

Licence Sciences et Techniques (LST)

Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité « TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

Optimisation de la perte d'huile dans la pâte de neutralisation

Présenté par :

- ◆ Alami Mejjati Nada

Encadrée par :

- ◆ Mlle El farroudi Fatima (SIOF)
- ◆ Pr El Asri Mohammed (FST)

Soutenue Le **05 Juin 2018** devant le jury composé de:

- Pr El Asri Mohammed
- Pr Boulahna Ahmed
- Pr Meliani Abdesalam

Stage effectué à **SIOF**

Année Universitaire **2017 / 2018**

Remerciement

Je tiens à remercier au terme de ce travail, **la direction de la société SIOF** de m'avoir accepté au sein de son établissement dans le but de réaliser mon stage de fin d'études.

Je conserve un remerciement spécial à **Mr. Rafik** directeur de la société SIOF et **Mr. Lazaar** responsable des ressources humaines, qui m'ont accueilli au sein de la SIOF.

Mes profonds remerciements pour **Mlle El farroudi Fatima** responsable du laboratoire pour son accueil, ses remarques et ses suggestions.

Mes chaleureux remerciements sont dédiés à **Mr. El Asri Mohammed** professeur à la FST de Fès qui a assuré le suivie de ce travail, je le remercie très vivement pour sa bienveillance, son aide et son soutien moral.

Je tiens aussi à remercier **les jurys** qui ont acceptés d'évaluer mon travail.

Je tiens aussi à remercier **l'ensemble du personnel de SIOF** et spécialement les techniciens et les ouvriers de la production.

Et bien sûr je tiens à remercier **la faculté de science et techniques de Fès** qui m'a tout appris, les professeurs et tous ceux qui n'ont rien laisser au hasard pour m'inculquer la meilleure éducation possible.

Sommaire

Introduction générale	5
Chapitre 1: Présentation de la société siof	6
I. Historique.....	6
II. Organigramme.....	7
III. Produits fabriqués.....	7
1. Les huiles	7
Chapitre 2 : Le procédé de raffinage industriel de l'huile de soja	8
I. Le but du raffinage.....	8
II. Les étapes du raffinage de l'huile de soja	9
1. La démulcination	10
2. La neutralisation	11
3. Le lavage.....	11
4. Le séchage	12
5. La décoloration	12
6. La filtration	12
7. La désodorisation.....	13
8. La fortification	13
Chapitre 3 : le conditionnement.....	14
I. La fabrication des emballages.....	14
II. Le remplissage et bouchage	14
III. L'étiquetage, codage et mise en cartons.....	14
Chapitre 4 : optimisation des pertes d'huiles dans la pâte de neutralisation	15
I. Les paramètres qui influencent les analyses effectués.....	15
1. Les paramètres influencent l'acidité de l'huile.....	15
2. Les paramètres influencent le taux de savon	16
3. Les paramètres influencent l'acidité de la pâte	17
II. Les analyses effectuées au niveau de la neutralisation	18
1. Le dosage du taux de savon dans l'huile neutre	18
2. Le dosage de l'acidité d'huile.....	19
3. Le dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation	20

III. Partie expérimentale.....	21
1. Le temps optimale de séparation	21
2. Température optimale.....	23
3. La contre pression optimal	25
4. Confirmation des résultats	27
Conclusion	29

Table de figures

Figure 1: Organigramme de l'entreprise	7
Figure 2: Les étapes du raffinage industriel.....	9
Figure 3: Temps de séparation et acidité de la pâte	22
Figure 4: La température et l'acidité de la pâte	25
Figure 5: La contre pression et l'acidité de la pâte.....	27
Figure 6: La température et l'acidité de la pâte	28
Figure 7: La température et l'acidité de la pâte	29

Table des tableaux

Tableau 1: Tableau des analyses	22
Tableau 2: Tableau des températures.....	24
Tableau 3: Tableau des contres pressions	26
Tableau 4: Tableau des confirmations	28

Introduction générale

L'industrie agroalimentaire est l'ensemble des activités industrielles qui transforment des produits agricoles ou de pêche en aliments industriels destinés essentiellement à la consommation humaine.

La fabrication des huiles alimentaires fait partie de cette industrie agroalimentaire puisqu'elle transforme des produits agricoles tel que : les graines de soja, de tournesol et de grignon en huiles destinées à la consommation humaine, après traitement par raffinage. Durant ce traitement nombreuses impuretés seront éliminées pour garantir au consommateur un produit comestible et sain.

Dans ce cadre, et durant la période de stage au sein de la SIOF, l'intérêt a été porté sur l'optimisation des pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation de l'huile de soja afin d'améliorer son rendement.

Chapitre1:Présentation de la société siof

La Société Industrielle Oléicole de Fès est l'une des sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société à vocation agroalimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et trituration, conserve des olives.

I. Historique

1961 : Création de la société industrielle oléicole de Fès SIOF (par la famille Lahbabi) avec la trituration, conserve d'olive et l'extraction d'huile de grignon.

1966 : l'autorisation de crée une usine de raffinage des huiles alimentaires.

1972: Acquisition des équipements nécessaires pour la fabrication d'emballage et conditionnement des huiles alimentaires.

1982 :La Modernisation de l'unité de raffinage.

1986:Le Développement de la SIOF qui s'étend sur la totalité du royaume chérifien.

1995 : La construction de la première usine d'extraction d'huile de grignon.

1996:La modernisation de l'unité de conserve d'olive et l'augmentation de la capacité d'extraction d'huile de grignon.

2003 : La modernisation de toutes les lignes de conditionnement suite à l'interdiction du PVC.

2007 : La Création de la filiale Domaine El Hamd : une plantation de 220 hectares d'olivier et une unité d'extraction d'huile.

II. Organigramme

L'aspect organisationnel de l'industrie ne diffère pas des types d'organisations disponibles au sein d'autres établissements.

Il se présente de la manière suivante:

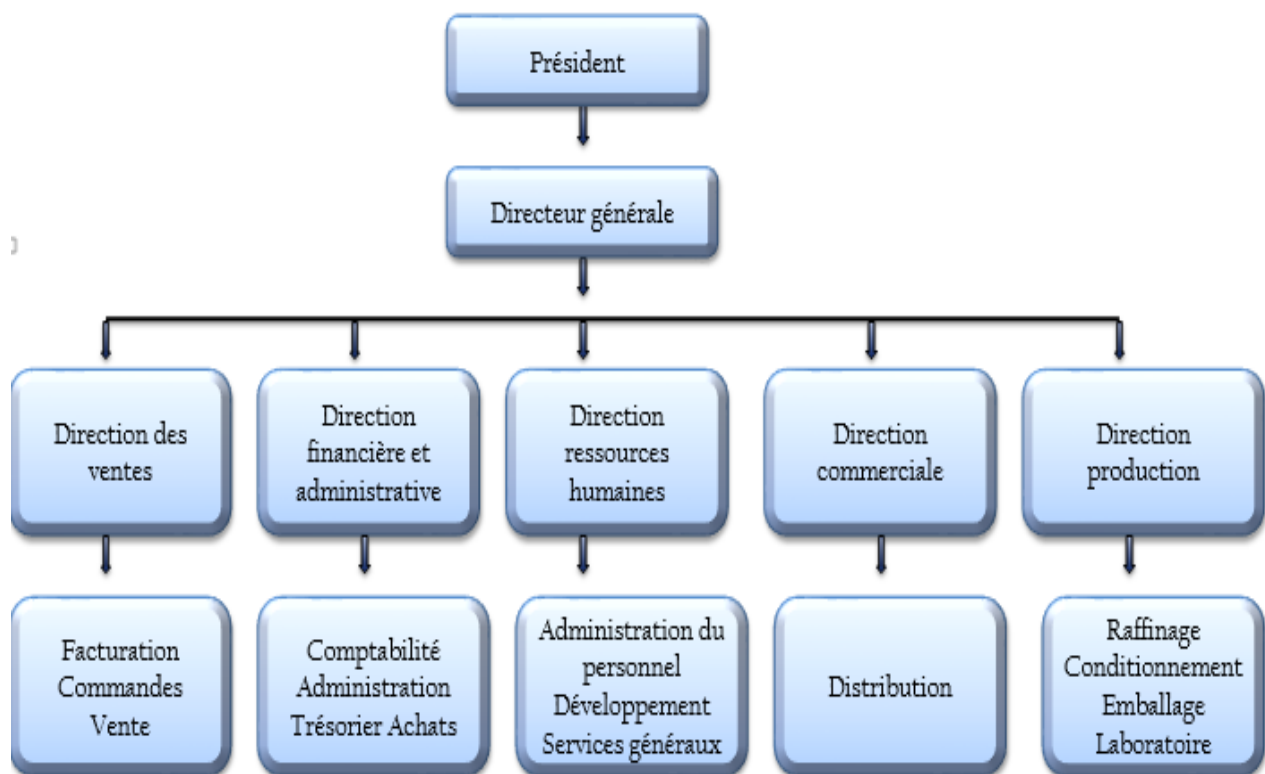


Figure 1: organigramme de l'entreprise

III. Produits fabriqués

1. Les huiles

- l'huile de soja
- l'huile de tournesol
- l'huile de grignon
- l'huile d'olive

Chapitre 2 : Le procédé de raffinage industriel de l'huile de soja

L'huile de soja brute extraite des graines de soja nécessite pour qu'elle soit comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage.

Différents procédés peuvent être utilisés pour ce traitement. Nous examinerons le procédé le plus couramment utilisé et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité. Ce procédé est *le raffinage chimique*.

I. Le but du raffinage

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur, couleur), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables. Il existe deux types de raffinage : « chimique » et « physique », qu'il conviendrait mieux d'appeler « distillation neutralisante ». Le raffinage chimique élimine les acides gras libres par une étape de neutralisation à la soude et la distillation neutralisante élimine ces composés indésirables (désacidification) par distillation sous vide poussé avec injection de vapeur. Chaque étape contribue à l'élimination d'autres substances indésirables, de contaminants potentiels et des coproduits de l'étape précédente.

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

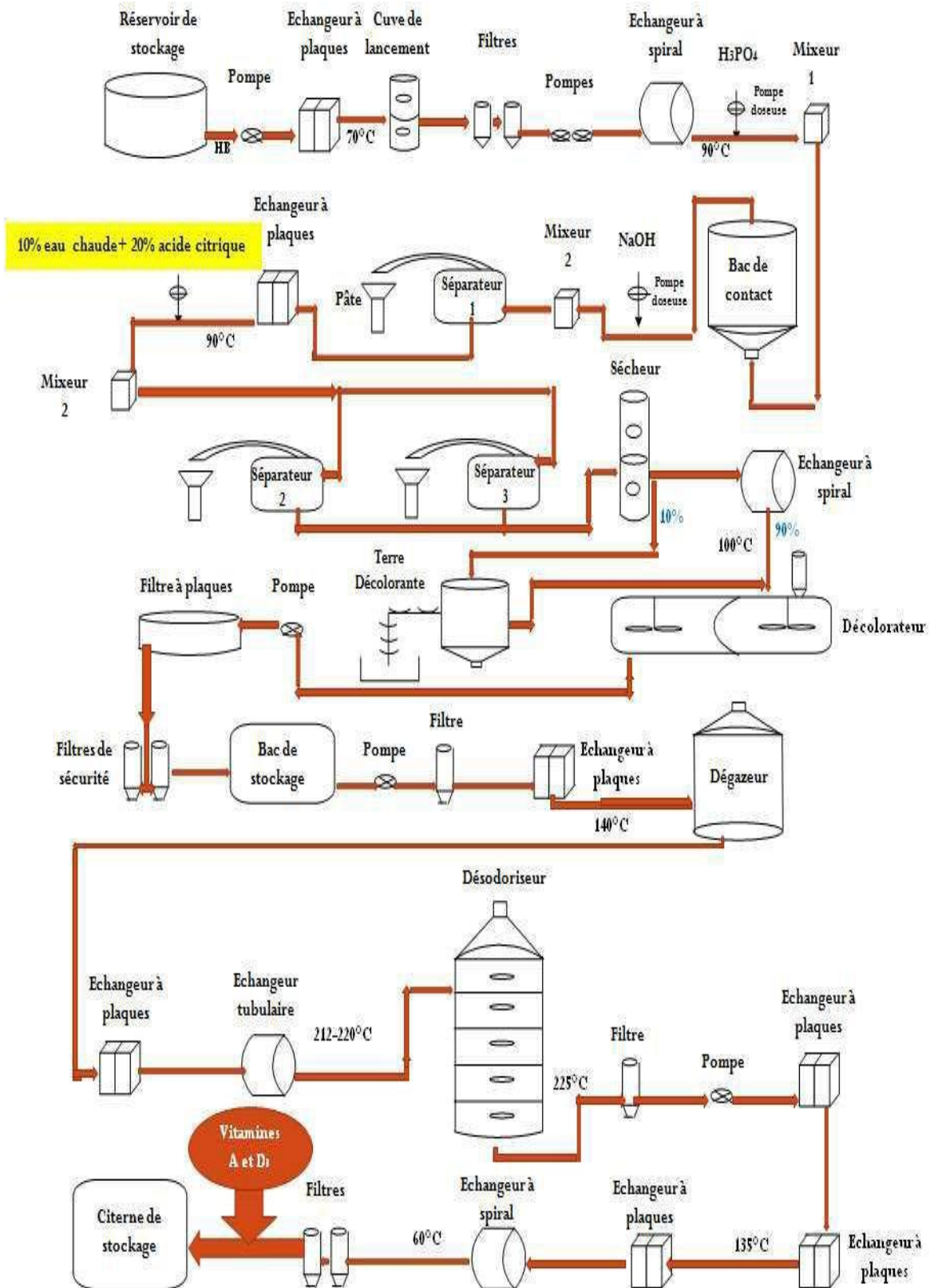


Figure 2: les étapes du raffinage industriel

1. La démucilagination

L'huile brute stockée passe par un économiseur d'énergie qui a pour rôle de chauffer l'huile brute et refroidir l'huile désodorisée qui passe à côté.

L'huile à 70°C passe dans la cuve de lancement puis traverse les filtres double corps à tamis qui eux ont pour rôle d'éliminer les grosses imputées.

Cette huile est ensuite chauffée grâce à un échangeur tubulaire à contre-courant qui se procure l'énergie thermique de la vapeur d'eau venant de la chaudière, l'intérêt de ce chauffage est d'augmenter encore plus la température jusqu'à 90°C afin d'aider l'acide phosphorique qui serait ajouter dans la prochaine étape de pouvoir réagir avec l'huile.

On ajoute ensuite à cette huile de l'acide phosphorique en fonction de la quantité d'impuretés présente dans l'huile brute, cet acide dilué va capter les phospholipides hydratables et non hydratables, les acides gras libres, les pigments et les métaux (complexassions). La température élever va faire en sorte d'affaiblir les liaisons de ces imputées avec l'huile et ainsi la libérer des impuretés.

Cette huile acidifiée passe désormais vers un mélangeur qui va mélanger énergétiquement nos deux composés afin de séparer les impuretés de l'huile , puis se rend vers le bac de contact qui a pour rôle de laisser le temps nécessaire à l'acide phosphorique dilué de faire son travail et ce pendant 20 min ,jusqu'à ce que tout le bac se remplisse d'huile ainsi celle ayant passé 20 min dans ce dernier se retrouve tout en haut .Durant cette étape de démucilagination une grosse partie de métaux et phospholipides seront éliminés.

a. Le rôle de H_3PO_4 dilué

- Capturer les gommes :une partie des acides gras libres, les phospholipides hydratables et les phospholipides non hydratables.
- Eliminer une partie des pigments colorés (carotène + chlorophylle).
- Diminuer le taux de métaux(Fe + Cu).

b. Les catalyseurs de la réaction chimique de H_3PO_4

- La chaleur
- Le mixage
- Le bac de contact où il y'a le séjour pendant 20min = démucilagination

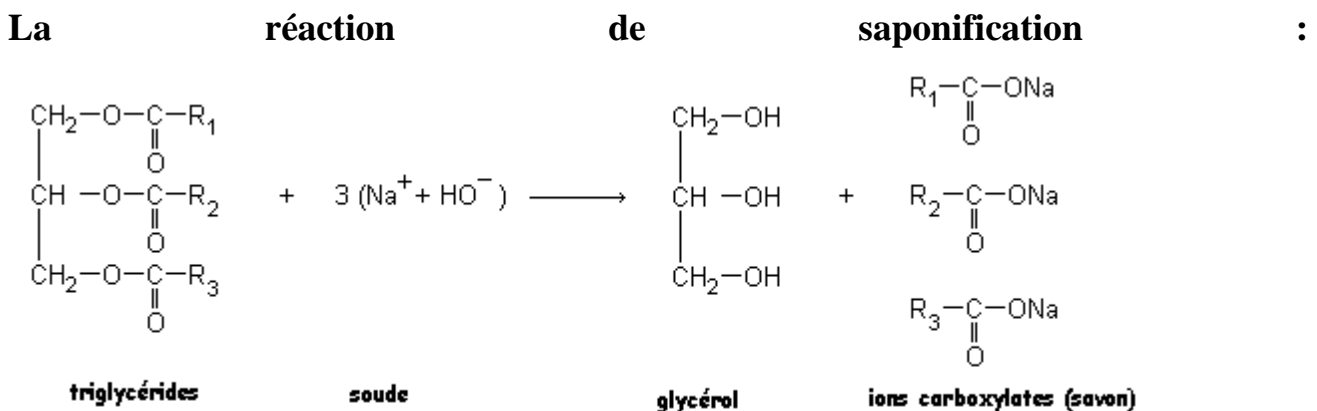
2. La neutralisation

Après que l'huile soit arrivée tout en haut du bac de contact, un excès de soude lui est ajouté en quantité calculée préalablement dans le but de ne faire que la saponification des éléments capturés par l'acide phosphorique et non de l'huile et aussi pour neutraliser l'huile.

L'huile passe par le mélangeur qui a pour rôle de séparer entre la phase solide qui est celle qui contient les impuretés tel que les phospholipides hydratés et non hydratés, les acides gras libres (responsable de l'oxydation de l'huile), les pigments, les métaux et la phase liquide qui est l'huile neutre, ceci grâce au séparateur qui constitué d'une assiette séparatrice émet la phase lourde vers l'extérieure de l'assiette et celle légère reste au centre.

La pâte de neutralisation est ensuite aspirée puis sortie vers l'extérieure contrairement à l'huile neutre contenant encore un petit taux de savon qui poursuit son chemin.

Durant cette étape une grande partie d'acide gras libre ont été éliminés.



3. Le lavage

L'huile neutralisée provenant du séparateur passe par un échangeur à plaques qui remonte sa température jusqu'à 90°C (T° optimale pour le lavage) en mettant en contact l'huile et la vapeur d'eau.

Cette huile reçoit 10% d'eau chaude à 90°C et 20% d'acide citrique, puis est mélangée dans un troisième mixeur.

Le séparateur sépare l'eau savonneuse et l'huile lavée. Durant l'étape de neutralisation de la soude a été ajoutée à l'huile d'où la formation des savons, ces derniers n'étaient pas tous éliminés par le séparateur, dans le but de ne pas entraîner l'huile avec la pâte de neutralisation, et donc le taux de

savons été resté 800-1400 ppm. C'est pour cela que quand nous passons au lavage nous nous retrouvons avec un taux de savon de 50ppm.

4. Le séchage

L'huile lavée est pulvérisée dans une tour verticale (le sécheur) sous vide à une pression élevée, où de l'humidité sera éliminée car celle-ci la diminution de l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres dans l'étape de filtration.

Cette étape nous a permis de réduire l'humidité d'huile.

5. La décoloration

A la sortie du sécheur l'huile est séparée en 2 conduits : 90% d'huile est directement envoyée vers un échangeur thermique à plaques (100°C -115°C) puis vers le decolorateur et 10% d'huile vers un mixeur où elle sera mélangée avec la terre décolorante qui a pour rôle d'absorber une grande partie des pigments, ce mélange rejoint ensuite les 90% d'huile dans le decolorateur qui est munis de 2 compartiments, chacun comporte un agitateur qui favorise le contacte durant 20 min et aussi munis un serpentín où circule la vapeur qui a pour but de garder la température stable à (90°C).

Après que la terre ait éliminée les savons, métaux résiduels et pigments colorants, elle se gonfle et obtient un diamètre supérieur à celui des gouttelettes d'huile.

L'huile est traitée sous vide, pour empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

L'activation de la terre décolorante se fait grâce à : la température de 115°C et l'acide sulfurique.

Cette étape nous a permis d'éliminer une grande partie de pigments.

6. La filtration

Après le passage d'huile à travers le decolorateur, la terre décolorante a captée les imputées tel que les pigments, les agents toxiques, mais celle usée est encore présente dans l'huile, donc le passage par une filtration s'oblige. Ceci à travers un milieu poreux constitué d'une toile filtrante dont le diamètre est inférieur à celui des particules de terre pour permettre le passage d'huile seule et pouvoir séparer l'huile de la terre usée sous une pression de 2-3 bar.

L'huile s'infiltré à l'intérieur des plaques, la terre usée reste à l'extrémité et l'huile passe par un collecteur puis sort par le biser.

Mais ceci n'est pas une filtration absolue car de fines particules de terre invisibles à l'œil nu restent dans l'huile ce qui oblige un passage par deux filtres à poches (filtre de sécurité), (chaque filtre contient 4 poches) puis celle-ci est stockée dans un réservoir.

A l'aide de cette étape notre huile est devenue limpide.

7. La désodorisation

L'huile filtrée est chauffée à une température de 160°C, subit une pression de (32-40bar) puis est pompée vers un échangeur à plaques où elle serait chauffée grâce à un échangeur thermique qui reçoit la chaleur de l'huile désodorisée sortante (les acides gras libres contiennent les pigments, l'odeur (aldéhyde) et l'acidité ; pour les éliminer il faudrait le passage par un traitement physique, c'est pour cette raison que nous avons travaillé à une température élevée 220°C).

L'huile chauffée entre dans le désodoriseur qui est constitué de 5 étages. Pour éliminer les composés odorants volatiles (AGL), il faudrait injecter la vapeur sèche pour effectuer un barbotage et ceci dans tous les étages à part le 5^{em} du bas du désodoriseur (réservoir).

Ce barbotage aide à mélanger l'huile dans le désodoriseur et aussi casser les liaisons chimiques entre l'huile et les AGL (liaisons qui ont été précédemment affaiblies grâce à l'effet de la température).

Les AGL à une température de 220°C deviennent volatiles, et grâce au vide nous assistons à l'absorption de ces derniers et leurs condensations dans la partie supérieure, puis leur passage vers le bac où ils seraient collectés.

L'huile désodorisée passe dans un filtre pour éliminer les impuretés, puis par un échangeur à plaques pour diminuer la température à 35°C.

Cette étape nous permet de nous débarrasser de l'odeur désagréable de l'huile.

8. La fortification

A cause de la forte température qu'a subie l'huile pendant ce raffinage elle a perdu ces vitamines, et donc le but de la fortification est de lui rajouter quelques vitamines telles que la vitamine A et D3 nécessaires à la santé de la population.

Chapitre 3 : le conditionnement

C'est la dernière étape du processus de production.

Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne ½ ℓ / 1ℓ
- Une ligne 2 ℓ / 5ℓ

I. La fabrication des emballages

Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes qui rendent la matière malléable puis subit un étirage par une tige d'élongation qui donne à la bouteille la hauteur voulue.

Un pré soufflage d'une pression de 7 bars, s'effectue pour préparer la matière plastique à subir un soufflage à haute pression (le soufflage est réalisé à une pression de 40 bars).

Après un dégazage, la bouteille sort du moule ayant sa forme finale, ces dernières sont acheminées vers le remplisseur.

II. Le remplissage et bouchage

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide du remplisseur puis leur fermeture par la boucheuse.

III. L'étiquetage, codage et mise en cartons

Puis vient le rôle de l'étiqueteuse qui utilisant une colle spécial chauffée à plus de 150°C en quantité préalablement calculé, fixe les étiquètes et date les bouteilles. Une fois étiquetées et datées elles se dirigent vers l'encaisseuse qui les met dans des cartons, ces derniers sont par la suite fermés et datés puis encaissés manuellement ensuite stockés.

Chapitre 4 : optimisation des pertes d'huiles dans la pâte de neutralisation

L'objectif du raffinage est de produire une huile limpide, saine et de bonne qualité en éliminant le maximum d'impuretés et le minimum de matière première. Pour cela plusieurs paramètres devraient être pris en considération.

Le but de mon stage au sein de cette entreprise est de chercher les conditions optimales où les pertes d'huile seraient minimisées au maximum.

La neutralisation est l'étape où l'on pourrait perdre de l'huile à travers son passage avec la pâte de neutralisation si les paramètres de réglage de cette étape ne sont pas respectés.

I. Les paramètres qui influencent les analyses effectués

1. Les paramètres influencent l'acidité de l'huile

a. La quantité de soude ajoutée pendant la neutralisation

- Si la quantité de soude ajoutée est supérieure à la norme :

Si l'acidité de l'huile diminue cela indique que l'huile n'est pas neutre et la quantité de soude ajoutée réagi avec les impuretés complexés par l'acide phosphorique et l'huile. Donc nous obtenons un taux élevé de savon que comporte l'huile. L'acidité de la pâte diminue et est inférieure à (60%).

- Si la quantité de soude ajoutée est inférieure à la norme :

Si l'acidité de l'huile augmente cela indique que nous avons peu de savon. Par conséquent les impuretés persistent dans l'huile donc la soude n'a pas saponifié toutes les impuretés captées par l'acide phosphorique. Ceci peut nuire à la qualité de l'huile.

b. La température de l'huile brute

- Si la température de l'huile brute est supérieure à la norme :

Une température très élevée pourrait casser des liaisons et en créer d'autres. Cela va changer la constitution de l'huile et former des résidus indésirables.

- Si la température de l'huile brute est inférieure à la norme :

La réaction chimique de l'acide phosphorique n'aura pas lieu dans ce cas, car l'acide phosphorique ne réagit qu'à une température élevée, donc les impuretés ne seraient pas toutes captées par l'acide.

2. Les paramètres influencent le taux de savon

a. La contre pression

- Si la contre pression est supérieur à la norme :

La contre pression est une pression qui s'applique au niveau de la sortie d'huile. La norme est que le taux de savon au niveau de la sortie d'huile doit être entre 800ppm et 1400ppm. Une contre pression élevée presse l'huile en contre-courant vers l'orifice de la sortie des pâtes et donc diminue le taux de savons au niveau de la sortie d'huile.

- Si la contre pression est inférieur à la norme :

Si la contre pression est faible le taux de savon sera élevé. Ce qui donnera l'opportunité aux savons de passer avec l'huile.

b. Le temps de séparation

- Si le temps de séparation est supérieur à la norme :

Le temps de séparation est le temps nécessaire pour que les 2 phases d'huiles soient séparées. Le débouage partiel qui suit cette étape se fait tout en gardant l'huile dans le séparateur et en ouvrant un piston de 2 à 3 mm pour se débarrasser des pâtes cumules.

Si le temps de séparation est supérieur à la norme nous aurons cumulé beaucoup de pâtes. Donc le temps d'ouverture du piston devient insuffisant pour débarrasser le séparateur de toutes les pâtes qu'il contient. Ce qui donne un taux de savon très élevé.

- Si le temps de séparation est inférieur à la norme :

Dans ce cas le séparateur ne cumule pas assez de pâtes, et quand le piston s'ouvre il n'évacue pas seulement les pâtes mais aussi l'huile avec.

3. Les paramètres influencent l'acidité de la pâte

a. La contre pression

- Si la contre pression est supérieur à la norme :

Une contre pression très élevée entraine l'huile avec la pâte de neutralisation. L'acidité de pâte diminue considérablement.

- Si la contre pression est inférieur à la norme :

Dans ce cas c'est la pâte qui est entraînée avec l'huile. L'acidité de pâte est élevée mais l'huile contient les savons donc des impuretés.

b. Le temps de séparation

Le temps de séparation c'est le temps qui sépare deux débourrages partiels (quand le séparateur travail un certain temps il accumule la pâte au niveau des parois du bol. Le séparateur est programmé pour l'éliminer).

- Si le temps de séparation est supérieur à la norme :

Les savons s'accumulent à l'intérieur du séparateur augmentant ainsi le taux de savon. Lorsque le séparateur fait le débourrage partiel il élimine seulement les savons accumulés aux extrémités du séparateur. Cela diminue les pertes d'huiles mais augmente l'acidité de pâte.

- Si le temps de séparation est inférieur à la norme :

Dans ce cas, le séparateur n'arrive pas à cumuler assez de pâtes. Donc quand il fait un débourrage il se débarrasse aussi d'une quantité d'huile. Ce qui réduit le taux de savons et augmente les pertes d'huile et donc diminue l'acidité des pâtes.

c. La température

- Si la température est supérieure à la norme :

Une température élevée affaiblit les liaisons chimiques et donc forme des résidus indésirables, ces derniers sont saponifiés donc de l'huile se saponifie et est entraînée avec la pâte de neutralisation ce qui diminue son acidité.

- Si la température est inférieure la norme :

La réaction chimique ne serait pas totale et l'acidité de pâte reste élevée avec la présence d'impuretés.

II. Les analyses effectuées au niveau de la neutralisation

1. Le dosage du taux de savon dans l'huile neutre

La saponification résulte de l'ajout de la soude sur l'huile. Donc le calcul du taux de savon est le calcul du pourcentage de savons présent dans l'huile. Précédemment nous avons vu que les paramètres qui influencent le taux de savon sont la contre pression et le temps de séparation. Donc un taux de savon supérieur à 1400ppm peut-être dû à une contre pression faible et un temps de séparation élevé, puis un taux inférieur à 800 ppm peut-être dû à une contre pression élevée et un temps de séparation faible. Le dosage est fait pour vérifier la perte d'huile dans la pâte.

a. Réactifs

Pour faire ce dosage on aura besoin d'une solution acétonique 30% et d'une solution HCl (0.01N).

b. Mode opératoire

Le ballon est lavé avec la solution acétonique, puis rempli avec 50ml de celle-ci, la solution est ensuite neutralisée avec quelques gouttes de HCl (0.01N), puis le ballon contenant la solution acétonique neutralisée est taré.

On ajoute 5g d'huile neutre dans ce ballon taré, on agite jusqu'à homogénéisation.

- Si la solution reste de couleur jaune, donc l'huile ne contient pas de savons.
- Si la solution devient verte ou bleue, donc l'huile contient du savon que l'on dose en ajoutant goutte à goutte d'HCl (0.01N), sous agitation jusqu'au virage au jaune. Puis on calcule le taux de savon à l'aide de cette relation :

$$\text{taux de savon} = \frac{V(\text{ml}) \times N \left(\frac{\text{mol}}{\text{l}} \right) \times M(\text{savon}) \times 1000}{PE(g)}$$

Masse molaire du savon (C₁₇H₃₃OO⁻ Na⁺)=304g/mol, HCl =0.01N

2. Le dosage de l'acidité d'huile

Pour faire le dosage de l'acidité de l'huile nous calculons le taux d'acide gras libre présent dans l'huile. Les acides gras libres sont des substances qui doivent être éliminées car elles sont considérées comme des impuretés. Le taux des acides gras libres doit être entre 0.1% et 0.3%.

Si l'acidité de l'huile est supérieure à 0.3% cela signifie que la quantité de soude ajoutée est insuffisante. Donc nous n'avons pas éliminé toutes les impuretés. Si l'acidité de l'huile est inférieure à 0.1% la quantité de soude ajoutée est excessive. Dans ce cas l'huile a été saponifiée et donc il y'a perte d'huile.

a. Réactifs

Pour ce dosage on aurait besoin d'alcool éthylique 95%, de la phénolphthaléine (indicateur coloré) et le KoH (0.1N) et une burette de 25ml.

b. Mode opératoire

Dans un ballon propre et sec mettre 100ml d'alcool éthylique (solvant organique), ajouter quelques gouttes de phénolphthaléine, puis neutraliser la solution en ajoutant quelques gouttes de KoH (0.1N), taré ensuite le ballon contenant la solution.

Ajouter 10g d'huile et agiter le ballon énergétiquement (couleur jaune).

Pour calculer le pourcentage d'acidité, on verse goutte à goutte KoH (0.1N) jusqu'au virage orange, puis on calcule le taux d'acidité de l'huile en utilisant cette formule :

$$\% \text{ d'acidité} = \frac{V(\text{KOH})(\text{l}) \times N(0.1\text{N}) \times M(\text{acide oleique})}{PE \times 1000} \times 100$$

M (C₁₈H₃₄O₂)=282g/mol et N(KoH) = 0.1mol/l

3. Le dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation

Le dosage de l'acidité de la pâte détermine la quantité d'acides gras libres présents dans la pâte. Ces acides gras libres sont définis comme étant des impuretés : Car, ils oxydent l'huile. Leur taux doit être supérieur à 60% dans la pâte de neutralisation pour pouvoir les éliminer. Nous avons cité précédemment les paramètres qui influencent l'acidité de la pâte (le temps de séparation, la contre pression et la température). Si l'acidité est inférieure à 60% la contre pression est élevée. Car, si l'acidité de pâte est faible cela signifie qu'il y'a entrainement d'huile avec la pâte de neutralisation. Ceci à cause d'une forte contre pression. La température active la réaction de l'acide phosphorique avec l'huile. Si la température est très élevée les liaisons chimiques sont changées et donc de l'huile est entraînée avec la pâte, l'acidité de la pâte diminue. Par contre si la température est basse, cette réaction n'a pas lieu. L'huile reste impure.

a. Réactifs

- La pâte de neutralisation (quantité ajoutée en fonction de la texture de la pâte)
- L'eau (quantité varie par rapport à la texture de la pâte)
- Acide sulfurique concentré (quantité qui permet de dissoudre la matière grasse et de séparer la phase liquide de la phase aqueuse)
- L'alcool éthylique 100ml
- Phénolphtaléine (quelques gouttes)
- KOH 1N et 0.1N

b. Mode opératoire

On met une quantité suffisante de pâte dans un bécher de 250 ml. Nous y ajoutons une quantité d'eau. Puis nous chauffons sous agitation. Une fois le mélange chaud, nous ajoutons l'acide sulfurique jusqu'à ce que les deux phases soit bien distinctes. On laisse le mélange refroidir. Nous prenons deux échantillons de cette solution qu'on met dans la centrifugeuse, après on dose la quantité d'acide dans la pâte comme précédemment. La formule utilisée est :

$$\%acidité\ de\ pate = \frac{V(KOH)(ml) \times N(1N) \times M(acide\ oleique)}{P \times 1000} \times 100$$

III. Partie expérimentale

1. Le temps optimale de séparation

Dans le but d'optimiser les pertes d'huile dans la pâte de neutralisation 40 prélèvements d'huile et de pâte ont été effectuées. Les valeurs de température, temps de séparation et de contre pression qui donnent le meilleur rendement d'huile, car ces paramètres sont responsables de l'acidité de pâte et par la suite agit sur le rendement d'huile après raffinage.

Sur les prélèvements effectuées ont été effectuées les analyses suivantes : le taux de savon l'acidité d'huile et en fin l'acidité de la pâte.

Le tableau ci-dessous présente les 40 prélèvements. Les paramètres pris en considération sont (température entre 50°C et 103°C, le temps de séparation et la contre pression entre 1.8 Bar et 3.4 Bar). Les analyses effectuées sur ces échantillons sont le taux de savon en ppm, l'acidité de l'huile et l'acidité de la pâte de neutralisation.

N°	Température (C°)	Temps séparation (min)	Contre pression (bar)	Taux de savon (ppm)	% d'acidité (huile)	%d'acidité (pate)
1	86	15	2.5	1371	0.17	66.35
2	78	15	3.2	1397	0.21	61.70
3	85	15	3.4	1533	0.12	63.67
4	69	15	2.8	1444	0.085	60.40
5	92	15	2.6	1781	0.14	62.04
6	92	15	2.6	1176	0.12	62.60
7	93	15	2.6	1692	0.21	66.97
8	96	15	3	789	0.26	53.00
9	93	15	2.6	593	0.18	50.91
10	90	15	2.4	1143	0.05	59.12
11	92	15	2.4	1641	0.12	59.53
12	89	15	1.9	1700	0.10	52.87
13	77	15	2.4	2600	0.15	70.50
14	89	15	2.2	1146	0.14	56.40
15	88	15	2	1576	0.12	60.00
16	94	15	2.4	1394	0.15	70.50
17	88	15	2.4	716	0.14	56.40
18	94	15	2.6	1289	0.05	59.30
19	96	15	2.6	1374	0.40	49.40
20	95	15	2.4	965	0.17	58.40
21	97	15	3	1320	0.05	51.27

22	67	15	2.5	2098	0.04	63.45
23	90	15	2.6	3455	0.30	56.40
24	96	15	2.4	2348	0.11	70.50
25	94	15	2.6	1282	0.07	54.00
26	67	15	2.1	875	0.13	53.00
27	88	15	2.6	869.4	0.02	63.45
28	50	15	2.1	789	0.02	65.80
29	90	15	1.8	1364	0.04	59.60
30	91	15	2.4	888.06	0.06	60.42
31	103	15	2.4	1720.7	0.27	64.90
32	90	15	3	1187	0.18	61.00
33	85	15	2.8	1111	0.19	67.00
34	102	15	2.2	1260	0.10	67.00
35	78	15	2.6	1360	0.10	63.20
36	89	15	1.8	1974	0.11	63.20
37	96	15	2.4	729.8	0.06	80.50
38	73	15	2.4	1516	0.13	84.60
39	93	15	2.6	1299	0.34	47.00
40	86	15	2.5	2010	0.19	47.00

Tableau1:Tableau des analyses

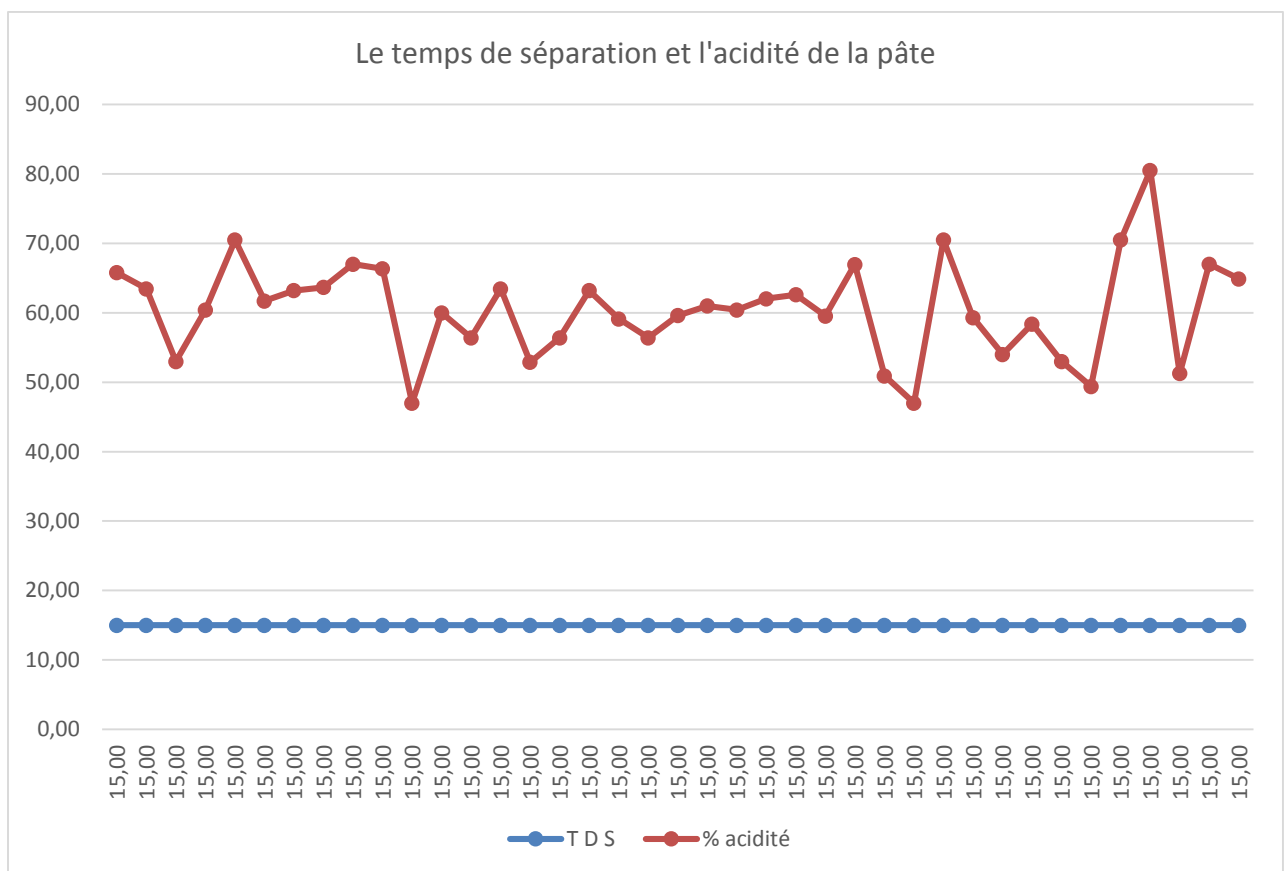


Figure 3:Le temps de séparation et acidité de la pâte

Le tableau ci-dessus montre que le temps de séparation est un paramètre qui est constant.

Le temps de séparation est le temps nécessaire pour que les 2 phases (l'huile et la pâte) soient séparées ensuite faire un débouillage partiel. C'est un paramètre qui peut influencer le taux de savon car si il est supérieur à 15 min nous aurions accumulé beaucoup de boues et le temps bref d'ouverture du piston serait donc insuffisant pour débarrasser le séparateur de toutes les pâtes qu'il contient ce qui donnerait un taux de savon très élevé ,mais si ce temps-là est inférieur à la norme dans ce cas le séparateur n'aurait même pas eu le temps de cumuler de pâte et à l'ouverture du piston l'huile serait évacuée avec la pâte.

C'est un paramètre qui peut aussi avoir une influence sur l'acidité de la pâte sachant que si celui-là est supérieur à la norme nous allons avoir comme précédemment un taux de savon élevé puisque le débouillage partiel n'évacue que la pâte qui se trouve à l'extrémité et non toute les pâtes donc l'acidité de pâte serait augmentée , par contre si ce paramètre est inférieur à la norme le temps serait insuffisant pour permettre à la pâte de se former en quantité suffisante et donc le débouillage partiel nous fera perdre une quantité considérable d'huile qui serait évacuée avec les pâte lors de l'ouverture du piston ce qui diminuera l'acidité de la pâte.

2. Température optimale

Pour étudier les effets de la température et de contre pression, nous avons regroupé dans le tableau ci-dessous les prélèvements fait durant mon stage. Le premier tableau présent l'acidité de la pâte en fonction de la température.Ce tableau regroupe 40 prélèvements, les valeurs de températures varient entre 50°C et 103°C.

N°	Température(C°)	Taux de savon (ppm)	% d'acidité (huile)	% d'acidité (pate)
1	86	1371	0.17	66.35
2	78	1397	0.21	61.7
3	85	1533	0.12	63.67
4	69	1444	0.085	60.4
5	92	1781	0.14	62.04
6	92	1176	0.12	62.6
7	93	1692	0.21	66.97
8	96	789	0.26	53
9	93	593	0.18	50.91
10	90	1143	0.051	59.12
11	92	1641	0.12	59.53
12	89	1700	0.10	52.87

13	77	2600	0.15	70.5
14	89	1146	0.14	56.4
15	88	1576	0.12	60
16	94	1394	0.147	70.5
17	88	716	0.14	56.4
18	94	1289	0.05	59.3
19	96	1374	0.40	49.4
20	95	965	0.17	58.4
21	97	1320	0.05	51.27
22	67	2098	0.039	63.45
23	90	3455	0.30	56.4
24	96	2348	0.11	70.5
25	94	1282	0.07	54
26	67	875	0.13	53
27	88	869.4	0.02	63.45
28	50	789	0.02	65.8
29	90	1364	0.04	59.6
30	91	888.06	0.06	60.42
31	103	1720.7	0.27	64.9
32	90	1187	0.18	61
33	85	1111	0.19	67
34	102	1260	0.10	67
35	78	1360	0.10	63.2
36	89	1974	0.11	63.2
37	96	729.8	0.056	80.5
38	73	1516	0.13	84.6
39	93	1299	0.34	47
40	86	2010	0.19	47

Tableau 2:Tableau des températures

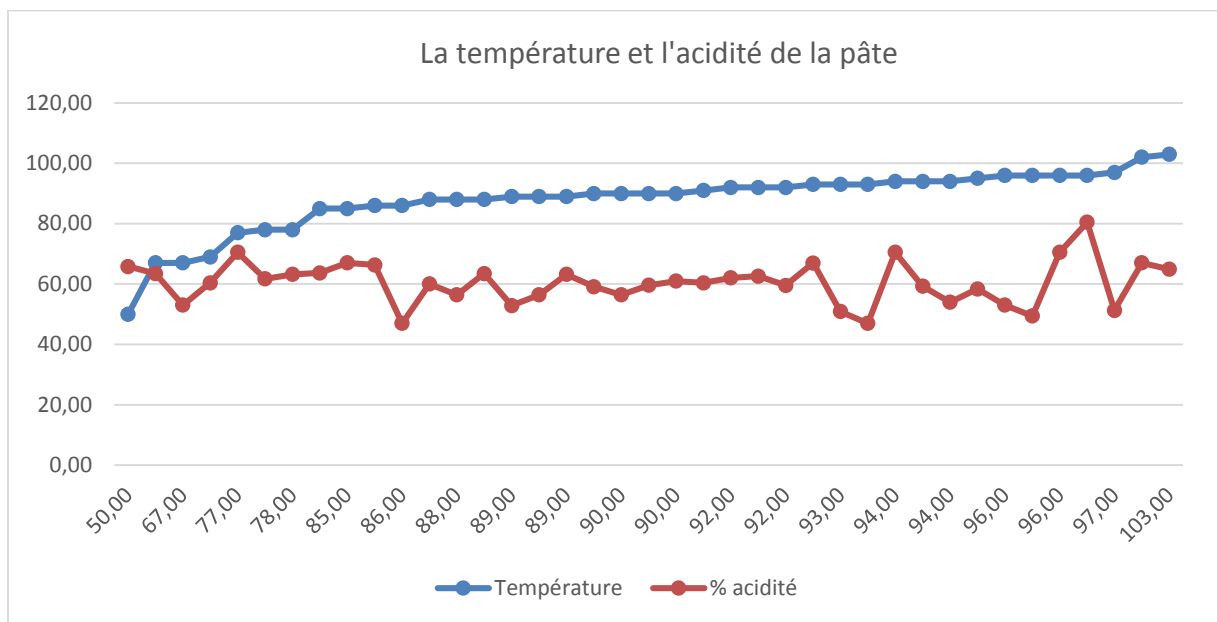


Figure4:La température et l'acidité de la pâte

Le tableau ci-dessus représente des températures variables, les fortes températures donnent de fortes acidités.

La lecture du tableau ci-dessus montre clairement que les valeurs optimales de température sont 94°C et 96°C.

3. La contre pression optimal

Le dernier tableau est celui qui présente l'acidité de la pâte en fonction de la contre pression. Ce tableau représente les valeurs prélevées de la chaîne de production pendant 1 mois de stage. Les analyses effectuées sont comme précédemment, le taux de savon, l'acidité de l'huile et finalement la plus importante qui l'acidité de la pâte.

N°	Contre pression (bar)	Taux de savon (ppm)	% d'acidité (huile)	% d'acidité (pate)
1	2.5	1371	0.17	66.35
2	3.2	1397	0.21	61.7
3	3.4	1533	0.12	63.67
4	2.8	1444	0.085	60.4
5	2.6	1781	0.14	62.04
6	2.6	1176	0.12	62.6
7	2.6	1692	0.21	66.97
8	3	789	0.26	53
9	2.6	593	0.18	50.91
10	2.4	1143	0.051	59.12

11	2.4	1641	0.12	59.53
12	1.9	1700	0.10	52.87
13	2.4	2600	0.15	70.5
14	2.2	1146	0.14	56.4
15	2	1576	0.12	60
16	2.4	1394	0.147	70.5
17	2.4	716	0.14	56.4
18	2.6	1289	0.05	59.3
19	2.6	1374	0.40	49.4
20	2.4	965	0.17	58.4
21	3	1320	0.05	51.27
22	2.5	2098	0.039	63.45
23	2.6	3455	0.30	56.4
24	2.4	2348	0.11	70.5
25	2.6	1282	0.07	54
26	2.1	875	0.13	53
27	2.6	869.4	0.02	63.45
28	2.1	789	0.02	65.8
29	1.8	1364	0.04	59.6
30	2.4	888.06	0.06	60.42
31	2.4	1720.7	0.27	64.9
32	3	1187	0.18	61
33	2.8	1111	0.19	67
34	2.2	1260	0.10	67
35	2.6	1360	0.10	63.2
36	1.8	1974	0.11	63.2
37	2.4	729.8	0.056	80.5
38	2.4	1516	0.13	84.6
39	2.6	1299	0.34	47
40	2.5	2010	0.19	47

Tableau 3:Tableau des contres pressions

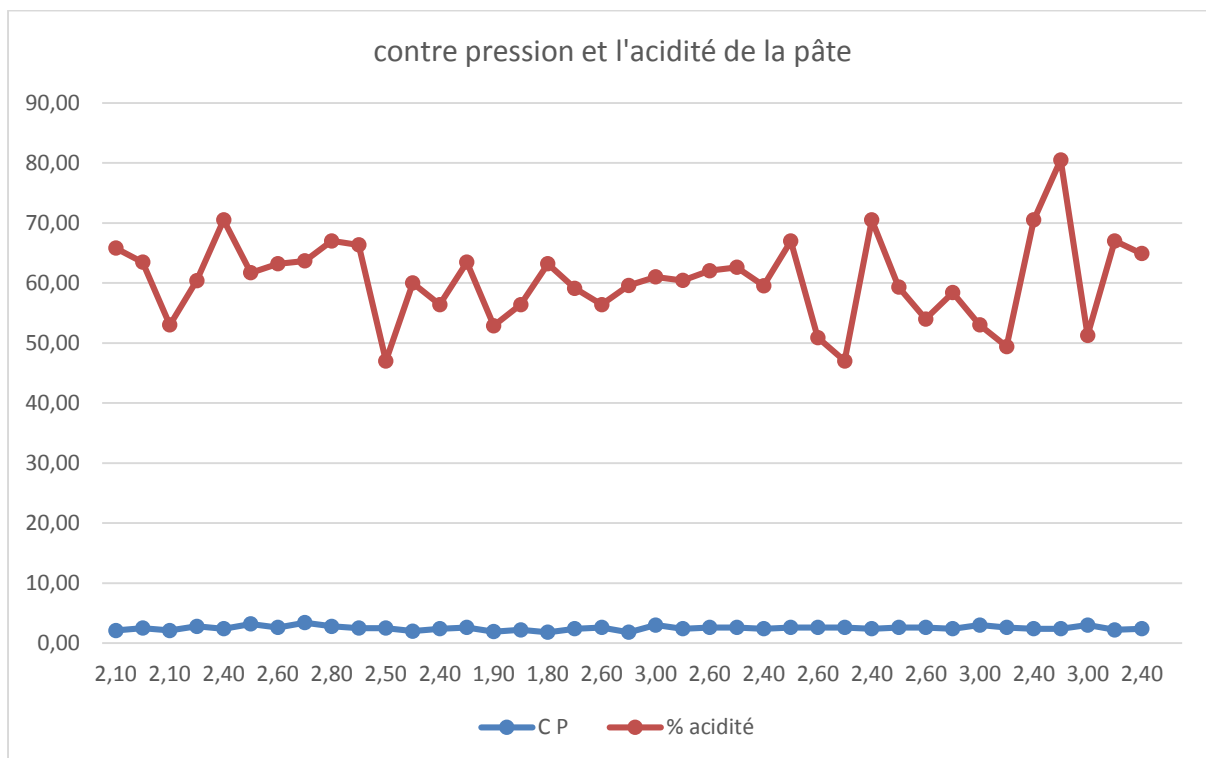


Figure 5:La contre pression et l'acidité de la pâte

Dans le tableau suivant nous pouvons remarquer que les valeurs de contre pression s'étalent entre 1.8 Bar et 3 Bar.

De même l'analyse de résultats du tableau ci-dessus montre que les conditions optimales sont la contre pression de 2.4Bar, la température entre 94°C et 96°C et le temps de séparation de 15min.

4. Confirmation des résultats

Pour confirmer nos conclusions, nous avons effectué 6 autres prélèvements, tout en fixant les paramètres dans les conditions que nous avons considères optimales (T°entre 94°C et 96°C, contre pression = 2.4Bar, temps de séparation = 15min)

N°	Température(C°)	Temps de séparation (min)	Contre pression (bar)	% d'acidité (pate)
1	96	15	2.4	70.5
2	96	15	2.4	67.3
3	94	15	2.4	67.7
4	94	15	2.4	69.4
5	96	15	2.4	69.6
6	94	15	2.4	70.3

Tableau 4:Tableau des confirmations

L'analyse des résultats du tableau ci-dessus montre qu'à 94 et 96°C sous une contre pression de 2.4bar et pendant 15min le taux d'acidité est considéré comme acceptable.

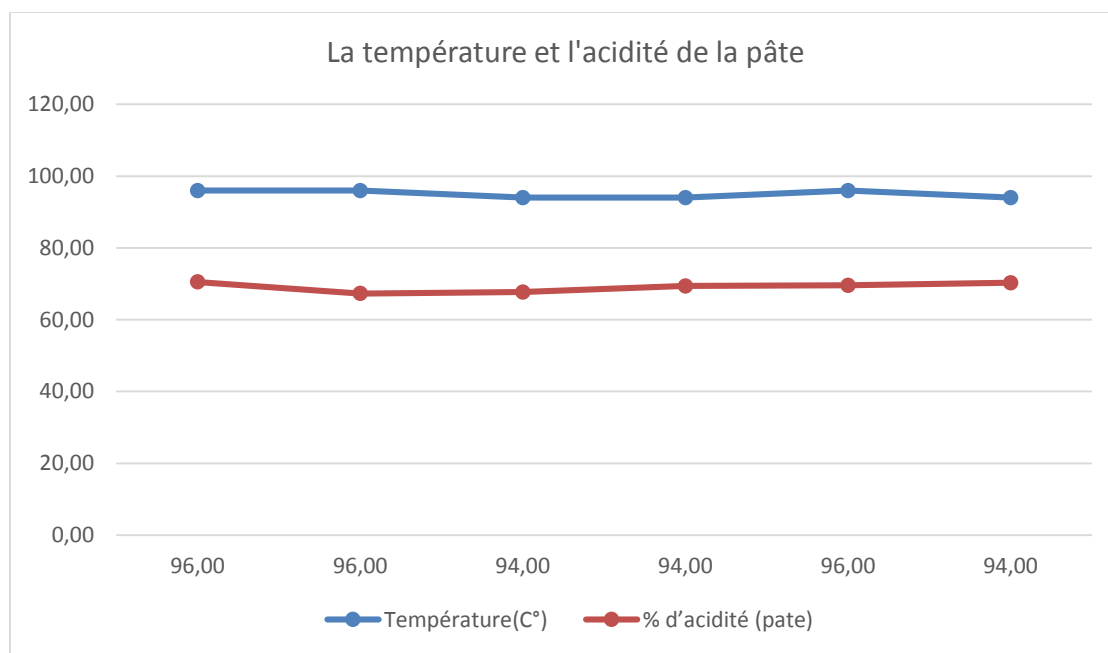


Figure 6:La température et l'acidité de la pâte

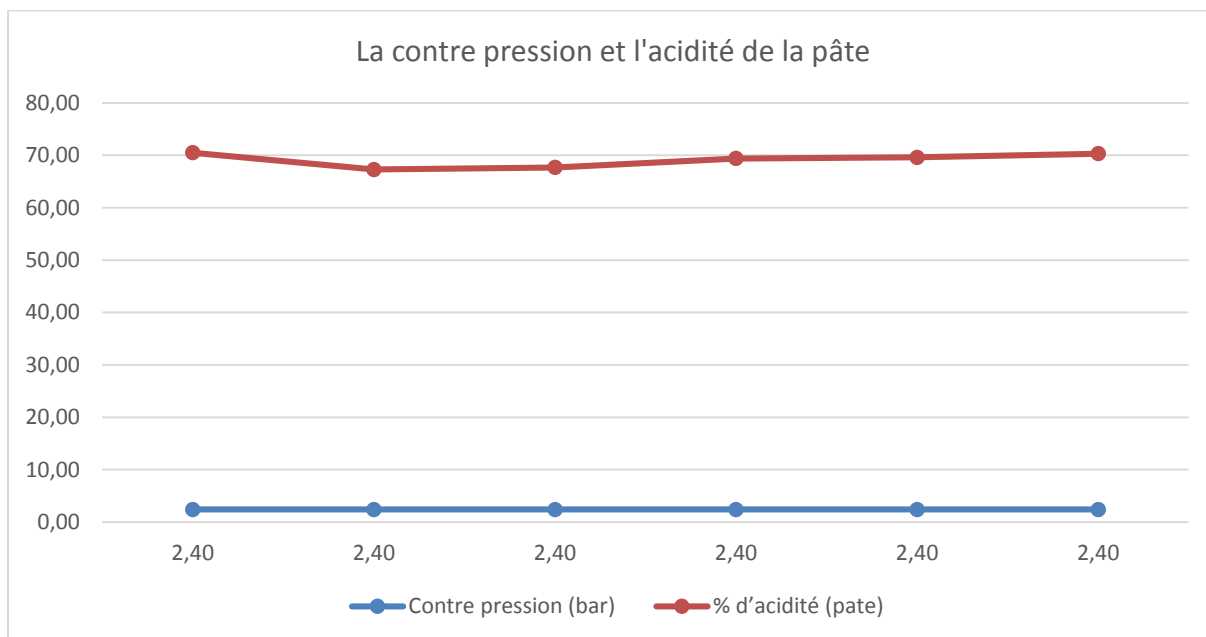


Figure7:La contre pression et l'acidité de la pâte

Conclusion

Dans le cadre de ce stage de fin d'études nous nous sommes principalement intéressés à la section de raffinage et au laboratoire, au raffinage de l'huile de soja, afin d'améliorer sa qualité et sa stabilité. Et ce dans l'objectif de minimiser les pertes d'huile au niveau de la pâte de neutralisation.

Les résultats obtenus montrent que pour atteindre un bon rendement d'huile, nous devons contrôler trois paramètres essentiels : la température d'huile doit être entre 94 et 96°C. La contre-pression optimale qui est de 2.4bar et le temps de séparation qui est de 15min.

Finalement ce stage était très bénéfique pour moi car il m'a permis de me familiariser avec le monde de l'entreprise.