



PROJET DE FIN D'ETUDES

Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse et contrôle de qualité (T.A.C.Q)

Etude de la pâte issue de raffinage de l'huile de soja

Présenté par :

➤ **ZEGUIM RABAB**

Encadré par :

➤ **Mme TOUZANI HANANE (FST)**

➤ **Mme EL FARROUDI FATIMA (SIOF Fès)**

Soutenu, Le 05/07/2022 devant le jury composé de:

- Pr.H.TOUZANI

- Pr.E.H.ALILOU

- Pr.A.MELIANI

Stage effectué à SIOF Fès.

Année Universitaire 2021 / 2022

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

Ligne Directe : 212 (0)535 61 16 86 – Standard : 212 (0)535 60 82 14

Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>

REMERCIEMENTS :

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

Tout d'abord, j'adresse mes remerciements au chef de la filière Techniques d'analyses et contrôle de qualité FARAH Abdellah pour ces nombreux conseils.

Je remercie également Mme El farroudi Fatima, responsable de laboratoire pour son accueil, ses remarques et ses suggestions.

Mes sincères remerciements à Mme Touzani Hanane professeur au sein de la FST qui a assuré le suivi de ce travail, je la remercie très vivement pour sa bienveillance, son aide et son soutien moral.

Je tiens aussi à remercier E.H.ALLOU et A.MELIANI, qui ont acceptés d'évaluer mon travail.

Je souhaite remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce projet ainsi qu'à la réussite de ce parcours universitaire.

Dédicace:

Je dédie :

- *A mes chers parents, pour tous leurs sacrifices, leur amour, leur tendresse, qui n'ont jamais cessé de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs, pour leurs encouragements permanents, pour leur appui et leur encouragement, pour leur soutien tout au long de mon parcours universitaire.*
- *A mes meilleurs amis pour leurs soutiens.*
- *A mes respectueux professeurs, pour leurs soutiens et d'aide, et à tous les personnes qui ont participé à ce que ce rapport puisse voir le jour.*

Sommaire :

INTRODUCTION :	1
Chapitre 1 : Présentation générale de la société industriel oléicole Fès (SIOF)	2
I. Présentation de SIOF :	3
• la SIOF dispose de trois sites industriels :	4
• La SIOF assure le raffinage de 4 produits :	4
I.1 Différentes huiles traitées au niveau du raffinage :	4
a) Huile d'olive :	4
b) Huile de SOJA :	5
c) Huile de grignon :	5
d) Huile de tournesol :	6
I.2 Organigramme de l'entreprise :	7
Chapitre 2: Procédé de raffinage de l'huile brute	8
II. Procédé de raffinage :	9
II.1 Raffinage :	9
II.2 Etapes de raffinage d'une huile alimentaire de SOJA dans la siof :	10
a) Préparation de l'huile brute :	10
b) Démucilagination (dégommage) :	10
c) Neutralisation :	11
d) Lavage :	12
e) Séchage :	12
f) Décoloration :	13
g) Filtration :	13
h) Désodorisation :	14
i) Fortification :	14
II.3 Produits éliminés par le raffinage :	14
II.4 Spécificité du produit :	15
II.5 Conditionnement :	16

Chapitre 3 : Etude de la pâte issue de raffinage.....	18
INTRODUCTION :	19
III. Etude bibliographique :.....	19
III.1 Pâte de neutralisation :.....	19
III.2 Huile d'acide :.....	20
III.3 Traitement de la pâte de neutralisation :	20
III.4 Réaction d'acide sulfurique avec de la pâte :.....	22
III.5 Indice d'acide :.....	22
IV. Partie expérimentale :.....	23
IV.1 Cassation de la pâte :	23
IV.2 Dosage de l'acidité de la pâte :	24
IV.3 Résultats et analyses :.....	26
IV.4 Exploitation des résultats au niveau industriel :	27
CONCLUSION :	29
WEBOGRAPHIE :	30

Liste des figures

Figure 1: Huile et grain d'olive.....	4
Figure 2:Huile et grain de soja.	5
Figure 3: Huile et grains de grignon.....	6
Figure 4:Huile et grains de tournesol.	6
Figure 5:Organigramme de l'unité.....	7
Figure 6:Schéma général du raffinage.....	9
Figure 7:Pâte de neutralisation d'huile de soja.....	19
Figure 8:Huile d'acide.....	20
Figure 9: Réservoir d'acide sulfurique.	21
Figure 10: Atelier de l'unité de cassation de la pâte.....	21
Figure 11: Pâte avec de l'eau.	23
Figure 12:Cassation de la pâte huile de soja	23
Figure 13: Solution avant centrifugation.....	24
Figure 14: Solution après centrifugation.	24
Figure 15: Zone de virage de dosage.....	25

Liste des tableaux :

Tableau 1:Les composants éliminés dans chaque étape de raffinage.	15
Tableau 2:indice d'acide d'huile de SOJA.....	26
Tableau 3: Volume d'H ₂ SO ₄ pour 1 tonne de la pâte de SOJA.....	28

Liste des abréviations :

H₂SO₄ : acide sulfurique

KOH : hydroxyde de potassium

Soap stocks : pâte de neutralisation

INTRODUCTION :

Le secteur agro-alimentaire est l'épine dorsale des activités industrielles de transformation des produits agricoles en aliments industriels destinés essentiellement à la consommation humaine, la fabrication des huiles comestibles s'inscrit dans cette industrie agro-alimentaire puisqu'elle traite des produits agricoles tels que : les grains de soja, de tournesol, grignon et d'olive en huiles destinées à l'usage humain, il en résulte un enchaînement bien défini de différentes opérations unitaires.

Le passage obligatoire par le traitement de raffinage, ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives.

Les sociétés oléicoles visent à appliquer la loi '**rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme**', et c'est le cas dans la valorisation de sous-produit du raffinage « la pâte de neutralisation ».

Le présent travail a pour objectif l'optimisation des pertes d'huile de soja au niveau de la pâte de neutralisation traité par l'acide sulfurique concentré.

Notre occupation repose sur l'étude à l'échelle de laboratoire la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour valoriser le sous-produit du traitement de raffinage « la pâte » d'huile de soja.

Ce rapport est scindé en trois chapitres :

- Présentation de la société.
- Processus du raffinage chimique des huiles alimentaires.
- Etude de la pâte issue de raffinage.

Chapitre 1 : Présentation générale de la société industriel oléicole Fès (SIOF).

I. Présentation de SIOF :

La SIOF « Société industrielle oléicole de Fès » est une société anonyme à vocation agroalimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La SIOF a été créé en **1961** sous forme d'une société à responsabilités limitée (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits. Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression d'olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve d'olives.

1966 : La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.

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

1977 : Cette nouvelle installation a permis à la société de devenir complexe important pour le capsulage des produits.

1978 : Le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts à différentes régions du royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

1980 : Afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30.000 tonnes/an.

A partir de 1980, elle s'est transformée en une Société Anonyme (S.A) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

1993 : La mise en place d'une raffinerie de l'huile brute à base de soja.

1994 : Recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part de marché.

2003-2004 : La société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles en PET (polyéthylène téréphtalate). Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L, 2L, 5L

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

- **la SIOF dispose de trois sites industriels :**

Le premier est localisé dans la zone industrielle Sidi Brahim assurant le broyage des olives, la production des olives en conserve.

Le second est situé dans la zone Dokkarat, où les huiles comestibles sont raffinées et conditionnées.

Le troisième site est une ferme localisée dans les régions d'Ain Taoujdat dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

- **La SIOF assure le raffinage de 4 produits :**

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

I.1 Différentes huiles traitées au niveau du raffinage :

a) Huile d'olive :



Figure 1: Huile et grain d'olive.

L'huile d'olive est une huile végétale obtenue en pression des olives. Cette huile est riche en Oméga-9 et présente de nombreuses vertus pour notre santé.

Composition de cette huile :

- 14% d'acides gras saturés.
- 74% d'acides gras mono insaturés (acide oléique).
- 8% d'acides gras polyinsaturés.
- Riche en vitamines A, D, E et K et provitamine A (carotène).
- Les composés mineurs s'agitent de phénols, stérols et sel minéraux...

b) Huile de SOJA :



Figure 2:Huile et grain de soja.

Huile de soja extraite de la fève par mouture ou extraction chimique légère, et utilisée dans l'alimentation. C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles oméga-6 et des oméga-3, l'huile de soja fait partie de la composition :

- 14,4% d'acides gras saturés.
- 23% d'acides gras mono-insaturés.
- 57,9% d'acides gras polyinsaturés.
- 51% d'acides linoléique.
- 6,9% d'acides a-linoléique.

c) Huile de grignon :



Figure 3: Huile et grains de grignon.

Les grignons ont été fortifiés par la pulpe, les fragments de noyaux, d'eau et d'une quantité d'huile d'olive résiduelle, entre 2 à 3 % approximativement, il est évident que nous ne pouvons pas dénoncer l'huile d'olive vierge cette huile dont le nom est huile de grignon crue.

La matière grasse du marc est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui composent 96% du total des acides gras.

d) Huile de tournesol :



Figure 4: Huile et grains de tournesol.

Huile de tournesol est une huile saine avec que des avantages, est extraite des graines en les écrasants ou en les extrayant, cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en Vitamine E.

La composition en acides gras de l'huile de tournesol est la suivante :

- 67 % d'acide linoléique.
- 19,7% d'acide oléique.
- 6 % d'acide palmitique.

- 5 % d'acide stéarique.
- 2, 3 % d'autres.

I.2 Organigramme de l'entreprise :

L'aspect organisationnel de l'affaire ne diffère pas tout à fait des types d'organisation disponibles dans d'autres établissements :

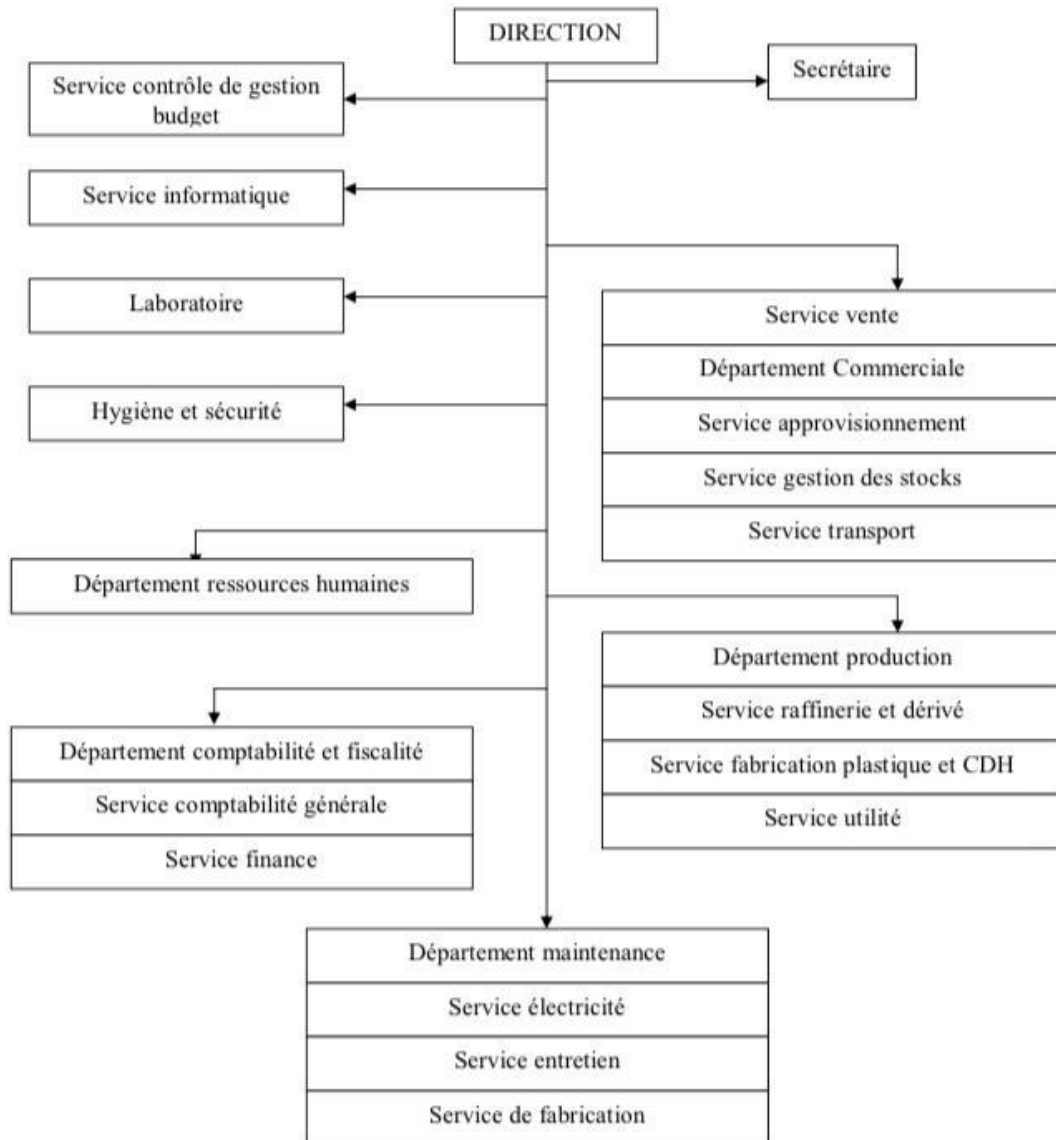


Figure 5:Organigramme de l'unité.

Chapitre 2: Procédé de raffinage de l'huile brute.

II. Procédé de raffinage :

II.1 Raffinage :

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (gout et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), 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).

Il existe deux types de raffinage physique et chimique, les différentes huiles traitées à SIOF subissent un raffinage chimique selon le schéma suivant :

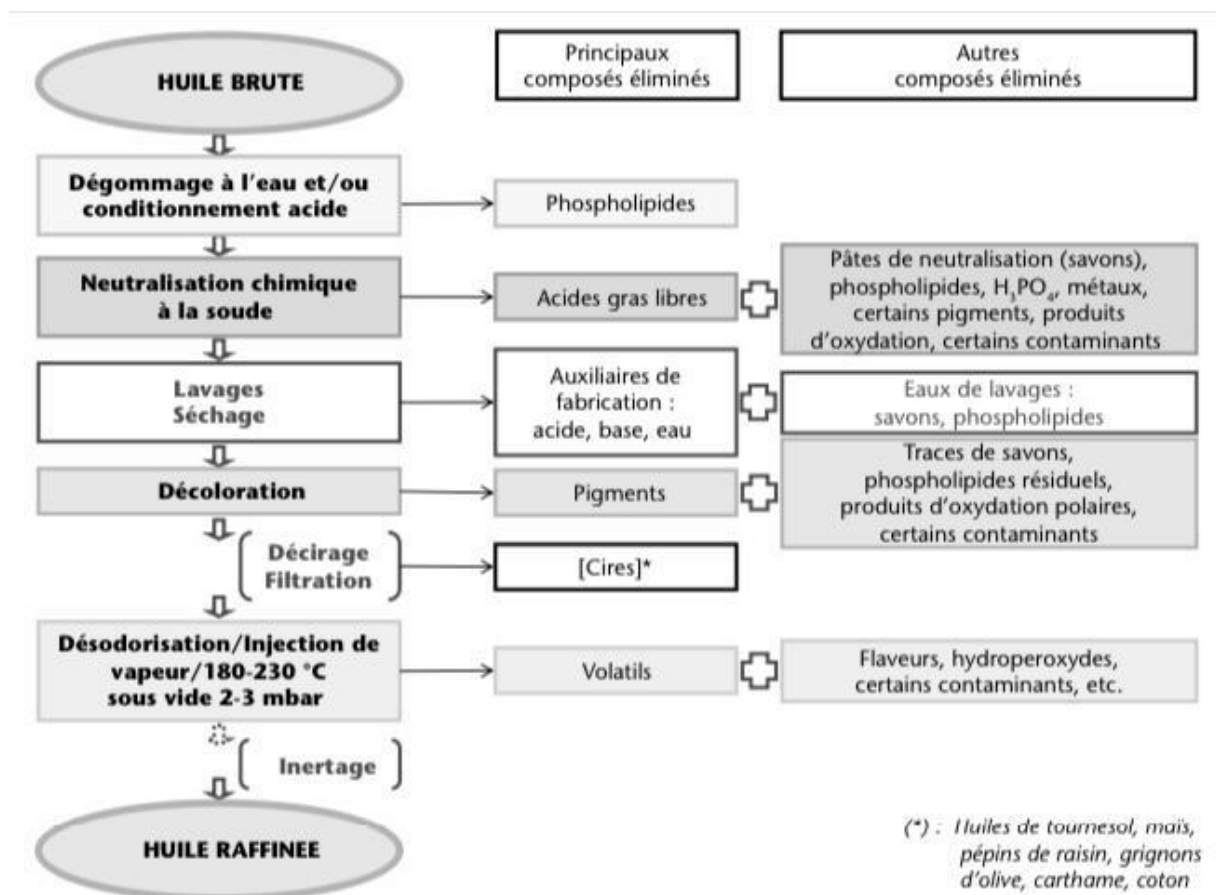


Figure 6:Schéma général du raffinage.

Caractéristiques de raffinage chimique :

- ✚ L'huile finie est cohérente et stable.
- ✚ Récupération de l'huile acide à partir du distillat.

- ✚ Produits d'importants volumes de pates de neutralisation.
- ✚ Excellente adaptabilité et moins exigence de qualité de l'huile.

II.2 Etapes de raffinage d'une huile alimentaire de SOJA dans la siof :

a) Préparation de l'huile brute :

La SIOF reçoit des réservoirs quotidiens d'huile de soja brute de Casablanca (COSTOMA) ou se trouve le dépôt de toutes les huilières du Maroc. Les citernes d'huile sont pesées, ensuite déchargées et stockées dans des cuves de stockage en acier inoxydable, au moyen de tuyaux munis d'un filtre destiné à retenir les éventuels corps étrangers. Le responsable de laboratoire effectue alors des tests pour contrôler la qualité de l'huile.

b) Démucilagination (dégommage) :

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile, elle permet de virer les huiles brutes des substances nommées mucilages qui sont des phospholipides, les lécithines, les complexes sucrés et autres impuretés contenues dans l'huile brute, l'ensemble de ces produits est souvent désigné sous le nom de gommes, qui sont nuisibles à la santé, à la conservation et aux opérations du raffinage de l'huile.

L'enlèvement parfait du phosphore constitue une opération très importante pour avoir une bonne qualité de l'huile.

Dans la société SIOF, l'opération de démucilagination se fait comme suit :

L'huile brute venant du bac de stockage est chauffée au moyen d'un échangeur thermique à plaques contre courant, l'huile par la suite est filtrée pour éliminer les substances grossières.

L'huile est après chauffée à 85-90°C dans un échangeur avec de la vapeur d'eau venant de la chaudière. Cette opération a pour but d'éliminer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact, ensuite on ajoute l'acide phosphorique (H₃PO₄) 75% dilué par une pompe pousseuse.

Le mélange (huile +acide phosphorique) passe par un mélangeur pour une bonne dispersion de l'acide dans l'huile, puis conduit vers le bac de contact pour un temps de séjour 15-20 min pour éliminer les mucilages.

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

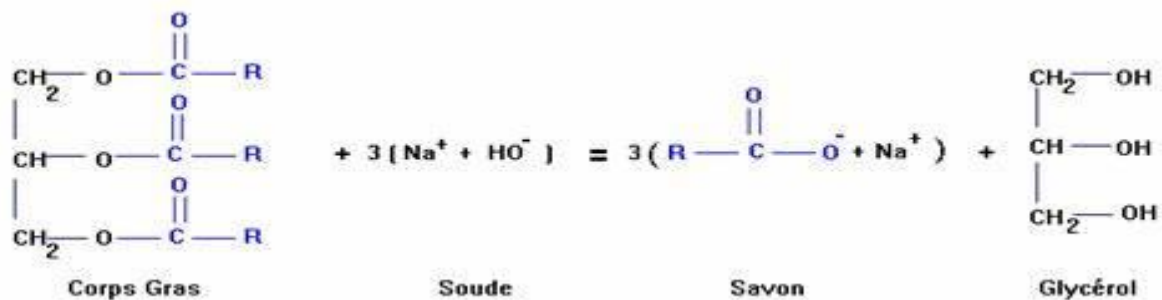
- Elle reforme la couleur de l'huile.
- Elle provoque l'altération de la qualité de l'huile.

c) Neutralisation :

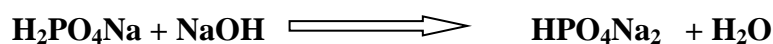
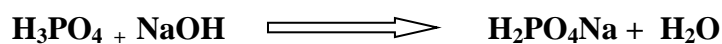
Cette opération consiste à neutraliser l'acide phosphorique d'un part, et d'autres part vise essentiellement à éliminer les acides gras libres, sont indésirables par l'huile, car ils sont des catalyseurs d'oxydation. La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés pates de neutralisation.

La neutralisation des acides gras libres en formant les savons :

Réaction de saponification : est une réaction chimique assez lente et exothermique. Pour accélérer cette réaction, il est possible de jouer sur différents paramètres tels que la température, ou encore utiliser un agitateur pour favoriser la rencontre des réactifs du mélange de soude.



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



- A l'aide d'une pompe pousseuse, la soude est injectée dans l'huile provenant du bac de contact 16 % à 18 % pour l'huile de soja et 20 % pour l'huile de grignons et

de tournesol, passe par un deuxième mixeur pour saponifier l'huile en deux phases :

Phase lourde : pate de neutralisation.

Phase légère : huile neutre.

- A la sortie de l'étape de neutralisation, l'huile neutralisée doit avoir les *caractéristiques suivantes* :

Acidité% : 0.04-0.06%.

Taux de savon (ppm) : 1000-1200 ppm.

Acidité de pate : plus de 60%.

d) Lavage :

Cette étape a pour but d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile sortante du séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et des impuretés.

Le lavage au sein de la SIOF s'effectue à l'aide de l'eau chaude 90°C et acidifié avec l'acide citrique, passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparée par centrifugation, l'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savons et une acidité moins de 0.04 %.

Les eaux de lavage contiennent encore de l'huile qu'ont récupérée par décantation.

e) Séchage :

C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité qui se trouve dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

La technique de séchage est simple, l'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous vide à une pression de 0.06 à 0.08 bars.

A la sortie du sécheur, on doit avoir les résultats suivant :

Acidité % : <0.06-0.08%.

Taux de savons (ppm) : <50 ppm.

Taux de phosphore : < 5 ppm.

Humidité :< 0.01 (qui était à l'entrée du sécheur entre 0.5 et 0.7%).

f) Décoloration :

A la sortie de neutralisation, et après le lavage et le séchage ; l'huile reste encore trop foncée pour être commercialisée, pour cette raison l'objectif de cette étape est d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore, et une partie du phosphore et les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

Sur le plan de la société SIOF, la décoloration se fait comme suit :

- 80 % de l'huile séchée passe directement vers un échangeur à spiral pour atteindre une température de 100°C puis vers le dé colorateur.
- 20 % de l'huile sortante de séchage passe vers un mélangeur de la terre actif. Pour avoir un bon mélange, il faut un temps de contact de 20 min, puis le mélange rejoint les 80 % de l'huile dans le dé colorateur.

Acidité : ≤0.1%

Taux de savons : ≤50 ppm

g) Filtration :

L'objectif de cette opération est de débarrasser l'huile de la terre décolorante qu'elle contient en suspension (terre usée).

L'huile après décoloration est envoyée vers un gros filtre à plaques poreuse (appelé NIAGRA) ou il y a une séparation liquide –solide. On récupère à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autres part une terre usée.

La filtration continue 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.

A la sortie de filtration on doit avoir les résultats suivant :

Acidité : $\leq 0.1\%$

Transmission : 30%

h) Désodorisation :

La désodorisation a pour but d'éliminer des substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréable à l'huile, ainsi les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation. Pour cela l'huile est chauffée à plus de 200°C sous vide, et de la vapeur d'eau est injectée en même temps, provoquant les produits olfactifs.

i) Fortification :

C'est la dernière étape de raffinage qui consiste à élever la teneur en principe nutritif des aliments au-dessus de la valeur considérée par les vitamines A et D₃, ces vitamines étaient présents dans l'huile brute mais sont dénaturées par la haute température du raffinage.

A la fin, l'huile est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère pour éviter l'oxydation.

II.3 Produits éliminés par le raffinage :

Le tableau ci-dessous représente les différents composés éliminés dans chaque étape de raffinage, ce sont les produits naturellement présents dans les huiles végétales :

Tableau 1 : Composants éliminés dans chaque étape de raffinage.

OPÉRATIONS :	COMPOSANTS ÉLIMINÉS :
Démulcination :	-phospholipides, glycolipides et composés protidiques.
Neutralisation :	-acides gras libres. -phospholipides résiduels. -composés métalliques. -composés de dégradation d'origine oxydative. -insecticides. -pesticides.
Lavage :	-savons, traces de soude. -phospholipides résiduels.
Séchage :	-eau.
Décoloration :	-pigments. -savons.
Désodorisation :	-acides gras libres. -substances volatils responsables de l'odeur et du gout. -peroxydes et produits de dégradation. -pesticides organochlorés, tocophérols.

II.4 Spécificité du produit :

Au terme de ce long processus de raffinage, le produit doit répondre aux critères suivants :

- ✚ Acidité inférieure à 0.1 %.
- ✚ Teneur en phosphore inférieure à 5 ppm.
- ✚ Taux de savon égale à 0 ppm.
- ✚ Teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile.
- ✚ Teneur en vitamine D=3000UI /100 d'huile.

- ✚ Absence d'humidité.
- ✚ Absence de chlorophylle et de carotène car ce sont des agents de photo-oxydation.
- ✚ Absence de fer et de cuivre car ce sont des catalyseurs d'oxydation.
- ✚ Absence d'odeur indésirable et de flaveur.

II.5 Conditionnement :

Le conditionnement est l'étape finale de la production, elle consiste au soufflage de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffiné.

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons. Ces derniers sont emballés dans des cartons ensuite dans des palettes et déposés dans le stock des produits finis.

La société SIOF constituée 2 lignes de production :

- **Une ligne ½ L / 1L**
- **Une ligne 2L / 5L**

Le remplissage du conditionnement se résume dans les étapes suivantes :

Soufflage : les préformes subissent un chauffage dans un four à lampe infrarouge pour que la matière devienne moule. Le soufflage est réalisé à 40 bars.

A l'aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale de la bouteille.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenues, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers le remplisseur.

Remplissage et capsulage : les bouteilles sont remplies par l'huile et sont immédiatement bouchonnées pour éviter toute contamination.

Étiquetage et datage : après avoir eu le rôle d'étiqueter les flacons en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C, un dateur électronique marque la date de production et d'expiration de l'huile.

Mise en carton : en fin les bouteilles sont dirigés vers une encaisseuse ou ils seront remplis dans des cartons qui sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

Chapitre 3 : Etude de la pâte issue de raffinage

INTRODUCTION :

Au cours de ce projet de fin d'étude, l'objectif consiste à valoriser la pâte de neutralisation provenant de l'unité de raffinage exactement de la neutralisation d'huile de SOJA à la soude. Elle généralement décomposée lors d'une opération dite de « cassage des pâtes ». Ce travail se fera à l'échelle de laboratoire pour déterminer la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour traiter cette pâte, et en déterminant son indice d'acidité, paramètre permettant de contrôler sa qualité.

Le traitement de la pâte par l'acide sulfurique concentré 98 % aboutit à la formation d'huile acide et aussi des eaux acidifiées.

Dans cette partie on va tout d'abord illustrer les différentes étapes et techniques de traitement de la pâte puis on va décrire les méthodes et modes opératoires utilisés.

III. Etude bibliographique :

III.1 Pâte de neutralisation :



Figure 7:Pâte de neutralisation d'huile de soja.

Appelé aussi pâte à savon, ou soap stocks, la pâte de neutralisation est un sous-produit de l'industrie de transformation des oléagineux, la pâte de neutralisation est composée d'un mélange de savons sodiques, d'huile neutre entraînée, d'eau et d'impuretés tel que les

mucilages, les phospholipides, et des composants organiques divers. Elle se présente comme une pâte à peu près fluide à température ambiante, sa couleur varie entre jaune et brun foncé selon l'huile dont elle provient.

III.2 Huile d'acide :

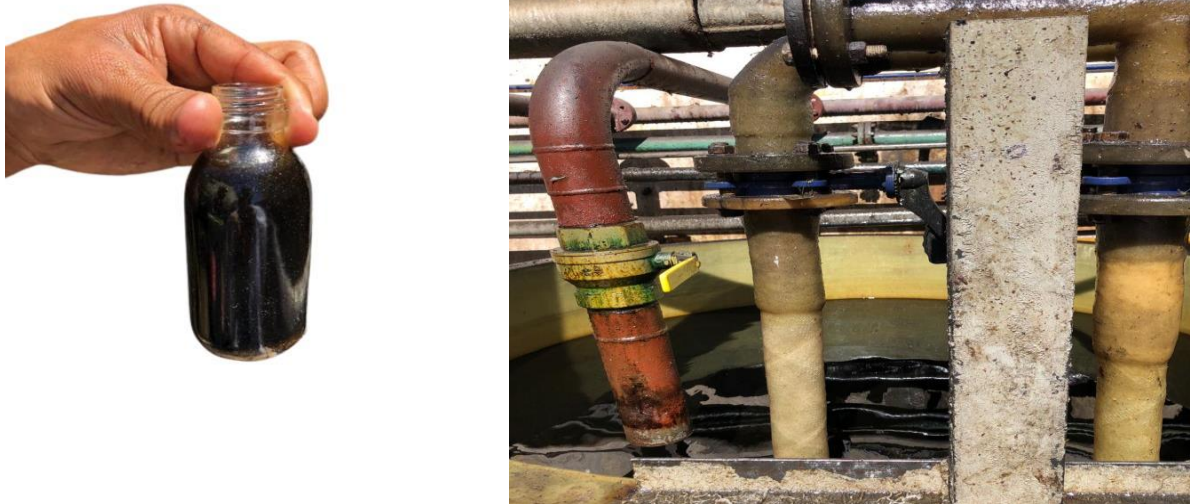


Figure 8:Huile d'acide.

c'est une huile noire issue de traitement de la pâte de neutralisation par l'acide sulfurique concentré, la dénomination de cette huile vient du fait qu'elle contient un grand pourcentage d'acide 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.

Remarque : l'acidité d'huile d'acide varie entre 50 % et 70 %.

III.3 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.

❖ **L'atelier de traitement de la pâte est composée de :**

- Quatre citernes de numérotation 6 à 9 (capacité : 10 tonnes), ces cuves servent pour le stockage de la pâte venant du raffinage, et elles sont équipées pour l'agitation, le chauffage de cette dernière à 90°C.
- Pompe d'acide sulfurique.
- Cuve 4 : traitement de la pâte par l'acide sulfurique.
- Cuve 1, 2 et 3 : stockage de l'huile d'acide
- Cuve 5 et 10 : stockage de l'huile acide si les grandes citernes sont pleines.



Figure 9: Réservoir d'acide sulfurique.



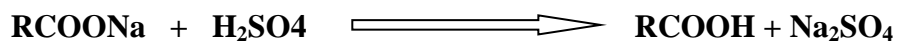
Figure 10: Atelier de l'unité de cassation de la pâte.

❖ **Méthode de traitement :**

- la pâte de neutralisation est envoyée de l'unité de raffinage vers les cuves de stockage par des pompes, diluée avec l'eau pour faciliter son transport.
- Dans ces cuves on chauffe la pâte avec une agitation continue qui se fait par un mélangeur statique.
- Le mélange est ensuite acheminé vers la cuve, en passant par la réaction avec l'acide sulfurique concentré.
- L'attaque par l'acide aboutit à la formation de deux phases principales : l'huile d'acide et les eaux acidifiées.
- Les eaux acidités sont purgées vers les égouts alors que l'huile d'acide est acheminée vers les grandes citernes pour Le stockage.

III.4 Réaction d'acide sulfurique avec de la pâte :

Reaction:



Role d'acide sulfurique:

- Transformer les savons sodiques en acides gras.
- Carbonise une partie d'impuretés.

III.5 Indice d'acide :

La signification de l'indice d'acide est le milligramme d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser l'acidité dans un gramme d'un corps gras.

L'indice d'acide et la teneur en acides gras libres sont des paramètres importants utilisés pour la caractérisation et l'évaluation de la qualité des graisses et des huiles alimentaires. Plus l'indice d'acide et la teneur en acides gras libre sont élevés, plus la qualité de l'huile est faible.

IV. Partie expérimentale :

IV.1 Cassation de la pâte :

Mode opératoire :

- ✚ On met une quantité de 30 g de pâte de neutralisation de l'huile de SOJA dans un bécher de 250 ml.
- ✚ Nous y ajoutons une quantité de 40 ml d'eau. Puis nous chauffons sous agitation.
- ✚ Une fois le mélange chaud, nous ajoutons l'acide sulfurique à l'aide d'une éprouvette jusqu'à ce que les deux phases soient bien distinctes.



Figure 11: Pâte avec de l'eau.



Figure 12: Cassation de la pâte huile de soja.

- ✚ On laisse le mélange refroidir.
- ✚ Nous prenons deux échantillons égaux de cette solution qu'on met dans la centrifugeuse, pendant deux minutes.
- ✚ Après on dose la quantité d'acide dans la pâte.

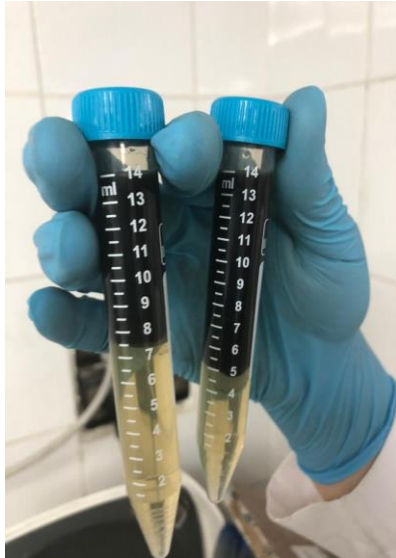


Figure 13: Solution avant centrifugation.

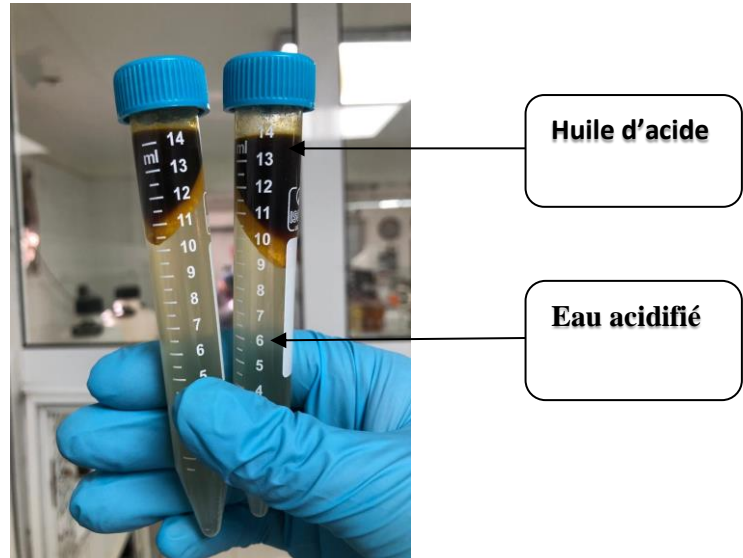


Figure 14: Solution après centrifugation.

IV.2 Dosage de l'acidité de la pâte :

Réactifs :

- alcool éthylique 95 % : solvant organique.
- Phénophtaléine : indicateur coloré.
- Une solution KOH (0.1 N) : pour neutraliser l'alcool.
- Une solution KOH (1 N) : pour le dosage d'huile acide.

Mode opératoire :

- ✚ Dans un ballon de 250 ml, on met 100 ml d'alcool éthylique.
- ✚ On ajoute quelques gouttes de phénophtaléine (2 à 3 gouttes).
- ✚ Puis on neutralise la solution en ajoutant KOH (0.1 N) jusqu'à l'apparition de la coloration rose.

- ✚ On tare ensuite le ballon contenant la solution.
- ✚ Par un compte-goutte, on prend une quantité de l'huile déjà préparé dans les tubes de centrifuges et on la met dans le ballon, on prend la masse de l'échantillon.
- ✚ On tire par KOH (1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rouge brique.



Figure 15: Zone de virage de dosage.

- ✚ On note le volume de KOH versé.
- ✚ Puis on calcule le taux d'acidité en utilisant cette formule :

$$\% \text{acidité} : (V \times N \times M_{(\text{acide oléique})} / PE \times 1000) \times 100$$

Avec :

V : volume de la solution de KOH (1N) versé en (ml).

PE: prise d'essai de l'huile acide en g.

M : masse molaire de l'acide oléique : ($C_{18}H_{34}O_2 = 282 \text{ g/mol}$)

N : la normalité de KOH.

Réactions chimique mise en jeu:



Remarque :

- ✓ le taux d'acidité d'huile acide de SOJA doit être compris entre 60 % et 70 %.

IV.3 Résultats et analyses :

Pendant cette période de stage, les mesures de l'indice d'acidité (pourcentage d'acidité) sont réalisées sur des échantillons de l'huile d'acide 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.

Tableau 2: Indice d'acide d'huile de SOJA.

L'EXPÉRIENCE :	LA PÂTE (G) :	L'EAU (ML) :	ACIDE SULFURIQUE (ML) :	PRISE D'ESSAI (G) :	L'ACIDITÉ(%) :
1	30	40	19	0.5	67.68
2	30	60	19	0.55	64.6
3	30	70	13	0.55	61.52
4	30	70	15	0.55	62
5	30	60	15	0.55	64.09
6	30	60	15	0.72	62.66
7	30	45	11	0.5	60.20
8	30	60	15	0.5	63.02
9	30	40	14	0.5	62.08
10	30	60	14	0.55	62.66
11	30	40	28	0.5	76.3
12	30	40	30	0.5	76.9

INTERPRETATION :

- Le tableau présente la variation d'indice d'acide en fonction du volume de H₂SO₄ concentré 98%.
- Si l'indice d'acide de SOJA est compris entre 60% et 70%, cela montre que la pâte est conforme aux normes de codex alimentaires.

- Pour le cas **d'échantillon 1**, on a utilisé 19 ml(H_2SO_4) /30g de la pâte ce qui donné 67.68% en indice d'acidité, la même quantité d' H_2SO_4 / 30g de la pâte a donné 64.6% d'indice d'acidité (**échantillon 2**), cette différence d'acidité est expliqué par la différence dans la composition du soap stocks puisque on la change chaque 30 min donc, les deux pâtes ne subissent pas la neutralisation en même temps d'où la différence de la teneur en acides gras libres et par la suite un écart d'acidité.
- D'après les analyses, nous constatons que lorsque l'huile d'acide a un pourcentage d'acidité adopté dans la norme, elle peut entrainer 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 d'acide sulfurique.
 - Supérieure à 70%, on diminue l'acidité par l'ajout de l'eau.
- Pour tous **les échantillons** sauf **11 et 12**, l'indice d'acide est compris entre 60% et 70% ceci explique que le volume choisi pour la cassation de la pâte est adéquat à sa composition d'où l'acidité est dans la norme.
 - Pour **les échantillons 11 et 12** dépassent la limite d'indice d'acide or la cassation de la pâte n'était pas de bonne qualité, ce qui nous a amené à utiliser un volume d'acide sulfurique plus élevé que ce qui est nécessaire.

Remarque :

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.

IV.4 Exploitation des résultats au niveau industriel :

L'objectif de 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.

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

A partir de **l'échantillon 1** :

Pour 30g (pâte) \longrightarrow 19 ml

1 tonne = 1000 Kg (pâte) \longrightarrow X ml

Donc X (H_2SO_4) = 633 333, 33 ml = 633, 33 L

La même chose pour les autres échantillons, on va calculer les volumes de H_2SO_4 pour 1 tonne de la pâte dans le tableau suivant :

Tableau 3: Volume de H_2SO_4 pour 1 tonne de la pâte de SOJA.

Echantillon :	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
$V_{H_2SO_4}$ pour 30g (ml)	19	19	13	15	15	15	11	15	14	14	28	30
$V_{H_2SO_4}$ pour 1 tonne (l)	633,3	633,3	433,3	500	500	500	366,6	500	466,6	466,6	Hors la norme	Hors la norme

INTERPRETATION :

Alors d'après les résultats présentés dans le tableau 3, on observe que la quantité de H_2SO_4 injecté varie d'une pâte à l'autre .Cette différence est causée par deux facteurs :

- ✓ L'acidité initiale de la pâte est assez élevée.
- ✓ La technique utilisée pour l'injection d'acide sulfurique afin de détecter la séparation de phase est mal maîtrisée.

CONCLUSION :

Le but de ce travail est de trouver un volume optimal d'acide sulfurique pour la cassation de la pâte à l'échelle de laboratoire.

- Si on utilise un volume de H_2SO_4 moins à la norme on n'aura pas la cassation de la pâte.
- Si on dépasse le volume de H_2SO_4 convenable on aura une très mauvaise cassation et par la suite un indice d'acidité très élevé.

En fin de compte, on ne peut pas donner un volume exacte vu la variation régulière de la pâte impliquant une différence dans la composition, ce qui influence son indice d'acide, le plus judicieux est de faire l'analyse des échantillons avant chaque attaque, ou bien installer une nouvelle pompe doseuse d'acide pour remédier à ce problème et permettre d'économiser une grande quantité d'acide sulfurique injecté.

Mon stage au sein de la société industrielle oléicole de Fès m'a permis de comprendre un procédé important qui est le raffinage des huiles notamment l'huile de SOJA, ce stage m'a fourni une méthodologie de travail et un esprit de conclusion et de critique des problèmes associés à ce domaine. C'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie de travail en équipe.

WEBOGRAPHIE :

<https://www.siofgroup.com/fr/presentation.html>

<http://www.materielhuilerie.com/raffinage-huile/>

<https://dictionary.cambridge.org/dictionary/english/contamination>

<https://memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/book/4929>