

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Cassage de la pâte de neutralisation d'huile de soja et d'olive

Présenté par :

- ◆ SRATI Chaymae

Encadré par :

- ◆ Mme. EL FARROUDI Fatima (SIOF)
- ◆ Pr. HARRACH Ahmed (FST)

Soutenu Le 10 Juin 2021 devant le jury composé de :

- Pr ELGHADRAOUI El Houssine
- Pr KHALIL Fouad
- Pr HARRACH Ahmed

**Stage effectué à SIOF
Année Universitaire 2020 / 2021**

Dédicaces

A mes chers parents,

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être. Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez.

Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne déçoive.

A mes chers et adorables frère et oncles

En témoignage de mon affection fraternelle, de ma profonde tendresse et reconnaissance, je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de succès et que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde.

A mes amis

En souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables que nous avons passés ensemble.

Veillez trouver dans ce travail l'expression de mon respect le plus profond et mon affection la plus sincère.

Remerciement

Louange à Allah, nous le glorifions, lui demandons aide et invoquons son pardon contre le mal et nos pêches, celui qui fait guidé personne ne peut l'égarer et celui qui est égaré personne ne peut le guider.

Je conserve un remerciement spécial :

A Mr. ERRAFIK Younes : directeur général de la SIOF, de m'avoir accepté d'effectuer mon stage au sein de votre société.

Je tiens remercie Mme. EL FARROUDI Fatima, mon responsable de stage à la SIOF, pour la documentation, la formation et méthodologie dont elle m'a bénéficié.

Je remercie Mme. Fatima Zohra, M^{lle} Safaa et Mr. Mohamed qui m'ont donnée beaucoup des conseils et pour l'effort et l'attention offerts durant la période de stage, ainsi je remercie l'ensemble des employés de la société SIOF.

Je tiens remercie spécialement, Pr. HARRACH Ahmed mon encadrant de stage à la FST, pour son orientation ainsi que ses conseils précieux, j'ai le grand plaisir de travailler sous sa direction.

Je remercie énormément Mr. EL GHARAOUI El Houssine et Mr. KHALIL Fouad. d'avoir accepté d'évaluer ce travail.

Je tiens à exprimer mes sincères gratitude et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

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

Liste des Tableaux

Tableau 1 : Fiche d'identité de la société industrielle Oléicole de Fès.

Tableau 2 : Variation d'acidité de l'huile acide de Soja.

Tableau 3 : Matériels et produits utilisé lors de manipulation.

Tableau 4 : La variation d'acidité pour la pâte de Soja.

Tableau 5 : La variation d'acidité pour la pâte d'Olive.

Tableau 6 : Le volume de H_2SO_4 pour la pâte de Soja et d'Olive.

Liste des Figures

Figures 1 : Organigramme de la SIOF.

Figures 2 : Schéma du raffinage chimique d'huile végétale Soja.

Figures 3 : Procédure du conditionnement.

Figures 4 : Schéma de procédé de traitement la pâte de neutralisation.

Liste des Images

Image 1 : Gamme des produits á la SIOF.

Image 2 : Bac de contact dans la SIOF.

Image 3 : Séparateur S_1 dans la SIOF.

Image 4 : Cuves de décirages au sein de la SIOF.

Image 5 : Séparateur du lavage au sein de la SIOF.

Image 6 : Sécheur au sein de la SIOF.

Image 7 : Décolorateur au sein de la SIOF.

Image 8 : Filtre á plaques au sein de la SIOF.

Image 9 : Echantillon de pâte de neutralisation.

Image 10 : Echantillon d'huile acide.

Image 11 : Les cuves de traitement la pâte de neutralisation.

Image 12 : Le traitement de la pâte par l'acide Sulfurique.

Sommaire :

Introduction générale.....	1
Présentation de la société	
1. Historique.....	2
2. Carte d'identification	3
3. Produits de la société	4
4. Organigramme	5
Partie bibliographique	
I. Les huiles.....	7
II. Le raffinage des huiles alimentaires.....	7
a. Définition et objectifs du raffinage.....	7
b. Procédé de raffinage.....	8
1) Filtration.....	9
2) Préchauffage.....	9
3) Démucilagina.....	9
4) Neutralisation par la soude.....	10
5) Décirage.....	11
6) Lavage.....	12
7) Séchage.....	13
8) Décoloration.....	14
9) Filtration.....	15
10) Désodorisation.....	16
III. Conditionnement.....	16
1. Définition.....	16

2. le rôle du conditionnement	16
3. Processus de conditionnement.....	16

Partie expérimentale

Chapitre1 : A l'échelle industrielle.....	22
1. Description de l'atelier.....	22
2. Déroulement l'opération du traitement.....	23
3. Les facteurs influant le traitement de la pâte.....	24
4. Contrôle d'acidité	24
5. Tableau d'acidité à l'échelle industrielle.....	25
Chapitre2 : Au laboratoire.....	25
1- Matériel utilisé.....	25
2- Protocole expérimentale.....	26
3- Exploitation des résultats au laboratoire	27
i- Pour la pâte de Soja.....	27
ii- Pour la pâte d'olive.....	27
4- Exploitation des résultats au niveau industriel	29
Conclusion.....	30



Introduction Générale

À la faculté des sciences et des techniques de Fès (FSTF), les étudiants en licence sont amenés à effectuer un stage d'une durée de deux mois au sein des entreprises actives appartenant à différents secteurs. Pour ça, j'ai choisi d'effectuer mon stage à la société industrielle oléicole de Fès (SIOF) qui représente un support de l'économie Marocaine.

La société oléicole SIOF vise à appliquer la loi de Lavoisier “ rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme”, cela se voit clairement dans la valorisation des sous-produits du raffinage ou d'extraction, par exemple le traitement de la pâte de neutralisation afin de produire l'huile acide utilisée pour les savonneries, extraction et raffinage, de grignon et ce dernier utilisé comme combustible dans les chaudières, etc.

Au cours de cette période de stage, j'ai suivi le processus d'obtention de l'huile végétale, ainsi que le procédé de traitement de la pâte de neutralisation par l'acide sulfurique.

Alors, ce rapport est structuré en trois axes principaux :

Premièrement, présentation de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF), plus précisément le site de Dokkarat.

Deuxièmement, présentation du processus de fabrication de l'huile de table (le raffinage et le conditionnement).

Troisièmement, étudier la valorisation de la pâte de neutralisation qui le thème de mon sujet.



PRESENTATION DE LA SOCIETE



1. Historique

La société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) a été créée en 1961 par la famille Lahbabi, sous forme d'une société à Responsabilités Limitée (S.A.R.L). Au départ, l'activité initiale de la société était la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et les conserves des olives.

En 1966, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table (tournesol, soja), avec une capacité de 12000 tonnes/an.

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

En 1986, Développement de la société SIOF: elle s'étend sur la totalité du royaume chérifien. L'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Oujda, Casablanca, Oued Zem et Meknès. Ce développement a été accompagné par le lancement de la première campagne publicitaire.

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

En 2002-2003, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication de PET (polyéthylène téréphtalate) et pour le conditionnement des huiles en format ½, 2 et 5L.

2. Carte d'identification

Tableau1 : fiche d'identité de la Société Industrielle Oléicole de Fès

Raison social	SIOF : Société Industrielle Oléicole de Fès
Siège social	29, Rue Pictet Q.I Dokkarat – 30000Fès Rue 806, q.i., Sidi Brahim - Fès
Capital social	52.000.000 DH
Forme juridique	Société anonyme
Date de création	1961
Domaine d'activité	Extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et des conserves des olives
Superficie de l'usine	Zone industrielle de Dokkarat, occupe une surface de 1200 m ² pour le raffinage d'huile alimentaire. Zone industrielle Sidi Brahim : une surface de 20000 m ² , assurant la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
Effectifs	320 Personnes dans les deux sites industriels.

3. Produits de la SIOF



Image1 : Gamme des produits SIOF

La SIOF produit une large gamme des huiles qui lui permettent de toucher un grand nombre de consommateurs. Elle est régulièrement exposée à une forte concurrence de la part du premier sur le marché des huileries au Maroc LESIEUR CRISTAL.

L'usine de DOKKARAT produit quatre types d'huiles alimentaires qui sont destinées au marché local mais également à l'exportation. On distingue les marques suivantes :

SIOF : huile de table raffinée à base de soja.

MOULAY IDRIS : huile d'olive vierge courante.

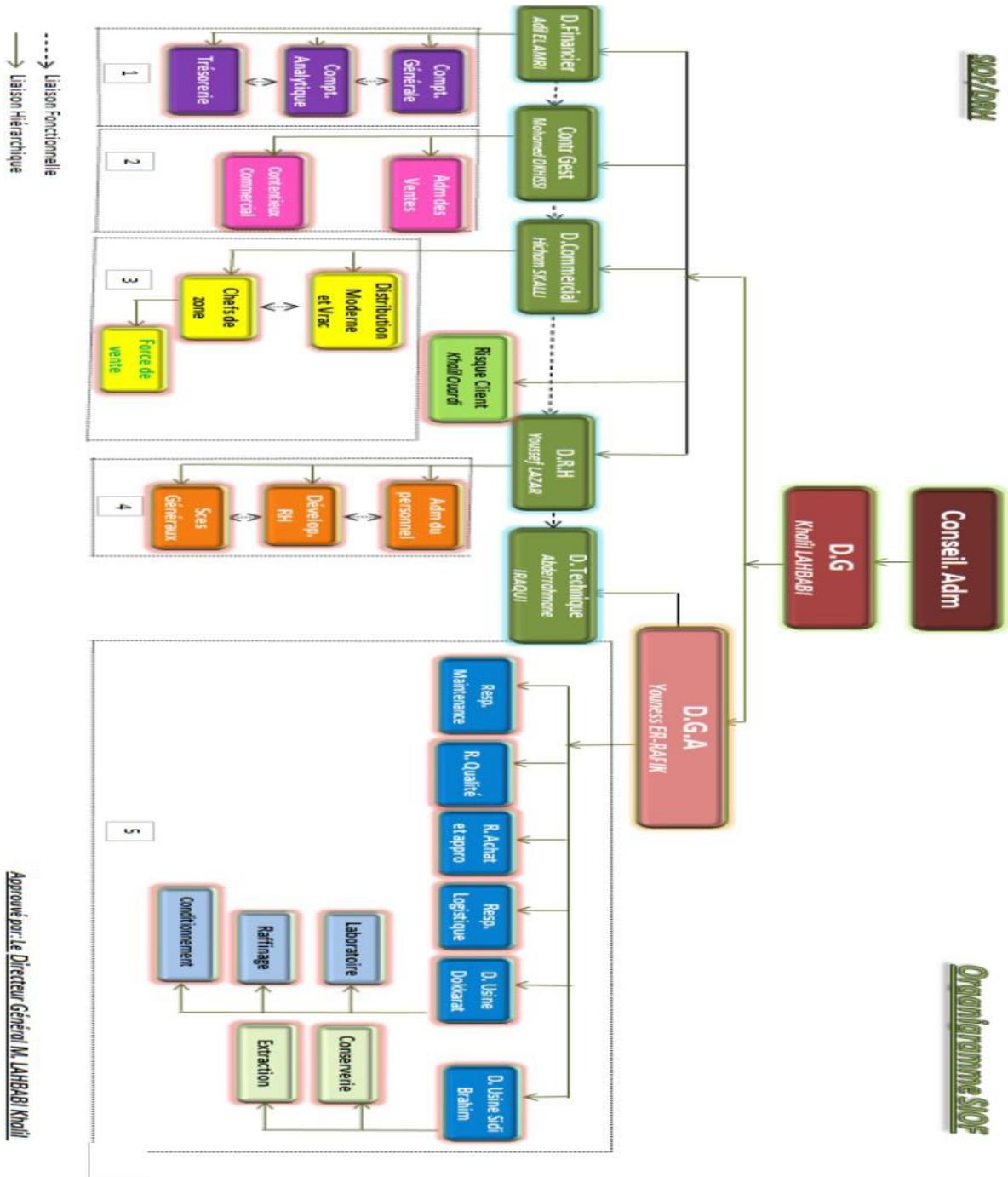
ANDALOUSSIA : huile de grignon raffinée.

FRIOR : huile de tournesol raffinée.

Tandis que l'usine de SIDI BRAHIM assure la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.

4. Organigramme de la SIOF

Figure 1: Organigramme de la SIOF



Approuvé par le Directeur Général M. LAHBABI Khoul



PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Procédé de raffinage des huiles

I. Huiles

Une huile est un corps gras qui est à l'état liquide à température ambiante et qui ne se mélange pas à l'eau. Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale ou végétale.

Une huile alimentaire est une huile végétale comestible produite par le secteur agroalimentaire quand elle est destinée à la consommation.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite obligatoirement un traitement de raffinage afin d'obtenir une huile comestible. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final.

II. Raffinage des huiles alimentaires

a. Définition et objectif du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui permet de transformer l'huile brute en un produit comestible en débarrassant des impuretés indésirables qui le rendent impropre à la consommation.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, antioxydants, etc.) et d'autres sont nuisibles à la qualité nutritionnelle et organoleptique de l'huile.

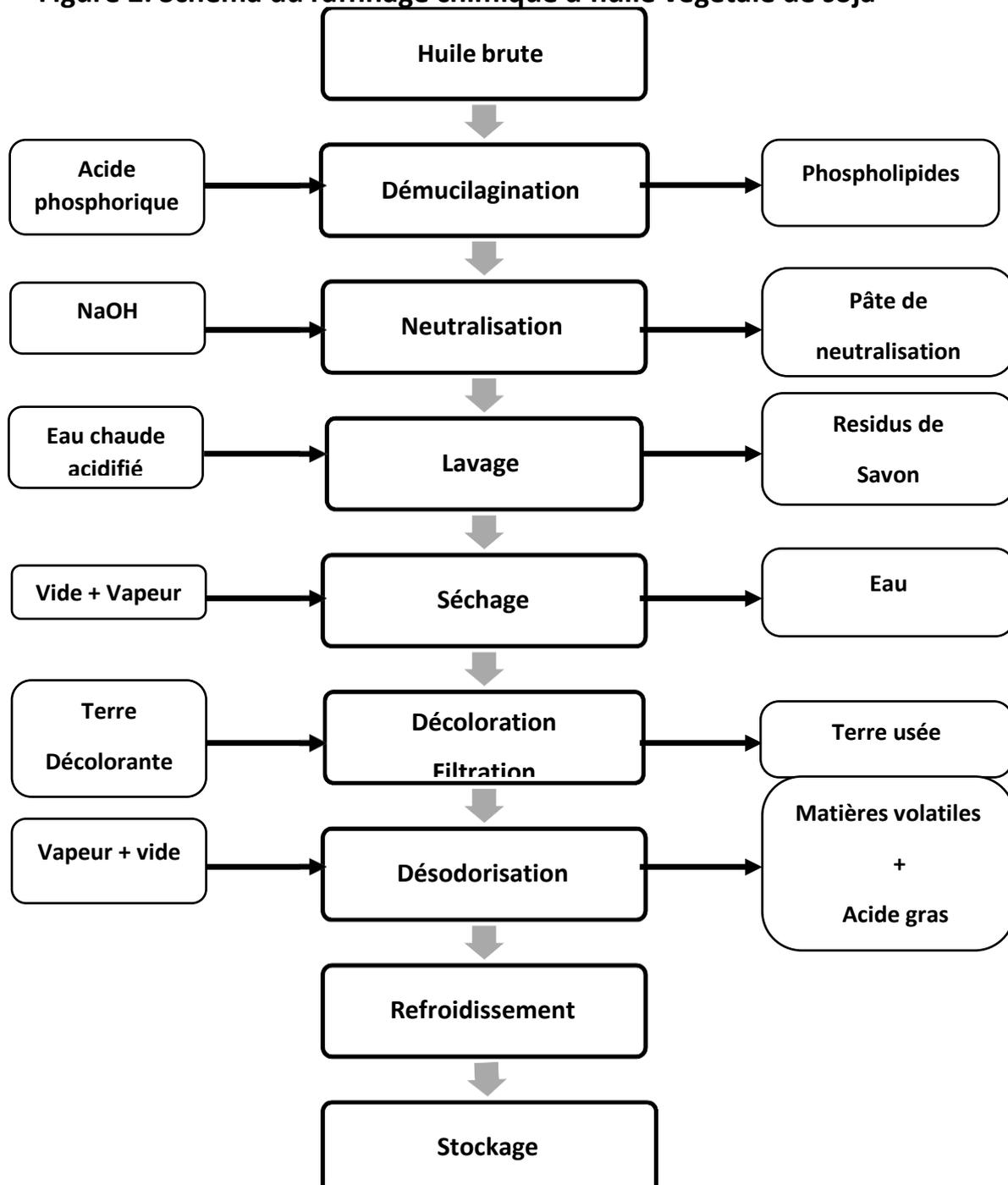
Alors le but de raffinage est d'débarrasser les éléments mineurs indésirables qui peuvent être :

- ✚ Des constituants mineurs de l'huile tels que : les acides gras libres (AGL), les phospholipides (PL), les cires, les pigments, les produits d'oxydation, etc.

- ✚ Des contaminants tels que : les traces des métaux ou des solvants, les pesticides qui peuvent venir de la pratique agricole, ou encore des conditions de stockage des graines oléagineuses.

b. Procédé de raffinage

Figure 2: Schéma du raffinage chimique d'huile végétale de soja





Remarque

L'activité principale de la Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) est le raffinage des huiles brutes reçues des COSTOMA (compagnie de stockage marocaine) qui distribue l'huile brute venant de plusieurs pays à citer : le Canada, le Brésil, l'Argentine, aux diverses huileries de Maroc.

1) Filtration

Avant de commencer le raffinage, l'huile brute est filtrée par un système de filtres à doubles corps fonctionnant en alterné. La filtration permet d'éliminer les particules solides présentes dans l'huile brute pour éviter d'endommager les machines ou d'obstruer les canalisations (colmatage). Une bonne filtration permet d'éviter le colmatage afin de s'assurer l'injection de l'huile dans la machine sans interruption.

2) Préchauffage

L'huile brute doit être chauffée auparavant à une température comprise entre 70 et 85°C. Par la suite l'huile est envoyée vers un échangeur de chaleur à plaques où elle va échanger la chaleur par récupération avec l'huile désodorisée. L'huile quitte l'échangeur à une température voisine 70°C.

3) Démucilagination (dégommage)

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute des mucilages (phospholipides). La présence des phospholipides hydratés provoque quelques inconvénients tels que :

- Les phospholipides en présence d'eau forment des précipités « mucilages »
- Les phospholipides et d'autres composés hydratés réduisent le rendement de l'opération
- Les phospholipides souvent liés à des métaux lourds (Fe et Cu) constituent un catalyseur d'oxydation.
- Une élimination partielle de phospholipide induit l'apparition d'une coloration brune.

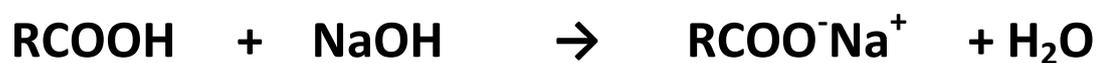
La technique d'Élimination de phospholipide employée à la SIOF consiste à injecter par une pompe doseuse de l'acide phosphorique diluée à des quantités estimées par l'opérateur puis le mélange reporté vers un Bac de contact pour prolonger la durée de contact entre l'acide et l'huile brute.



Image2 : Bac de contact dans la SIOF

4) Neutralisation par la soude

Cette opération consiste à se débarrasser des acides gras sous forme de savons appelés la pâte de neutralisation, dont l'huile est traitée par une solution aqueuse de soude NaOH selon la réaction suivante :



Réaction de saponification des acides gras

Toutefois il faut éviter la saponification des glycérides, car elle provoque une diminution du rendement de l'opération. La soude va attaquer l'huile neutre par saponification, si

l'opération de neutralisation est mal faite. A la fin de l'étape de neutralisation, l'huile neutre est récupérée par décantation (séparation).



Image3 : Séparateur S1 dans la SIOF

5) Décirage

L'étape de Décirage concerne seulement le raffinage d'huile de grignon et d'huile tournesol. L'huile neutre de grignon reçoit une 2ème traitement à la soude dont l'objectif de générer des savons dans l'huile afin de faciliter la séparation des cires, après passage dans un échangeur à plaques à contre-courant (l'huile avec l'eau froide 6°C). La diminution de la température permet la cristallisation des cires pour être éliminer.

La cristallisation des cires se fait grâce à des maturateurs qui permettent de diminuer la température d'huile à 6°C, puis l'huile est réchauffée aux alentours de 14°C par un échangeur à plaque pour subir une séparation.



Image4 : Cuves de décirage au sein de la SIOF

6) Lavage

Cette opération contient deux étapes :

- 1^{er} lavage uniquement par l'eau chaude
- 2^{ème} lavage par l'eau de température entre 85 et 90°C + l'acide citrique

Le lavage permet d'éliminer les substances alcalines (savons et la soude en excès) et les dernières traces des métaux, des phospholipides, et de toutes autres impuretés. L'ajout de l'acide citrique joue le rôle de régulateur d'acidité. La centrifugation permet la séparation de l'huile lavée et de l'eau de lavage.



Image5 : Séparateur de lavage au sein de la SIOF

7) Séchage

Le séchage a pour un 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 peuvent aussi provoquer un colmatage des filtres sur tout en présence de savon.

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

Quand le niveau de l'huile dans l'appareil atteint 80% du volume total de l'appareil, la vanne de refoulement s'ouvre automatiquement envoie l'huile vers l'opération suivante.



Image6 : Sécheur au sein de la SIOF

8) Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que très partiellement détruits. On utilise un phénomène physique : l'adsorption sur un charbon actif, ou la terre décolorante activée :

Les terres activées, en général, ne possèdent aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par voie chimique par l'action d'acide (acide sulfurique) à des températures variant de 80 à 130°C.

Par la suite, le mélange est injecté dans une cuve, appelée : décolorateur, ce dernier est constitué de deux compartiments

- ✚ Compartiment supérieur : c'est un réchauffeur qui permet d'amener la température du mélange huile-terre à une valeur d'environ 100°C, par la circulation de la vapeur à 3 bars dans un serpentín entourant ce compartiment ;
- ✚ Compartiment inférieur: c'est l'élément responsable de la décoloration proprement dite avec un système de barbotage de la vapeur qui assure un contact parfait entre la terre et l'huile, ce mélange est maintenu à un temps de contact moyen d'environ 20 à 30min ;



Image7 : Décolorateur au sein de la SIOF

L'opération se déroule sous vide afin d'aspirer le reste d'eau, et éviter l'oxydation. L'huile obtenue va être directement acheminée vers les filtres à plaque puis les filtres à poche pour débarrasser l'huile des particules fines et des terres de décoloration.

9) Filtration :

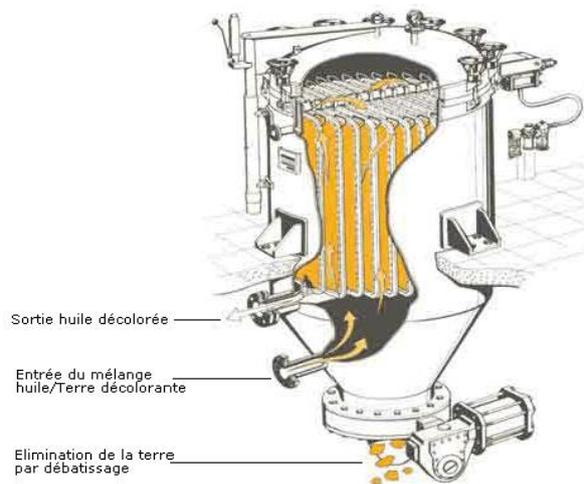


Image8 : Filtre à plaques au sein de la SIOF

Les filtres sont utilisés pour débarrasser l'huile de la terre en suspension. L'huile passe dans le filtre, le gâteau se dépose sur les plaques et la pression de circulation de l'huile augmente progressivement, à ce moment la vanne d'admission de l'huile dans ce filtre se ferme, les

plaques permettent la filtration de leurs deux côtés. Puis l'huile sortie par canal central.

10) Désodorisation :

La désodorisation permet d'éliminer les substances odorantes de l'huile décolorée. Il s'agit, d'un entrainement à la vapeur d'eau sous vide de ces composés qui résultent de la dégradation de l'huile.

La désodorisation est composée d'une série des étapes :

- i. La dégazification destinée à éliminer l'oxygène dissout dans l'huile, par chauffage sous pression réduite.
- ii. Le préchauffage, par échange thermique avec l'huile chaude désodorisée.
- iii. La désodorisation qui consiste à injecter de la vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (260 à 800 Pa) à haute température (220 à 275°C) pendant un temps relativement long (1h30 à 3 h).
- iv. La chélation, destinée à éliminer les traces de métaux susceptibles de catalyser les réactions d'oxydation lors du stockage des huiles. Elle est réalisée par ajout de solution aqueuse d'acide citrique (30 à 50%) en faible proportion (50 à 100 mg/kg) dans l'huile désodorisée partiellement refroidie (120°C).
- v. La filtration : après refroidissement, les métaux chélatés, les particules d'huile polymérisée, et les traces de terre de décoloration sont éliminées (10 - 15 µm).
- vi. La fortification : cette étape consiste à un enrichissement en vitamines A, E et D₃ de l'huile désodorisée, en effet, ces vitamines initialement présentes dans l'huile brutes ont été dénaturées par la température élevée du raffinage. Le renforcement se fait par une pompe doseuse qui injecte une solution vitaminée et un malaxeur qui va homogénéiser le mélange. L'huile renforcée est ensuite acheminée vers les tanks de stockage en attendant le conditionnement.



III. Conditionnement

1- Définition

Le conditionnement est un emballage primaire (1ère enveloppe ou 1er contenant) c'est-à-dire celui qui est au contact direct avec le produit. Moins orienté vers la protection contre d'éventuels agents extérieurs.

2- Rôle du conditionnement

- *Protéger le contenu afin qu'il conserve toute sa qualité.
- *Faciliter l'étalage et la reconnaissance du produit dans les points de vente.
- *Captiver le choix du client parmi plusieurs produits concurrentiels.
- *Faciliter l'utilisation du produit après achat (grâce à sa forme, ses options, son marquage...).
- *Protéger le consommateur contre d'éventuels risques chimiques.

Le conditionnement porte, outre la marque une multitude de renseignements sur les conditions d'utilisation et de conservation du produit ainsi que différentes mentions légales obligatoires.

3- Processus de Conditionnement

L'unité de conditionnement de la société SIOF comprend deux lignes de conditionnement, dont le premier produit des bouteilles de ½ L et de 1 L en polyéthylène, et la seconde produit celles de 2 L et de 5 L en polystyrène ou en polyéthylène.

- *Soufflage* : cette étape commence par le chauffage des préformes dans un four à lampe infrarouge rendant ainsi ces dernières malléables. Une tige d'élongation allonge les préformes jusqu'à la hauteur prévue des bouteilles d'huiles. La dernière étape consiste en un soufflage à haute pression (40 bars) donnant ainsi la forme du moule à la bouteille, qui est ensuite libérée et acheminée par un convoyeur vers la remplisseuse.

- *Remplissage et bouchage* : les bouteilles sont remplies à la chaîne par la remplisseuse et sont immédiatement bouchonnées pour éviter toute contamination de l'huile. Des photocellules commandées via une table de commande régule la vitesse de remplissage et arrêtent la chaîne en cas de problème.



Etiquetage : les bouteilles remplies sont acheminées vers une étiqueteuse qui colle automatiquement les étiquettes spécifiques du produit en question. Un dateur électronique marque la date de production et d'expiration de l'huile. Un photocellule capteur de présence est situé en amont du dateur pour programmer l'écriture.

Mise en carton : les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où elles seront rangées dans des cartons qui sont fournis préalablement par la formeuse qui leur donne une forme parallélépipédique. Les cartons sont par la suite fermés, datés puis encaissés manuellement et enfin stockés.

L'organigramme représente les différentes étapes du conditionnement citées et le nom des machines :

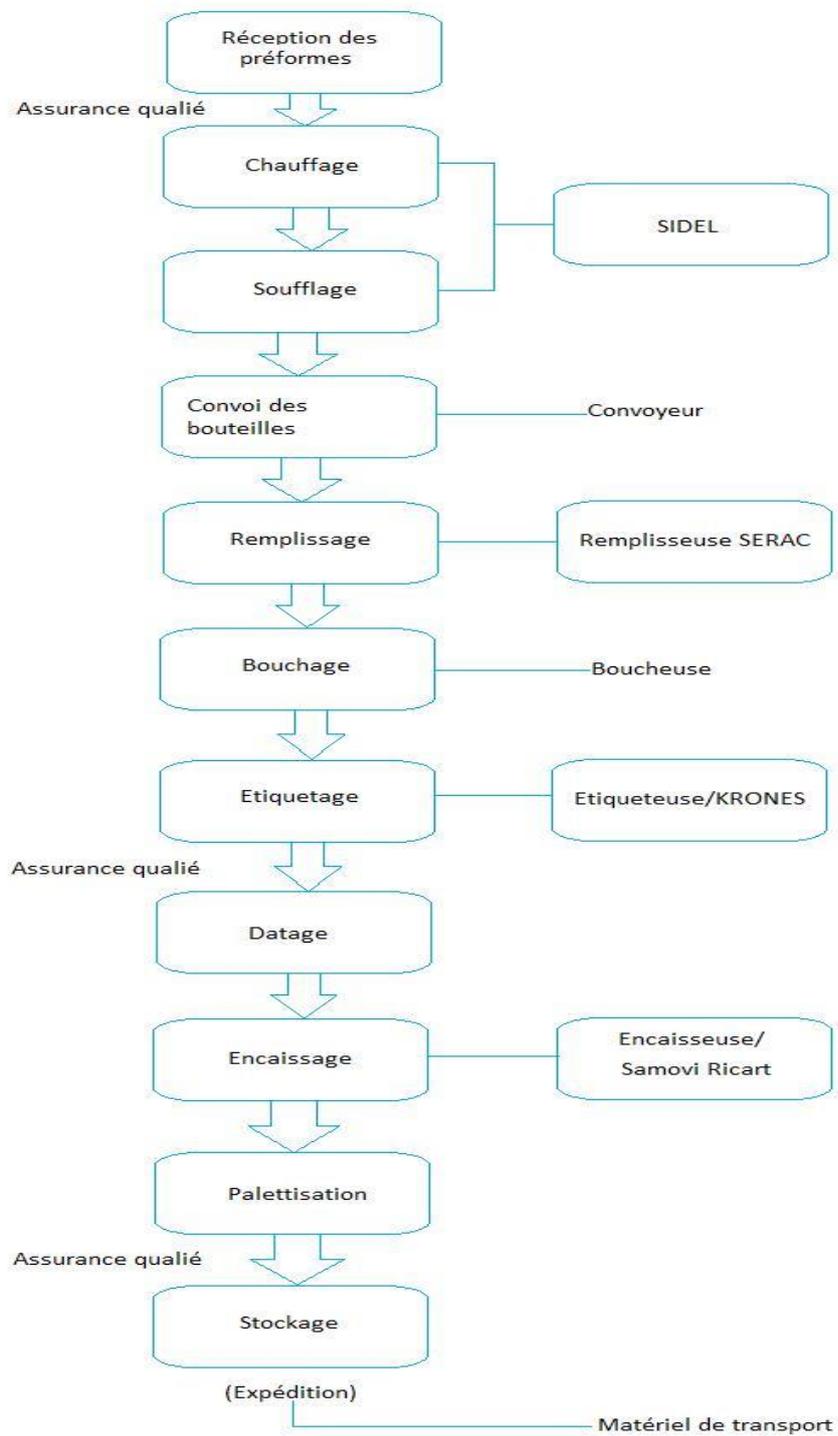


Figure3 : Processus du conditionnement.



Partie expérimentale :

Valorisation de la pâte de neutralisation

La pâte de neutralisation est issue de la neutralisation des huiles à la soude. Elle est généralement décomposée lors d'une opération dite de « cassage des pâtes ». L'objectif du présent travail consiste à valoriser la pâte de neutralisation, issue du raffinage d'huile brute par l'acide sulfurique à 98%, afin d'économiser la consommation d'acide sulfurique, éviter la détérioration du matériel de l'atelier par contact avec des eaux de purge à une teneur élevée en acide et aussi protéger l'environnement contre les rejets industriels très acidifiés.

❖ Pâte de neutralisation



Image9 : Echantillon de pâte de neutralisation

Appelé aussi pâte à savon, ou soap stocks, la pâte de neutralisation est un sous-produit de l'industrie de transformation des oléagineux, bien que la pâte de neutralisation a une valeur relativement faible, il peut être facilement convertis en produits plus intéressants par addition d'acides minéraux forts.

A la sortie de l'étape de neutralisation, la pâte a une coloration qui varie entre le jaune et le vert foncé, elle contient :

- des savons d'acides gras : généralement des oléates de sodium issus de la réaction de saponification entre la soude et l'acide gras libre.

- des phospholipides.
- d'huile neutre entraînée sous forme d'émulsion dans la pâte.
- diverses impuretés

❖ *Huile acide*



Image10: Echantillon d'huile acide

C'est une huile noire issue de traitement de la pâte de neutralisation par l'acide sulfurique concentré à 98%, la dénomination de cette huile vient du fait qu'elle contient un grand pourcentage d'acides gras libres, cette huile est utilisée dans la fabrication de savons et aussi récemment dans la synthèse du biodiesel.

Cette huile contient :

- Huile entraînée lors de raffinage.
- Acides gras libres.
- Phospholipides.
- Cires.

L'acidité d'huile acide varie entre 50% et 75%.

❖ *Traitement de la pâte de neutralisation*

Le cassage de la pâte est le traitement de la pâte par l'ajout de l'acide sulfurique concentré comme le schéma montre :

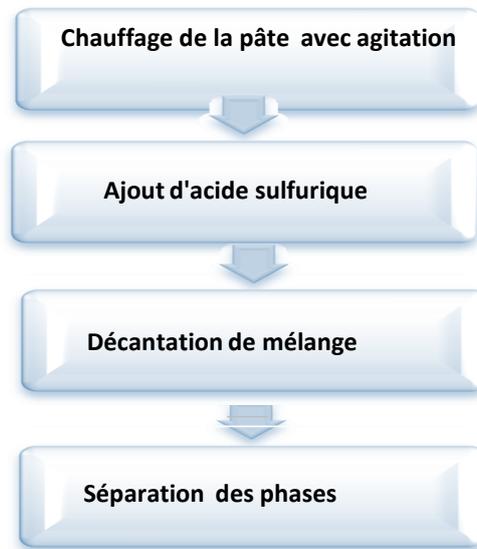


Figure 4 : schéma de procédé de traitement la pâte de neutralisation.

Chapitre1: A l'échelle industrielle

1- Description de l'atelier :

La cassation de la pâte se déroule dans un atelier qui constitue de :

- Quatre citernes de numérotation 6 à 9 (de capacité chacune 10 tonnes), ces cuves servent pour le stockage de la pâte qui vient du raffinage.
- Pompe d'acide sulfurique.
- Cuve numéroté '4' en polyester pour le traitement de la pâte par l'acide sulfurique.
- Trois cuves numérotées 1 ; 2; 3 qui servent au stockage d'huile acide afin d'assurer une bonne décantation, ces citernes ne sont pas fonctionnelles.
- Cuves numérotées 5 et 10 pour le stockage d'huile acide si les grandes citernes sont pleines.

2- Déroulement l'opération du traitement

La pâte de neutralisation est envoyée vers les cuves de stockage 6, 7, 8, 9 par des pompes en présence de l'eau qui facilite son transport. La pâte est chauffée avec une agitation continue par un mélangeur statique, puis le mélange est envoyé vers la cuve de numéro «4 » où il y a l'attaque de la pâte par l'acide sulfurique ce qui aboutit à la formation de trois phases (l'huile acide, les eaux acidifiées, et petite phase entre les deux

Les eaux acidifiées sont recyclé et l'huile acide est acheminée vers les grandes citernes pour le stockage, si ces derniers sont pleines l'huile sera stockée dans l'une des cuves 5 ou 10.



Image11 : Les cuves de traitement de la pâte de neutralisation

Remarque :

Notre objectif au cours de ce stage est de déterminer la quantité de l'acide sulfurique et de l'eau nécessaire pour la cassation de la pâte de neutralisation ce qui aboutit à la formation de l'huile acide d'acidité comprise entre 50 et 75%, mais malheureusement à l'échelle industrielle on ne peut pas déterminer la quantité consommé, surtout dans l'absence d'une pompe doseuse en marche qui peut déterminer la quantité d'acide injectée.

3- Facteurs influant le traitement de la pâte

Après cette durée de stage et le travail avec les fonctionnaires opérant dans cet atelier, on a pu conclure que trois facteurs principaux ont une influence sur le traitement de la pâte :

- **Facteur 1** : La quantité d'acide sulfurique comme étant le réactif pour le traitement de la pâte.
- **Facteur 2** : La température de la réaction, afin d'accélérer la réaction et aussi de rendre la pâte plussouple.
- **Facteur 3** : L'humidité de la pâte, la dilution de cette dernière est nécessaire pour pouvoir la pomper du raffinage jusqu'à l'atelier de traitement de la pâte.

On a étudié uniquement le premier facteur à cause d'un manque de temps (quelques jours de présence par semaine au sein de la société : précaution COVID-19)

4- Contrôle d'acidité :

L'indice d'acide (I_a) d'un lipide est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligrammes, nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un gramme de corps gras.

$$\% \text{ acidité } (I_a) = (V \times N \times PM / PE) \times 100$$

$$\% \text{ acidité } (I_a) = (V \times 1 \times 282 / PE \times 1000) \times 100$$

$$\% \text{ acidité } (I_a) = V \times 28.2 / PE \quad (1)$$

- **V** : volume de KOH versé en (ml).
- **PM** : poids moléculaire d'acide oléique en (g/mol).
- **PE** : prise d'essai en (g).
- **N** : normalité de KOH (1N).

5- Tableau d'acidité à l'échelle industrielle

Pendant cette période de stage, les mesures de l'indice d'acidité (pourcentage d'acidité) sont réalisées sur des échantillons de l'huile acide (produit final) de l'industrie à l'aide d'un dosage de l'huile par KOH (1N). Le pourcentage d'acidité est calculé selon la relation précédente (1).

Tableau2 : Variation du pourcentage d'acidité de l'huile acide de Soja en fonction de temps.

Date	Masse d'échantillon	Acidité(%)
02/05	0.44	64.09
03/05	0.43	65.58
04/05	0.40	64.72
05/05	0.40	64.50
06/05	0.59	64.52
25/05	0.50	68.06
26/05	0.60	69.73
27/05	0.44	60.00
28/05	0.46	67.56
09/05	0.42	67.40
30/05	0.43	68.80

Interprétation

Les résultats montrent que le pourcentage d'acidité (Acidité(%)) varie en fonction de la variation de la composition de la pâte de neutralisation (acidité initiale de la pâte). La variation de la composition de la pâte est due à l'absence de la pompe doseuse d'acide.

Chapitre2: Au laboratoire

1- Matériel utilisé :

Tableau 3 : matériels et produits utilisés lors de la manipulation :

	Balance
	Chauffage avec l'agitation
	Burettes

Matériel	Béchers
	Eprouvettes gradues
	Ballons
	Tubes
Produits	Pâte de neutralisation qui vient directement de l'unité du raffinage
	Eau
	Acide sulfurique 98%
	Hydroxyde de potassium 1N et 0.1N.
	Alcool brulé
	Phénolphtaléine

2- Protocole expérimentale :

Dans un bêcher de 250 ml :

- On introduit 30 g de la pâte de neutralisation
- On ajoute 40 ml d'eau
- Puis on chauffe cette pâte à une température entre 70 et 100°C avec une agitation continue
- On ajoute à l'aide d'une éprouvette graduée progressivement l'acide sulfurique concentré de 98% jusqu'à l'apparition de deux phases distinctes
- Puis le mélange transporté vers des tubes pour être centrifuger
- Après on prélève de la phase organique (la masse pesé) et on ajoute sur l'alcool brulé plus phénolphtaléine neutralisé
- Finalement on dose la solution par KOH (1 N) jusqu'au l'apparition de la coloration rougeâtre

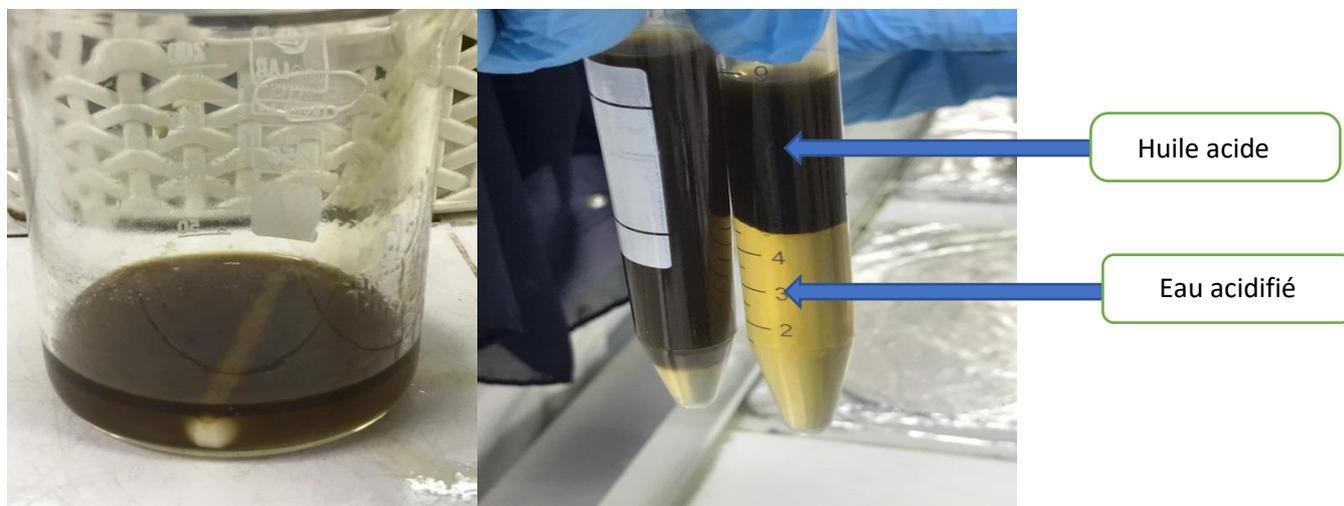


Image12 : le traitement de la pâte par l'acide sulfurique

3- Exploitation des résultats au laboratoire

i. Pour la pâte de soja :

Le tableau 4 représente 5 expériences de l'opération de traitement de 30 g de la pâte de soja pour chaque 30 min par l'acide sulfurique 98%, afin de doser l'huile acide obtenue par KOH :

Tableau4 : la variation d'acidité pour la pâte de soja

Echantillon	Masse de la pâte (g)	Volume de H ₂ SO ₄ (ml ; 98%)	Prise d'essai (g)	Volume de KOH (ml)	% d'acidité
1	30	31	0.85	2.3	76.30
2	30	32	0.80	2	70.2
3	30	29	0.55	1.5	76.9
4	30	29	0.68	1.6	66.35
5	30	31	0.62	1.2	65.07

Interprétation :

Le cassage de la pâte de neutralisation de soja donne une huile acide de % d'acidité comprise en général entre 50 et 75%.

Pour l'échantillon 1 et 3, on observe que l'acidité dépasse la norme (>75%) bien que le volume de H₂SO₄ versé est inférieure à celui de l'échantillon 2.

Cette élévation d'acidité résulte de la composition de la pâte avant l'ajout d'acide sulfurique. Cette pâte peut être à une acidité élevée depuis le début de la réaction ou il y a un léger excès d'acide injecté pour cet échantillon lors de la détection de l'apparition de phase.

ii. Pour la pâte d'olive:

Le tableau 5 représente 7 expériences de l'opération de traitement de 40 g de la pâte d'olive pour chaque 30 min par l'acide sulfurique 98%, afin de doser l'huile acide obtenue par KOH :

Tableau5 : la variation d'acidité pour la pâte d'olive :

Echantillon	Masse de la pâte (g)	Volume de H ₂ SO ₄ (ml)	Prise d'essai (g)	Volume de KOH (ml)	% acidité
1	40	6	1.13	2.1	52.4
2	40	4	0.88	1.8	58
3	40	4	2.11	4	53.45
4	40	5	2.22	4.1	52.08
5	40	4	1.12	2.2	55.39
6	40	8	1.29	2.4	52.4
7	40	5	1.16	2.2	53.5

Interprétation :

D'après les résultats du tableau 5, on remarque que le pourcentage d'acidité de la pâte d'olive respecte la norme ($50 \leq I_a \leq 75\%$).

On observe que la pâte d'olive ne consomme pas trop d'acide sulfurique par rapport à la pâte de soja. Et aussi son acidité est inférieure à celle de l'huile soja. On peut expliquer cette diminution par l'apparition des phases pour la pâte d'olive (la phase apparaît clairement que la pâte de soja).

Ainsi la pâte d'olive ne nécessite pas l'ajout de l'eau car sa texture est soluble depuis le début.

➡ Alors, on conclue que la pâte d'olive est de bonne qualité que la pâte de soja.

Remarque :

D'après les analyses précédentes, nous constatons que lorsque l'huile acide à un % d'acidité adopté dans la norme, elle peut être entraînée vers la cuve de stockage.

Mais dans le cas où le pourcentage d'acide est :

- Inférieure à 50%, on augmente l'acidité par l'injection de l'acide sulfurique.
- Supérieure à 75%, on diminue l'acidité par l'ajout de l'eau ou l'huile acide.

La phase de l'eau acidifiée est recyclée par l'ajout sur une nouvelle pâte de neutralisation afin d'éviter la détérioration du matériel de l'atelier par contact avec des eaux de purge qui a une

teneur élevée en acide et aussi protéger l'environnement contre les rejets industriels très acidifiés.

4- Exploitation des résultats au niveau industriel

Notre objectif dans ce travail effectué au laboratoire, était de déterminer la quantité de H_2SO_4 nécessaire pour le cassage de la pâte de neutralisation à l'échelle industriel.

- La pâte de soja :

D'après le tableau (4), on va calculer la quantité H_2SO_4 consommé lors du cassage d'une tonne de la pâte.

A partir l'échantillon (2) :

Pour 30g (pate) \longrightarrow 32 ml

1tonne= 1000kg (pate) \longrightarrow X ml

Donc $X (H_2SO_4) = 1066666ml = 1066, 666l$

La même chose pour les autres échantillons et ainsi pour la pâte d'olive (tableau5), on va annoncer les volumes de H_2SO_4 pour 1 tonne de pâte dans le tableau suivante :

Tableau 6 : Le volume de H_2SO_4 pour 1 tonne de la pâte de Soja et d'Olive:

échantillon	1	2	3	4	5	6	7
$V_{H_2SO_4(l)}$ pour Soja	Hors la norme	1066,666	Hors la norme	966,666	1033.333	X	X
$V_{H_2SO_4(l)}$ pour Olive	150	100	100	125	100	200	125

Interprétation :

Alors, d'après les résultats présentés dans le tableau 6, on observe que la quantité de H_2SO_4 injecté varie d'une pâte à l'autre. Cette différence est causée par deux facteurs :

Premièrement, l'acidité initiale de la pâte est assez élevée.



Deuxièmement, la technique, utilisée pour l'injection d'acide sulfurique afin de détecter la séparation de phase, est mal maîtrisée.

Conclusion :

Le traitement de la pâte de neutralisation pour l'obtention de l'huile acide a constitué pour la société un problème délicat : consommation excessive en acide sulfurique en absence de la pompe doseuse.

Notre travail a pour objectif est déterminer la quantité exacte de H_2SO_4 à injecter dans la pâte de neutralisation d'huile de soja et d'huile d'olive, malheureusement cette tâche a été un peu difficile à atteindre à cause de la variation de la pâte de chaque jour. Il faut installer une nouvelle pompe doseuse d'acide pour remédier a ce problème et permettre d'économiser une grande quantité d'acide.

Dans cette étude, on a été amené à travailler sur la valorisation du procédé de traitement de la pâte par l'acide sulfurique. Cette amélioration consiste à économiser la quantité d'acide sulfurique injecté, plus le recyclage des eaux acidifiées afin de respecter l'environnement