

Licence Sciences et Techniques (LST)

Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité

« TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

Suivi du procédé de raffinage et optimisation des pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation

Présenté par :

◆ **MEZHAR Loubna**

Encadré par :

◆ **Mme. EL FARROUDI Fatima (SIOF)**

◆ **Pr. BOUAYAD Abdessalam (FST)**

Soutenu Le 08 Juin 2018 devant le jury composé de:

- **Pr. BOUAYAD Abdessalam**
- **Pr. KANDRI RODI Youssef**
- **Pr. BOUAYAD Abdelouahed**

Stage effectué à La SIOF

Année Universitaire 2017 / 2018

Remerciements

Je tiens à présenter mes remerciements et ma profonde gratitude à tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin à l'accomplissement de ce rapport et du stage :

- La direction de **SIOF** dans la personne de son Président Directeur Général **M. Khalil Lahbabi** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle.
- **M. BOUAYAD Abdessalam**, mon encadrant et professeur à la **Faculté des Sciences et Techniques de Fès** pour son soutien et ses conseils.
- **Mme EL FARROUDI Fatima**, responsable du Laboratoire de la société SIOF, pour son accueil chaleureux, ses conseils judicieux et son support permanent.
- Je tiens à remercier également les membres de jury **Pr. BOUAYAD Abdelouahed** et **Pr. KANDRI RODI Youssef**, qui ont accepté de participer à l'évaluation de ce travail.

J'exprime mes remerciements également, à **Mme BOUSSELAMI Fatiha**, **Mme Safae** et **Mme Fatima Zohra** pour leur chaleureux accueil et leur serviabilité.

Ma sincère gratitude va également à l'ensemble du personnel de service production qui n'a cessé de me fournir les informations nécessaires durant mon stage.

Sommaire

Introduction.....	1
CHAPITRE I	2
I.Les propriétés de l’huile de soja.....	3
1. Étude de la matière première	3
1.1 Définition et origine de soja :.....	3
1.2 Composition de l’huile de soja.....	3
1.3 Propriétés nutritionnelles de l’huile de soja.....	4
II.Le raffinage de l’huile de soja.....	5
1. Le principe du raffinage	5
2. Les étapes du raffinage de l’huile de soja	6
2.1 La réception des huiles brutes	6
2.2 Préparation de l’huile.....	6
2.3 Démucilagination ou dégommeage.....	6
2.4 Neutralisation.....	7
2.5 Lavage	10
2.6 Séchage.....	11
2.7 Décoloration ou blanchiment:.....	12
2.8 Filtration	13
2.9 Désodorisation.....	14
2.10 Fortification.....	15
CHAPITRE II	16
I.L’optimisation des pertes d’huile au niveau de la pâte de neutralisation	17
1. L’objectif du travail.....	17
2. Analyse effectuée au niveau de la neutralisation	18
2.1 Contrôle de l’acidité	18
2.2 Dosage du savon.....	19
2.3 Analyse de la pâte:.....	19
2.4 Echantillonnage.....	20
II. Résultats et discussion.....	21
1. Variation de la température	21
2. Variation du temps de séparation.....	22
3. Variation de la contre pression	23
4. Vérification.....	24
Conclusion	26
Bibliographie	27

Table des figures

Figure 1: Graines de soja.....	3
Figure 2: cuve de lancement.....	6
Figure 3: échangeurs tubulaires	6
Figure 4: Bac de contact.....	7
Figure 5: séparateur centrifuge de type Westfalia	8
Figure 6: séparateurs RSA 60 (2) et RTA (3)	11
Figure 7: Sécheur sous vide.....	12
Figure 8: Décolorateur	13
Figure 9: Filtres à plaques poreuses.....	13
Figure 10: Filtres à poche	13
Figure 11 : Désodoriseur	14
Figure 12: Influence de la température sur l'acidité de la pâte.	22
Figure 13: Influence de temps de séparation sur l'acidité de la pâte.....	23
Figure 14: Influence de la contre pression sur l'acidité de la pâte.....	24

Liste des tableaux

Tableau 1: les opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et les produits réduits dans chaque étape.....	8
Tableau 2: Résultats d'analyses effectuées sur des échantillons.....	22
Tableau 3: variation de l'acidité de la pâte en fonction de la température.....	23
Tableau 4: variation de l'acidité de la pâte en fonction du temps de séparation.....	24
Tableau 5: variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression.....	23

Introduction

La fabrication des huiles alimentaires fait partie des industries agro-alimentaires qui se basent sur des matières premières représentées par des produits agricoles végétaux ou animaux. Un enchaînement bien défini de différentes opérations traduit un procédé qui relie la matière première et le produit fini.

Ce travail a été réalisé au sein de la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF), c'est une entreprise innovante dans le secteur agroalimentaire marocain qui offre à ses consommateurs nationaux et internationaux une large gamme de produits du secteur oléicole.

Parmi ces produits, l'huile de soja provient d'une huile brute qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit 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 raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé comprend la démulcination, la neutralisation, le blanchiment et la désodorisation.

L'objectif du raffinage chimique, est de produire une huile raffinée avec une qualité acceptable et une perte de matière ou un rendement maximal dans le procédé de raffinage. Pour cela il faut réduire au maximum la saponification d'huile neutre, et utiliser un excès minimal de soude caustique.

Le mélange huile-soude passe par un mixeur avant de séparer la pâte d'huile. Ainsi le sujet de mon stage porte sur cette étape appelée neutralisation qui est une partie importante dans les étapes de raffinage, car celle-ci élimine les acides gras libres, les matières colorées, les phospholipides ainsi que les métaux tels que le fer et le cuivre.

Après cette étape cruciale de neutralisation, on peut avoir des fuites d'huile dans la pâte de neutralisation. Pour apporter une solution à ce problème, nous avons essayé de suivre les variations des pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en variant les paramètres les plus influents dans la chaîne du raffinage afin de trouver les conditions optimales les plus économiques. Cette opération permettrait de minimiser ces pertes d'huile et favoriserait un meilleur rendement.

Ce rapport contient deux chapitres :

- * Le premier chapitre à caractère théorique se subdivise en deux parties, la première partie est réservée à l'étude de la matière première à raffiner. À la deuxième partie, on détermine l'objectif et les opérations du raffinage chimique que subit l'huile brute.

- * Le second chapitre qui est expérimentale, est consacrée aux analyses effectuées sur l'huile de soja extraite lors de l'étape de neutralisation pour l'évaluation de sa perte dans les pâtes de neutralisation nous étalerons les résultats de nos recherches et les discussions qu'elles ont suscitées.

CHAPITRE I

I. Les propriétés de l'huile de soja

1. Étude de la matière première

1.1 Définition et origine de soja

Pendant des siècles, le soja a joué un rôle fondamental dans l'alimentation des populations asiatiques de l'Est, et plus particulièrement en Chine. Dans la Chine ancienne (plusieurs siècles avant JC), le soja faisait partie des 5 grains sacrés, avec le blé, le riz, l'orge et le millet. Ce n'est qu'au début du 19^{ème} siècle que les populations d'Europe occidentale ont reconnu l'importance du soja, maintenant il est devenu un aliment très demandé dans le monde, que ce soit pour les humains ou pour les rations des animaux et pour les huiles comestibles en raison de sa forte teneur en protéines et en huile.

Le soja est une plante herbacée, une légumineuse classée dans la catégorie des oléo-protéagineux, appelée ainsi à cause de la teneur élevée de sa graine en lipides et en protéines. Elle produit des fruits qui se présentent sous forme de gousses velues contenant des graines jaunes avec quelques reflets verdâtres, arrondies, lisses au toucher et légèrement grasses (figure 1), ce sont les fèves de soja.



Figure 1: Graines de soja

1.2 Composition de l'huile de soja

L'huile de soja fait partie du groupe des huiles à valeur très appréciable dans l'alimentation humaine et offre la plus haute teneur en acides gras polyinsaturés, en acide linoléique et en acide linoléique. Sa haute teneur en acide linoléique (acide gras essentiel) donne à l'huile de soja une valeur nutritive supérieure à celle des autres huiles végétales; en effet, cet acide ne peut pas être synthétisé par l'organisme, il doit être fourni par l'alimentation.

L'huile de soja brute est composée essentiellement de triglycérides avec un pourcentage de 94.4%, suivi de phospholipides à 3.7%, puis de Matières insaponifiables, stérols, tocophérols, hydrocarbures, acides gras libres et traces métalliques avec des pourcentages minimes.

- Les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides di et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités. L'huile de soja est donc très sensible à l'oxydation.
- Les phospholipides se présentent dans l'huile sous forme:

- Hydratables, ces formes contiennent un groupe fortement polaire, ce sont en particulier la phosphatidylcholine (lécithine) et la phosphatidyléthanolamine (céphaline) qui sont aisément éliminés.

- Non hydratables, ce sont les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositols. Ces formes non hydratables peuvent réagir avec des acides forts en donnant des sels monovalents et des acides, elles deviennent alors hydratables et forment des composés insolubles dans l'huile.

En outre, les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds comme le FER et le CUIVRE qui sont de puissants catalyseurs d'oxydation.

L'élimination parfaite du phosphore est une opération très importante pour obtenir une bonne qualité de l'huile de soja. Nous pouvons lister les principaux inconvénients des phospholipides:

- ils provoquent des émulsions ;
- ils réduisent le rendement lors de l'opération de filtration (colmatage des filtres) ;
- ils réduisent l'activité des terres de blanchiment ;
- ce sont des poisons des catalyseurs d'hydrogénation ;
- leur présence conduit à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation ;
- ils affectent la qualité et la conservation de l'huile raffinée.

1.3 Propriétés nutritionnelles de l'huile de soja

La valeur nutritive de l'huile de soja brute est faible vu la présence d'un certain nombre de facteurs antinutritionnels, les éléments antinutritionnels contenus dans l'huile de soja, sont supposés agir comme mécanisme de défense pour empêcher l'ingestion. Les deux plus importants et mieux connus sont les inhibiteurs de la trypsine et les hémagglutinines (lécithines), on peut en rajouter aussi l'acide phytique, une forme liée du phosphore qui résiste à la digestion et qui peut gêner l'absorption d'autres minéraux. Une fois les facteurs antinutritionnels éliminés, l'huile de soja a une haute qualité nutritive puisqu'elle apporte à la fois :

- Des acides gras insaturés, dont les oméga 3, en partie incluse dans la lécithine qui facilite leur assimilation.
- Des glucides sous forme d'amidon, des fibres et certains oligosaccharides ayant un effet prébiotique.
- De nombreux minéraux dont le phosphore, le magnésium, le fer, le zinc, le cuivre et le manganèse.
- Des vitamines, notamment E et du groupe B ;
- Sa teneur élevée en acide linoléique lui confère une capacité à réduire le taux de cholestérol dans le sang, réduisant ainsi le risque de maladies cardiovasculaires.
- Les composants du soja ont donc des propriétés nutritionnelles qui peuvent conférer aux produits alimentaires à base de soja un rôle favorable dans l'équilibre alimentaire.

II. Le raffinage de l'huile de soja

1. Le principe du raffinage

Le principe 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 (non comestible) en un produit comestible, en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

Opération	Composés éliminés ou réduits en quantités	Effets sur constituants majeurs
Stockage	–	-Formation d'AGL et de phospholipides.
Démucilagination	-Produits hydratés non gras, principalement hydrates carbone et protéines partiellement extraits. - Lipides non glycéridiques hydratés tels que phospholipides partiellement extraits. - Chlorophylle (partiellement extraite), surtout si l'acide phosphorique est utilisé.	–
Neutralisation alcaline	-Acides gras libres et autres produits extraits. - Phospholipides résiduels extraits. - Composés protidiques. - Matières colorantes.	-Saponification partielle des TAG si la concentration de la soude est trop forte.
Lavage	-L'excès de soude. - Les phospholipides. - Les traces de savon.	–
Séchage	-Humidité	–
Décoloration	-Caroténoïdes extraits. -Chlorophylles et ses produits de décomposition. -Agents toxiques tels que les hydrocarbures aromatiques polycycliques.	-Destruction des peroxydes et formation d'isomères à doubles liaisons conjuguées. -Formation d'acides gras libres (par acidification des savons)
Désodorisation	-Acides gras libres, produits de décomposition des peroxydes, principes colorants et leurs produits de décomposition éliminés. - Stérols et esters de stérols réduits - Tocophérols réduits	-Formation d'isomères géométriques d'acides gras. -Formation d'oligomères de TAG (dimères, trimères, etc.)

Tableau 1: les opérations élémentaires du raffinage chimique et leurs effets sur les constituants majeurs et les produits réduits dans chaque étape.

2. Les étapes du raffinage de l'huile de soja

2.1 La réception des huiles brutes

- Pesage des huiles brutes.
- Déchargement des huiles des citernes aux cuves de stockage en acier inoxydable, 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).

2.2 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 (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 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 pompé vers le bac de contact.



Figure 2: cuve de lancement



Figure 3: échangeurs tubulaires

2.3 Démucilagination ou dégommage

➤ L'objectif de la démucilagination

La démucilagination est la première étape du procédé de raffinage qui a pour but de débarrasser les huiles brutes des mucilages (ensemble de phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et de gomme provenant des enveloppes de la graine), la teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration. La présence des mucilages dans l'huile 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.

➤ **Le procédé de la démucilagination**

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.

➤ **Le rendement de l'opération**

Quel que soit l'agent de la démucilagination employé, le rendement de l'opération dépend généralement de :

La température : une élévation de la température favorise la rupture de l'émulsion d'où une meilleure élimination des mucilages et une diminution des pertes. Cependant, une augmentation excessive de la température ne doit pas dépasser 90°C.

Le temps : il est variable selon la quantité des mucilages dans l'huile brute. Il doit être de l'ordre de 15 à 20 min.

L'agitation : une bonne agitation augmente la surface de contact et le passage des mucilages dans la phase aqueuse.



Figure 4: Bac de contact

2.4 Neutralisation

2.4.1 Facteurs influençant la neutralisation

➤ **Solution de soude**

La solution de soude caustique est le réactif chimique utilisé à la neutralisation au cours du raffinage chimique. Le choix de la concentration de soude dépend de nombreux facteurs et est souvent difficile à faire, il faut savoir que les solutions concentrées de soude donnent des pâtes de neutralisation dures, visqueuses, qui, en refroidissant, peuvent devenir solides, elles sortent difficilement des centrifugeuses et entraînent beaucoup d'huile neutre.

De plus lorsque la concentration de la soude est forte, les risques de saponification parasite augmentent, surtout lorsque l'acidité de l'huile brute à traiter est faible.

Au contraire, plus la solution de soude est diluée, plus il y a des risques de pertes par émulsion (les savons sont des émulsifiants puissants). Seules les huiles à très faible acidité peuvent être neutralisées par des solutions très diluées.

➤ Séparateur type Westfalia

Le séparateur Westfalia illustré dans la **Figure 5**, est une centrifugeuse destinée à la séparation des savons ou des mucilages. Le mélange (huile, pâtes de neutralisation) est alimenté au centre ; à la partie supérieure du bol, sous l'action de l'accélération centrifuge, La phase légère remonte dans les espaces entre les assiettes, de l'extérieur vers l'axe de rotation, la phase lourde se situe au niveau de la périphérie du séparateur. Sous le contrôle de la contre pression les boues sont séparées de l'huile neutre.

Un mauvais contrôle de la contre pression, provoque parfois le déplacement de la zone de séparation vers la phase légère ou vers la phase lourde, cela favorise d'une part, les entraînements d'huile dans les pâtes de neutralisation d'autre part, le passage des savons en teneur élevée dans l'huile neutralisée.

Westfalia soutient qu'il est préférable d'introduire de l'eau dite « flush » dans les bols pour fluidifier, par dilution, les sédiments qui seront, au moins partiellement, entraînés dans la pâte lourde.

Bien que l'essentiel des pertes d'un raffinage se situe au niveau de la centrifugeuse de séparation des pâtes de neutralisation, il faut toujours conseiller de contrôler l'acidité du lot à raffiner à l'entrée de l'atelier, pour ajuster l'addition de soude.

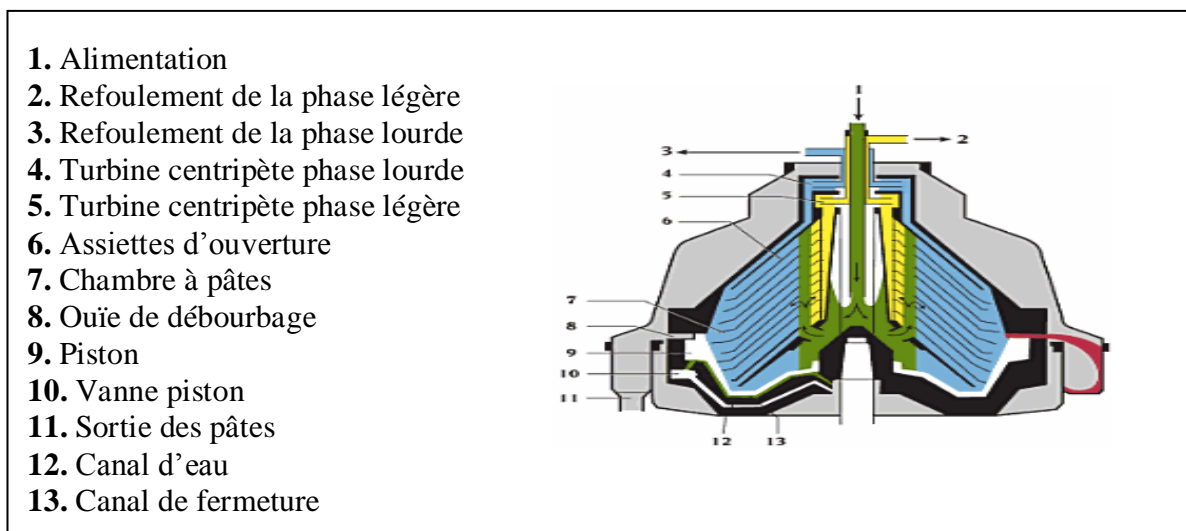


Figure 5: séparateur centrifuge de type Westfalia

2.4.2 Procédé de neutralisation alcaline

À la sortie du bac du contact, la soude caustique d'une concentration de 16°Bé est additionnée à l'huile.

Le mélange huile/soude passe dans un mélangeur rapide ou un mélangeur statique avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol auto-débourbeur (figure6:1) destinée à séparer les pâtes de neutralisation de l'huile neutre.

La neutralisation par des solutions alcalines vise essentiellement à éliminer les acides gras libres sous forme de savon appelé communément « pâtes de neutralisation » ou « soapstocks ». Ces AGL donnent un mauvais goût et nuisent à la conservation de l'huile.

Le traitement par des solutions alcalines permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégommeage et réalise un premier blanchiment par la destruction de certains pigments ou leur absorption par la phase aqueuse.

La quantité de soude à ajouter est calculée sur la base du taux d'acides gras libres de l'huile à traiter. Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude, mais s'il est mal dosé, peut entraîner des pertes importantes par la saponification des TAG la réaction est appelée "saponification parasite" qui diminue également le rendement de l'opération.

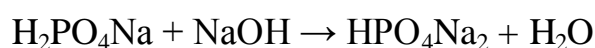
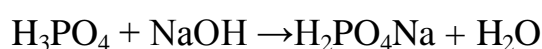
Pour éviter la réaction parasite, la neutralisation en continu présente l'avantage de ne laisser l'huile et la soude en contact que pendant un temps très court.

Les pâtes de neutralisation sont séparées par centrifugation, celle-ci contiennent en plus des AGL et glycérides, des acides gras oxydés, phosphatides, mucilages, pigments (caroténoïdes), diverses impuretés et l'huile neutre sous forme d'émulsion. Ces pâtes peuvent être très concentrées, l'addition d'une eau appelée «Flush» est obligatoire aux soapstocks pour les diluer dans la centrifugeuse et faciliter ainsi leur séparation.

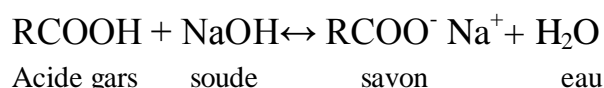
Le but n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée avec un minimum d'entraînements d'huile dans les « soapstocks », mais aussi de laisser le moins possible de savon dans l'huile neutralisée, pour éviter les émulsions au cours du lavage.

→ 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 :

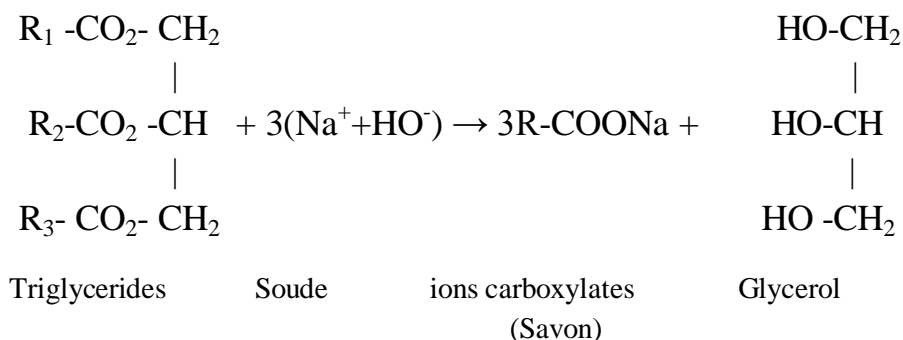
➤ La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique :



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



➤ **Saponification parasite des triglycérides :**



2.5 Lavage

➤ **Objectif**

Le lavage permet d'éliminer la soude en excès, le savon restant dans l'huile sortante du séparateur ainsi que les dernières traces de métaux de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute subisse une bonne préparation sinon il se produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminée. L'élimination des savons doit être la plus complète possible afin de ne pas diminuer le pouvoir décolorant des terres décolorantes.

➤ **Procédé**

La conduite de lavage au sein de la SIOF peut s'effectuer de différentes façons selon la nature d'huile.

L'huile neutralisée de soja provenant du séparateur 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 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 RSA 60.

L'huile sortante du premier lavage est réchauffée à 85-90°C, 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 8004)).



Figure 6: séparateurs RSA 60 (2) et RTA (3)

2.6 Séchage

➤ Objectif

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. L'huile sortant du lavage à une température de l'ordre de 90°C est pulvérisée dans une installation sous vide. Il est recommandé de placer un regard au-dessus du niveau de l'huile afin de pouvoir détecter la formation de mousse provoquée par le mauvais fonctionnement des opérations ultérieures.

➤ Procédé

L'huile est dans une première étape chauffée dans un échangeur jusqu'à atteindre 90°C, puis pénètre par pulvérisation dans un sécheur. Elle rencontre un vide de 40 à 200 mm-Hg qui aspire l'eau évaporée vers le haut de l'appareil.

En effet, à cette valeur de pression et compte tenu de la température de l'huile avoisinant 90°C, l'eau s'évapore tandis que l'huile se rassemble dans le fond du sécheur pour augmenter le temps de séjour. Une propulsion d'air permet de barboter l'huile afin d'augmenter la surface d'échange. Quand le niveau de l'huile dans l'appareil atteint 80% du volume total de l'appareil, la vanne de refoulement s'ouvre automatiquement et envoie l'huile vers l'opération suivante. Par contre, s'il atteint un niveau plus bas la vanne reste en état de fermeture.



Figure 7: Sécheur sous vide

2.7 Décoloration ou blanchiment

➤ Objectif

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que l'huile contient encore et que la neutralisation n'a que très partiellement détruit.

La décoloration fait intervenir un phénomène physique :

L'adsorption sur des terres décolorantes : du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances. La terre décolorante utilisée est traitée avec de l'acide (acide chlorhydrique ou sulfurique) pour améliorer leur capacité d'adsorption. Autant les substances dissoutes que celles qui sont dispersées dans l'huile peuvent se lier à la surface des adsorbants.

➤ Procédé

À la sortie du sécheur, l'huile est séparée en deux conduites :

1) conduisant 90% de l'huile vers un échangeur thermique tubulaire pour être chauffée pour atteindre une $T^{\circ} = 100^{\circ}\text{C}$ puis vers le décolorateur.

2) conduisant 10 % vers une cuve munie d'un agitateur : mélangeur où l'huile sera mélangée avec la terre décolorante ensuite ce mélange rejoint les 90% d'huiles dans le décolorateur qui est constitué de 2 compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentín où circule de la vapeur afin que l'huile garde une T° de 110°C , l'agitation se maintient pendant 20 min ce qui favorise le contact, un Temps de contact suffisant pour que l'huile cède ses pigments, l'huile est toujours Traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisé par l'air.



Figure 8: Décolorateur

2.8 Filtration

➤ Objectif

L'objectif de cette opération est de débarrasser l'huile de la terre décolorante qu'elle contient en suspension (terre usée), enlèvement totale de cette dernière est très important car le résidu agit en tant que oxydant puissant.

➤ Procédé

L'huile après décoloration est envoyée vers un gros filtre à plaques poreuses (appelé NIAGARA) où il y aura une séparation liquide-solide.

L'huile passe dans le filtre, le gâteau se dépose sur les plaques et la pression de circulation de l'huile augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur de 4 à 4,5 bars. A ce moment, la vanne d'admission de l'huile dans ce filtre se ferme, les plaques permettent la filtration de leurs deux côtés. Ils envoient ensuite l'huile par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques et sort du filtre.

La filtration se 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 9: Filtres à plaques poreuses



Figure 10: Filtres à poche

2.9 Désodorisation

➤ Objectif

Cette opération consiste à l'élimination des substances odorantes telles que les composés aromatiques (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) et d'autres substances comme les stérols et les tocophérols ; par distillation au moyen de vapeur d'eau, sous vide poussé, à une température voisine de 250°C.

➤ 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 5ème de bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).

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 spiral où le refroidissement est assurée par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50 °C.

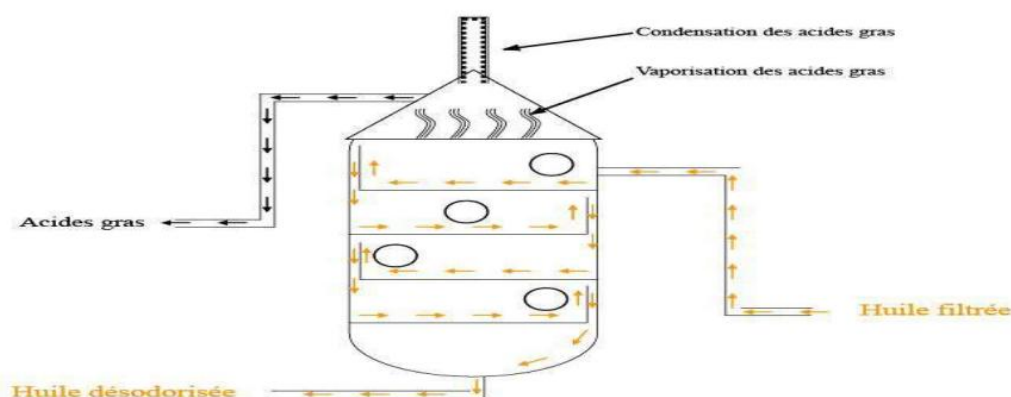
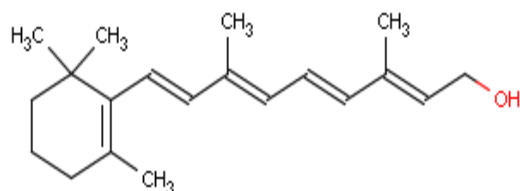


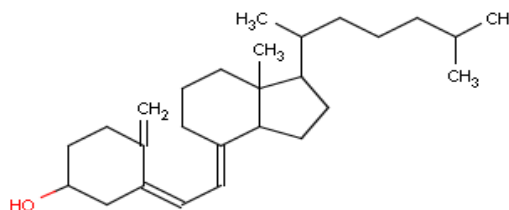
Figure 11 : Désodoriseur

2.10 La 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 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 comme normale. La fortification des aliments avec la vitamine A et D3 est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines. **L'huile finie de la SIOF est enrichie avec les vitamines A et D3.**

Remarque : Certaines industries nécessitent pour la fabrication de leur produits des huiles industrielles, dans ce cas, l'étape de fortification n'aura pas lieu.

CHAPITRE II

I.L'optimisation des pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation

1.L'objectif du travail

La neutralisation est une étape très délicate lors du raffinage de l'huile. Ainsi sa conduite doit se faire avec beaucoup de vigilance et de précaution.

Les dangers pouvant affectés la production au niveau de cette étape sont :

- Une neutralisation insuffisante : celle-ci peut être prouvée par une acidité résiduelle élevée,
- Une saponification excessive d'huile neutre par excès de soude,
- Une altération par chauffage excessif,
- Une perte en triglycéride par émulsification (perte en neutre).

La **SIOF** a un rendement d'huile de soja raffiné qui ne dépasse pas les 80% pour les acidités d'huile brute, celles-ci ne dépassent pas à leur tour 0,6%. Dès lors, l'huile de soja connaît des pertes d'ordre de 20% lors de l'étape de neutralisation dans le procédé de raffinage,

L'objectif de mon travail consiste à améliorer le rendement de l'huile brute, c'est-à-dire retrouver le procédé exact pour augmenter l'acidité de la pâte.

Pour ce faire, nous avons essayé de suivre les variations de l'acidité de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en fonction de la variation des trois paramètres ou facteurs suivants : **la température, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur**. Ces trois facteurs sont observés et analysés en vue de trouver les conditions optimales qui permettront de minimiser les pertes d'huile au niveau de la pâte.

➤ **La température**

La température est un facteur important pendant la neutralisation. La réaction de saponification est caractérisée par sa lenteur qui pourrait causer la saponification de l'huile neutre. Pour remédier à cette lenteur de saponification, nous proposons dès le début de raffinage, que l'huile brute soit portée à une température avoisinant les 90C° au lieu de la température ambiante (température de stockage extérieure). Cette température pourrait à notre sens d'accélérer la réaction de saponification.

➤ **Le temps de séparation**

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 800s donc il est très important de trouver le temps qui donne le meilleur rendement.

➤ **La contre-pression de séparateur**

La contre pression est un élément aussi important et qu'il faut contrôler tout au long de notre opération, l'intervalle de variation de pression est limité entre 1bar et 2,6 bar. Car si on dépasse cette limite de 2,6 bar on risque le passage d'huile dans la pâte de neutralisation; et si on atteint pas 1bar on risque le passage d'une grande quantité de savons dans l'huile neutralisée.

2. Analyse effectuée au niveau de la neutralisation

2.1 Contrôle de l'acidité

➤ **Définition**

L'acidité est la quantité d'acides gras, exprimée conventionnellement en acide oléique (en gramme), présentée dans 100 g de matière grasse.

➤ **Principe**

C'est le titrage des acides gras libres par une solution d'hydroxyde de potassium ou de soude en présence de phénolphthaléine comme indicateur coloré.

➤ **Mode opératoire**

- On met 100 ml d'alcool distillé dans une fiole de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de la 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: Plus que 10 g pour l'huile neutralisée.
- On titre par KOH 0,1 N le mélange d'huile et l'alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras (acide oléique est neutralisé).

➤ **Expression des résultats**

$$\% \text{ acidité} = (V \times 2.82) / PE$$

- V : Volume de la solution de KOH (ml).
- PE : Prise d'essai (g).
- 2.82 : Masse molaire de l'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$) \times La normalité de KOH \times 0,1.

La norme de l'acidité de l'huile de soja neutralisé : 0,1-0,2 %

2.2 Dosage du savon

➤ Définition

C'est la détermination de la quantité de savon dans les huiles raffinées en mg d'oléate de sodium dans un kg de matière grasse.

Cette analyse peut nous renseigner sur l'efficacité du séparateur.

➤ 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 chlorhydrique de normalité 0.1N

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 couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

➤ Expression des résultats

$$\text{Taux da savon} = (V \times 3040) / PE$$

- 3040 : Masse molaire du savon ($C_{17}H_{33}COO^- Na^+$) \times La normalité de HCl $\times 1000$.
- V : Volume de HCl versé.
- PE : Prise d'essai.

La norme du taux de savon de l'huile de soja neutralisé: 600-1200ppm.

2.3 Analyse de la pâte:

➤ Principe

Il n'existe pas de méthode simple pour accéder aux pertes de la neutralisation. Le dosage de l'acidité de la matière grasse des soapstocks permet toutefois de se faire une idée. La méthode consiste à acidifier les pâtes de neutralisation immédiatement à la sortie de la centrifugeuse à l'aide d'un acide fort, les savons se retransforment en acides gras. Si les pertes étaient nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100 %. Or, il n'en est rien du fait que la phase grasse surnageant contienne aussi des phospholipides et de l'huile neutre entraînés.

➤ Mode opératoire

- Peser 50-80g de la pâte de neutralisation dans un bécher à laquelle on ajoute 30ml d'eau
- On chauffe sous agitation jusqu'à décomposition complète de la pâte.
- On ajoute ensuite 30ml d'acide sulfurique H_2SO_4 à 98% jusqu'à ce que la phase aqueuse soit claire et virage de la couleur vers le marron.
- Après la dissolution de la pâte, le mélange est séparé à l'aide d'une centrifugeuse; l'attaque de la pâte à chaud avec une agitation continue par H_2SO_4 aboutit à la formation de trois phases : L'huile acide (surnageant), les eaux acidifiées et une interface ou émulsion appelée aussi la boue.
- On pèse 0,4g de l'huile acide, on détermine son acidité en ajoutant 100ml d'alcool neutralisé en présence de phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) Jusqu'au virage rose pâle.

➤ Expression des résultats

$$\% \text{ Acidité} = (V \times 28,2) / PE$$

- PE : Prise d'essai. (g)
- V : Volume de KOH versé. (ml)
- 28,2 : molaire de l'acide oléique ($C_{18}H_{34}O_2$) \times La normalité de KOH $\times 0,1$.

Plus le pourcentage d'acidité est faible plus la quantité d'huile entraînée au cours de la neutralisation est grande.

La Norme : La pâte doit avoir une acidité $\geq 60\%$.

2.4 Echantillonnage

L'expérimentation a été réalisée sur l'huile de soja, nous avons effectué des analyses sur des échantillons qu'on a pris lors de l'étape de neutralisation. Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau 2 de la manière suivante :

Échantillon	Acidité d'huile (%)	Taux de savon (ppm)	Acidité de la pâte (%)
1	0,14	1781	59,04
2	0,17	965	60,5
3	0,19	2010	49,57
4	0,34	1374	47

Selon le **tableau 2**, l'acidité d'huile neutralisée est conforme à la norme sauf dans l'échantillon 4, nous observons une acidité élevée par rapport à la norme. Ceci est expliqué par une neutralisation insuffisante, donc, il paraît nécessaire d'augmenter la quantité de soude.

Pour le taux de savon, nous remarquons que l'échantillon 3 contient des traces de savon supérieures à la norme, cela peut signifier qu'il y a une saponification parasite.

Une teneur de savon trop forte peut perturber les opérations de lavage en créant des émulsions alors qu'une teneur en savon trop faible pourrait signifier que la zone de séparation est déplacée vers la phase lourde et qu'il y a un risque de perte d'huile dans la pâte.

Concernant la perte d'huile dans la pâte de neutralisation, nous remarquons que les échantillons 3 et 4 ont une acidité des pâtes faible. Nous pouvons déduire que les entrainements sont dus à une mauvaise séparation.

II. Résultats et discussion

La société cherche toujours à obtenir un bon rendement d'huile. Pour cela nous avons essayé de suivre les variations des pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en jouant sur les trois paramètres suivants : la température, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur. Ceci dans le but de trouver les conditions optimales afin de minimiser ces pertes d'huile et assurer le meilleur rendement lors de la neutralisation.

1. Variation de la température

Au cours de cette expérience, les paramètres suivants sont fixes :

- La concentration de la soude qui est de l'ordre de 16°Be.
- Le débit de la soude 73 l/h.
- Le temps de séparation de 960 s.
- La contre-pression qui égale 2,4 bar.

Mais nous varions la température de l'huile brute. Les résultats de l'expérience sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau3 : variation de l'acidité de la pâte en fonction de la température.

Température (°C)	Acidité de la pâte (%)
80	47
88	60
90	62,66
92	63,45
94	64,1
96	66,97
102	60,04

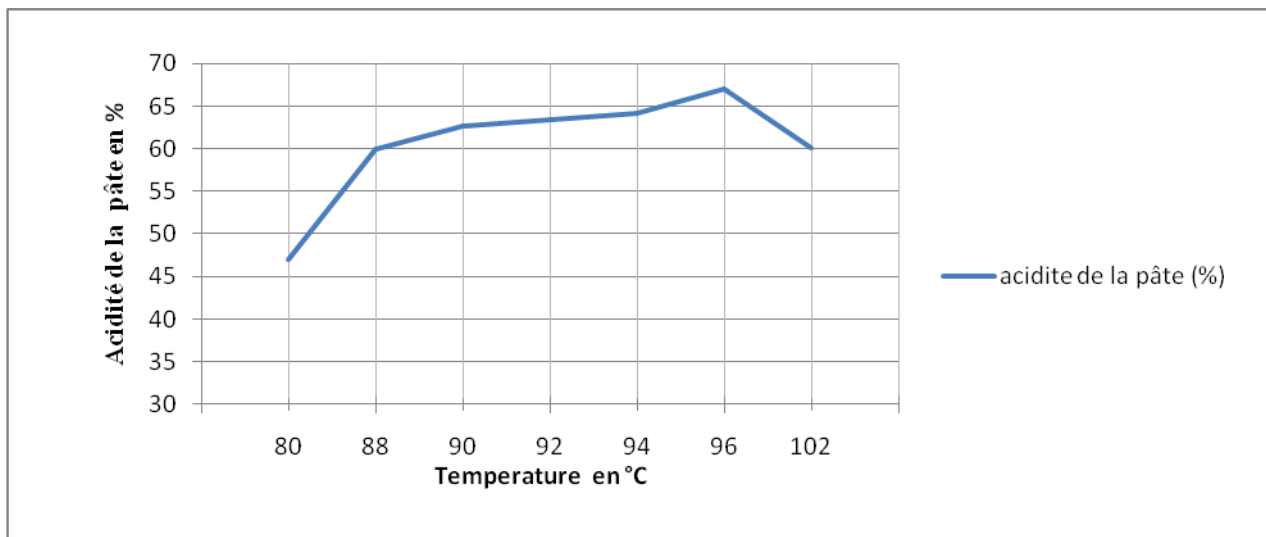


Figure 12: Influence de la température sur l'acidité de la pâte.

➤ Interprétation

D'après les résultats obtenus, nous observons que l'acidité de la pâte augmente dès que la température s'élève jusqu'à une valeur optimale. L'acidité de la pâte atteint 66,97% à 96 °C.

Nous pouvons donc conclure qu'une bonne séparation (bon rendement) nécessite une température égale à 96 °C.

2. Variation du temps de séparation

Nous fixons d'abord les paramètres suivants :

- La concentration de la soude qui est de l'ordre de 16°Be.
- Le débit de la soude 73 l/h.
- La température =96C°.
- La contre-pression égale 2,4 bar

Nous varions la contre pression, nous obtenons les résultats suivants:

Tableau 4: variation de l'acidité de la pâte en fonction du temps de séparation.

Temps de séparation (s)	Acidité de la pâte (%)
500	58,3
700	60
900	65,14
1200	59,6
1400	55,3

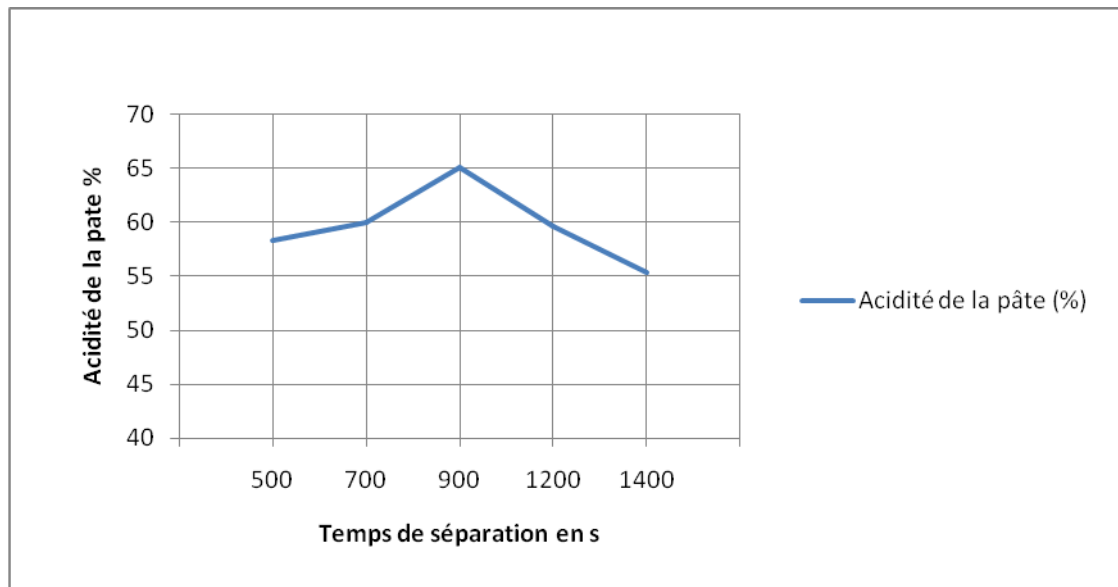


Figure 13: Influence de temps de séparation sur l'acidité de la pâte.

➤ Interprétation

Les résultats obtenus montrent que lorsque le temps de séparation est égal à $t = 900s$, l'acidité de la pâte atteint une valeur importante de **65,14%**. Cette valeur obtenue reste conforme à la norme puisqu'elle dépasse 60%.

Donc la bonne séparation se réalise à 900s au moment où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

3. Variation de la contre pression

Nous fixons les paramètres suivants :

- La concentration de la soude qui est de l'ordre de $16^\circ Be$.
- Le débit de la soude 73 l/h.
- Le temps de séparation de 900 s.
- La température $= 96C^\circ$.

Nous varions la contre pression, nous obtenons les résultats suivants :

Tableau 5: variation de l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression.

Contre pression (bar)	Acidité de la pâte(%)
1,4	55,3
1,8	58,87
2	59,7
2,4	61,3
2,6	64,44
2,8	60
3	59,2
3,4	51

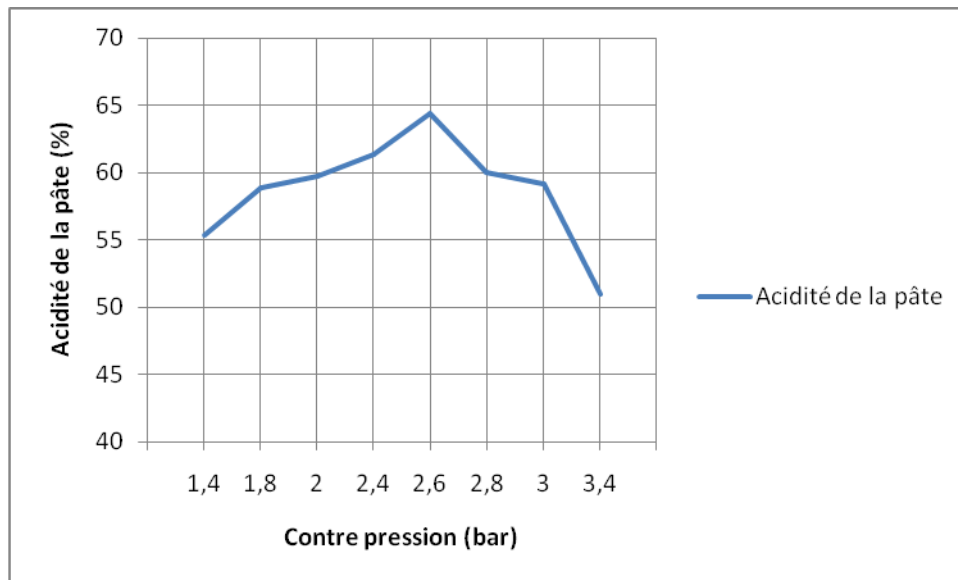


Figure 14: Influence de la contre pression sur l'acidité de la pâte.

➤ Interprétation

D'après les résultats ci-dessus, nous observons que l'acidité de la pâte augmente au fur et à mesure que la contre-pression augmente, elle atteint une valeur maximale de 64,44% à 2,6 bar, et puis elle commence à diminuer.

Donc la bonne séparation se fait à une pression de 2,6 bar où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

4. Vérification

Pour confirmer les résultats trouvés, on a réalisé les analyses de l'acidité de la pâte de neutralisation au niveau de séparateur sur des échantillons en fixant les paramètres suivants :

- Le temps de séparation de 900 s.
- La température = 96°C.
- La contre-pression qui égale 2,6 bar.

On a obtenus les résultats suivants :

Echantillon	Acidité de la pâte (%)
1	65,8
2	66,09
3	66,97
4	67,17
5	67,35

Cette étude nous montre que nous arrivons à avoir une pâte de neutralisation avec une acidité de 67,35% qui est bien dans la norme.

Dans ces conditions, nous obtenons un entrainement moins abondant d'huile dans la pâte, et bien évidemment une augmentation du rendement d'huile lors de la production.

D'après cette étude, nous pouvons conclure que les conditions optimales qui peuvent nous assurer un bon rendement et de même minimiser les pertes d'huile dans la pâte lors de l'étape de neutralisation sont les suivants :

T=96°C ; Contre pression =2,6 bar ; temps de séparation = 900s

Conclusion

En guise de conclusion, notre stage à la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) s'est déroulé dans de bonnes conditions grâce à toute l'équipe de raffinage et aux membres du laboratoire d'analyses. Nos expériences se sont concentrées 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 de raffinage des huiles, donc nous avons essayé de suivre les paramètres qui influencent l'acidité de la pâte de neutralisation afin de minimiser les pertes d'huile.

Pour minimiser les pertes d'huile dans les pâtes et ainsi améliorer le rendement, il faudrait :

- Optimiser le débit de la solution de soude,
- Maintenir le séparateur toujours propre,
- Bien réussir l'étape de démulcination,
- Bien régler les contre pressions de séparateur,
- Travailler dans les conditions optimales suivantes :

T=96°C ; Contre pression =2,6 bar ; temps de séparation = 900s

Ce stage au sein de la société SIOF nous a permis de maîtriser un procédé important qui est le raffinage des huiles notamment l'huile de soja.

Ce stage nous a fourni une méthodologie de travail et un esprit d'analyse et de critique des problèmes associés à ce domaine. C'était une occasion pour nous sensibiliser aux questions relatives à la vie dans les grandes usines et au travail de groupe.

Bibliographie

AISSANI Chahla et **AIT ANNANE Hana**, *Evaluation des pertes en huile de soja à la neutralisation au cours du raffinage chimique au niveau de CO.G.B.Labelle* (Bejaïa, Université Abderrahmane Mira de Bejaïa, 2013

ANDRIAMISAINA Nampoina, *Etude prévisionnelle d'une mise en œuvre d'un système de gestion de la qualité au sein de l'unité de raffinage d'huile alimentaire de HITA*, ECOLE SUPERIEURE DES SCIENCES AGRONOMIQUES, 2013

BAKHOUCHE Adel et **BELKEBLA Noria**, *Etude comparative de deux procédés de raffinage chimique et enzymatique d'huile de soja au niveau de la raffinerie d'huile "CEVITAL" spa*, Université A. MIRA de Bejaia, 2014

AMIRAT Abdelilah, *Suivi de procédé de raffinage et optimisation des pertes d'huile au niveau des eaux de lavage*, UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES, 2013

J.F. PLATON, *RAFFINAGE DE L'HUILE DE SOJA*, American Soybean Association : http://pmb.sicac.org/opac_css/doc_num.php?explnum_id=937

DIATTA, Thierno, Contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au sein de GAL : Les huiles végétales.

HORR Tounsi , raffinage d'huile, calameo /books, <https://fr.calameo.com/books/001251763cf533a72c863>