Année Universitaire: 2011-2012

# Filière Ingénieurs Industries Agricoles et Alimentaires



Rapport de stage de fin d'études

Amélioration du procédé de traitement de la pâte de neutralisation lors du raffinage de l'huile de soja, grignon et tournesol au sein de la SIOF

Réalisé par l'élève-ingénieur

## MRABET Abdelali

## Encadré par

- Mr. Y. ERRAFIK Directeur général adjoint de la SIOF
- Pr A. ALAOUI BELRHITI Professeur à FST-Fès

## Présenté le 27 Juin 2012 devant le jury composé de

- PrA. ALAOUI BELRHITI
- Pr A. BOUKIR
- Pr A. BOULAHNA
- Pr A. HOUARI
- PrO. EL FARICHA

Stage effectué à : Société Industrielle Oléicole de Fès (S.I.O.F)

FSTF SIOF

## Stage effectué à : Société Industrielle Oléicole de Fès (S.I.O.F)



## Filière Ingénieurs IAA

## Rapport de stage de fin d'études

Nom et prénom: MRABET Abdelali

Année Universitaire: 2011/2012

<u>Titre</u>: Amélioration du procédé de traitement de la pâte de neutralisation lors du raffinage de l'huile de soja, grignon et tournesol au sein de la SIOF

## Résumé:

Le traitement de la pâte de neutralisation ou soap-stock, sous-produit du raffinage des huiles alimentaires, par l'acide sulfurique à 98% aboutit à la formation d'huile acide et aussi des eaux acidifiées. Ce procédé présente plusieurs problèmes pour la société SIOF: consommation excessive d'acide sulfurique, corrosion du matériel lors du contact avec les eaux acidifiées en plus des risques des rejets acides sur l'environnement.

Au cours de ce projet de fin d'étude, nous avons été amenés à améliorer le procédé de traitement de la pâte. L'amélioration introduite à ce procédé consiste à économiser la consommation d'acide sulfurique et à réutiliser les eaux acidifiées afin de les affaiblir en acide.

Pour réaliser notre travail, nous avons commencé par des essais laboratoire, en utilisant la méthodologie du plan d'expériences (plan de Box-Behenken) pour déterminer la stœchiométrie de la réaction de la pâte et l'acide sulfurique, tout en déterminant la température de la réaction et la teneur en eau de cette pâte .

La deuxième partie des essais du laboratoire a été consacrée à l'amélioration introduite au procédé par le recyclage des eaux acidifiées, cette méthode nous a permis d'une part, d'économiser la moitié de la quantité d'acide sulfurique concentré, et d'autre part, de diminuer la teneur en acide des eaux d'une manière importante.

Ensuite, on a installé un pilote avec des quantités plus importante afin de vérifier notre procédé; les résultats obtenus concordent bien avec ceux trouvés lors des essais à l'échelle du laboratoire.

Vu les avantages de ce nouveau procédé, réduction de la moitié de la consommation d'acide sulfurique et la protection du matériel contre la corrosion : la société a entamé l'installation du nouveau procédé.

2

**Mots** clés:raffinage, traitement de lapâte de neutralisation, eau acidifiée, recyclage, amélioration, procédé, échelle du laboratoire, échelle pilote, plan d'expériences, huile acide, acide sulfurique, protection contre corrosion,

## Table des matières

Introdu	ıction générale1
Chapita	re 1 : SIOF :Société Industrielle Oléicole de Fès
1.	Historique
2.	Carte d'identification2
3.	Produits de la SIOF3
4.	Organigramme de la SIOF3
Chapita	re 2 : Processus du raffinage chimique des huiles alimentaires
1.	Aperçu général sur le raffinage des huiles alimentaires4
a)	Définition et objectif du raffinage4
b)	Produits éliminés par le raffinage5
2.	Procédé du raffinage7
a)	Schéma du procédé du raffinage d'huile brute de soja7
b)	Filtration8
c)	Préchauffage8
d)	Démucilagination8
e)	Neutralisation9
f)	Décirage12
g)	Lavage13
h)	Séchage13
i)	Décoloration14
j)	Filtration15
k)	Désodorisation16
3.	Produit fini
a)	Stockage17
b)	Conditionnement17
Chapit	re 3 : Amélioration du procédéde traitement de la pâte de neutralisation19
I. Co	mparaison entre le nouveau et l'ancien procédé de traitement de la pâte20
1.	Procédé 1 : Procédé actuel de traitement de la pâte de neutralisation20

a.	Schéma du procédé actuel	20
b.	Description de l'atelier	21
c.	Déroulement de l'opération du traitement	21
d.	Inconvénients de ce procédé	21
2.	Procédé 2 : Procédé amélioré pour le traitement des pâtes	23
a.	Plan du nouveau procédé	23
b.	Description	24
c.	Déroulement du nouveau procédé de traitement des pâtes	24
d.	Avantages du nouveau procédé :	25
3.Concl	usion	25
	termination de la stœchiométrie de la réaction de la pâte avec l'acido	
sulfurio	ue	25
1.	Introduction	25
2.	Délimitation du domaine d'étude.	26
3.	Stratégie de l'étude :	27
a)	Matériel et produits	27
b)	Protocole expérimental	27
4.	Plan d'experiences.	28
a)	Aperçu général	28
b)	Choix de plan d'expérimentation : plan de Box-Behnken	28
5.	Domaine d'étude	29
6.	Réponses expérimentales.	29
7.	Plan d'expérimentation.	31
8.	Résultats	32
a)	Résultats d'expérimentation par le plan Box-Behnken	32
b)	Analyse des résultats du plan de surface de réponse	32
d)	Fonction de désirabilité	37
e)	Conclusion de l'étude :	38
III.	Essais au laboratoire du nouveau procédé de traitement de la pâte	38
1.	Introduction	38
2.	Matériel et méthodes.	39
3.	Résultats	40
4.	Discussion	45

IV.	Installation pilote pour le traitement de la pâte de neutralisation	46
1.	Objectif	46
2.	Calcul des quantités à utiliser dans le pilote	46
3.	Installation d'unité pilote	46
4.	Déroulement des expériences	47
5.	Résultats	48
6.	Interprétation des résultats	49
7. pilot	Vérification d'affaiblissement des eaux acides par les essais es50	
a.	Mode opératoire	50
b.	Interprétation des résultats	52
	nénagement d'atelier detraitement pour la mise en marche du nouveau é	52
_	Etude de rentabilité du nouveau procédé	
Conclu	sion générale	55
Référei	nces bibliographiques	56
Annova		57

# Introductiongénérale

Dans un contexte mondial caractérisé par une flambée des prix des matières premières, toutes les entreprises oléicoles ont pour défi majeur l'optimisation des ressources matérielles, humaines et financières afin d'assurer leur continuité, rester compétitive et capable de conquérir de nouveaux marchés.

Les sociétés oléicoles visent à appliquer la loi de Lavoisier 'rien ne se crée, rien ne se perd, tout se transforme': cela se voit claire dans la valorisation des sous-produits du raffinage ou d'extraction, on prend par exemple le traitement de la pâte de neutralisation afin de produire l'huile acide utilisée par les savonneries, extraction et raffinage d'huile de grignon ainsi le grignon est utilisé comme combustible dans la chaudière, etc.

Durant mon stage PFE effectué à la société industrielle oléicole de Fès (SIOF), un des pionniers dans la production d'huile alimentaire au Maroc, j'ai été amené à travailler sur le procédé de traitement de la pâte de neutralisation par l'acide sulfurique concentré qui constitue pour l'entreprise un vrai problème : consommation excessive d'acide, l'effet des eaux acidifiées sur le matériel (détérioration par la corrosion) ainsi que le risque des rejets acides sur l'environnement.

Notre travail repose sur l'amélioration du procédé de traitement de la pâte de neutralisation qui consiste à un recyclage des eaux acidifiées afin d'économiser la quantité d'acide sulfurique et aussi avoir des eaux de purge avec une teneur faible en acide, pour la réalisation de ce travail, on a commencé par des essais à l'échelle du laboratoire puis on est passé par un pilote et enfin à une application à l'échelle industrielle.

Afin de développer avec clarté les démarches mises en œuvre pour atteindre cet objectif, notre plan se subdivisera en trois axes principaux.

Premièrement, nous présenterons la société industrielle oléicole de Fès (SIOF), plus précisément le site de Dokarrat, lieu du déroulement du stage.

Deuxièmement, nous présenterons le processus de fabrication de l'huile de table. Nous verrons en détail les quatre étapes clés du raffinage des matières oléagineuses, pour obtenir àla fin unehuile raffinée destinée à la consommation humaine avec respect des normes mises en vigueur.

Troisièmement, nous développerons l'amélioration du procédé de traitement de la pâte de neutralisation : sujet de notre stage. Enfin, nous terminerons par une synthèse concise des progrès apportés par notre travail à la société SIOF.

## 1. Historique

Créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée(SARL), la SIOFest une réalisation familiale 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 des olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve 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, 2et 5L).

❖ A partir de 1985, la SIOF s'est transformée en une société anonyme avec un capital de 30.000.000 DH, dont les actions sont reparties entre la famille LAHBABI.

**SIOF** 

❖ 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 5 L.

Dans le souci de vouloir être continuellement dans la course des nouvelles techniques, SIOF choisit rigoureusement ses moyens humains et matériels et pousse toujours plus loin à l'innovation et la qualité de ses produits.

## 1. Carte d'identification

Tableau 1.1 : Carte d'identification de la SIOF

Raison social	SIOF : société industrielle oléicole deFès		
Siège social	29, Rue Pictet Q.I Dokkarat - 30000 Fès		
	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 Dokkarrat, occupe une surface de 12000 m <sup>2</sup> pour		
	leraffinage d'huile alimentaire		
	Zone industrielle Sidi Brahim: une surface de 20000 m², assurant la		
	trituration des olives, la production de conserves d'olives et		
	l'extraction d'huile de grignon.		
Effectifs	320personnes dans les deux sites industriels		

## 2. Produits de la 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 premiersur 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 IDRISS* : huile d'olive vierge courante.
- ✓ *ANDALOUSSIA* : huile de grignon raffinée.
- ✓ **FRIOR** : huile de tournesol raffinée.

Tandis que l'usine de SIDI BRAHIM assurela trituration des olives, la productiondes conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon

## 3. Organigramme de la SIOF

FSTF SIOF

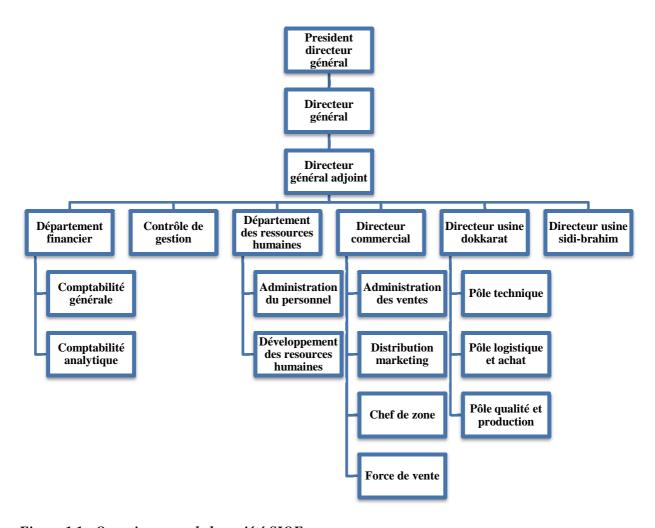


Figure 1.1 : Organigramme de la société SIOF

#### 1. Aperçu général sur le raffinage des huiles alimentaires

## a) Définition et objectif du raffinage

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation.

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

Le but du raffinage est d'éliminer les éléments mineurs indésirables qui peuvent être :

- Des constituants mineurs de l'huile, tel que les acides gras libres (AGL), les phospholipides (PL), les cires, les pigments, les produits d'oxydation, etc.
- Des contaminants, tel que des tracesde métaux ou de solvant, des pesticides qui peuvent venir des pratiques culturales, de l'environnement, ou encore des conditions de stockage des graines oléagineuses.

Tableau 2.1: Composition d'huile brute

Composition d'huile brute	
	Constituant majeur
Triglycérides	
	Constituants mineurs
Mono et di glycérides	
Acide gras	
Phosphatides	
Glycolipides	

Pigments :carotène, chlorophylle et ses dérivés

Tocophérols et tocotriénols

Alcool: aliphatique, stérols, terpènes

VitamineA, D,E,K

Hydrocarbures: aliphatique saturés ou insaturés d'origineterpénique

Cérides Esters Ethers Sucres libres

## Substance d'origine externe (contaminants)

Composés métalliques

Hydrocarbures: hexane, hydrocarbures aromatiques polycycliques

Produits phytosanitaires

Le raffinage s'effectue selon les opérations élémentaires suivantes:

- Démucilagination (ou dégommage) : elle permet de débarrasser les huiles des gommes après leur hydrolyse par un acide.
- Neutralisation: les acides gras libres sont les impuretés les plus présentsdans les huiles à raffiner.
   L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile.
   Elle se fait à l'aide de soude caustique suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.
- Décoloration : elle sert à éliminer les pigments qui sont des substances colorées naturelles d'origine minérale ou organiquecontenus dans l'huile. Cette élimination se fait par adsorption de ces agents colorants avec une terre décolorante.
- Filtration : cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante.
- Désodorisation : cette étape permet de débarrasser l'huile de son odeur désagréable par distillation sous-vide poussé à température élevée (180°C-220°C).

## b) Produits éliminés par le raffinage

Composés phosphorés ou phospholipides

Il s'agit de composés naturellement présents dans les huiles végétales. Ils sont constitués d'une molécule de glycérol estérifiée en 1 et 2 par des acides gras et en 3 par un phosphate. La partie phosphatidique est hydrophile ce qui facilite l'élimination des phospholipides par décantation après les avoir rendus insolubles par hydratation.

Les phospholipides sont des composés polaires ce qui explique un certain nombre de leurs propriétés : solubilité dans les solvants polaires, hygroscopicité et liaison avec des cations (Ca2+, Mg2+, Ni2+, Fe3+, ,etc.). Leurs propriétés émulsifiantes et tensio-actives gênent les opérations du raffinage si bien que leur élimination constitue le premier stade du procédé. Les teneurs en phospholipides des huiles brutes dépendent du mode de trituration employé et surtout de la matière première. Les phospholipides peuvent représenter 3% dans l'huile de soja et 1,5% dans celle de tournesol.

#### - Acides gras libres

Ils sont naturellement présents dans la graine où ils participent aux réactions biochimiques de liposynthèse. Ils proviennent également de réaction d'hydrolyse enzymatique des triglycérides qui se produisent dans les huiles brutes soit au cours de leur obtention, soit au cours de leur stockage.

L'élimination des acides gras libres s'effectue soit par voie chimique (neutralisation à la soude), soit par voie physique (entraînement à la vapeur). Elle constitue l'opération la plus délicate et la plus importante du raffinage.

#### - Glycérides partiels

L'hydrolyse des triglycérides conduit à la formation des acides gras, mais aussi à des mono et diglycérides. Ces composés, porteurs de la fonction ester, sont souvent considérés comme des agents émulsifiants très gênants pouvant entraîner des pertes importantes lors des opérations de centrifugation qui entrent dans le procédé de raffinage. De plus, leur présence dans les huiles raffinées augmenterait la tendance à la formation de mousse au cours des fritures "profondes". Étant donné qu'il n'existe pas de moyen simple pour les éliminer, il faut mettre tout en œuvre pour limiter les réactions d'hydrolyse.

## - Pigments

Le β-carotène se rencontre dans toutes les huiles végétales. C'est un colorant particulièrement sensible à la chaleur et à l'oxydation. Il est transformé en un composé incolore par hydrogénation.

La chlorophylle est présente en grande quantité dans les huiles d'olives et de colza et en faible quantité, dans les huiles de soja et de tournesol.

Les colorants d'origine oxydative sont responsables de la couleur brune de certaines huiles. Ils sont beaucoup plus gênants que les précédents car ils ne sont que peu retenus par les produits adsorbant utilisés pour décolorer les huiles.

## - Sucres libres et glycolipides

Ils proviennent des hydrates de carbone présents dans les graines au moment de la récolte. En donnant naissance à du glycérol et à des acides gras, ils permettent la biosynthèse des graisses dans les graines oléagineuses. Certains de ces composés forment avec l'eau des solutions colloïdales communément appelées "mucilages" qui sont émulsifiantes.

#### - Cires

Ce sont généralement des esters d'acides et d'alcools gras présents en très faible proportion, par exemple < 0,3% dans l'huile de tournesol brute. Elles sont responsables de l'apparition de suspension à température ambiante.

#### - Eau

Naturellement présente dans la graine, chargée d'impuretés solubles, il faut l'éliminer de l'huile brute aussi rapidement que possible (par centrifugation plus séchage sous vide par exemple) pour retarder les réactions d'hydrolyse enzymatique. La teneur en humidité des huiles brutes ne devrait pas dépasser 0,2%.

## 2. Procédé du raffinage

a) Schéma du procédé du raffinage d'huile brute de soja

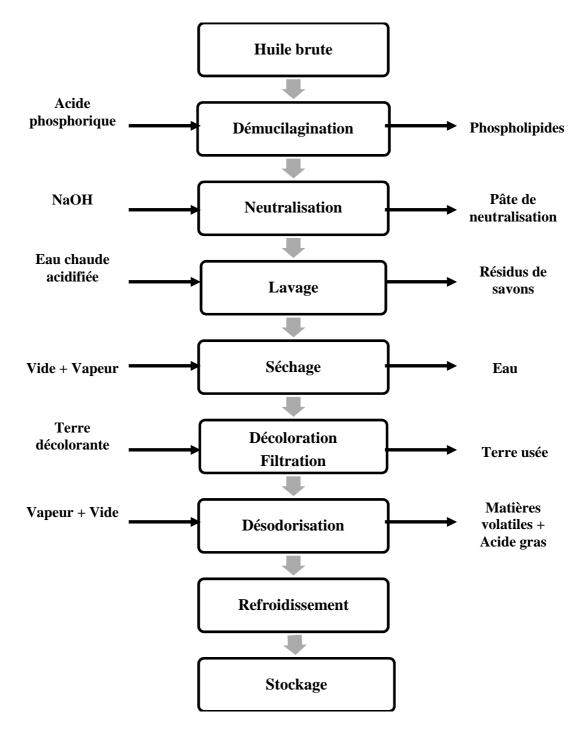


Figure 2.1 : Schéma du raffinage chimique d'huile végétale de soja

## b) Filtration

Avant de commencer le processus de raffinage, l'huile brute est filtrée par un système de filtres à double corps fonctionnant en alterné, permettant ainsi, en cas de colmatage, de régénérer un filtre sans stopper l'injection d'huile dans la chaîne. Cette filtration a pour objectif d'éliminer les particules solides présentes dans l'huile brute, susceptibles d'endommager les machines ou d'obstruer les canalisations.

<del>\_\_\_\_\_</del>

Figure 2.2: Filtre à double corps dans la SIOF

#### c) Préchauffage

Avant leur traitement, les huiles brutes doivent être chauffées, en deux temps, à une température de 70 - 85°C.

L'huile est d'abord envoyée vers un échangeur de chaleur à plaques où elle va échanger la chaleur par récupération avec de l'huile désodorisée. Cet échange de chaleur est gratuit puisque l'huile désodorisée doit être refroidie. A la sortie de ce premier échangeur l'huile brute à une température voisine de 65°C. Ensuite,l'huile brute passe dans un échangeur thermique à serpentin, faisant chauffer cette dernièrepar de la vapeur. L'huile quitte l'échangeur à une température comprise entre 85 à 90°C, alors que la vapeur perd sa chaleur latente et une partie de sa chaleur sensible avant de sortir de l'échangeur sous forme de condensats à 80°C.

#### d) Démucilagination

Appelé aussi le dégommage, cette opération consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (phospholipides, lipoprotéines, etc...).

Chimiquement, les mucilages sont des phospholipides ou des glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée ; ces mucilages sont floculés par addition d'eau chaude acidulée par l'acide phosphorique. Il suffit de centrifuger pour éliminer les produits d'hydratation des phospholipides.

La présence de phospholipides dans les huiles brutes entraine un certain nombre d'inconvénients:

- ✓ Les composés phosphorés, en présence d'eau, forment des précipités dits de « mucilage » qu'il est impossible d'admettre dans une huile livrée à la consommation.
- ✓ Les PL et autre substance partiellement hydrosoluble réduisent le rendement de l'opération de filtration (colmatage de filtre)
- ✓ Les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds (fer et cuivre) catalyseurs d'oxydation.
- ✓ L'élimination partielle des PL provoque l'apparition d'une coloration brune.

La technique employée à la SIOF consiste à injecter par une pompe doseuse d'acide phosphorique après dilution à des quantités estimées par l'opérateur, en moyenne  $1 \, \mathrm{cm}^3/h$  pour un débit d'huile de 9 t/h.Le mélange sera homogénéisé dans un premier mélangeur avant d'entrer dans une cuve dite de contact, cette dernière a pour rôle d'augmenter le temps de contact de 15 à 20 min et parfaire ainsi l'opération de la démucilagination.(T = 90 °C; P = 3 bars)

FSTF SIOF



Figure 2.3 : Bac de contact dans la SIOF

e) Neutralisation

La neutralisation par les bases élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément « pâtes de neutralisation » ou « soap-stocks ». Les pâtes contiennent également les mucilages, diverses impuretés et de l'huile neutre entrainée sous forme d'émulsion. Cette huile qui constitue l'essentiel des pertes du raffinage est un entrainement mécanique qui dépend, pour une part importante, du type de matériel et de son utilisation. En plus de cet entrainement, si l'opération est mal conduite, la soude peut non seulement neutraliser les acides gras, ce qui est le but recherché, mais aussi attaquer l'huile neutre par une saponification dite « parasite » qui diminue également le rendement, suivant la réaction indiquée ci-dessous :

Le but n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée avec un faible entrainement d'huile dans la pâte, mais aussi de laisser le moins possible de savon dans l'huile neutralisée, pour éviter les émulsions au cours des opérations ultérieures (lavages en particulier). Comme les savons sont insolubles dans l'huile mais sont solubles dans les acides gras, qui eux-mêmes sont miscibles dans l'huile, il faudrait pouvoir les neutraliser totalement, chose impossible puisque la réaction de neutralisation est de forme :

## RCOOH + NaOHR-COONs + H2O

Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude qui, s'il est mal dosé, peut entraîner des pertes importantes par saponification parasite. Les solutions de soude utilisées ont généralement une concentration comprise entre 15 °B (115 g/litre) et 40 °B (480g/litre).



Figure 2.4: Séparateur S1 dans la SIOF

#### **❖** Pâte de neutralisation

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

A la sortie de l'étape de neutralisation, la pâte à 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 entrainée sous forme d'émulsion dans la pâte.
- diverses impuretés.

L'aspect de la pâte de neutralisation change en fonction de la concentration de la soude utilisée :

- Les solutions concentrées de soude donnent des soap-stocks dures, visqueuses, qui, en refroidissant, peuvent devenir solides. Elles sortent difficilement des centrifugeuses et entraînent beaucoup d'huile neutre.
- Alors que, plus la solution de soude est diluée, plus il y a de risques de pertes par émulsion de l'huile dans l'eau.



Figure 2.5 : Echantillon de pâte de neutralisation

❖ 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 entrainée lors de raffinage.
- Acides gras libres.
- Phospholipides.
- Cires.

L'acidité d'huile acide varie entre 50% et 75%, plus le pourcentage d'acidité est faible plus la quantité d'huile entrainée au cours de la neutralisation est grande.



Figure 2.6: Echantillon d'huile acide

## ❖ Traitement de la pâte de neutralisation.

Le traitement de la pâte appelé aussi le cassage de la pâte se fait par l'ajout d'acide sulfurique concentré comme suite :



Figure 2.7 : Procédé de traitement de la pâte

L'attaque de la pâte, à chaud avec une agitation continue, par l'acide sulfurique aboutit à la formation de trois phases qui sont : l'huile acide, les eaux acidifiées et une interface ou émulsion appelé aussi : la boue.

#### f) Décirage

L'opération de décirage concerne seulement le raffinage d'huile de grignon et l'huile de tournesol.

L'huile neutre de grignon reçoit un 2<sup>ème</sup> traitement à la soude avant de passer par un échangeur qui va abaisser la température du mélange « huile/soude », la 2<sup>ème</sup> injection de soudea pour objectif de générer les savons dans l'huile, ce qui facilite la séparation des cires. Par la suite, l'huile subit un refroidissement dans un échangeur thermique à plaque échangeant à contre-courant l'huile avec l'huile entrante puis avec l'eau froide dans les tanks de maturation grâce à des serpentins existants dans les corps des maturateurs et dans lesquels circule l'eau froide. Le rôle de ces maturateurs est de diminuer la température d'huile jusqu'à 6°C dans le but de faire cristalliser les cires.

Le passage de l'huile d'un maturateur à un autre se fait en un temps suffisant pour la cristallisation des cires. Ensuite, l'huile est réchauffée aux alentours de 14°C par un échangeur à plaque pour subir une séparation.



Figure 2.8 : Cuves de décirageau sein de la SIOF

## g) Lavage

Il est réalisé par un ajout de l'eau chaude mélangéeavecl'acide citrique, cedernierest injecté à faible dose (1 cm³/h pour un débit d'huile de 9 t/h) et joue un rôle de régulateur d'acidité.

Le but de lavage consiste à éliminer la partie restante des savons et de soude en excès ainsi que les traces de phospholipides, de métaux et de toutes autres impuretés. La centrifugation permet la séparation de l'huile lavée et de l'eau de lavage.

Le mélange entre l'eau et l'huile est réalisé en continu avec une pompe mélangeuse. L'huile lavée contient une quantité faible en impuretés, mais garde néanmoins une certaine teneur en eau, qui pourrait être réduite par une opération de séchage.



Figure 2.9 : Séparateur de lavage au sein de la SIOF h) Séchage

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

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



Figure 2.10 : Sécheur au sein de la SIOF i) Décoloration :

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que très partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ses substances

- 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
- Les charbons actifs sont les seuls capables d'éliminer les hydrocarbures aromatiques polycycliques (Benzo-[a]-pyrène), qui peuvent être présents en quantité non négligeable dans certaines huiles végétales notamment, l'huile de grignon d'olive.

L'huile, la terre et le charbon actif doivent être mélangés dans une cuve munie d'un agitateur. La quantité de la terre activée varie de 0,2 à 1,2% pour l'huile de soja, de 0,2% à 0,9% pour l'huile de tournesol et de 0,4 à 2,5% pour l'huile de grignon, celle du charbon actif est de 10% par rapport à la terre activée.

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 3bars dans un serpentin 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.



Figure 2.11 : 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 acheminé vers les filtres à plaque puis les filtres à pochepour débarrasser l'huile des particules fines et des terres de décoloration.

- Pour l'huile de table destinée à la consommation ménagère, la transmittance est comprise entre 46 % et 72 % àune longueur d'onde de 420 nm.
- L'huile destinée à l'utilisation en industrie, qui est moins exigeante en terme de clarté, la transmittance peut être comprise entre 50 % et 80 %. Une transmittance élevée indique une coloration plus foncée et sombre.

## j) Filtration

L'huile doit être débarrassée de la terre en suspension qu'elle contient en suspension. Pour cela, des filtres à plaques appelés : NIAGARA sont utilisés.

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

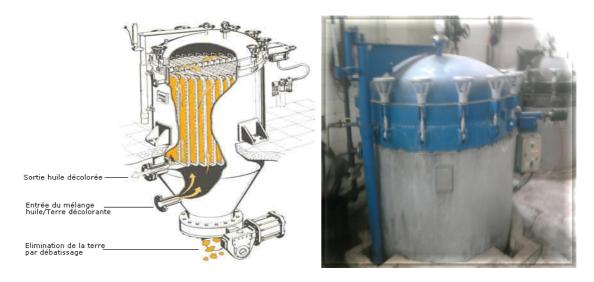


Figure 2.12 : Filtre à plaques au sein de la SIOF

#### k) Désodorisation

Cette opération permet de chasser toutes les odeurs dues aux acides gras, aldéhydes, alcools, cétones ou autres substances malodorantes et qui rappellent l'odeur des graines ou de l'huile brute, ainsi que certains pigments. Elle a également un rôle dans la décoloration puisque les matières colorantes autres que les chlorophylles et les carotènes, non éliminées au cours de l'étape de décoloration, sont éliminées par évaporation. Elle demande une très grande attention afin d'obtenir une huile finie de première qualité.

La désodorisation met en œuvre une série d'opérations :

- La dégazification destinée à éliminer l'oxygène dissout dans l'huile, par chauffage sous pression réduite.
- Le préchauffage, par échange thermique avec l'huile chaude désodorisée.
- 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). Il s'agit donc d'un entraînement à la vapeur des substances sapides ou odorantes qui sont plus volatiles que l'huile. La quantité de vapeur consommée varie entre 15 et 100 kg/tonne d'huile à désodoriser. L'augmentation de la quantité de vapeur injectée permet de diminuer le temps de désodorisation, mais le débit de vapeur est limité par l'entraînement mécanique de gouttelettes d'huile. D'autres composés sont aussi entraînés avec les substances odorantes, tels les acides gras libres, les stérols, les tocophérols, les hydrocarbures saturés et insaturés, etc.
- 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).
- **Filtration**: après refroidissement, les métaux chelatés, les particules d'huile polymérisée, et les traces de terre de décoloration sont éliminées (10 15 μm).
  - Fortification :cette étape consiste à un enrichissement en vitamines A, E et D<sub>3</sub> de l'huile désodorisée, en effet, ces vitamines initialement présentes dans l'huile brutes ont été dénaturées par la température élevée du raffinage. Le renforçage 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.



Figure 2.13 : Distillateur ausein de la SIOF

#### 3. Produit fini

#### a) Stockage

Le stockage de l'huile raffinée se fait dans des cuves spéciales en inox équipées d'un système d'injection d'azote. Cette injection se fait d'une façon périodique, elle protège l'huile raffinée de l'oxydation, par la création d'une couche empêchant la pénétration et le contact de l'air à l'huile.

#### b) Conditionnement

Le conditionnement, ou mise sous emballage, est l'ensemble des opérations visant à faciliter la distribution est la consommation de l'huile raffinée.

L'unité de conditionnement de la société SIOF comprend deux lignes de conditionnement, dont lapremière 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. Une photocellule capteur de présence est située 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.

## Objectif:

L'objectif du présent travail consiste à améliorer le procédé de traitement de 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.

Pour atteindre cet objectif, nous avons suivi les méthodologies suivantes :

- I. Explication de la différence entre le nouveau et l'ancien procédé de traitement de la pâte.
- II. Détermination de la stœchiométrie de l'attaque de la pâte par l'acide sulfurique : pour ceci, nous avons utilisélesplans d'expériences, puis nous avons traité les résultats obtenus par lelogiciel « NEMRODW » afin de déterminer la quantité d'acide nécessaire à ajouter à une quantité de pâte bien déterminée, tout en précisant la température de chauffage de la pâte ainsi que son humidité.
- III. Faire des essais au laboratoire concernant le nouveau procédé : ce procédé consiste à recycler les eaux acides, les expériences réaliséesseront répéter jusqu'à l'obtention d'un procédé stable, la répétition deces essais sera accompagnée par la détermination du bilan matière de chaque étape.
- **IV.** Essayer les améliorations apportées à ce procédé à l'échelle pilote qui comprend toutes les composantes et les moyens d'essais pour vérifier la faisabilité industrielle de notre procédé.
- **V.** Réaliser une étude de rentabilité en fonction de la consommation d'acide sulfurique pour déterminer en concret notre apport à la société SIOF.
- I. Comparaison entre le nouveau et l'ancien procédé de traitement de la pâte
- 1. Procédé 1 : Procédé actuel de traitement de la pâte de neutralisation
  - a. Schéma du procédé actuel

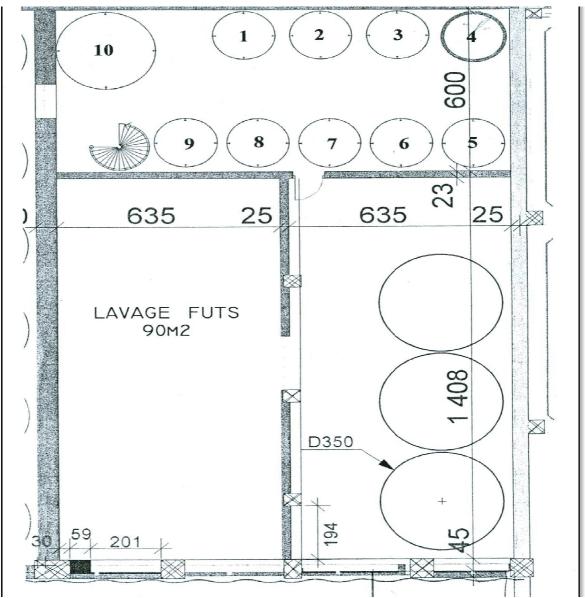


Figure 3.1 : Plan1 : Ancien atelier de traitement de la pâte

## b. Description de l'atelier

L'atelier de traitement de la pâte contient :

- 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, et elles sont équipées de serpentins pour le chauffage de la pâte à 90°C et d'agitateurs pour lesmélanger.
- 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 serventau stockage d'huile acide afin d'assurer une bonne décantation,ces citernes ne sont pas fonctionnelles.
- Cuves numérotées 10 et 5 pour le stockage d'huile acide si les grandes citernes sont pleines.

## c. Déroulement de l'opération du traitement

- La pâte de neutralisation est envoyée de l'unité de raffinage vers les cuves de stockage 6, 7, 8,9 par des pompes, diluée avec l'eau pour faciliter son transport.

- Dans ces cuves de stockage, la pâte est chauffée avec une agitation continue qui se fait par un mélangeur statique.
- Le mélange est ensuite acheminé vers la cuve en polyester « 4 » en passant par la réaction avec l'acide sulfurique concentré.
- L'attaque de la pâte par l'acide sulfurique aboutit à la formation de trois phases qui sont : l'huile acide, les eaux acidifiées et une petite phase entre les deux.
- Les eaux acidifiées sont purgées vers les égouts tandis que l'huile acide est acheminée vers les grandes citernes pour le stockage.
- L'huile acide sera stockée dans l'une des cuves 10 ou 5, s'il y a un problème dans les grandes citernes de stockage ou bien si elles sont pleines.

## d. Inconvénients de ce procédé

Le procédé actuel de traitement de la pâte présente plusieurs inconvénients :

- Consommation d'une quantité d'acide importante surtout dans l'absence d'une pompe doseuse en marche qui peut déterminer la quantité d'acide injecté.
- Evacuation des eaux avec une teneur en acide sulfurique élevée directement dans ce qui cause des énormes dégâts que ce soit pour le matériel ou pour l'environnement.

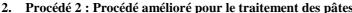
Le tableau ci-dessous montre la teneur en acide des eaux de purge :

Tableau 3.1 : Teneur des eaux de purge en acide sulfurique

Echantillon	Teneur d'eau en acide sulfurique(%)	Pâteutilisée
1	6, 34	Pâte d'huile de soja
2	7 ,16	Pâte d'huile de soja
3	14,16	Pâte d'huile de grignon
4	12 ,5	Pâte d'huile de grignon
5	13 ,8	Pâte d'huile de grignon
6	13 ,56	Pâte d'huile de grignon
7	5 ,2	Pâte d'huile de soja
8	8,1	Pâte d'huile de soja
9	7 ,8	Pâte d'huile de soja
10	6 ,9	Pâte d'huile de soja

Ainsi, ce procédé présente autresinconvénients :

- Une seule cuve en polyester limite la capacité de traitement des pâtes.
- Une bonne séparation entre l'huile acide et les eaux acidifiées nécessite un temps de décantation suffisant, cependant cela n'est pas possible à cause de l'insuffisance de cuve en polyester.
   Une mauvaise séparation entre l'huile acide et les eaux acidifiées cause la corrosiondes citernes de stockage.



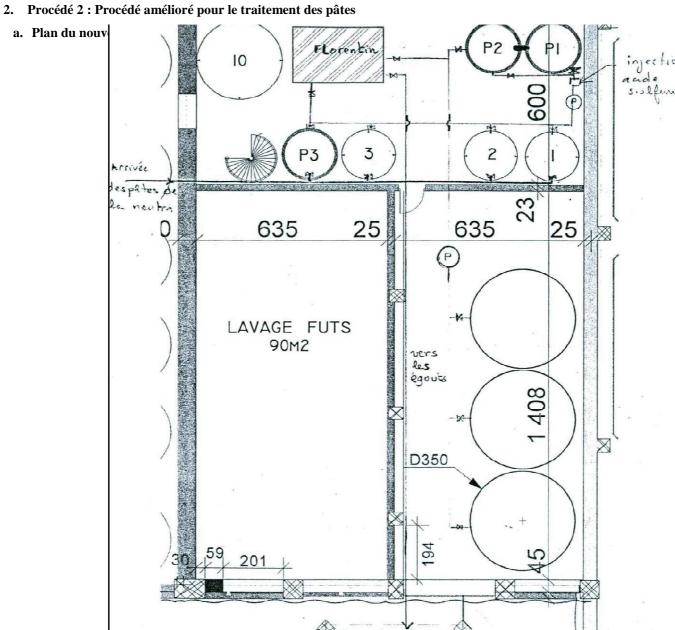


Figure 3.2 : Plan2 : Nouveauatelier de traitement de la pâte

## b. Description

Les modifications qui seront apportées à l'ancien atelier sont :

- Ajout d'une cuve de polyester P2 identique à l'ancienne (10 tonnes) à côté de l'ancienne P1 pour la récupération des huiles acides traitées.

- Elimination des trois anciennes cuves en acier 1,2 et 3.
- Enlèvement de la cuve 7 et ouverture d'une porte.
- Remplacement de la cuve 9 par une cuve en polyester P2 qui sert aulavage des huiles acides par l'eau.
- Un florentin pour la récupération des eaux de lavage de l'huile acide et de l'eau acide affaibli qui vient de la cuve P3 après sa réutilisation dans la préparation de la pâte.
- Une pompe pour l'acheminement des eaux de lavage et des eaux acidifiées (une faible concentration d'acide sulfurique) de florentin vers les égouts.

## c. Déroulement du nouveau procédé de traitement des pâtes

Après les changements apportés, le traitement va se dérouler comme suit :

#### Au temps T<sub>0</sub> : Début d'opération de traitement

- La pâte de neutralisation est envoyée du raffinage vers la cuve P3 par des pompes, diluée avec 10% d'eau pour faciliter son transport.
- Dans cette cuve la pâte est chauffée à 90°C avec une agitation continue
- Le mélange est ensuite acheminé vers la cuve en polyester « 4 » en passant par la réaction avec de l'acide sulfurique.
- L'attaque de la pâte par l'acide sulfurique aboutit à la formation de trois phases qui sont : l'huile acide, les eaux acidifiées et une petite phase entre les deux.
- L'huile acide est acheminée vers P2 pour le lavage avec l'eau, tandis que les eaux acidifiées sont acheminées vers la cuve P3 pour être recycler.

## Au temps T: Déroulement de traitement de la pâte avec la réutilisation des eaux acidifiées

- Arrivée de la pâte de neutralisation vers la cuve de stockage P3.
- Chauffage des pâtes dans cette cuve de stockage.
- Réutilisation des eaux acidifiées sur la pâte (préparation de la pâte) ce qui va les affaiblir en acide sulfurique.
- Après la décantation, ces eaux acidifiées seront acheminées vers le florentin tandis que la pâte va être stockée dansles cuves 1 ;2 ;3.
- Acheminement de la pâte vers la cuve P1 en passant par la réaction avec l'acide sulfurique concentré.
- Traitement des pâtes dans la cuve P1 et acheminement des eaux acidifiées vers la cuve P3 pour la préparation des pâtes de neutralisation.
- La cuve P2 sera utilisée pour la récupération et le lavage de l'huile acide obtenue, ces eaux de lavage seront stockées dans le florentin pour les rejeter dans les égouts.

## d. Avantages du nouveau procédé

- L'ajout d'une nouvelle cuve en polyester va permettre à la société d'augmenter sa capacité de traitement de la pâte.
- Réduction de la consommation d'acide sulfurique.
- Le lavage des huiles acides élimine les traces de l'acide sulfuriquerestantes dans l'huile.

- Une bonne séparation entre les eaux acidifiées et l'huile acide par l'augmentation du temps de décantation

**SIOF** 

- Protection du matériel de la société contre la corrosion car les eaux acidifiées ne seront rejetées qu'avec une petite teneur en acide sulfurique.

#### 3. Conclusion

L'amélioration du procédé de traitement de la pâte, va permettre à la société d'économiser l'acide sulfurique, d'améliorer la qualité des huiles acides et de conserver le matériel contre son endommagement par la corrosion suite au contact avec les eaux acidifiées.

#### II. Détermination de la stœchiométrie de la réaction de la pâte avec l'acide sulfurique

#### 1. Introduction

Le procédé actuel de traitement de la pâte présente plusieurs inconvénients :

- Consommation d'une quantité d'acide importante, surtout dans l'absence d'une pompe doseuse en marche qui peut déterminer la quantité d'acide injectée.
- Evacuation des eaux avec une teneur en acide sulfurique élevée directement dans les égouts, causant leurs endommagements par corrosion.
- Les eaux acides constituent un véritable danger pour l'environnement.

Cela est dû principalement à lanon connaissance de la stœchiométrie de la réaction acide sulfurique+pâte à savon, ainsi en moindre degré à la défaillance du matériel : la pompe doseuse et les équipements de chauffage par la vapeur.

L'objectif des premiers essais laboratoire, est de déterminer la quantité d'acide sulfurique nécessaire pour avoir une bonne séparation entre l'huile acide et la phase aqueuse, et d'obtenir ainsi une eau acidifiée avec une teneur faible en acide sulfurique.

#### 2. Délimitation du domaine d'étude

#### Les facteurs influant le traitement de la pâte :

Après l'analyse du procédé actuel de traitement de la pâte, et la discussion avec les fonctionnairesopérant dans cet atelier et les responsables de la société, on a pu déterminer trois facteurs principaux qui influent le traitement de la pâte :

- Facteur 1 : La quantité d'acide sulfurique comme étant le réactif pour le traitement de la pâte.
- <u>Facteur 2 :</u>La température de la réaction, afin d'accélérer la réaction et aussi de rendre la pâte plus souple.
- <u>Facteur 3</u>: L'humidité de la pâte, la dilution de cette dernièreest nécessaire pour pouvoir la pomper du raffinage jusqu'à l'atelier de traitement de la pâte.

#### Remarque

Pour le facteur agitation, on a choisi deux niveaux différents selonle stade d'expérience :

- Avant l'ajout d'acide : vitesse « 4 » de l'agitateur magnétique qui ressemble au mode d'agitation installé dans la cuve de la pâte.
- Après l'ajout d'acide : la vitesse « 5 » car la pâte et l'acide au moment du contact passe par un mélangeur statique avec une vitesse d'agitation importante.

## 3. Stratégie de l'étude

## a) Matériel et produits

Tableau 3.2 : Matériel et produits utilisés lors des manipulations

Tubieuu 5.2 . Maieriei ei produits utitises tors des maniputations				
	Balance			
	Chauffe ballon avec l'agitation			
	Burettes			
Matériel	Béchers			
	Ampoule à décanter			
	Ballons			
	Pipettes			
	Pâte de neutralisation qui vient directement de l'unité du			
	raffinage			
	Eau			
Produits	Acide sulfurique 98%			
	Hydroxyde de potassium 1N			
	Ethanol			
	Phénolphtaléine			

## b) Protocole expérimental

Dansun bécher de 500mL, on introduit 250g de la pâte avec une humidité entre 10 et 90%, cette pâteestchauffée à une température entre 70 et 100°C avec une agitation continue (vitesse 4 de l'agitateur magnétique), l'acide sulfurique 98% est ajouté ensuite progressivement à l'aide d'une burette, le mélange obtenu est transportédans une ampoule à décanter pour séparer les deux phases organique et aqueuse.

La teneur en acide sulfurique de la phase aqueuse ainsi que l'acidité d'huile acide (phase organique) obtenue par le dosage avec KOH (1N) sont enfin déterminées.



Figure 3.3 : Montage expérimental pour le traitement de la pâte par l'acide sulfurique

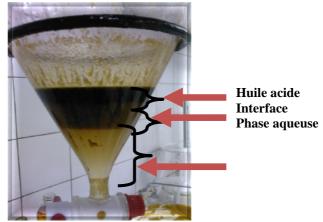


Figure 3.4 : Séparation entre l'huile acide et la phase aqueuse dans une ampoure a aecanter La réalisation des essais, a nécessité l'utilisation de la méthodologie de plan d'expériences afin d'organiser les expériences.

## 4. Pland'experiences

## a) Aperçu général

Les plans d'expériences constituent essentiellement une planification d'expériences, afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique. (Norme ISO 3534-3), ilsfont partie de l'ensemble des outils de la qualité qui permettent aux entreprises de progresser dans la maîtrise de la conception de produits nouveaux et dans la maîtrise des procédés de fabrication. Ils forment avec d'autres outils statistiques un ensemble cohérent d'une redoutable efficacité pour résoudre de nombreux problèmes de qualité.

Cependant, la méthode des plans d'expériences permet de conduire de façon rigoureuse les essais en vue d'un objectif parfaitement défini. Elle permettra, en outre, une diminution considérable du nombre d'essais par rapport aux techniques traditionnelles.

Mais plus encore, elle permettra une interprétation rapide, sans équivoque, des résultats des essais en fournissant un modèle expérimental du système étudié.

#### b) Choix de plan d'expérimentation : plan de Box-Behnken

On s'attend à des variations de la réponse correspondant à un modèle du second degré. Après avoir examiné le problème en détail, on retient un plan de Box-Behnken qui permet d'établir le modèle désiré et ne nécessite qu'un nombre restreint d'essais.

Ces plans permettent d'établir directement des modèles du second degré. Tous les facteurs ont trois niveaux : -1 ; 0 et +1. Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité : on peut entreprendre l'étude des (*k*)premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués.

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est illustré par la figure. Le cube possède 12 arêtes. On a l'habitude d'ajouter des points d'expériences au centre du domaine d'étude, en général trois. Le plan de Box-Behnken pour 3 facteurs possède donc (12 + 3) essais, soit 15 essais. On pourra remarquer qu'avec 4 points au centre au lieu de 3, on obtient un plan qui répond au critère de presque orthogonalité.

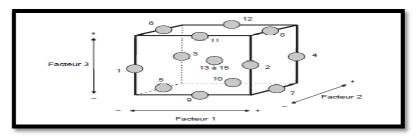


Figure 3.5 : Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs :Il y a douze points d'expériences au milieu des arêtes du cube et trois points au centre.

## 5. Domaine d'étude

Le tableau suivant représente les trois facteurs avec leur intervalle de variation.

Tableau III.2: Domaine d'étude des facteurs

	Facteur	Unité	Niveau	Valeur
v	Humidité	%	-1	10
$\mathbf{X}_1$			+1	90
v	Température	°C	-1	70
$\mathbf{X}_2$		C	+1	100
v	Quantité d'H2SO4	I	-1	5
$X_3$	Quantite d H2SO4	mL	+1	30

## 6. Réponses expérimentales.

Les réponses de nos essais seront la teneur en acide Y1 et la qualité de séparation Y2, comme le montre le tableau suivant :

Tableau 3.3 : Réponses associées au domaine expérimental choisi

	Réponse	Unité	Méthode de contrôle
Y1	Teneur en acide d'eau	%	Dosage acido-basique par KOH 1N
Y2	Qualité de séparation	De 1 à 6	Contrôle visuel

La notation de la qualité de séparation se fait par un contrôle visuel après la fin de l'ajout de d'acide sulfurique, la notation est de 1 à 6 et se fait comme suit :

Tableau 3.4 : Notation de la qualité de séparation

Numérotation	Caractérisation
1	Pâte n'est pas influencée par l'ajout d'acide
2	Formation de deux phases : eau - pâte à savon
3	Formation de trois phases : eau- huile – pâte à savon
4	Formation de trois phases : eau -huile - grande interface (entre huile et eau)
5	Formation de trois phases : eau -huile -petite interface
6	Formation de deux phases bien distinctes

FSTF SIOF

## 7. Plan d'expérimentation

Le plan d'expérience regroupant les 15 expériences est le suivant :

Tableau 3.5: Plan d'expérimentation

N°Exp	Acidesulfurique (mL)	Humidité (%)	Température (°C)
1	5.00	10.00	85.00
2	30.00	10.00	85.00
3	5.00	90.00	85.00
4	30.00	90.00	85.00
5	5.00	50.00	70.00
6	30.00	50.00	70.00
7	5.00	50.00	100.00
8	30.00	50.00	100.00
9	17.50	10.00	70.00
10	17.50	90.00	70.00
11	17.50	10.00	100.00
12	17.50	90.00	100.00
13	17.50	50.00	85.00
14	17.50	50.00	85.00
15	17.50	50.00	85.00

#### 8. Résultats

## a) Résultats d'expérimentation par le plan Box-Behnken

Tableau 3.6 : Résultats de plan d'expérimentation par le plan Box-Behnken

N°Exp	Acidesulfurique (mL)	Humidité (%)	Température (°C)	Teneur en H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (%)	Qualité de séparation
1	5.00	10.00	85.00	0.20	1
2	30.00	10.00	85.00	7.20	4
3	5.00	90.00	85.00	1.20	5
4	30.00	90.00	85.00	13.60	6
5	5.00	50.00	70.00	2.00	2
6	30.00	50.00	70.00	6.80	4
7	5.00	50.00	100.00	1.30	2
8	30.00	50.00	100.00	7.50	6
9	17.50	10.00	70.00	5.30	3
10	17.50	90.00	70.00	11.05	5
11	17.50	10.00	100.00	4.80	3
12	17.50	90.00	100.00	11.07	6
13	17.50	50.00	85.00	5.11	4
14	17.50	50.00	85.00	5.09	4
15	17.50	50.00	85.00	5.10	4

## b) Analyse des résultats du plan de surface de réponse

L'objectif de ce plan est d'avoir une surface de réponse. Cette dernière permet de suivre l'évolution des réponses « teneur en acide de l'eau » et « la qualité de séparation » en fonction des différents facteurs et par la suite, de choisir les conditions optimales pour avoir les réponses désirées.

L'analyse de la variance (ANOVA : Analysis Of Variance) permet de savoir si le modèle est globalement explicatif sur l'ensemble du domaine d'étude. Il existe deux types d'ANOVA

- ANOVA1 : analyse de la variance 1 : est effectuée pour tester l'effet des résidus ;
- ANOVA2 : analyse de la variance 2 : est réalisée pour tester la validité du modèle.

## i. Analyse de la réponse Y1 : la teneur en acide de l'eau

❖ Analyse de la variance de la teneur en acide de l'eau:

Tableau 3.7 : Analyse de la variance : réponse Y1 : teneur en acide de l'eau

Source de	Somme des	Degrés de	Carrémoyen	Rapport	Signification
variation	carrés	liberté			
Régression	200.4317	9	22.2702	222701.9148	3,03**
Résidus	11.5170	5	2.3034		
Validité	11.5168	3	3.8389	38389.5000	9,55
Erreur	0.0002	2	0.0001		
Total	211.9488	14			

\*\*\*: confiance > 99.9%;\*\*: confiance > 99.0%;\*: confiance > 95%.

D'après le tableau de l'analyse de la variance :

- Le test de signification de l'ANOVA 1 montre que la régression explique bien le phénomène étudié puisque le taux du risque est inférieur à 5%, donc le modèle choisi est explicatif.
- ➤ De plus, l'ANOVA 2 sur le défaut d'ajustement montre que le modèle pourrait être utilisé comme modèle prédictif puisque le test de signification est supérieur à 5%.

Les résultats de l'analyse de la variance, montrent clairement que le modèle est globalement explicatif et ne présente pas de défaut d'ajustement. En conséquence, le modèle peut être utilisé pour prédire la réponse dans n'importe quel point du domaine expérimental.

#### **\*** Effet des facteurs

Le tableau suivant représente les coefficients du modèle pour la réponse « la teneur en acide d'eau »

Tableau 3.8 : Effet des facteurs : réponse Y1

coefficient	valeur	Signif. %
b0	5.100	< 0.01 ***
b1	3.800	< 0.01 ***

b2	2.427	< 0.01 ***
b3	-0.060	0.216 **
b11	-1.602	< 0.01 ***
b22	2.053	< 0.01 ***
b33	0.903	< 0.01 ***
b12	1.350	< 0.01 ***
b13	0.350	0.0202 ***
b23	0.130	0.0910 ***

Les notations « \* », « \*\* », « \*\*\* » ont les significations suivantes :

```
***: confiance > 99.9%;**: confiance > 99.0%;*: confiance > 95%.
```

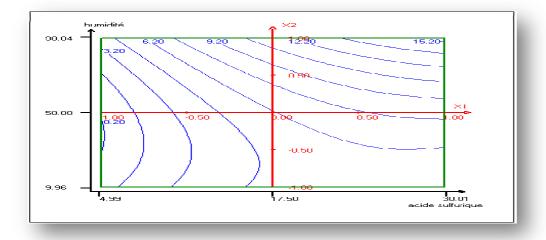
Les résultats mentionnés dans le Tableau 3.8, montrent que tous les coefficients ont un effet significatif.

## **❖** Modèle mathématique

D'après le tableau, les effets des facteurs sont tous significatifs, ce qui incite à les retenir tous dans le modèle proposé.

$$Y1 = 5.1 + 3.800 X_1 + 2.427 X_2 - 0.06 \ X_3 - 1.602 {X_1}^2 + 2.053 {X_2}^2 + 0.903 \ {X_3}^2 + 1,35 \ {X_1} {X_2} + 0.350 \ {X_1} {X_3} + 0.130 \ {X_2} {X_3}$$

## **\*** Etude graphique de la teneur en acide d'eau.



# Figure 3.6 : Variation de la réponse - teneur en acide dans le plan : acide sulfurique, humidité FACTEURS FIXES : - température = 85.00 °C

Cette surface de réponse présente un maximum avec une teneur de 13% d'acide sulfurique. Pourtant, notre intérêt est celui d'avoir une teneur en acide sulfurique la plus inférieure possible.

## ii. Analyse la réponse Y2 : la qualité de séparation

## **Analyse de la variance de la qualité de séparation:**

Tableau 3.9 : Variance de la réponse Y2 : qualité de séparation

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carrémoyen	Rapport	Signification
Régression	34.1833	9	3.7981	25.3210	0.208 **
Résidus	0.7500	5	0.1500		
Total	34.9333	14			

Le test de signification de l'ANOVA 1 montre que la régression explique bien le phénomène étudié puisque le taux du risque est inférieur à 5%, donc le modèle choisi est explicatif.

## **\*** Effet des facteurs

Le tableau représente les coefficients du modèle pour la réponse « la qualité de séparation ».

Tableau 3.10 : Effet des facteurs : réponse Y2

eurs : reponse 12				
Coefficient	Valeur	Signification%		
b0	3.000	0.0155 ***		
b1	1.250	0.0514 ***		
b2	1.375	0.0374 ***		
b3	0.375	4.06 *		
b11	0.125	56.6		
b22	0.875	0.800 **		
b33	0.375	12.0		

b12	-0.500	4.88 *
b13	0.500	4.88 *
b23	0.250	25.3

Les résultats mentionnés dans le tableau 3.10, montrent que tous les coefficients ont un effet significatif.

## **❖** Modèle mathématique

D'après le Tableau 3.10, les effets des facteurs sont tous significatifs, ce qui incite à les retenir tous dans le modèle proposé.

$$Y2 = 3 + 1.25X_1 + 1.375X_2 + 0.375X_3 + 0.125 X_1^2 + 0.875 X_2^2 + 0.375X_3^2 - 0.5 X_1X_2 + 0.5X_1X_3 + 0.25 X_2X_3$$

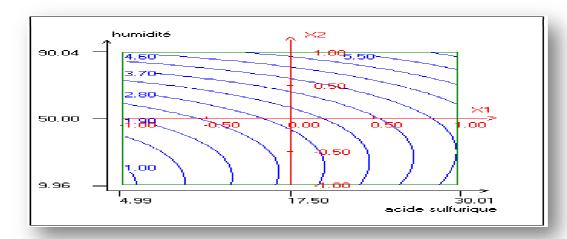


Figure 3.7 : Variation de la réponse - qualité de séparation dans le plan : acide sulfurique, humidité, FACTEURS FIXES : - température = 85.00°C

Cette présentation graphique présente une réponse maximum de 6,1 ; c'est-à-dire une bonne qualité de séparation.

#### c) Fonction de désirabilité

L'objectif de notre étude est d'avoir une qualité de séparation supérieure et une teneur en acide sulfurique inférieure, pour cela, on a procédé à l'introduction de la fonction de désirabilité.

Fonction de désirabilité élémentaire de la réponse (Y1) : teneur en acide sulfurique.

- Y1: on vise une teneur en acide de 3% avec comme maximum 6%.
- Y2 : On cible une qualité de séparation de 6 avec 5 comme minimum.

## Résultats de la fonction de désirabilité

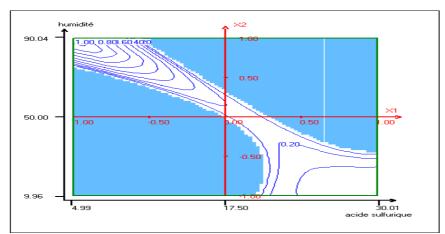


Figure 3.8 : Variation de la désirabilité dans le plan : acide sulfurique, humiditéFACTEURS FIXES :- température = 85.00°C

La surface en blanc dans la représentation graphique issue de fonction de désirabilité, représente tous les paramètres qu'on peut choisir pour avoir une qualité de séparation≥4 et une teneur d'acide sulfurique≤6%.

#### d) Conclusion de l'étude

L'objectif de nos essais au laboratoire était de déterminer les conditions d'acide sulfurique, de température et d'humiditéafin d'obtenir deux réponses liées entre elles :

- Réponse 1 : Une bonne séparation entre l'huile acide et la phase aqueuse
- Réponse 2 : Une phase aqueuse avec une teneur faible en acide sulfurique, cette réponse est recherchée après l'obtention de la réponse 1.

**SIOF** 

La réalisation de ces essais par la méthodologie de plan d'expérience, nous a aidés à quantifier ces facteurs et àchoisir les paramètres convenablespour traiter la pâte sans gaspiller l'acide sulfurique.

L'utilisation de la fonction de désirabilité apour but d'afficher les résultats de nos exigences: [qualité de séparation≥4, teneur en acide ≤6% acide sulfurique]

Pour atteindre une telle satisfaction, on peut travailler avec les paramètres suivants :

,		
Facteur	Valeur	
Acide sulfurique (mL)	8,56	
Humidité (%)	70	
Température (°C)	85	

Les réponses obtenues sont :

**FSTF** 

Réponse	Valeur
Qualité de séparation (notation)	5,03
Teneur de l'eau en acide sulfurique (mL)	2,87

#### III. Essais au laboratoire du nouveau procédé de traitement de la pâte

#### 1. Introduction

Cette deuxième partie consiste à faire les essais laboratoires concernant le nouveau procédé. L'amélioration introduite à ce procédé consiste à une réutilisation des eaux acides dans le traitement de la pâte avant de les envoyer dans les purges et cela pour:

- Réutiliser des eaux acides afin de les faire sortir avec un pH entre 2 et 3.
- Economiser l'acide sulfurique.

#### 2. Matériel et méthodes

On a utilisé le même matériel comme dans la première partie (page 27), mais on achangé la procédure de réalisation des essais.

La procédure de travail étant la suivante :

- Préparer 250g de pâte avec 70% d'humidité,
- Mettre la pâte dans le bécher et chauffer à 85°C tout en assurant une agitation à l'aide d'un barreau magnétique,
- Ajouter progressivement les 8,5 mL d'acide sulfurique,
- Laisser décanter le mélange dans une ampoule à décanter afin de séparer les deux phases formées,
- Mesurer la quantité de l'eau acidifiée et sa teneur en acide par un dosage acido-basique,
- Mesurer la quantité d'huile acide et son acidité,
- Préparer une nouvelle quantité de 250g de pâte avec 70% d'humidité et la chauffer à 85°C tout en agitant,

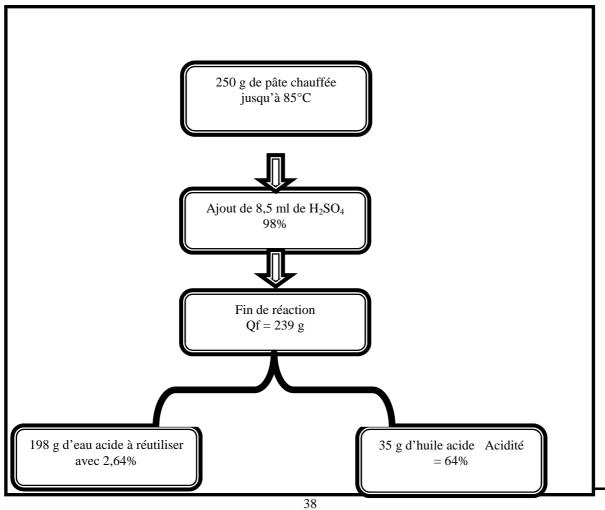
- Ajouter toute la quantité d'eau acide (réutilisation) puis laisser le mélange décanter.
- Déterminer la quantité de la pâte ainsi que la quantité des eaux acidifiées et leurs teneurs en H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>,
- Chauffer la pâte jusqu'à 85°C avec agitation,
- Ajouter l'acide sulfurique progressivement jusqu'à obtenir la séparation des deux phases,
- Séparer les deux phases dans une ampoule à décanter,
- Déterminer la quantité d'huile acide et celle de l'eau acidifiée avec la teneur en acide,

#### Remarque:

L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un procédé stable.

#### 3. Résultats

#### Premier essai:



## Deuxième essai :

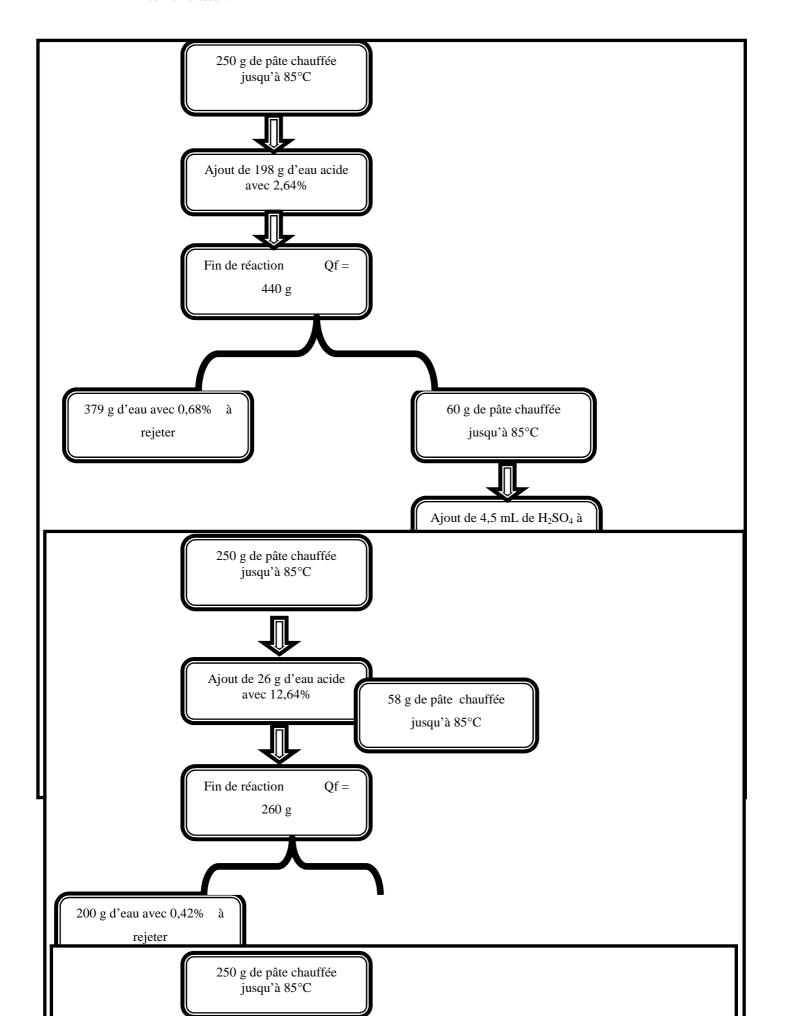
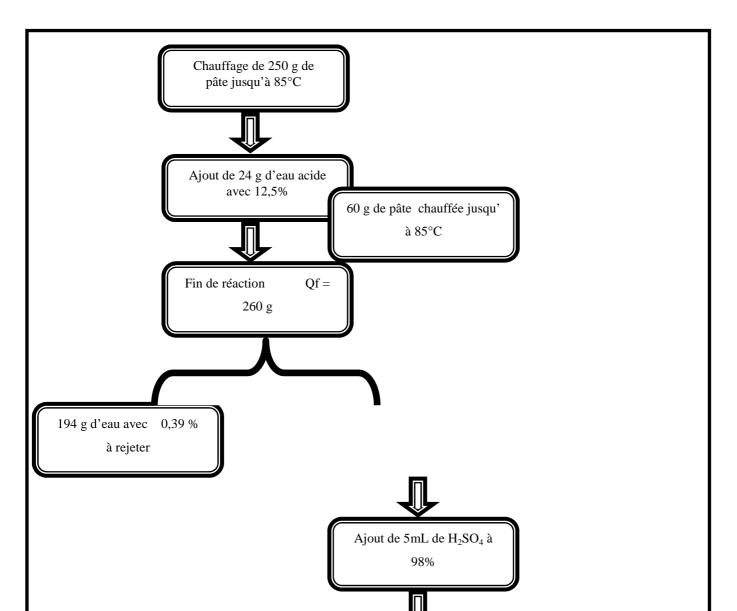


Figure 3.12 : Résultats du quatrième essai de traitement de la pâte par le nouveau procédé 
> Cinquième essai :



FSTF

L'amélioration introduite au procédé de traitement de la pâte, consiste à la réutilisation des eaux acidifiées, ce qui nous a permis de réduire leur teneur en acide sulfurique d'une manière remarquable: passage de 12% à environ 0,5%.

Ainsi grâce à cette méthode on a pu économiser la moitié de la quantité d'acide sulfurique utilisée : 8,5mL au début et 4,5mL après la réutilisation des eaux acidifiées.

Pourtant,l'objectif majeur reste d'avoir des eaux de purges avec un pH entre 2 et 3 mais cela reste non atteint même avec les améliorations du procédé de traitement de la pâte, car selon la courbe suivante qui représentelarelation entre la concentration d'acide sulfurique et son pH, la valeur de 0,5%(5g/L en acide sulfurique) correspond à un pH de 1.

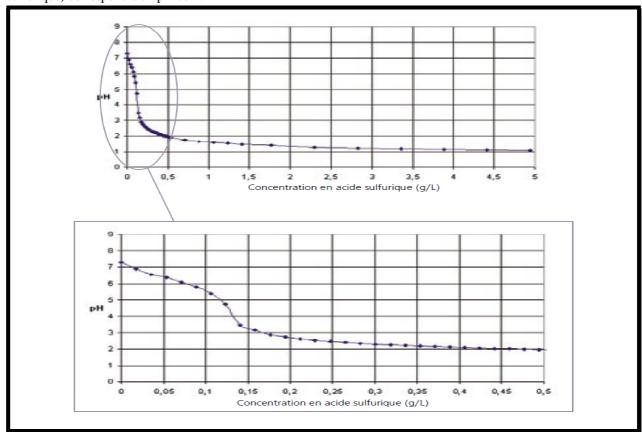


Figure 3.14: Variation du pH d'eau en fonction de la concentration en acide sulfurique

#### IV. Installation pilote pour le traitement de la pâte de neutralisation

#### 1. Objectif

L'objectif de cette installation pilote est de mettre en évidence les contraintes qui peuvent exister à l'échelle industrielle afin d'introduire les corrections nécessaires.

#### 2. Calcul des quantités à utiliserdans le pilote

A l'échelle industrielle on traite environ 20t/j.

A l'échelle laboratoire on a travaillé avec 250g.

X :la quantité intermédiaire à traiter dans le pilote pour qu'elle soit représentative et explicative On a:

250g => X => 20t/j

 $250g => X => 20.10^6 g$ 

Pour passer de 250g à 20.10<sup>6</sup> g, on a multiplié 250g par 100 donc X=25.10<sup>3</sup>g=25Kg

## 3. Installation d'unité pilote



Figure 3.15 : Installation du pilote pour la réalisation des essais du nouveau procédé

_		-	
•	Æge	nda	ρ
L	1C2C	ши	C

Degende	
1	Tuyau de vapeur pour le chauffage et aussi joue un rôle dans l'agitation
2	Cuve pour mettre la pâte et aussi l'eau acidifiée
3	Cuve pour mettre la pâte et aussi l'eau acidifiée
4	Petite cuve résistante à l'ajout d'acide sulfurique concentré sur la pâte
5	Vanne pour évacuer l'eau acide et la pâte de neutralisation

## 4. Déroulement des expériences :

On prend 25kg de pâte de neutralisation de soja dont 70% d'eau, on la met dans la cuve '2' et on commence le chauffage par la vapeur jusqu'à 85°C.

Ensuite on ajoute l'acide sulfurique concentré progressivement dans la même cuve, après la séparation entre deux phases organique et aqueuse et on obtient l'huile acide, on évacue la phase aqueuse dans '3' tandis qu'on récupère l'huile acide dans une autre contenance.

La phase aqueuse et l'huile acide seront quantifiées ainsi on déterminera leur acidité.

En deuxième phase d'expérimentation, on ajoute la pâte de neutralisation sur l'eau qui se trouve dans la cuve '3' et on chauffe à 85°C, puis on élimine l'eau tout en mesurant sa quantité ainsi sa teneur en acide.

La pâte ainsi traitée par l'eau acidifié, sera versé dans la cuve '4' pour qu'on ajoute l'acide sulfurique tout en chauffant par la vapeur jusqu'à l'obtention d'huile acide,

Finalement, on quantifie l'huile acide ainsi que l'eau acidifié, qui sera réutilisée, et on mesure l'acidité de d'huile et la teneur en acide des eaux.

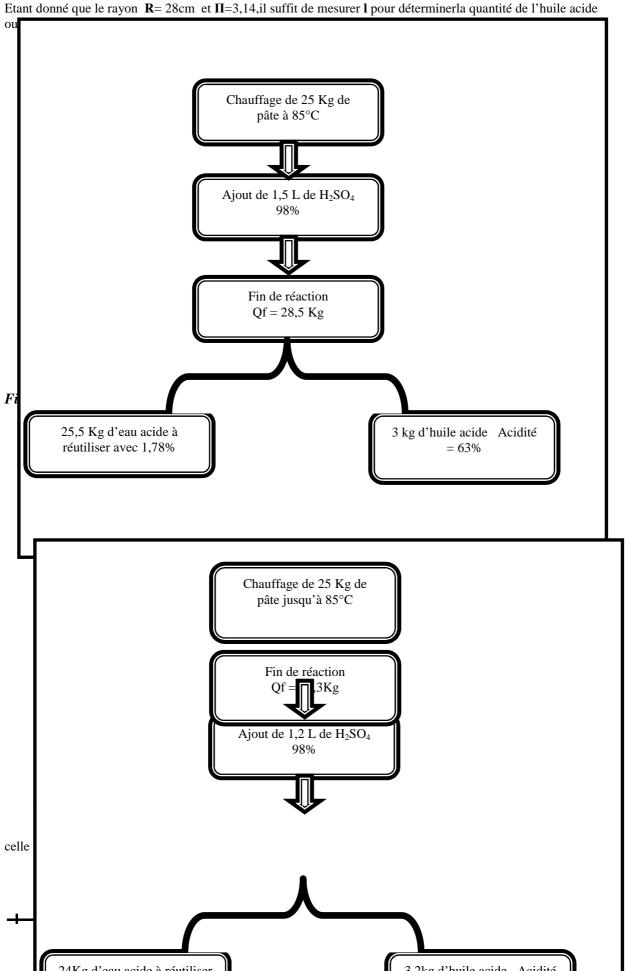
## REMARQUE

• La détermination de la quantité d'acide et d'eau se fait par la mesure de volume occupé dans la cuve par la relation

SIOF **FSTF** 

# $V=\frac{h.\Pi.R^2}{}$

Avec: h: hauteur (cm), R: rayon de la cuve (cm) (la cuve 2 et 3 de l'installation pilote; figure: 3.15; ont les mêmes dimensions)



Cette consommation excessive d'acide sulfurique est due principalement à la largeur de la cuve : l'acide sulfurique ajouté manuellement attaque une partie de la pâte avant d'entrer en contact avec l'eau et se dilue et donc on est dans le besoin d'ajouté plus d'acide.

Ce problème n'existe pas dans l'installation industrielle,parce qu'il y a un mélangeur statique au moment du contact de l'acide avec la pâte, avant d'être évacué dans la grande cuve en polyester.Pour des raisons techniques et financière, on n'a pas pu installer ce type de mélangeur dans notre pilote afin de déterminer la quantité d'acide sulfurique nécessaire qui sera à lamême grandeur quecelle trouvée au laboratoire. Pour cela, on va se limiter aux réponses concernant la vérification d'affaiblissement des acides.

## 7. Vérification d'affaiblissement des eaux acides par les essais pilotes

#### a. Mode opératoire

Afin de vérifier que la réutilisation d'eau acide aboutit à la diminution de sa teneur en ce dernier, on apréparé une solution de 2,5L d'eau acide à 12% d'acide sulfurique, qu'on va ajouter à 25kg de pâte à 70 % d'humidité.

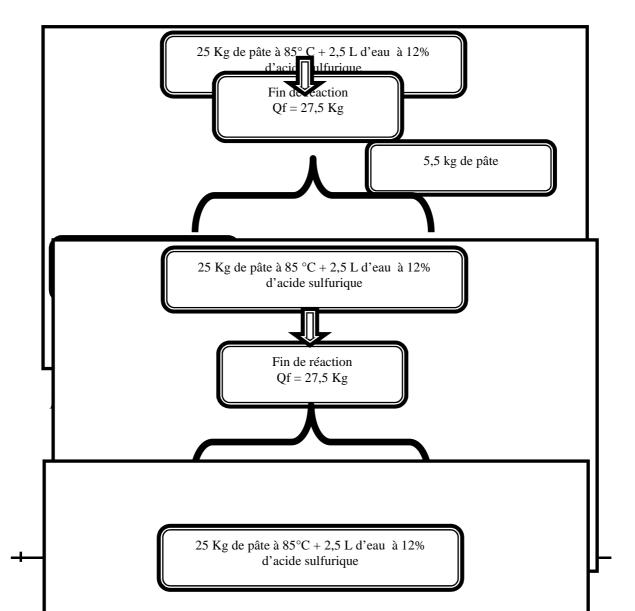
#### Remarque:

Afin de limiter l'augmentation d'humidité du mélange réactionnel pour ne pas diluer l'eau acide ajoutée, on va procéder comme suit :

- ➤ On trace la jauge qui indique le volume de 27,5L (on considère que 25Kg de la pâte correspond à 25L en plus de 2,5L d'eau acidifiée).
- > 70% d'humidité de pâte pour 25kg correspond à 17,5 kg d'eau, donc on prend 8,5 kg de pâte avec une humidité inférieure à 2(directement du raffinage) à laquelle on n'ajoute pas toute la quantité d'eau
- ➤ On met 8,5 kgde pâte et on ajoute 3/4 de la quantité d'eau, ainsi les 2,5L d'eau acide et on commence lechauffage par la vapeur d'eau, lorsque le mélangeatteint la température voulue, on complètepar 1'eau jusqu'à la jauge.

#### b) Résultats

#### > Premier essai:



FSTF



Figure 3.20: Vérification d'affaiblissement des eaux acidifiées sur l'installation pilote

#### b. Interprétation des résultats

La réutilisation des eaux acides à 12% sur la pâte aboutit à leur affaiblissement en acide cela se traduit par passage de 12 à 0,5%.

Ces résultats se concordent parfaitementavec les résultats obtenus dans les essais au laboratoire

Tableau 3.11 : Comparaison d'affaiblissement des eaux acidifiées entre les essais au laboratoire et les essais pilote

	Teneur en acide sulfurique des eaux acidifiées à recycler	Teneur en acide sulfurique des eauxde purge à rejeter
Essais au	26 g d'eau acide à 12,64%	200 g d'eau de purge à 0,42%
laboratoire	27 g d'eau acide à 12,8%	202 g d'eau de purge à 0,5%
	24 g d'eau acide à 12,5%	194 g d'eau de purge à 0,39%
	2,5 L d'eau acide à 12%	22 Kg d'eau de purgeà 0,7%
ssais pilotes	2,5 L d'eau acide à 12%	21,5 Kg d'eau de purge à 0,4%
	2,5 L d'eau à 12%	21 Kg d'eau de purge à 0,6%
ssais pilotes	2,5 L d'eau acide à 12% 2,5 L d'eau acide à 12%	22 Kg d'eau de purgeà 21,5 Kg d'eau de purge

Ces résultats obtenusparaissent satisfaisants, et on peut essayer notre nouveau procédé à l'échelle industrielle.

## V. Aménagement d'atelier de traitement pour la mise en marche du nouveau procédé

Afin de démarrer le traitement de la pâte par le nouveau procédé, la société SIOF a procédé à l'aménagement de l'atelier par la mise ne place des équipements nécessaires.

Pour cela la société a commencé par l'achat et l'installation de deux citernes en polyester:

P2 : cuve pour la récupération d'huile acide et son lavage par l'eau,

P3 : cuve supplémentaire pour la récupération d'huile acide,

L'aménagement de l'atelier comme le montre la *Figure 3.2* va se faire d'une manière progressive pour ne pas bloquer l'opération de traitement de la pâte.

#### Ancien atelier

L'ancien atelier contient 3 cuves qui servent pour la réception de la pâte,le chauffage avec l'agitation (image à droite).

Ainsi quatre cuves : une en polyester et trois autres pour le stockage d'huile acide qui ne sont pas en marche (image à gauche).







## VI. Etude de la rentabilité du nouveau procédé

L'étude de la rentabilité va se baser sur la comparaison entre les quantités d'acide sulfurique consommées et d'huile acide produite en 2011, et celles obtenues par les résultats du nouveau procédé (résultats des essais au laboratoire), selon les tableaux ci-dessous :

## ❖ Consommation d'acide sulfurique et production de l'huile acide en 2011

Tableau 3.12 : Consommation d'acide sulfurique et production d'huile acide en 2011

	Huile acide produite (kg)	Acide sulfurique 98%consommé (kg)	Prix acide sulfurique (DH/kg)	Prix total d'acide consommé(DH)
Résultats ancien procédé : 2011	1.277.800	382.195,5	2,15	821.720

### Consommation d'acide sulfurique et production de l'huile acide par le nouveau procédé

On va utiliser les résultats obtenus au niveau du laboratoire :

Tableau 3.13 : Consommation d'acide sulfurique et production d'huile acide par le nouveau procédé

	Huile acide produite (kg)	Acide sulfurique (kg)	Quantité d'ac sulf 98% en kg pour produire 1277800 kg d'huile acide	Prix total d'acide consommé DH
Résultats du nouveau procédé	35. 10 <sup>-3</sup>	9,2 .10 <sup>-3</sup>	335.880	722.142

#### ❖ Comparaison entre les deux procédés de traitement de la pâte de neutralisation

Tableau 3.14 : Comparaison de rentabilité des deux procédés de traitement de la pâte

	Nouveau procédé	Ancien procédé(2011)
Huile acide produite (Kg)	1.277.800	1.277.800
Quantité d'H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> consommée(Kg)	335.880	382.196
Prix d'acide sulfurique	722.142	821.720

consommé (DH)	
Gain (DH)	99.587 DH

Le nouveau procédé de traitement de la pâte nous permettra d'économiser une somme importante estimée à 99.587DH par an.Cependant ; l'investissement pour la mise en œuvre de ce dernier ne coûtera que 100.000DH au maximum qui va être amortie au bout d'une année.

# Conclusiongénérale

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, endommagement des conduites ainsi que la pollution de l'environnement par les rejets acides.

Dans cette étude, on a été amené à travailler sur l'amélioration du procédé de traitement de la pâte par l'acide sulfurique, cette amélioration consiste à recycler les eaux acidifiées.

La réalisation des essais au laboratoire, par la méthode de plan d'expériences nous a été très utile afin de déterminer la stœchiométrie de la réaction de la pâte avec l'acide sulfurique, tout en jouant sur sa teneur en eau, ainsi que sur la température de réaction. Suite à cela, les essais concernant l'amélioration de ce procédé par la réutilisation des eaux acidifiées, nous ont permisd'économiser la moitié du volume d'acide sulfurique ajouté pour l'obtention d'huile acide, et de diminuer la teneur des eaux acidifiées en acide sulfurique

Les résultats du laboratoire ont été très satisfaisants, ce qui nous a poussé de l'extrapoler à l'échelle pilote dans l'unité de production pour vérifier les résultats obtenus au laboratoire, afin d'introduire, si nécessaire, les actions correctives nécessaires. Par les essais pilotes, ona pu déduire que les améliorations du procédé de traitement de la pâte de neutralisation, va nous permettre d'économiser la moitié de la quantité d'acide sulfurique et aussi d'avoir des eaux de purge avec une teneur de 0,5% d'acide sulfurique dans l'eau.

Le nouveauprocédé de traitement de la pâte, va permettre à la société SIOF d'économiser environ 100.000DH/an de la quantité d'acide sulfurique consommée par rapport à la méthode de traitement usuelle.

La société aprocédé à l'aménagement de l'atelier afin d'installer les citernes nécessaires pour démarrer le traitement de la pâte en appliquant le nouveau procédé, et dont l'investissement global ne dépassera pas les 10 millions de centimes qui va être amortie au bout d'une année.

# Référencesbibliographiques

- Werner J. Bauer, Raphaël Badoud, Jürg Löliger, Alain Etournaud ;Science et technologie des aliments: Principes de chimie des constituants et de technologies de procédé.
- H. Desforges, Fabrication et raffinage des huiles végétales: Manuel à l'usage des fabricants, raffineurs, courtiers et négociants en huiles.
- M.A ELMJYAD, Mémoire de fin d'études filière ingénieur d'état en IAA à la faculté des sciences et de techniques de Fès: « optimisation du procédé de décoloration et de décirage d'huile de grignon au sein de la SIOF », juin 2010
- ❖ Cours : plan d'expériences, Pr. E.M.EL HADRAMI et Pr M. ELASRI, année universitaire : 2011-2012

- ❖ Bilan matière 2011 de production d'huile acide et la consommation d'acide sulfurique de la société SIOF
- ❖ Manuel interne des techniques de laboratoire de la société SIOF
- \* webographie:
  - http://www.azaquar.com
  - http://www.internationaloliveoil.org

## Annexes

## Méthode de dosage d'acidité d'huile acide :

L'acidité est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage % d'acide oléique.

## Mode opératoire :

- Faire une prise d'essai.
- Ajouter de l'alcool et quelques gouttes de phénolphtaléine tant qu'indicateur coloré.
- Titrer par KOH(1N) jusqu'au virage du bleu violet.

## Expression des résultats :

L'acidité est donnée par la formule suivante :

 $A=(V \times N \times PM)/PE$ 

Avec:

FSTF

- V : volume de KOH versé en ml
- PM : poids moléculaire de l'acide oléique= 282 g/mol.

## Méthode de dosage de la teneur d'eau en acide sulfurique :

#### Mode opératoire

- Faire une prise d'essais
- Ajouter quelques gouttes de de phénolphtaléine tant qu'indicateur coloré.
- Titrer par KOH (1N) jusqu'au virage du bleu violet.

#### Expression des résultats :

➤ Le calcul de la normalité de la solution acide :

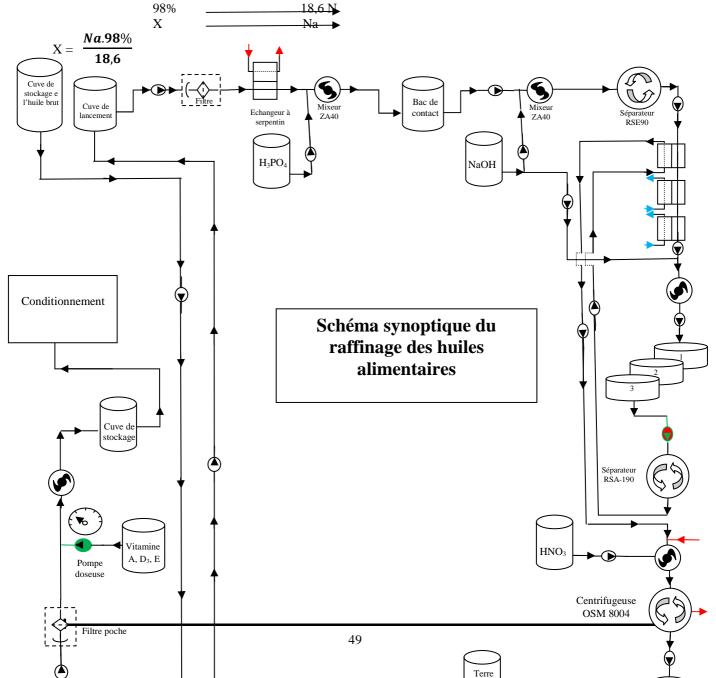
$$Na. Va = Nb.Vb$$

$$Na = \frac{Nb.Vb}{Va}$$

#### Avec:

- Na : la normalité de la solution acide recherchée.
- Nb : la normalité de KOH (Na= 1N).
- Va : le volume de KOH versé en ml.
  - > Détermination du pourcentage d'acide sulfurique :

Une solution d'acide sulfurique concentrée à 98% a comme normalité 18,6 mol eq/L



## Spécification d'huile de soja après chaque étape de raffinage

## Réception

Acidité : M = 1.5%.Phosphore < 200ppm.</li>

- Humidité et impureté : M = 0.3%.

#### Neutralisation

- Acidité : M =0.06% - Savons : M= 1400 ppm.

## Lavage

- savon: M = 50 ppm

#### Séchage

- Acidité < 0,06 %.

- Humidité < 0.08%.

- Savon < 50 ppm.

- Phosphore <15 ppm.

#### Décoloration

- Savon : néant.

- Phosphore < 10ppm.

- Chlorophylle < 0 .02 ppm.

- Acidité < 0.08%.

#### Désodorisation

- taux de phosphore < 6 ppm.

- Savon : néant.

- Transmission < 50%

- Impureté : néant.

- Acidité < 0.08%.

- Humidité < 0.04%

Ingénierie IAA MRABET abdelali



## Université Sidi Mohammed Ben Abdellah Faculté des Sciences et Techniques

FST FES

www.fst-usmba.ac.ma

\_\_\_\_\_