}{2} * \frac{m(\text{NaOH})}{M(\text{NaOH})}$$

$$\Rightarrow \boxed{m(\text{NaOH}) = 2 * m(\text{H}_3\text{PO}_4) * \frac{M(\text{NaOH})}{M(\text{H}_3\text{PO}_4)}}$$

Or, H_3PO_4 : 1‰, donc :

1 Kg de H_3PO_4 \longrightarrow 1000 Kg de l'huile

$m(\text{H}_3\text{PO}_4) = 4$ Kg de H_3PO_4 \longrightarrow 4000 Kg de l'huile

D'où :

$$m_2(\text{NaOH}) = 2 * 4 * \frac{40}{98}$$

$$\Rightarrow \boxed{m_2(\text{NaOH}) = 3.26 \text{ Kg.}}$$

➤ **Calcul de la quantité nécessaire pour un excès de soude de 5% :**

On a déjà démontré que la masse de soude nécessaire à la neutralisation des acides gras est égale à 7.14 Kg, donc :

7.14 Kg de soude \longrightarrow 100%

L'excès de soude = m_3 \longrightarrow 5%

D'où,

$$m_3 = 5 * \frac{7.14}{100}$$

$$\Rightarrow \boxed{m_3 = 0.357 \text{ Kg.}}$$

- Alors, la masse de soude totale nécessaire à la neutralisation par heure est égale :

$$m_T = m_1 + m_2 + m_3$$

$$\Rightarrow m_T = 7.14 + 3.26 + 0.357$$

$$\Rightarrow \text{m}_T = 10.757 \text{ Kg.}$$

D'après la table des masses volumiques, on a pour une concentration de soude est égale à 16°Be, la masse volumique est égale à 164.4 g/l.

Donc : $\rho(\text{NaOH}) = 164.4 \text{ g/l} = 0.1644 \text{ Kg/l}$

Et puisque: $\rho = \frac{m}{V} \Rightarrow \rho(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{NaOH})}{V(\text{NaOH})}$

Alors : $\Rightarrow V(\text{NaOH}) = \frac{m_T(\text{NaOH})}{\rho(\text{NaOH})}$

$$\Rightarrow V(\text{NaOH}) = \frac{10.757}{0.1664}$$

$$\Rightarrow V(\text{NaOH}) = 64.645\text{L}$$

On déduit que par une heure, le débit de soude nécessaire à la neutralisation est :

$$\text{Débit de soude} = 64.645 \text{ l/h}$$

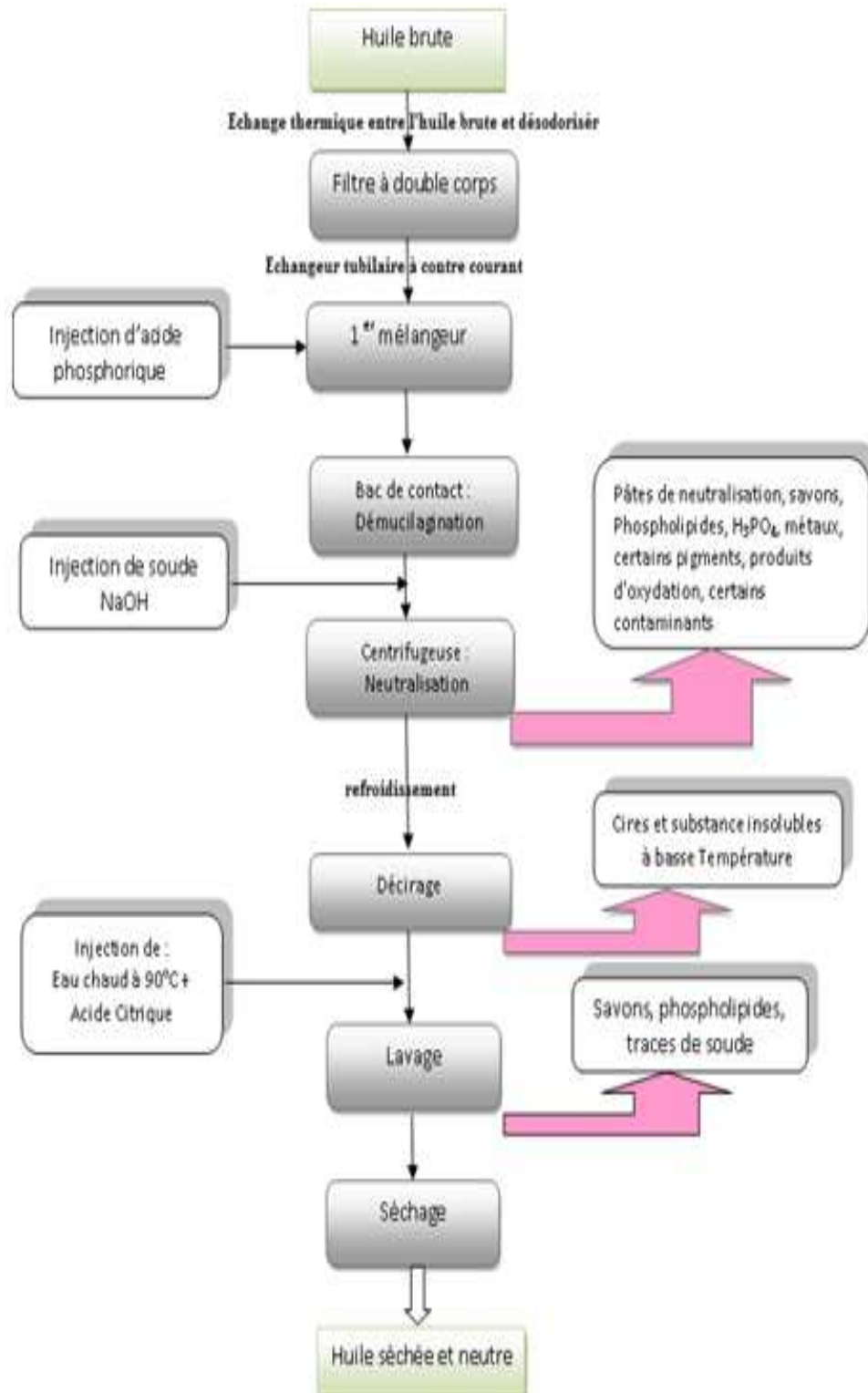


Figure : Diagramme de démucilagnation et neutralisation.

II-4. Décirage :

a- But :

Des huiles, telles l'huile de tournesol ou l'huile de grignon d'olive contiennent des cires qui sont des esters d'acides gras. A basse température, ces cires confèrent un aspect trouble à l'huile. Il est donc essentiel d'éliminer ces éléments avant l'embouteillage et la commercialisation de l'huile.

b- Procédé :

L'huile de grignon ou de tournesol neutralisée passe par les étapes suivantes :

Un 1^{er} refroidissement dans un échangeur 1 huile-huile (l'huile froide sortant du décirage va refroidir l'huile chaude qui vient de neutralisation).

Un 2^{ème} refroidissement dans un échangeur huile-eau jusqu'à 11°C.

Ensuite, l'huile froide est injectée par une 2^{ème} soude 15-16 degré baumé afin de créer plus de savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.

Un 3^{ème} refroidissement dans trois maturateurs avec l'ajout de l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de cristaux pour faciliter la séparation, sachant que l'huile passe d'un maturateur à l'autre dans un circuit plus long pour avoir un temps de séjour.

L'huile sort à une température de 8°C du 3^{ème} maturateur et passe dans un échangeur thermique huile-eau à 25°C pour augmenter la température de l'huile à 15-16°C.

La séparation des cires (partie lourde) de l'huile (partie légère) se fait à l'aide de la force centrifugeuse du séparateur RSA₁₅₀.

Remarque :

Le raffinage de l'huile de tournesol et l'huile de grignon d'olive diffère du raffinage de l'huile de soja par cette opération de purification, après les autres opérations sont les mêmes.

II-5. Lavage :

a- But :

Le lavage des huiles qui viennent du décirage (l'huile de tournesol et l'huile de grignon d'olive) ou de la neutralisation (l'huile de soja) a pour but d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès), ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

L'eau utilisée dans l'étape de lavage est adoucis dans des adoucisseurs pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphate de calcium.

b- Procédé :

L'huile décirée (l'huile de tournesol ou de grignon) est chauffée par échangeurs 1 huile- huile (l'huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort du décirage) et aussi par échangeur à spirale huile-vapeur à 90°C qui vient de la chaudière, après le lavage se poursuit comme celui du soja.

L'huile neutralisée du soja reçoit 10% d'eau chaude à 90°C acidifiée avec l'acide citrique 20% à raison 5%, ensuite, le mélange passe dans un mixeur, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans séparateur auto-débordeur.

Remarques:

-L'eau du lavage doit être la plus chaude possible (environ 90°C).

-Pour l'huile de soja le lavage effectue en deux séparateurs (RSA₁₅₀ et OSM₈₀₀₄) et l'huile de grignon et de tournesol le lavage s'effectue dans un seul séparateur (OSM₈₀₀₄).

-L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

II-6. Séchage :

a- But :

Cette opération a pour but d'éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, car l'humidité diminue l'activité de la terre décolorante dans l'étape de décoloration et peut provoquer aussi un colmatage rapide des filtres dans l'étape de filtration, surtout en présence de savon.

b- Procédé :

L'huile lavée à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide dite sécheur.

II-7. Décoloration :

a- But :

La décoloration est une étape qui consiste à éliminer les peroxydes et les pigments colorés (caroténoïde et chlorophyle) que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Le phénomène physique qui intervient est l'adsorption sur des terres décolorantes et du charbon actif.

b- Procédé :

Après le séchage, l'huile est séparée en deux conduites :

- 90% de l'huile séchée passe directement vers un échangeur à spirale pour atteindre une température de 100°C puis vers le décolorateur.

- 10% de l'huile sortante de séchage passe vers un mélangeur de la terre (10% de charbon actif + 0.08% de terre), pour avoir un bon mélange il faut un temps de contact de 20 min, puis le mélange rejoint les 90% de l'huile dans le décolorateur.
- L'opération se fait à une température de 112°C et un vide de 60 mmHg (pour empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de la terre).

Une agitation efficace assure un bon contact entre l'huile et la terre, elle empêche aussi les dépôts au fond du décolorateur et permet de limiter le temps de réaction à 30 min.

II-8. Filtration :

a- But :

La filtration se fait dans des filtres à plaques, elle a pour but de séparer l'huile de la terre usée à travers un milieu poreux constitué 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 et non la terre à travers le filtre.

b- Procédé :

L'huile sortante de la décoloration doit être débarrassée de la terre usée qu'elle contient en suspension.

Au sein de la SIOF, on utilise des filtres à plaques appelés NIAGRA. Deux filtres sont disponibles et s'alternent sur la réalisation de l'opération.

Les plaques permettent la filtration de leurs deux côtés. Elles envoient ensuite l'huile par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques, après l'huile sort du filtre.

Après la filtration sur plaques, et pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou des matières en suspension, on la fait passer dans un des deux filtres à poche «filtration de sécurité», fonctionnant alternativement et qui sont nettoyés manuellement. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

Remarque :

Quand le filtre est chargé en terre usée, le gâteau se dépose sur les plaques et la filtration devient difficile, donc il doit être débarrassé de son gâteau. Pour cela, on envoie de la vapeur chaude pour le sécher, puis on envoie de l'air comprimé pour créer une vibration des plaques qui vont faire tomber le gâteau séché qui sera envoyé dans un bassin puis vers les déchets.

II-9. Désodorisation :

a- But :

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur

et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer aussi d'autres produits (stérois, tocophérol, hydrocarbures...).

b- Procédé :

L'huile décolorée venant du réservoir de stockage est pompée d'abord vers un filtre puis vers un échangeur à plaque (N°1) ou elle sera préchauffée par l'huile déjà désodorisée jusqu'à une température de 140°C. Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur ou elle va subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Puis l'huile passe par un échangeur à plaque (N°2) ou 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 qui comporte 5 étages, il est de forme cylindrique verticale pour éliminer les composés odoriférants volatils, puis elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5^{ème} de bas du désodoriseur, car elle considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue). L'opération se fait toujours sous vide et soumise à une haute température qui varie entre 220 et 260°C.

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour empêcher les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par l'échangeur à plaque (N°2), puis vers l'échangeur à plaque (N°1) pour diminuer sa température, ensuite elle se refroidit encore par son passage dans un échangeur à plaque (l'huile désodorisée - l'huile brute à 25°C), enfin l'huile passe par un 2^{ème} échangeur à spiral ou le refroidissement est assurée par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50°C.

Finalement, l'huile se dirige vers les filtres de sécurité qui permettent d'éliminer les dernières traces de terre usée ayant échappé aux filtres NIAGRA pour produire une huile fine et brillante. Cette dernière opération est appelée : polissage de l'huile.

Remarque:

- Les vapeurs qui viennent du désodoriseur et qui contiennent des acides gras, des substances odoriférantes (cétones et aldéhydes) et les insaponifiables sont condensées dans un réservoir des acides gras et elles sont pompées vers un échangeur (acides gras – eau froide) pour les refroidir, ces acides gras froids vont pulvériser sur les acides gras chauds sortants du désodoriseur à l'aide d'un circuit fermé (condensation des acides gras).

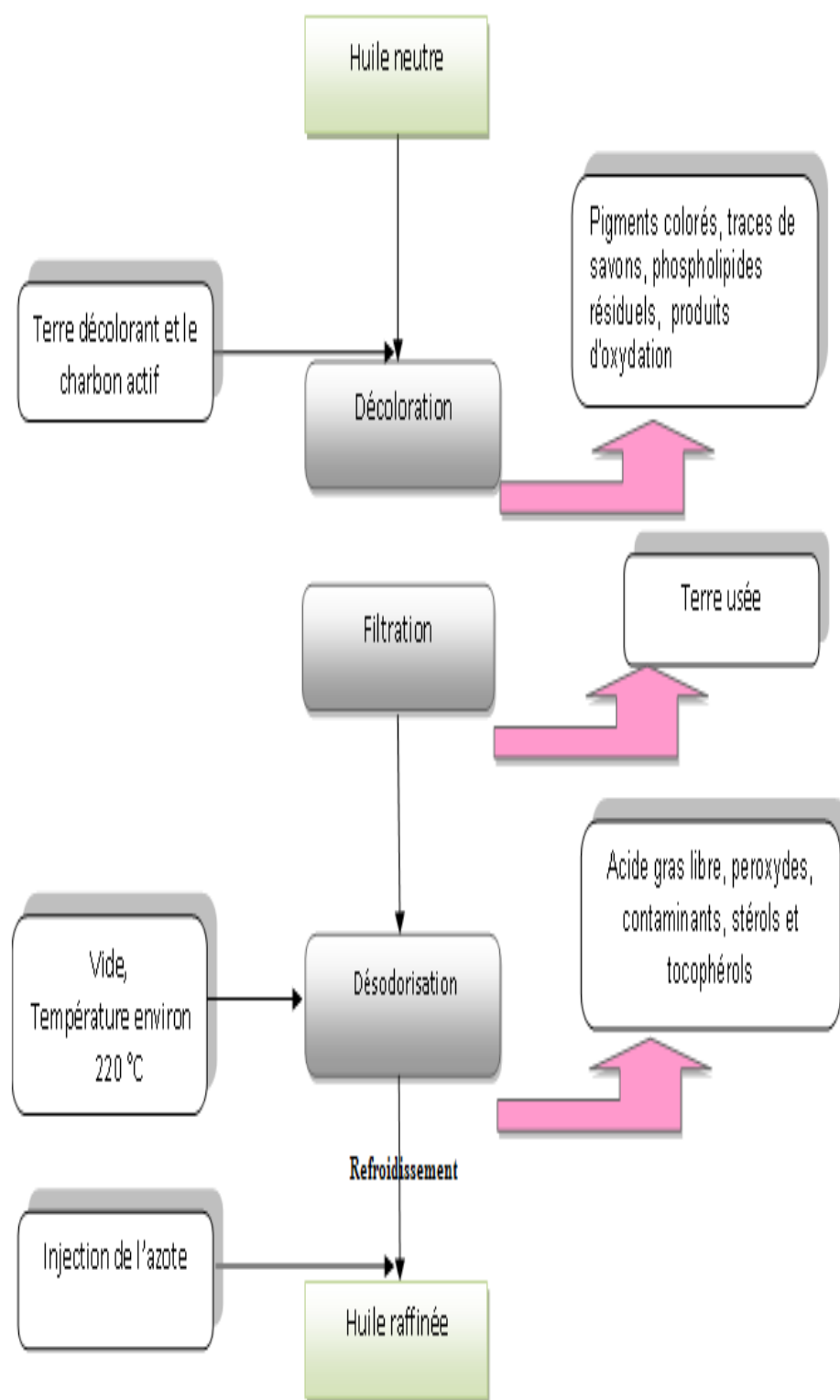
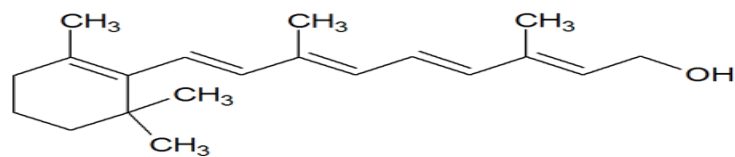


Figure : Diagramme de la décoloration et désodorisation

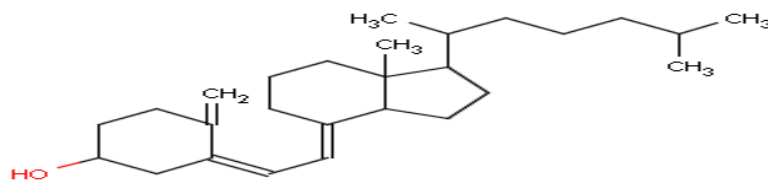
II-10. Fortification :

La malnutrition due aux carences en micronutriments 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 est la fortification des produits alimentaires (huile, margarine...etc.) par ces deux vitamines :

Vitamine A :



Vitamine D₃ :



La fortification ou l'enrichissement des aliments est une opération qui consiste à ajouter des micronutriments aux aliments. Elle est définie comme l'addition d'un ou plusieurs nutriments à un aliment ; qu'ils y soient naturellement présents ou non. Elle concerne notamment les aliments communément consommés tels la farine, le sel, l'huile de table, etc.

La fortification des aliments est également connue sous différentes appellations (enrichissement, restauration, etc.). C'est une opération qui consiste à ajouter à un aliment les nutriments qu'il aurait pu perdre durant le processus de sa fabrication et de sa conservation. La fortification de l'huile avec la vitamine A et D₃ est une stratégie efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en cas de vitamines.

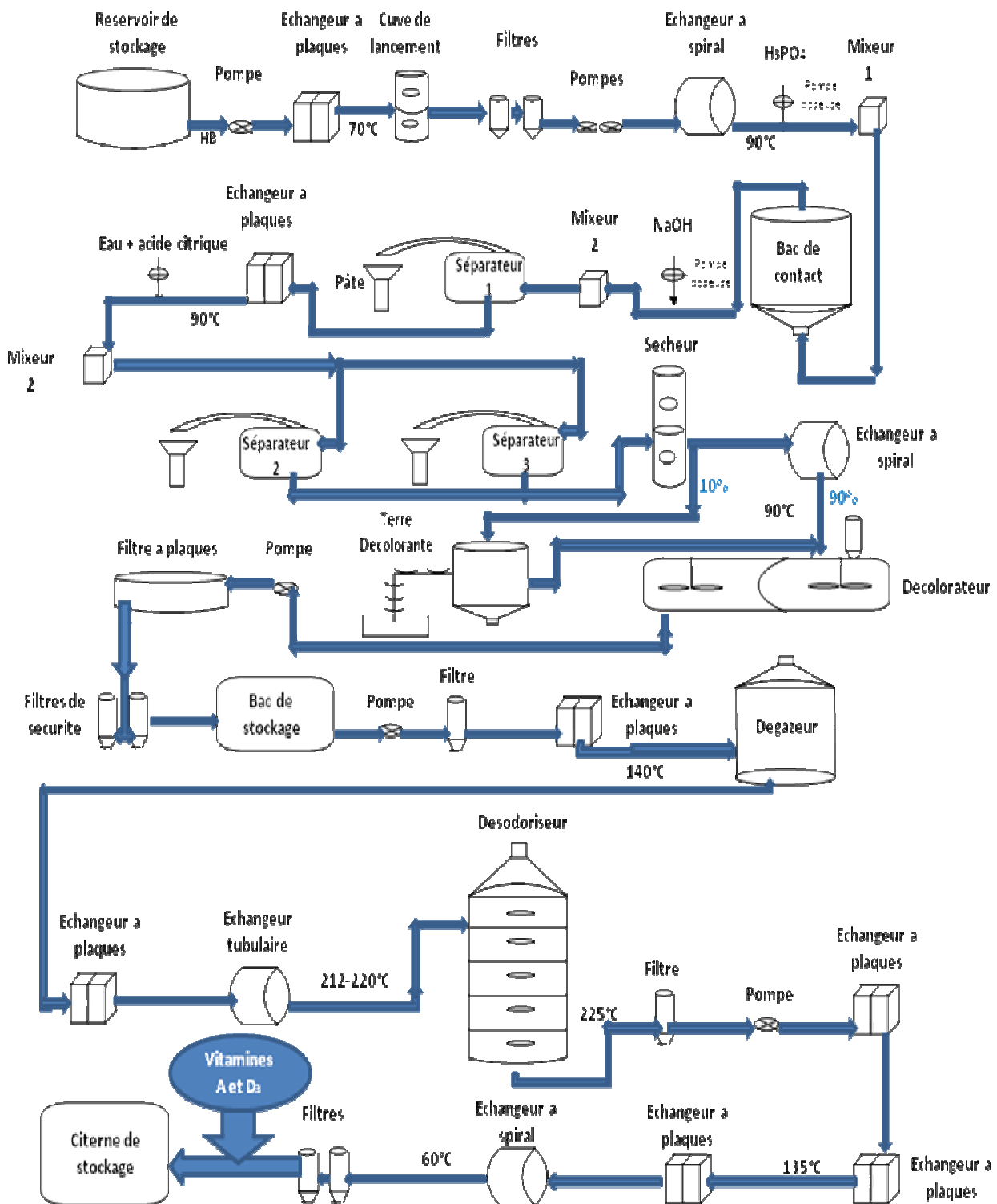


Schéma général du raffinage de l'huile de soja au sein de la SIOF

Chapitre III:

Les analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF

I- Introduction :

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 et non instrumentale.

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 transmittance.
- ❖ Dosage du phosphore.

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

I-1. Contrôle de l'acidité :

a- Définition :

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

b- Réactifs :

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

c- 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.

d- Calcul :

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

$$\Rightarrow \% \text{ acidité} = \frac{\text{TB(1)} * 0.1 * 282}{\text{PE}} * 100$$

$$\Rightarrow \% \text{ acidité} = \frac{\text{TB(ml)} * 2.82}{\text{PE}}$$

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.

e- Normes :

	Opération effectuée	Normes
L'huile de soja	Neutralisation	≈ 0.02%
	Séchage	0.06 – 0.1%
	Décoloration	≈ 0.1%
	Désodorisation	< 0.06%

I-2. Contrôle des savons :

a-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.

b- Réactifs :

- ✚ Solution acétonique.
- ✚ Bleu de bromophénol.
- ✚ HCL 0.01N.

c- 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.

f- Calcul :

Teneur en savon exprimé en mg d'oléate de sodium pour un Kg d'huile :

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

$$\Rightarrow \text{Taux de savon} = \frac{\text{TB}(\text{ml}) \cdot 0.01 \cdot 304}{\text{PE}}$$

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

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.

g- Normes :

	Opération effectuée	Normes
	Neutralisée	1200 – 1400 ppm

Huile de soja	h- Séchée	< 50 ppm
	décolorée	0 ppm
	désodorisée	0 Ppm

I-3. Analyses de la pâte de neutralisation :

a- Définition :

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

b- Réactifs :

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

c- Mode opératoire :

- ✚ On met environ 10 g de la pâte dans un ballon, On ajoute 30 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 ou 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 phénolphtaléine puis on titre avec KOH (1N) jusqu'à virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

d- Calcul :

$$\% \text{ acidité} = \frac{(m - m_0) \cdot N \cdot 28.2}{PE}$$

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.

e- Normes :

La pâte doit avoir :

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

I-4. L'humidité :

a- 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.

b- Appareillage :

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

c- 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 cristallisoir dans le dessiccateur contenant le sulfate de sodium 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 cristallisoir jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0.002 g.

d- Calcul :

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

Avec :

m_0 = La masse de l'échantillon avant étuvage.

m_1 = La masse de l'échantillon après étuvage.

e- Normes :

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 %

I-5. L'indice de peroxyde :

a- 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. C'est peroxydes se décomposent ultérieurement en dérivés carbonylés, aldéhydes, hydrocétone (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...etc.).

b- 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.

c- Réactifs :

- ✚ Chloroforme privé d'oxygène.
- ✚ Acide acétique privé 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.

d- 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 en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon récemment préparée.
- ✚ 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.

e- Calcul :

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{(V_1 - V_0) * N * 1000}{PE}$$

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.

I-6 Transmittance:

a- But:

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

b- Principe :

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

c- 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 transmittance à 420 nm par l'échantillon mis dans une cuve en quartz.

d- Calcul :

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

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

e- Normes :

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

I-7. Dosage du phosphore :

a- But :

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 de l'acide phosphorique.

b- Principe :

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.

c- Appareillage :

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

d- Réactifs :

- ✚ Oxyde de magnésium.

e- 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.

f- Calcul :

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

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

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.

Chapitre IV : Optimisation des pertes des huiles dans les eaux de lavage

I- Introduction

Le mélange (huile – eau de lavage) passe à travers un mélangeur en ligne pour obtenir une liaison intime qui favorise le transfert du savon à partir de l'huile vers la phase aqueuse.

La température de l'eau de lavage est un facteur important pour une séparation efficace : la température doit être supérieure de 5 à 10°C à celle de l'huile. Le flux d'eau de lavage contrôle le retrait de savon est affecte les pertes d'huile dans l'eau de lavage.

Finalement, deux chose que le lavage à l'eau ne retirera pas :

- ✓ Les phospholipides qui restent de la 1ère séparation.
- ✓ Les savons non lavables qui sont liées à la teneur en calcium et magnésium dans l'huile brute.

Pour remédier à ça en cas de présence de ces substances le procédé de la SIOF est munit d'un système d'ajout d'acide citrique qui alimentera le circuit par l'huile avant alimentation en eau de lavage.

II- Objectif : Quantification des pertes en matière grasse entraînée par les eaux de lavage:

Ce sujet a pour but de minimiser les pertes d'huile dans les eaux de lavage qui sortent des séparateurs tout en variant la pression et de déduire la pression convenable à température constant (90°C).

Procédé1: Principe de séparation avec l'addition d'acide citrique :

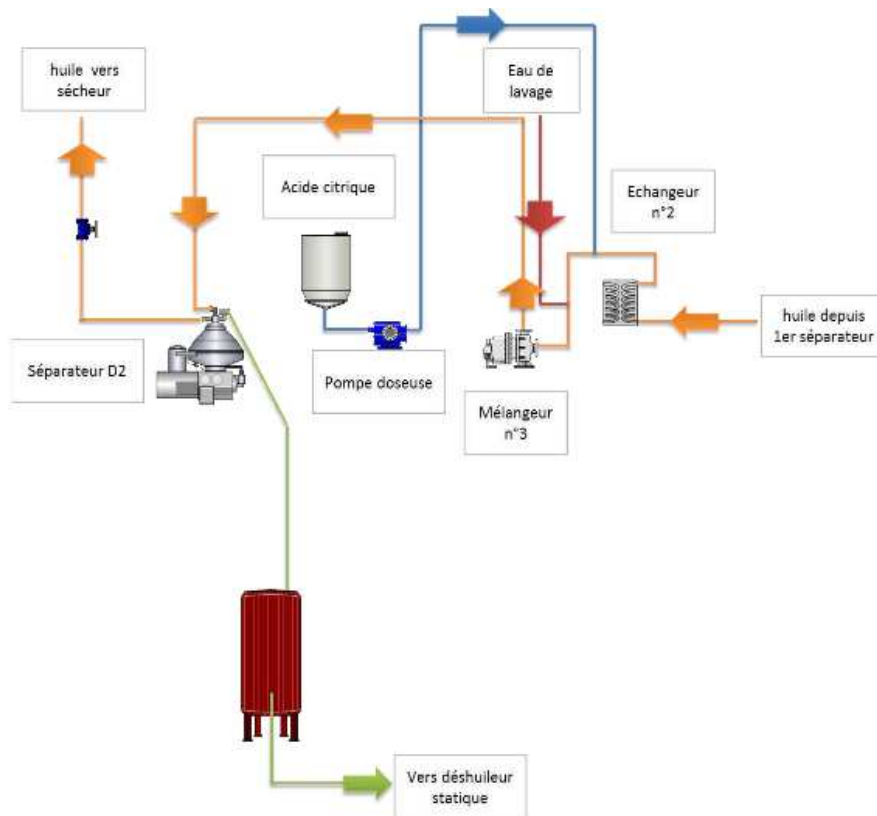


Schéma du lavage avec acide citrique

III- Définition :

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présents dans l'huile sortante de séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés.

IV- Les principaux facteurs influençant le processus de séparation des huiles dans les eaux de lavage :

- ❖ La température de l'huile doit être fixée à 90-100°C.
- ❖ La pression : variable selon la qualité d'huile.
- ❖ L'acide citrique: 20%
- ❖ L'eau de lavage utilisée est adoucie pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphates de calcium et doit être la plus chaude possible (environ 90°C) et représente 10 à 15% de l'huile traitée.

V- Les différentes méthodes utilisées:

a- Méthode 1 :

- ❖ chauffer l'eau sortante du lavage. (environ 500ml).
- ❖ introduire cette eau dans une ampoule.
- ❖ ajouter 25 ml de l'hexane, on laisse décanter et on récupère la phase organique
- ❖ laver trois fois avec 25 ml d'hexane.
- ❖ à l'aide d'une rotavapor, installer le ballon contenant la phase organique obtenue des trois lavages pour évaporer l'hexane.
- ❖ Puis déduire la quantité de l'huile perdue dans ce volume des eaux de lavage.
- **Dans cette méthode, les savons ne sont pas attaqués et il reste encore des traces dans la phase organique.**

b- Méthode 2:

- ❖ Prélever une prise d'essai de 500 ml dans une éprouvette graduée.
- ❖ Introduire quantitativement la prise d'essai dans une ampoule à décompter, rincer l'éprouvette avec un peu d'essence.
- ❖ Ajouter quelques gouttes d'hélianthine et acidifier avec un léger excès d'HCl ou H₂SO₄, agiter pour favoriser la décomposition du savon.
- ❖ Ajouter 50 ml d'essence (Hexane).
- ❖ Agiter et laisser reposer jusqu'à séparation des deux phases.
- ❖ Si une émulsion se produit, ajouter un peu de saumure.
- ❖ Faire passer quantitativement la phase aqueuse dans une deuxième ampoule contenant 50 ml d'hexane.
- ❖ Agiter, laisser reposer et séparer la phase aqueuse et l'extraire une troisième fois avec 50 ml d'essence.
- ❖ Agiter, laisser reposer et éliminer la phase aqueuse.
- ❖ Rassembler les trois extraits à l'essence dans une même ampoule.
- ❖ Procéder à trois lavages et éliminer l'eau.
- ❖ Distiller la majeure partie de l'hexane dans un Soxhlet et chasser les dernières traces à l'étuve à 105°C.
- ❖ Refroidir au dessiccateur et peser.
- ❖ Répéter le séchage jusqu'au poids constant.

- Dans cette méthode, l'acide sulfurique n'attaque pas complètement les savons mais elle est plus efficace que la première.

c- Méthode 3 :

- ❖ On Verse 600ml de l'échantillon(les eaux de lavage contenant l'huile) dans une ampoule à décanter à l'aide d'un entonnoir en verre.
- ❖ On ajoute 100 ml d'eau chaude (90°C).
- ❖ 10ml d'acide phosphorique.
- ❖ On bouche l'ampoule, on agite vivement par petites secousses en dégazant plusieurs fois, et on débouche l'ampoule.
- ❖ On Laisse décanter, et on constate la séparation des phases.
- ❖ On lave la phase aqueuse trois fois avec l'hexane.
- ❖ On récupère La phase organique dans un ballon, puis on l'installe dans la rotavapeur pour que l'hexane s'évapore et qu'on obtient seulement l'huile.



- ❖ On met le ballon dans l'étuve pour se débarrasser des traces d'eau.

Et on calcule m_h .

$D(\text{Huile}) = 906\text{g/l}$: la densité de l'huile.

η : pertes d'huile.

m_h : masse d'huile.

$$\eta = \frac{mh}{D * 600 * 10^{-3}} * 100$$

VI- Résultats:

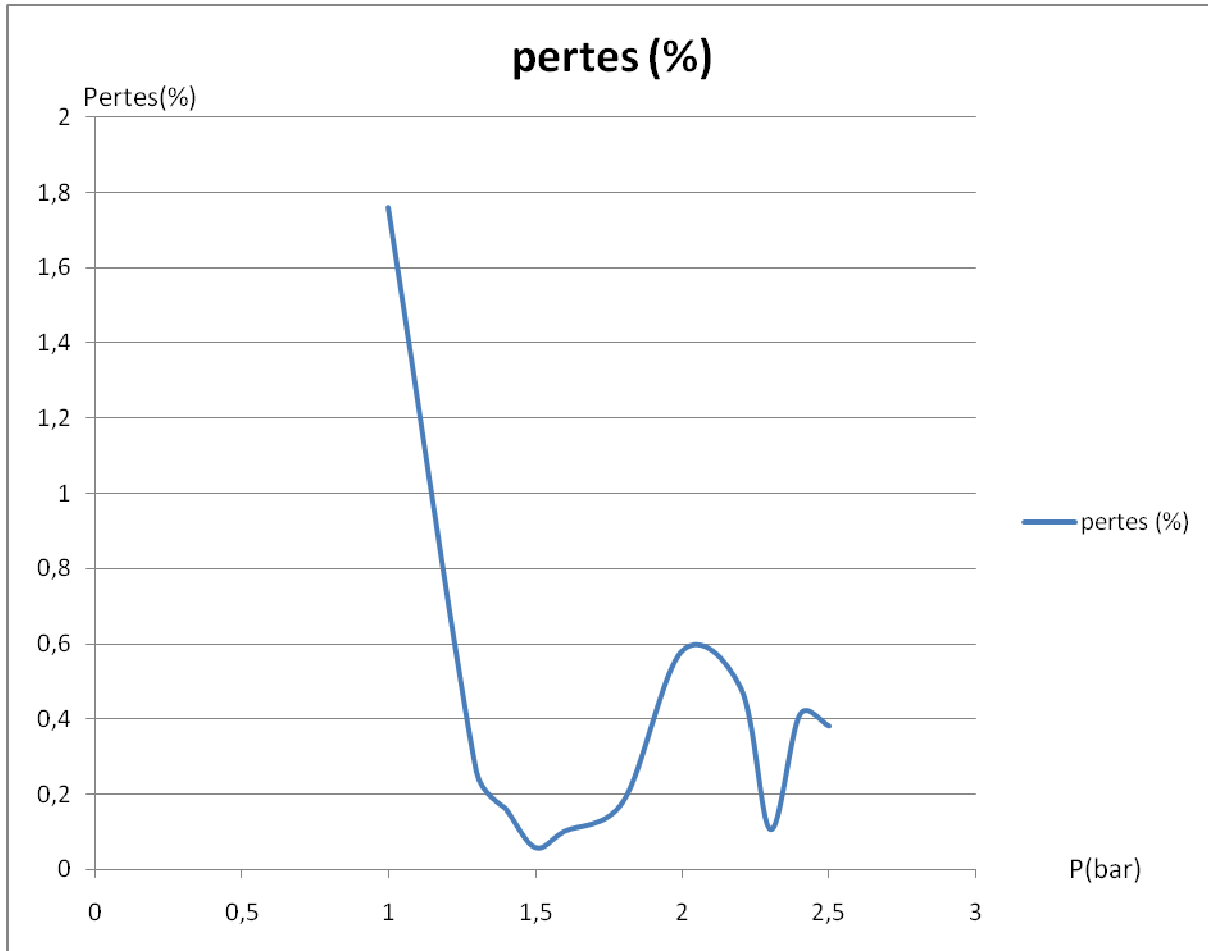
Tableau n°1 : Suivi des résultats avec acide citrique :

P(bar)	l'acidité (%)	TS (ppm)	pertes (%)
1	0,07	345	1,76
1,3	0,06	255	0,26
1,4	0,064	44,79	0,16
1,5	0,059	46	0,057
1,6	0,05	88	0,1
1,8	0,09	66,08	0,18
2	0,19	100	0,58
2,2	0,08	202	0,48
2,3	0,11	192	0,105
2,4	0,12	199	0,41
2,5	0,1	67	0,38

Tableau n°1

Interprétation de tableau n°1 :

D'après les résultats de ce tableau, on constate que l'acidité et le taux de savon dans les pressions 1.4 et 1.5 respectent les normes, car l'acidité de l'huile sortante des séparateurs doit être inférieure à 0.07 et le taux de savon doit être inférieur à 50ppm.



La courbe n°1

Interprétation de la courbe :

D'après cette courbe, les pertes diminuent avec l'augmentation de la pression de 1 bar à 1.5 bar et commencent à augmenter jusqu'à 2 bar puis elles diminuent pour atteindre 2.3 et finissent par augmenter donc on déduit que la pression convenable pour le séparateur d'huile des eaux de lavage au cas de l'addition de l'acide citrique est **p=1.5** car Dans cette pression :

-L'acidité=0.059%

-Le taux de savon = 46ppm

-Les pertes=0.057%

Procédé 2 : Sans addition de l'acide citrique :

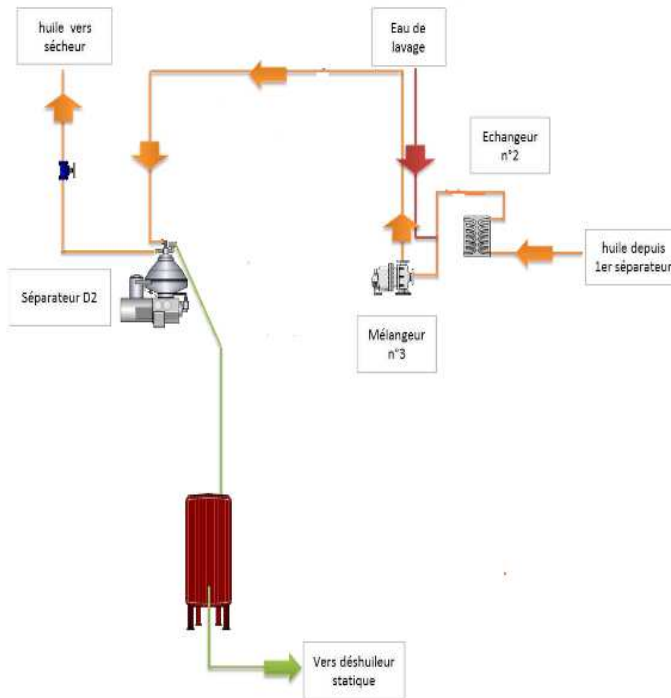
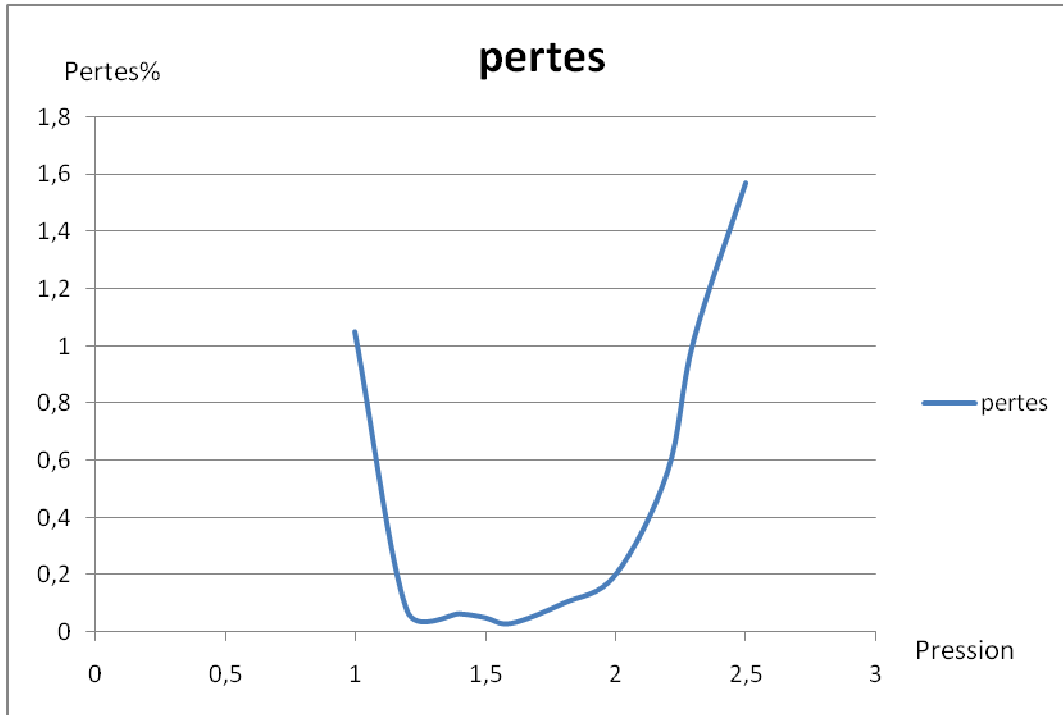


Schéma du lavage sans acide citrique

Tableau n°2 : résultats du suivi sans acide citrique :

p(bar)	acidité(%)	TS (ppm)	pertes
1	0,01	770	1,05
1,2	0,06	690	0,075
1,4	0,13	650	0,064
1,5	0,09	582	0,05
1,6	0,08	540	0,03
1,8	0,06	234	0,1
2	0,065	125	0,18
2,2	0,085	125,82	0,2
2,3	0,09	103	0,76
2,5	0,077	960	0,8



La courbe n°2

Interprétation des résultats :

D'après les résultats du tableau et de la courbe, on remarque que dans le cas où on a fermé la vanne de l'acide citrique, le taux de savon n'atteint pas la norme dans toutes les différentes pressions : il est très élevé dans la pression minimale $p=1$ bar : $TS=770$ ppm et diminue à 125.82 ppm à $p=2.2$ bar et augmente jusqu'à 960 ppm à $p=2.5$.

Conclusion:

Ces analyses permettent de savoir le rôle qui joue l'acide citrique dans l'opération de séparation d'huile des eaux de lavage sans oublier l'intérêt économique car avec cet l'acide on peut procéder à un seul séparateur donc moins de perte d'énergie pour l'usine, mais quand il n'y a pas l'addition d'acide citrique, il est obligatoire de faire deux lavages successives pour se débarrasser des substances savonneuses non désirables pour la qualité de l'huile.

Finalement, on peut dire que l'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

Conclusion générale :

A mon avis, la clé d'une bonne maîtrise du procédé de la production repose en grande partie sur une coopération complète, ces différents acteurs et surtout le service production et qualité, c'est-à-dire une implication du personnel dont les ouvrières et les ouvriers.

Grâce à ces personnes ma vision a changé, j'ai compris ce qui est vraiment un travail de groupe et je leur en serai toujours reconnaissant.

Durant ce stage, j'ai appris :

- D'une part, la possibilité de pratiquer mes connaissances scientifiques requises durant les années universitaires.

- D'autres part, j'ai connu une approche de la vie industrielle, le sens de travail en groupe, et j'ai suivi et compris parfaitement :

- Les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale effectués au laboratoire de la SIOF.

- Les détails du procédé de raffinage des huiles : d'olive, de grignon d'olive, de soja et de tournesol.

- Le travail de mon sujet qui est un suivi sous le thème : **Optimisation des pertes d'huile au niveau des eaux de lavage.**