



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte
de neutralisation de l'huile de soja.**

Présenté par :

◆ NAHID Oumaima

Encadré par :

◆ Mme BOUSSELAMI Fatiha (Société)

◆ Pr MISBAHI Houria (FST)

Soutenu Le 9 Juin 2017 devant le jury composé de:

- Pr MISBAHI Houria
- Pr IDRISSI KANDRI Noureddine
- Pr KANDRI RODI Youssef

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2016 / 2017

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

❖ *DIEU le plus puissant :*

Qui m'a donnée: la santé, la force, le courage, la croyance, le soutien « malgré toute les difficultés » pour être là aujourd'hui entrain de vous présenter ce modeste travail.

❖ *Mes très chers parents :*

Les êtres les plus chers du monde, pour qui j'exprime mon grand amour et mes respects les plus dévoués pour leur sacrifice et leur amour.

❖ *Mes frères :*

Je vous dédie ce travail en témoignage des liens solides et intimes qui nous réunissent.

❖ *Tous mes ami(e)s sans distinction :*

Puisse ce travail vous exprime mes souhaits de succès, et mes sincères sentiments envers vous.

Remerciements

Avant tout développement sur cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements, à ceux qui m'ont beaucoup appris au cours de ce stage, et même à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment très profitable.

Je tiens tout d'abord à remercier Monsieur le Directeur général de la SIOF **Mr. Khalil LAHBABI** qui m'a accordé le privilège de passer mon stage au sein de sa société.

Je remercie également **Mme. BOUSSELLAMI Fatiha** responsable de production de la SIOF pour son aide et son suivi quotidien.

Je tiens à remercier plus particulièrement **Mme. MISBAHI Houria** professeur à la **Faculté des Sciences et Techniques de Fès** pour sa patience, sa disponibilité, ses directives et recommandations qui ont permis le bon déroulement et la mise en œuvre de mon projet.

Egalement je tiens à remercier les membres de jury **Mr. KANDRI RODI Youssef** et **Mr. IDRISSI KANDRI Noureddine** qui ont accepté de participer à l'évaluation de ce travail.

Enfin, j'aimerais bien remercier l'ensemble du personnel du raffinage surtout **Mr. Youssef** et **Mr. Kassimi** pour avoir fait preuve de disponibilité, d'attention et de sympathie tout au long de mon stage et aussi mes ami(e)s de stage.

Liste des figures

Figure 1 : organigramme de la société SIOF.

Figure 2 : Structure d'un acide gras.

Figure 3 : structure d'un triglycéride.

Figure 4 : Schéma des différentes étapes du raffinage de l'huile de soja.

Figure 5: Influence de la température sur l'acidité de la pâte.

Figure 6: Influence de la contre pression sur l'acidité de la pâte.

Figure 7: Influence de la durée de séparation sur l'acidité de la pâte.

Liste des tableaux

Tableau 1: Différentes analyses effectuées à la SIOF.

Tableau 2: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la température.

Tableau 3: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la pression.

Tableau 4: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la durée de séparation.

Liste des abréviations

SIOF : Société Industrielle Oléicole de Fès.

S.A.R.L : Société à responsabilité limitée.

S.A : Société anonyme.

PET : Polyéthylène Téréphtalate.

Ac : Acidité.

P : Contre pression.

T : Température.

Sommaire :

<i>Introduction</i>	1
Chapitre I : Présentation Générale de la Société industriel Oléicole Fès (SIOF).....	2
I. Aperçu de la SIOF :	3
1. Présentation :	3
2. Historique:.....	3
3. Organigramme:.....	4
II. Présentation des huiles traitées au niveau de la SIOF.....	4
1. Présentation générale des huiles :	4
Définition :	4
2. Les huiles élaborées par SIOF :	5
Huile d'olive :	5
Huile de soja :	6
Huile de tournesol :	7
Huile de grignon :	7
Chapitre II :Le procédé du raffinage industriel de l'huile de Soja et les analyses effectuées au sein du laboratoire de SIOF	9
I. Définition et rôle du raffinage :	10
II. Etapes de raffinage de l'huile :	10
1. Préparation de l'huile :	10
2. Démucilagination :	10
3. Neutralisation :	11
4. Lavage :	12
5. Séchage :	13
6. Décoloration :	13
7. Filtration :	14
8. Désodorisation :	14
9. Fortification :	15
III. Les analyses effectuées au sein du laboratoire de SIOF :.....	17
Chapitre III : Suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation.....	18
I. Introduction :	19
II. Analyse de la pâte de neutralisation :	19
III. Résultats expérimentaux :	20
1. Variation de la température :	20
a) Résultat :	20
b) Interprétation :	21
2. Variation de la contre pression :	21
a) Résultat :	21
b) Interprétation :	22
3. Variation de la durée de séparation :	22
a) Résultat :	22
b) Interprétation :	23
<i>Conclusion générale</i>	24

Introduction :

Le secteur agroalimentaire regroupe l'ensemble des activités allant du producteur au consommateur. Il couvre l'approvisionnement en entrants agricoles, la production et la transformation des produits agricoles ainsi que leur distribution auprès du consommateur final. Du point de vue économique, le secteur agroalimentaire est l'un des premiers générateurs d'emplois et de revenus dans le monde.

Néanmoins, la qualité et la sécurité sanitaire des produits alimentaires constituent aujourd'hui des préoccupations majeures dans le monde

Au Maroc, de part sa situation géographique en région méditerranéenne, les huileries occupent une place importante dans l'industrie agroalimentaire marocaine.

Une huile alimentaire est une huile végétale comestible, fluide à la température de 15 °C. Elle est extraite à partir des plantes oléagineuses telles que le colza, le soja, le tournesol et l'olive.

L'huile de soja, la plus consommée à travers le monde, est produite à partir d'une huile brute qui nécessite obligatoirement un raffinage pour devenir comestible.

Lors du processus de production des huiles, le suivi de l'acidité de la pâte est l'une des étapes clés permettant d'optimiser les conditions de raffinage et d'obtenir le meilleur rendement en produit fini.

Mon stage vise, donc, à suivre les paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation au cours du procédé du raffinage, afin de minimiser les pertes en matières.

Mon travail sera divisé en trois chapitres :

- ✓ **Chapitre 1** : Présentation générale de la société SIOF.
- ✓ **Chapitre 2** : Le procédé du raffinage industriel de l'huile de Soja.
- ✓ **Chapitre 3** : Suivi des paramètres influençant l'acidité de la pâte de neutralisation.

Chapitre I :
Présentation Générale de la Société
industriel
Oléicole Fès (SIOF).

I. Aperçu de la SIOF :

1. Présentation de SIOF :

SIOF (société industrielle oléicole de Fès) est une entreprise innovante dans le secteur agroalimentaire marocain, c'est une société anonyme spécialisée principalement dans le domaine de l'extraction de l'huile de grignon, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

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

- ❖ -Le premier au quartier industriel DOKARAT à Fès occupe une superficie de 12000m², dont les activités sont : le raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.
- ❖ -Le deuxième au quartier industriel SIDI BRAHIM à Fès qui a intégré l'extraction des huiles de grignon et la conserve et conditionnement d'olives de table, et Il s'étend sur une superficie de 20000 m².
- ❖ -Et le troisième à Ain Taoujdate, spécialisé en extraction des huiles de grignon et qui intègre l'amont agricole.

La SIOF assure le raffinage de quatre produits :

- ❖ **SIOF** huile de table raffinée à base de soja.
- ❖ **MOULAY IDRIS** huile d'olive vierge courante.
- ❖ **ANDALOUSSIA** huile de grignon raffinée.
- ❖ **FRIOF** huile de friture 100% tournesol.

2. Historique :

La société industrielle oléicole de Fès (SIOF) a été créée en 1961 sous forme de S.A.R .L entant qu'huilerie d'extraction d'huile de grignon et conserverie d'olives.

Depuis sa création, la société n'a pas cessé de se développer et voici les dates clés :

-1966 : l'installation d'une raffinerie d'huiles alimentaires.

-1972 : la fabrication d'emballages en plastique et le conditionnement des produits.

-1980 : la réalisation d'une installation de raffinage d'une capacité de 30 000 tonnes par an, pour augmenter la production.

-1980 et 1984 : la modernisation de l'outil de production.

-1985 : la société se transforme en S.A avec un capital de 30 millions de Dirhams.

-2003 et 2004 : la société installe deux machines de soufflages pour la fabrication des bouteilles en PET.

3. Organigramme de la SIOF :

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

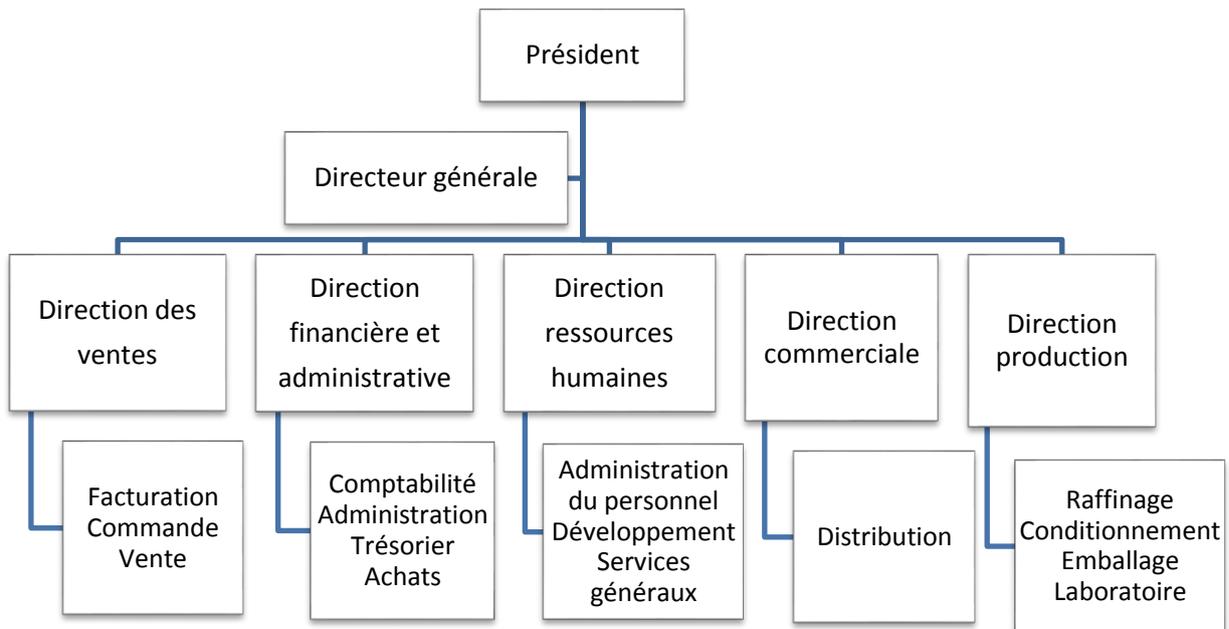


Figure 1 : organigramme de la société SIOF.

II. Présentation des huiles traitées au niveau de la SIOF :

1. Présentation générale des huiles :

Définition :

Une huile est un corps gras qui est à l'état liquide à température ambiante non miscible à l'eau.

- Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique.

- A l'alimentation on se sert surtout d'huiles végétales obtenues de légumineuses (soja) ; de graines (tournesol ; colza) de céréales (maïs) ; de fruits (olive ; grignon).
- Les huiles végétales sont constitués principalement **d'acides gras** qui sont surtout **des triglycérides** (ester triple d'acide gras et glycérol) .Elles contiennent aussi d'autres éléments comme la Vitamine E et la Lécithine.

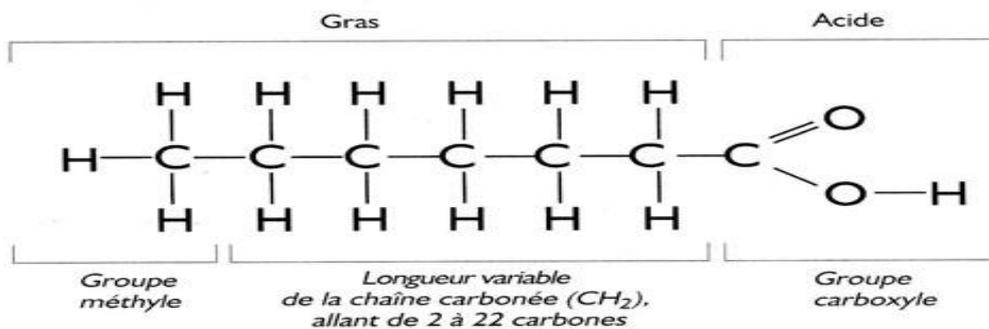


Figure 2 : Structure d'un acide gras.

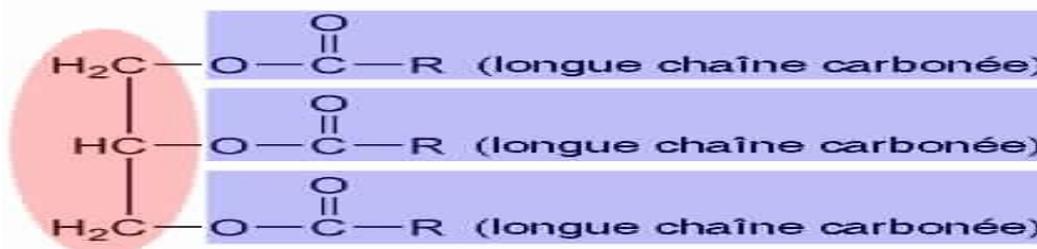


Figure 3 : structure d'un triglycéride.

2. Différentes huiles élaborées par SIOF :

- Huile d'olive :



L'huile d'olive est l'huile obtenue à partir du fruit de l'olivier par des procédés mécaniques ou physiques dans des conditions, notamment thermiques, qui permettent de maintenir la composition et les caractéristiques organoleptiques de l'huile telles qu'on les trouve dans le fruit.

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

L'huile d'olive contient :

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



Le soja 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, en potassium, en calcium, en magnésium, en vitamines A et D et en fer.

L'huile de soja extraite de la fève par broyage ou par extraction chimique est jaunâtre, légère et onctueuse. C'est une huile facilement absorbée et riche en vitamine E, en acides gras polyinsaturés et en lécithine. Elle ne supporte pas la chaleur et doit être utilisée uniquement en assaisonnement.

L'huile de soja contient :

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

- 51% d'acide linoléique (Oméga-6).

- **Huile de tournesol :**



Le tournesol est une plante cultivée surtout pour ses graines riches en huile alimentaire (environ 40% de sa 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. Elle se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en vitamine E.

D'une couleur jaune d'or, l'huile de tournesol a une légère odeur de noisette.

L'huile de tournesol contient :

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

- **L'huile de grignon :**



Les grignons d'olives sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olives composés 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. 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 de leurs propriétés organoleptiques.

Chapitre II :

Le procédé du raffinage industriel de l'huile de Soja et les analyses effectuées au sein du laboratoire de SIOF.

I. Définition et rôle du raffinage :

Le raffinage est une technologie relativement récente qui n'a été progressivement mise en œuvre que depuis un siècle environ et qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire. Avant, les corps gras d'origine animale ou végétale étaient utilisés directement après leur extraction.

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

Le raffinage a donc pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que pesticides) 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 afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et nutritionnelles satisfaisantes.

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

II. Les étapes de raffinage de l'huile :

1. Préparation de l'huile :

L'huile brute venant du bac de stockage passe par un échangeur à plaques à contre-courant, elle est préchauffée à 70 °C avec l'huile désodorisée, 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. Afin de diminuer la viscosité de l'huile on la chauffe à une température de 90 °C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière puis on la pompe vers le bac de contact.

2. Démucilagination ou dégommage :

✓ But :

Cette opération permet l'élimination des mucilages (ensemble de phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et de gomme provenant des enveloppes de la graine), facteurs d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors de son chauffage.

Ils sont nuisibles à la santé, à la conservation et aux opérations du raffinage de l'huile. Les gommes 'mucilages' sont hydrolysés grâce à un acide et se détachent alors des triglycérides.

✓ **Procédé :**

L'opération de démulagination se fait comme suit :

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

Le mélange (acide-huile) passe dans le premier mélangeur pour la dispersion d'acide dans l'huile, avant de le refouler vers le bac de contact où il va séjourner 15 à 20 min pour former des mucilages, le mélange est ensuite envoyé à l'étape de la neutralisation.

3. Neutralisation :

✓ **But**

Cette étape permet essentiellement d'éliminer les acides gras libres, qui lui donnent un mauvais goût et nuisent à sa conservation d'une part, et d'autre part vise à neutraliser l'acide phosphorique.

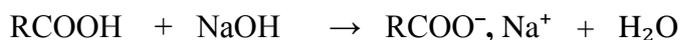
La neutralisation à la soude reste la méthode la plus employée pour séparer les acides gras libres. Elle élimine les acides gras sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation.

La soude permet de neutraliser à la fois l'acide phosphorique ajoutée pour dégommer les huiles et les acides gras en formant les savons sodiques selon les réactions suivantes :

La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :

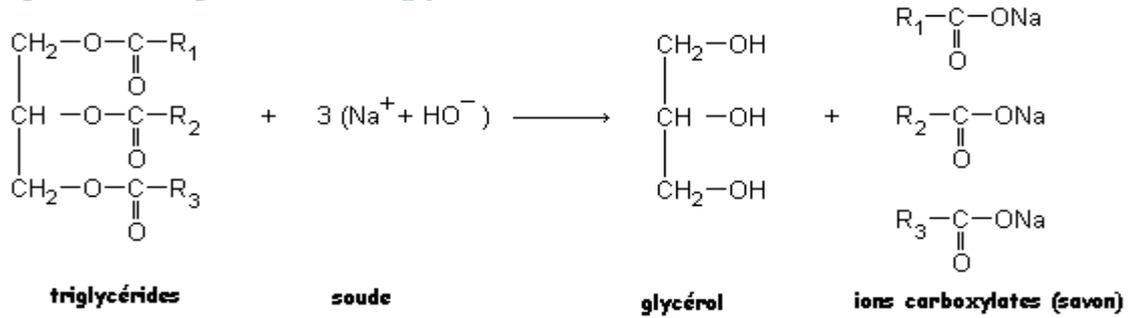


La neutralisation des acides libres en formant les savons sodiques (Réaction de saponification) :



- ❖ Puisque ces acides sont faibles, il faut ajouter un excès d'alcalin 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.
- ❖ Si cet excès 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 les pertes.

Saponification parasite des triglycérides :



✓ Procédé :

La soude est injectée dans l'huile provenant du bac de contact avec des proportions qui dépendent de son acidité, L'huile et la soude passent dans un deuxième mixeur qui refoule le mélange vers un premier séparateur auto débourbeur destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile neutre (phase légère).

L'huile neutralisée doit avoir les caractéristiques suivantes :

Acidité % : 0.04-0.06 %

Taux de savons (ppm) : 1000-1200 ppm

Acidité pâte % : ≥ 60

4. Lavage :

✓ But :

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

L'huile neutralisée reçoit de l'eau chaude et de l'acide citrique avant de passer dans un séparateur.

✓ Procédé :

L'huile neutralisée provenant du séparateur entre dans un échangeur à plaques jusqu'à une température de 90°C, puis reçoit une eau chaude de 90°C en additionnant de l'eau acidifiée avec l'acide citrique, le tout passe dans un troisième mixeur, et le mélange est séparé par centrifugation.

L'huile lavée doit contenir moins de **50 ppm de savon** et **une acidité à 0,04%**.

Remarque :

Les huiles de grignon ou tournesol subissent un lavage peu différent.

Après la neutralisation :

- ✓ L'huile est 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.
- ✓ L'huile refroidit est injectée une 2ème fois par NaOH 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 3ème 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 la neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort de décirage) puis par échangeur huile-vapeur jusqu'à une température de 90°C, ensuite le lavage se poursuit comme pour le soja.

5. Séchage :

✓ 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.

✓ Procédé :

La technique de séchage est simple : l'huile neutralisée, sortant du lavage à une température de 90°C, est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide.

6. Décoloration :

✓ But :

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore ainsi qu'une partie du phosphore et les peroxydes responsable de la couleur foncée de l'huile brute que la neutralisation n'a que partiellement détruit. Elle fait intervenir le phénomène d'adsorption sur la terre décolorante et/ou le charbon actif.

✓ **Procédé :**

L'huile séchée se sépare en deux conduites :

90% de l'huile séchée passe directement vers un échangeur à plaques circulant à contrecourant avec la vapeur, pour atteindre une température de 100°C à 110°C puis vers le décolorateur.

Une deuxième conduisant 10 % d'huiles vers un mélangeur où elle sera mélangée avec de la terre. Ce mélange rejoint ensuite les 90 % d'huiles dans le décolorateur.

Le décolorateur est constitué de deux compartiments, munis chacun, d'un agitateur et d'un serpentín où circule de la vapeur. Ainsi, l'huile garde la température de 100°C à 110°C, et l'agitation efficace favorisera le contact pendant 20 minutes. L'huile est toujours traitée sous vide, afin d'empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

7. Filtration :

✓ **But :**

L'enlèvement total de la terre décolorante de l'huile par filtration est très important car le résidu de la terre décolorante agit en tant qu'oxydant puissant et salit le matériel à l'aval.

✓ **Procédé :**

L'huile passe tout d'abord dans un gros filtre à plaque poreuses pour récupérer à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée, puis dans deux autres filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matière en suspension. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir qui permettra l'alimentation de l'opération de désodorisation.

8. Désodorisation :

✓ **But :**

La désodorisation a pour but d'éliminer les impuretés échappés aux traitements précédents, de détruire une partie des pigments carotènes, de réduire l'acidité par entraînement des acides gras libres, et d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile.

✓ **Procédé :**

L'huile décolorée filtrée venant du réservoir de stockage passe dans une série d'échangeurs pour que sa température soit entre 210-220°C. Puis l'huile réchauffée est acheminée vers 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^{ème} en bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile.

Il s'agit donc d'un entrainement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile, sous vide et à une haute température variant entre 220 et 260 °C.

L'huile désodorisée passe dans un filtre afin d'éliminer les impuretés puis dans 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.

À la sortie de la désodorisation on doit avoir les résultats suivants :

Acidité % : < 0.1 %

Taux de savons (ppm) : 0 ppm

9. Fortification :

✓ But :

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

✓ Procédé :

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D3. Ces vitamines ajoutées à une quantité bien définie par la réglementation, sont d'abord mélangées dans des petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées.

Enfin, l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

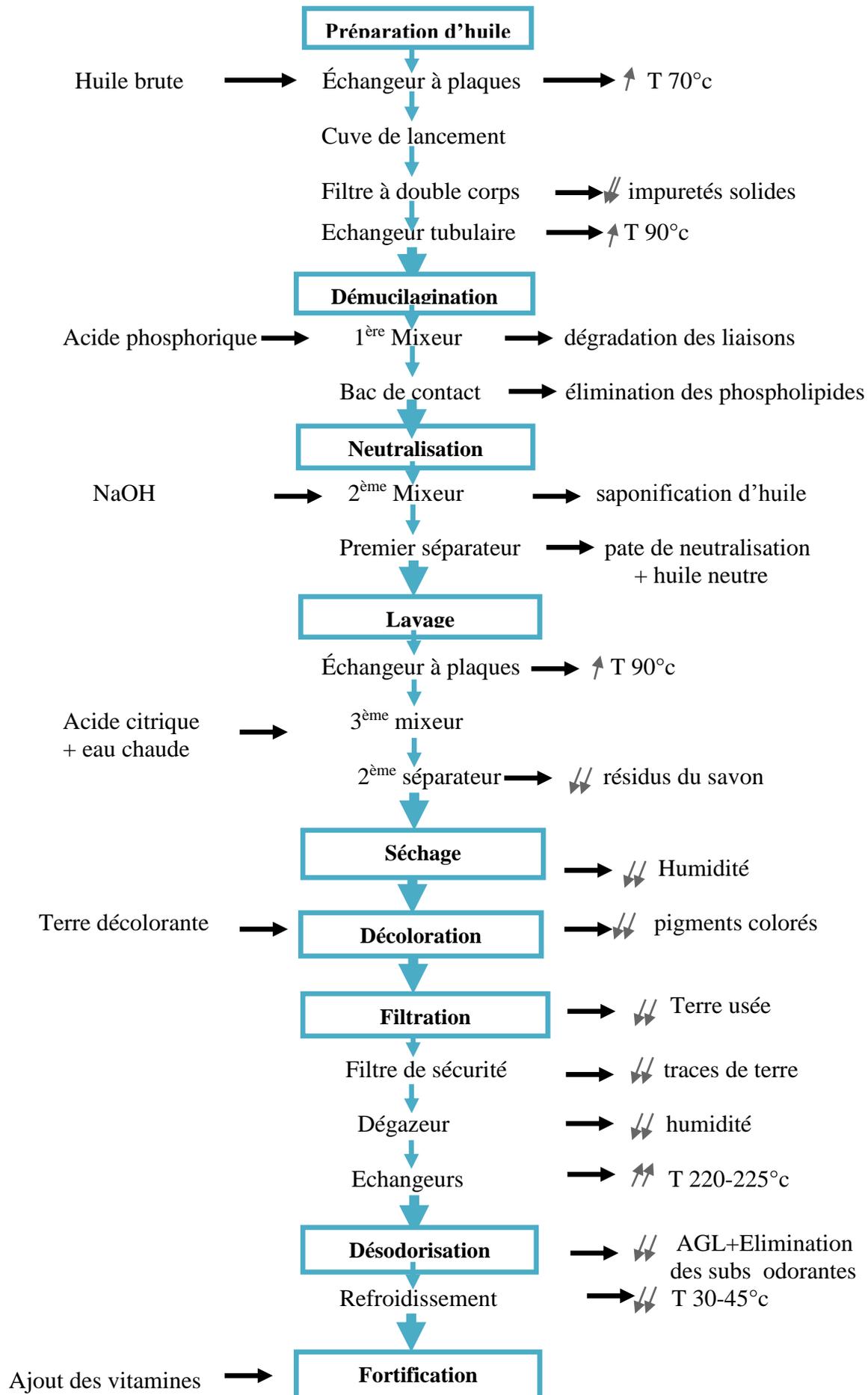


Figure 4 : Schéma des différentes étapes du raffinage de l'huile de soja.

III. Analyses effectuées au sein du laboratoire de SIOF :

Le rôle du laboratoire de la SIOF, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée. La société a le souci permanent de fournir une bonne huile à une large clientèle, c'est pour cela qu'elle effectue toutes sortes d'analyses visant à garantir ses produits, soit sur demande dans le cas d'un phénomène anormal, soit dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité du raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

Les principales analyses effectuées au laboratoire de la SIOF sont listées dans le tableau 1 :

Tableau 4: Différentes analyses effectuées à la SIOF.

Echantillon	Analyses
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

Chapitre III :

Suivi des paramètres influençant l'acidité
de la pâte de neutralisation.

I.Introduction :

Le raffinage chimique a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires avec un rendement maximal. Pour cela, il faut utiliser un excès minimal de soude caustique, qui permet d'obtenir une qualité acceptable de l'huile et de réduire au minimum la saponification de l'huile neutre.

L'objectif de mon stage était, alors, de suivre les paramètres qui influencent l'acidité de la pâte afin de minimiser les pertes de l'huile et éviter l'entraînement de cette dernière lors de la séparation dans la pâte de neutralisation.

Les principaux facteurs influençant l'acidité de la pâte au cours du processus de séparation de la pâte de neutralisation de l'huile de soja sont :

- ✓ La température de l'huile brute: est nécessaire pour accélérer la réaction de saponification et elle doit être supérieure à 80°C.
- ✓ La contrepression de séparateur : l'intervalle de variation de pression est limité entre 1 et 2,6bar. Si on dépasse 2,6bar on a l'entraînement de l'huile dans la pâte, et si la pression est inférieure à 1bar on a le passage des savons dans l'huile neutralisée.
- ✓ La durée de séparation : est le temps nécessaire pour séparer la pâte de l'huile neutralisée, il dépend de la propreté de l'huile.

II.Analyse de la pâte de neutralisation :

Cette analyse nous 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 de 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 évaporateur rotatif pour éliminer l'hexane.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min.
- Finalement, on pèse la quantité de la matière grasse. On ajoute 100 ml d'alcool en présence de phénolphthaléine puis on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage (rose pale) afin de déterminer l'acidité de l'huile. Le pourcentage d'acidité est calculé selon la formule suivante :

$$\% \text{ acidité} = V * 28.2 / PE$$

Avec :

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

PE : prise d'essai en (g).

282 : Masse molaire de l'acide oléique (C₁₈H₃₄O₂).

III. Résultats expérimentaux:

1. Variation de la température :

a) Résultat :

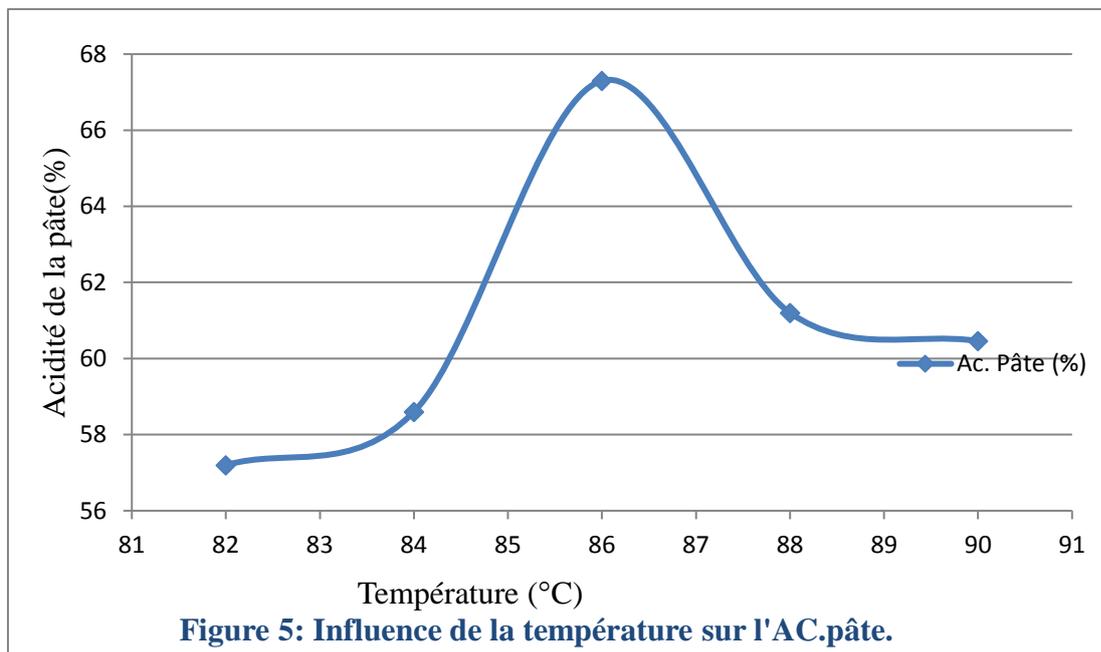
On fixe les paramètres suivants :

- la contre pression (P=2bar)
- la concentration de Soude (C=16°Be)
- La durée de séparation =1200s

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

Tableau 5: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la température.

T (°C)	Ac. Pâte (%)
90	60,46
88	61,2
86	67,3
84	58,6
82	57,2



b) Interprétation :

D'après les résultats obtenus on remarque que l'acidité de la pâte augmente avec la température jusqu'à une valeur optimale de l'acidité de la pâte qui est 67.3 % pour une température de 86 °C puis l'acidité diminue.

Donc on peut conclure qu'une bonne séparation se fait à 86°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés. Donc on fixe ce paramètre à cette valeur pour l'expérience suivante.

2. Variation de la contre pression :

a) Résultat :

On fixe les paramètres suivants :

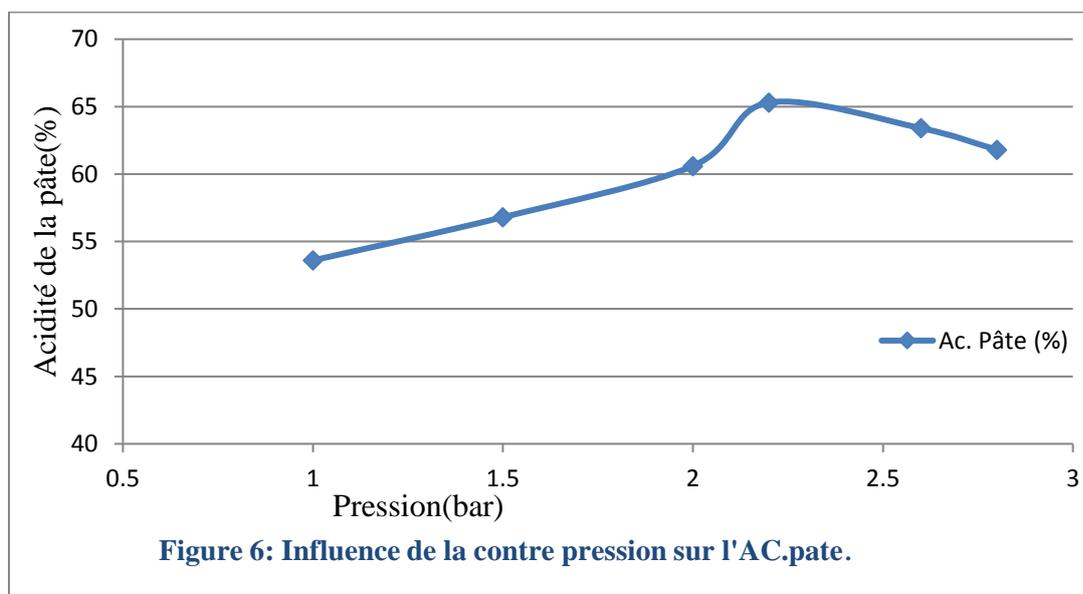
- la température = 86°C

- la concentration de Soude (C=16°Be)
- la durée de séparation =1200s

Sur un intervalle de contre-pression entre 1 et 2,8 Bar, on prend des échantillons de pâte et on suit l'évolution de leurs acidités par la même méthode d'analyse citée précédemment.

Tableau 6: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la pression.

Pression (bar)	Ac. Pâte (%)
2,8	61,8
2,5	63,1
2,2	65,3
2	60,6
1,5	56,8
1	53,6



b) Interprétation :

D'après l'observation on peut dire que la bonne séparation se fait à une pression de 2.2 bar où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés. On fixe ce paramètre à cette valeur pour la suite de l'opération.

3. Variation de la durée de séparation :

a) Résultat :

On fixe les paramètres suivants :

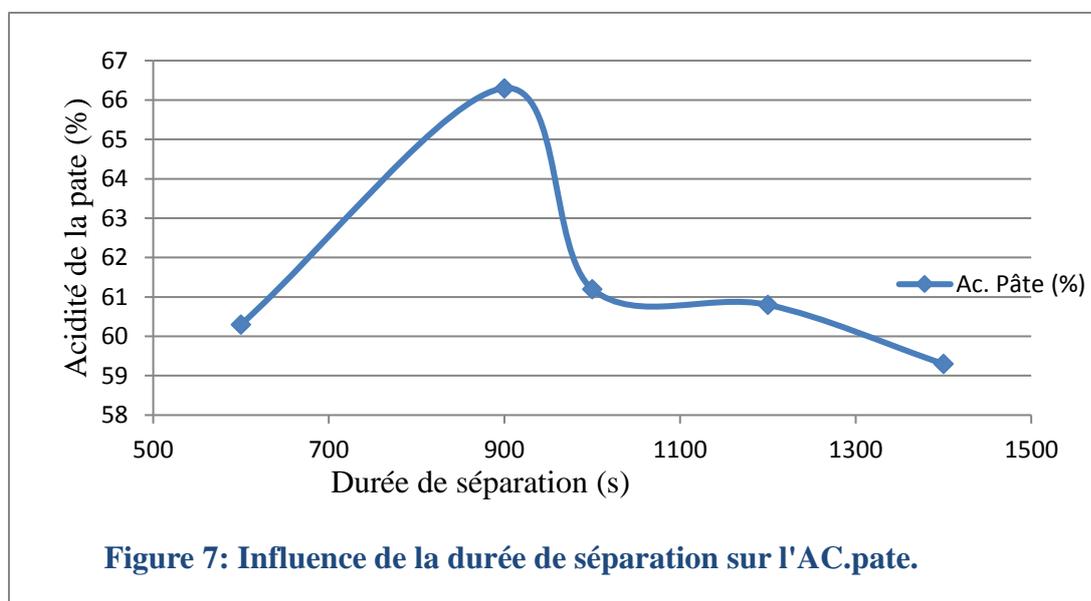
- la température = 86°C

- la concentration de Soude (C=16°Be)
- la contre pression = 2.2bar

Et on varie le temps de séparation, on obtient les résultats suivants :

Tableau 4: Variation de l'acidité de la pâte en fonction de la durée de séparation.

d.s (s)	Ac. Pâte (%)
1400	59,3
1200	60,8
1000	61,2
900	66,3
600	60,3



b) Interprétation :

D'après les résultats obtenus on remarque que l'acidité de la pâte augmente avec le temps jusqu'à une valeur optimale de 66.3 % durant 900 s puis on a une diminution.

On peut donc conclure qu'une bonne séparation correspond à une durée de séparation de 900s.

Conclusion :

D'après l'étude que nous avons réalisée nous sommes arrivés à déterminer des conditions optimales (T=86°C, contre-pression=2.2 bar, durée de séparation=900s) qui permettent d'avoir un bon rendement et de minimiser les pertes de l'huile lors de l'étape de neutralisation.

Conclusion générale

Mon stage s'est déroulé à l'usine SIOF et principalement dans la section raffinage des huiles de Soja. Dans cette section l'opération de neutralisation d'huile par la soude caustique est une opération clé du procédé du raffinage des huiles, donc j'ai essayé de suivre les paramètres qui influencent l'acidité de la pâte de neutralisation afin de minimiser les pertes d'huile.

Les résultats ont montré que pour atteindre un bon rendement d'huile, on doit contrôler trois points essentiels, une température d'huile à 86°C, une contre-pression de 2.2 bar et une durée de séparation d'environ 900s.

Cette expérience était enrichissante, elle m'a permis de découvrir le monde d'entreprise, de confronter mes acquis théoriques à la réalité pratique. J'ai réussi ainsi à développer ma capacité d'adaptation, mon sens analytique, et surtout mon esprit d'équipe et de recherche.

Web-Bibliographie

- Fichiers de la SIOF.
- Cours de génie des industries alimentaires.
- <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/>
- http://www.memoireonline.com/01/09/1883/m_Suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz3.html
- https://fr.m.wikipedia.org/wiki/Huile_alimentaire