

Abréviations

Abréviations	
SA	Société anonyme
L	Litre
HB	Huile brute
AC.HB	Acidité d'huile brute
M	Huile démuclaginée
S1	Huile neutralisée
HS	Huile séchée
ED	Entré de désorisateur
°Be	Degrée baumé
TS.HB	Taux de savon d'huile brute
AC.S1	Acidité d'huile neutralisée
TS.S1	Taux de savon d'huile neutralisée
AC. Pâte	Acidité de la pâte

Sommaire

Introduction	1
Chapitre 1 : Présentation de la SIOF.....	2
<i>A. Aperçu de la SIOF</i>	3
1. Historique.....	3
2. Présentation.....	4
3. Organigramme.....	4
<i>B. Présentation de l'huile élaborée par SIOF</i>	5
1. Huile de soja.....	5
2. Huile de tournesol.....	6
3. Huile d'olive.....	7
4. Huile de grignon.....	8
Chapitre 2 : description du processus de raffinage de l'huile de soja et les différentes analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF.....	9
I. <i>Introduction</i>	10
II. <i>Raffinage</i>	11
1) Définition.....	11
2) Principe.....	11
III. <i>Les étapes du raffinage de l'huile de soja</i>	13
❖ Préparation de l'huile.....	13
❖ Démucilagination (ou dégomme).....	13
❖ Neutralisation.....	14
❖ Lavage.....	16

❖ Séchage.....	17
❖ Décoloration.....	18
❖ Filtration.....	19
❖ Désodorisation.....	20
❖ Fortification.....	21

<u>IV. Différentes analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF.....</u>	<u>22</u>
---	-----------

Chapitre 3 : Optimisation des pertes d’huiles au niveau de la pâte de neutralisation à l’échelle du laboratoire et à l’échelle industrielle.....24

I. Situation de la problématique25

II. Analyses effectuées au niveau de la neutralisation26

a. Analyse de la pâte de neutralisation.....	26
b. Dosage de l’acidité de l’huile.....	27
c. Dosage du taux de savon.....	28

III. Résultats expérimentaux28

a. impact de la température d’huile sur le rendement.....	29
b. impact de temps de séparation sur le rendement	30
c. impact de la concentration de la soude sur le rendement.....	32
d. Impact de la contre-pression de séparateur sur le rendement.....	33

Conclusion générale.....36

bibliographie.....37

Introduction

Le secteur des industries agroalimentaires est l'un des piliers de l'économie marocaine avec un chiffre d'affaires de plus de 60 milliards de dirhams. Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur.

Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés anti-oxydantes.

Les huiles alimentaires sont extraites à partir des plantes oléagineuses. Ces dernières sont des plantes qui fournissent des matières grasses (de l'huile), soit à partir de leurs graines, comme le colza, le Soja, le noyau de palme ou le tournesol, soit à partir de leurs fruits comme la palme et l'olive.

Parmi ces produits, il y a l'huile brute de soja qui passe par un traitement de raffinage pour produire une huile raffinée de bonne qualité et avec un bon rendement.

Le présent travail a pour objectif l'optimisation des pertes d'huiles de soja au niveau de la pâte de neutralisation du procédé de raffinage. Ce contrôle, par conséquent, de l'huile est important pour minimiser les pertes en matières.

Mon rapport sera présenté en trois chapitres :

- **Chapitre 1** : Présentation de la SIOF.
- **Chapitre 2** : description du processus de raffinage de l'huile de soja et les différentes analyses effectuées dans le laboratoire.

- **Chapitre 3** : L'optimisation des pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation.

Chapitre 1 :

Présentation de la SIOF

A. Aperçu de SIOF :

1 : Historique :

La **SIOF** «Société Industrielle Oléicole de Fès » est considérée parmi les sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives, avec un capital qui atteint 30.000.000dhs, le chiffre d'affaire plus de 200 millions dont les actions sont répartis entre la famille LAHBABI (9 associés).

La **SIOF** a été créée en **1961** sous forme d'une société à responsabilité limitée (S.A.R.L), l'activité de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.

En **1972**, la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour les matériaux nécessaire au remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (½ l, 1l, 2l, 5l).

En **1977**, et grâce à cette nouvelle installation, la société est devenue un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits.

En **1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au lancement de la première campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du Royaume, le recrutement des représentants et surtout l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) avec deux matériaux de remplissage. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

En **1980**, et afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage d'une capacité de 30000 tonnes par an.

A partir de **1985**, elle s'est transformée en une société anonyme S.A avec un capital de 52 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

En **1993**, l'entreprise a mis en place une raffinerie d'huile brute à base de soja.

En **1994** : recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise.

En **2003_2004** : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (poly-éthylène-téréphtalate--type de plastique--) pour le conditionnement des huiles en forme ½ l, 1l, 2l, 5l.

2. Présentation :

Actuellement, La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1^{er} se situe à la zone industrielle **Sidi Brahim**, s'étend sur une superficie de 20000 m² assurant la trituration des olives et la production des conserves d'olives.
- Le 2^{ème} se situe à la zone industrielle **Dokkarat**, occupe une superficie de 1200 m² assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3^{ème} se situe à Ain **Taoujta** nommé **ELHAMD**, occupe une superficie de 2000 m², assure l'extraction de l'huile de grignon.

3. Organigramme :

L'aspect organisationnel de la SIOF ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivante :

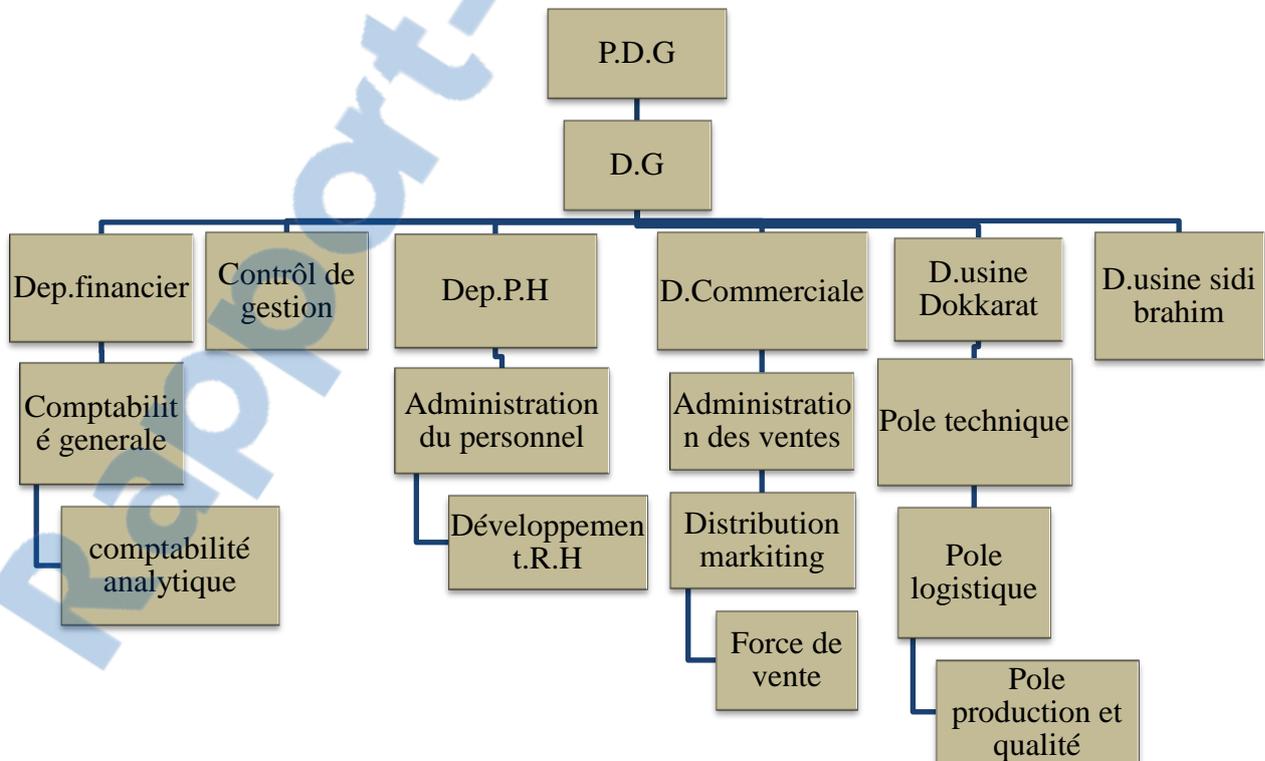


Figure 1: Organigramme de la SIOF.

B. Présentation de l'huile élaborée par SIOF :

La SIOF subit une concurrence accrue de la part de différentes sociétés oléiques du Maroc : Lesieur-Cristal, les huiles de Sousse, Aicha... Etc.

Malgré cette concurrence la société détient actuellement à 7% de la part de marché nationale des huiles grâce à sa capacité de production et surtout grâce à la diversité de ses produits qui intéressent une large catégorie.

La SIOF assure la production de 4 marques des huiles :

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

1. Huile de soja :



Figure 2 : Plante de soja



Figure 3 : Graines de soja

C'est une plante grimpante originaire d'Asie cultivée pour ses graines oléagineuses elle renferme une grande quantité de protéines et constitue l'un des aliments naturels riches en glucides, potassium, calcium, magnésium, vitamines A et D et fer.

La plante est annuelle, herbacée, dressée, et peut atteindre une hauteur de 1,5 m. La gousse est

droite ou légèrement courbée, d'une longueur de deux à 7 cm. Elle est formée par les deux moitiés du carpelle, soudées le long de leurs bords dorsal et ventral (figure2).

Les graines de soja sont riches en lipides, et sont orientées vers la production d'huile de soja (figure 3).

L'huile de soja contient :

- 14,4% d'acides gras saturés.
- 23% d'acides gras mono-insaturés.
- 57,9% d'acides gras polyinsaturés.
- 6,8% d'acide linoléique (Oméga-3).
- 51% d'acide linoléique (Oméga-6).

La teneur en acides gras insaturés de l'huile de soja étant très élevée, les molécules de triglycérides contiennent au moins deux acides gras insaturés et les glycérides bi et tri-saturés sont pratiquement absents ou en très faibles quantités.

Elle diffère des autres huiles végétales par le niveau de la forme d'insaturation et la quantité appréciable d'acide linoléique (18 atomes de carbones et 3 doubles liaisons), ce dernier est très sensible à l'oxydation donc il vaut mieux éviter le contact de l'huile avec l'oxygène.

Plus le degré d'insaturation augmente, plus la vitesse de dégradation des acides gras est importante.

2. Huile de tournesol :



Figure 4 : Plante de tournesol



Figure 5 : Huile de tournesol

Cette plante est très cultivée pour ses graines Riches en huile alimentaire (environ 40% de leur composition). L'huile de tournesol est extraite des graines soit par broyage ou extraction. Sa saveur est douce, elle rappelle le gout de la graine de tournesol fraîche. C'est une huile très fluide d'un jaune plus ou moins pâle. Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en vitamine E (tocophérol). L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et elle se conserve bien longtemps.

L'huile de tournesol est l'huile la plus riche en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-6 .On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-3.

L'huile de Tournesol contient :

- 67% d'acide linoléique (C18:2-w-6 polyinsaturé).
- 19,7% d'acide oléique (C18 :1-w-9 mono-insaturé).
- 6% d'acide palmitique (C16 :0 saturé).
- 5% d'acide stéarique (C18 :0 saturé).

Remarque : C_n :p-w- m

n : nombre d'atomes de carbones

p : nombre de doubles liaisons

m : position de 1^{er} double liaison (de gauche à droite (w))

3. Huile d'olive :



Figure 6 : Grains d'olive



Figure 7 : Huile d'olive

L'olivier existe dans une aire de culture qui définit la zone méditerranéenne, laquelle ouvre les pays orientaux, ceux du Maghreb, l'Espagne, la Grèce, l'Italie et la France. Cependant on trouve l'olivier en Portugal, en Californie et en Amérique du sud. L'huile d'olive, dont le bon goût et les bienfaits pour la santé sont largement reconnus, se confond avec le paysage et l'histoire du bassin méditerranéen. Simple et délicate à la fois, l'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : de la cueillette, à la production d'huile, en passant par le lavage, le broyage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage. L'huile d'olive ainsi produite doit être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

L'huile d'olive est composée d'environ 99% de matières grasses, le 1% restant constitue les composés mineurs, il s'agit des alcools, des stérols, des phénols. Elle est très riche en vitamines (A, B, K et E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

L'huile d'olive contient :

- 14% d'acide gras saturés.
- 74% d'acides gras mono-insaturés (acide oléique).
- 8% d'acides gras polyinsaturés.
- Vitamines : A, D, E et K.
- Autres composés.

4. Huile de grignon :



Figure 8 : Huile de grignon

Les grignons d'olive sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultats de l'extraction d'huile. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon.



Les grignons purs se présentent comme un très bon Combustible, d'emploi facile et doté d'un pouvoir calorifique élevé, qui peut être utilisé comme substitut du bois de chauffage en granulés pour chaudières. La matière grasse de grignon est très riche en acides gras insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques.

Chapitre 2 :

***description du
processus de
raffinage de
l'huile de soja et
les différentes
analyses
effectuées dans***

le laboratoire de

SIOF

I. Introduction :

A l'heure actuelle, l'huile de soja vient en première position mondiale parmi les huiles végétales, tant en termes de production que de consommation. Bien que l'utilisation de l'huile de soja remonte à l'antiquité, son ascension au premier rang mondial est relativement récente.

L'huile de soja brute extraite des graines de soja nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Différents procédés peuvent être utilisés pour ce traitement. Nous examinons le procédé le plus couramment et le plus fiable pour obtenir une huile de soja de bonne qualité.

II. Raffinage :

1. Définition :

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile 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, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, produit d'oxydations, ...). Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et nutritionnelles satisfaisantes.

2. Principe :

L'huile brute obtenue par pression mécanique et/ou extraction par solvant contient toujours des impuretés. Celles-ci doivent absolument être éliminées avec un raffinage parce qu'elles sont toxiques ou nuisibles à la qualité nutritionnelle, organoleptique et à la conservation du produit. À part l'huile au sens propre sous forme de mono, di et triglycérides, acide gras libre, les phospholipides et les métaux (tels que le fer et le cuivre) présents à l'état de traces, une huile brute contient aussi des substances naturelles en quantités faibles, comme les colorants, les tocophérols, les produits d'oxydation etc. Mais l'huile brute peut contenir aussi des substances contaminantes, qui peuvent être toxiques (tels que les pesticides et les glycosides), dont la concentration va dépendre des techniques d'agriculture, des moyens employés pour le stockage.

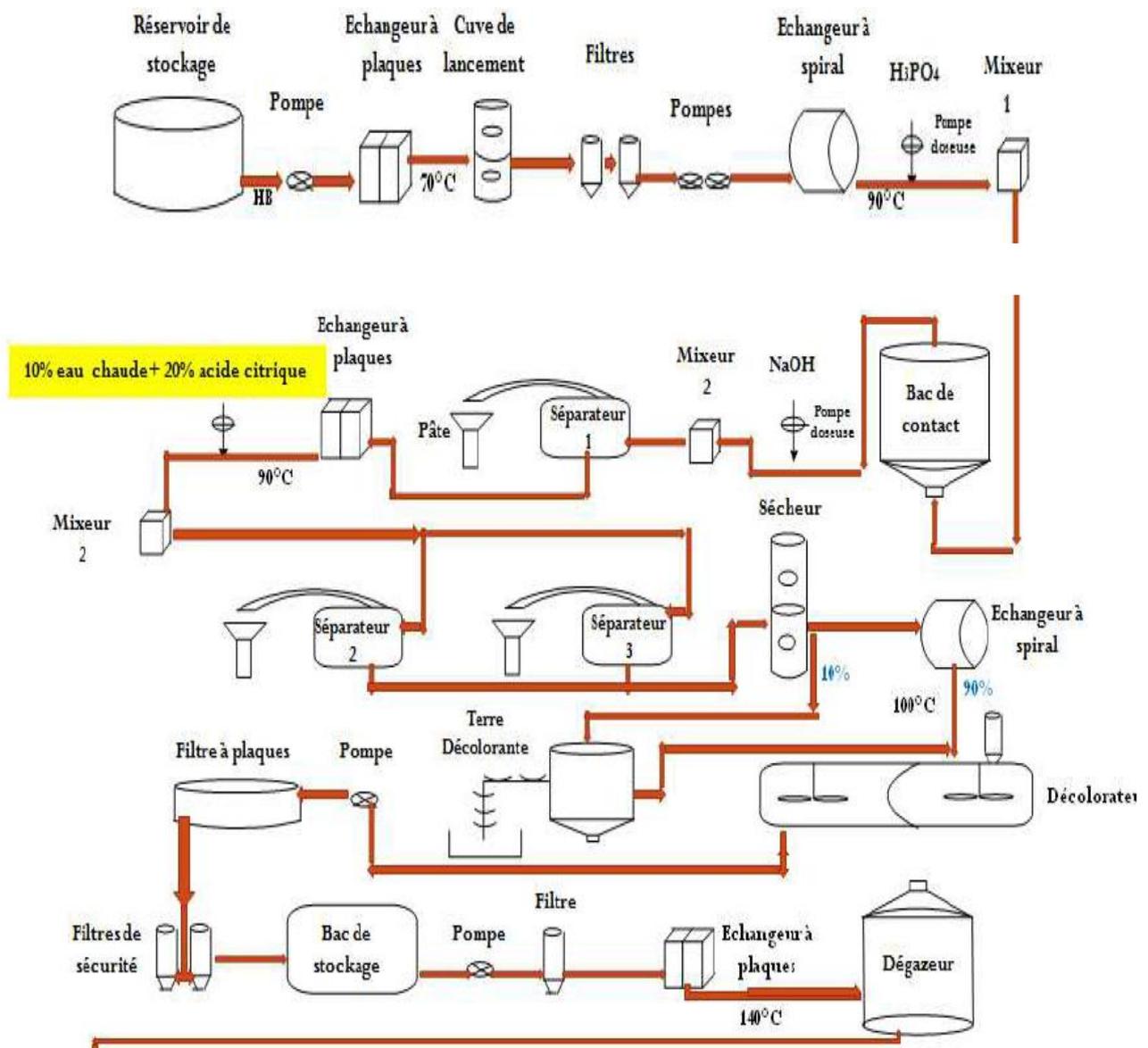
Seul le raffinage est capable d'éliminer ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques les meilleures possibles.

Le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sur du savoir-faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des corps gras glycérides. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables, sans dégrader ou perdre les constituants utiles, tels que les acides gras polyinsaturés, les stérols ou la vitamine E.

Au niveau de la SIOF, il existe deux lignes de raffinage séparées :

- La première ligne réservée au raffinage des huiles de tournesol et de grignon.
- La deuxième ligne réservée à l'huile de soja.

Les différentes huiles traitées à la SIOF, subissent un raffinage selon l'organigramme suivant :



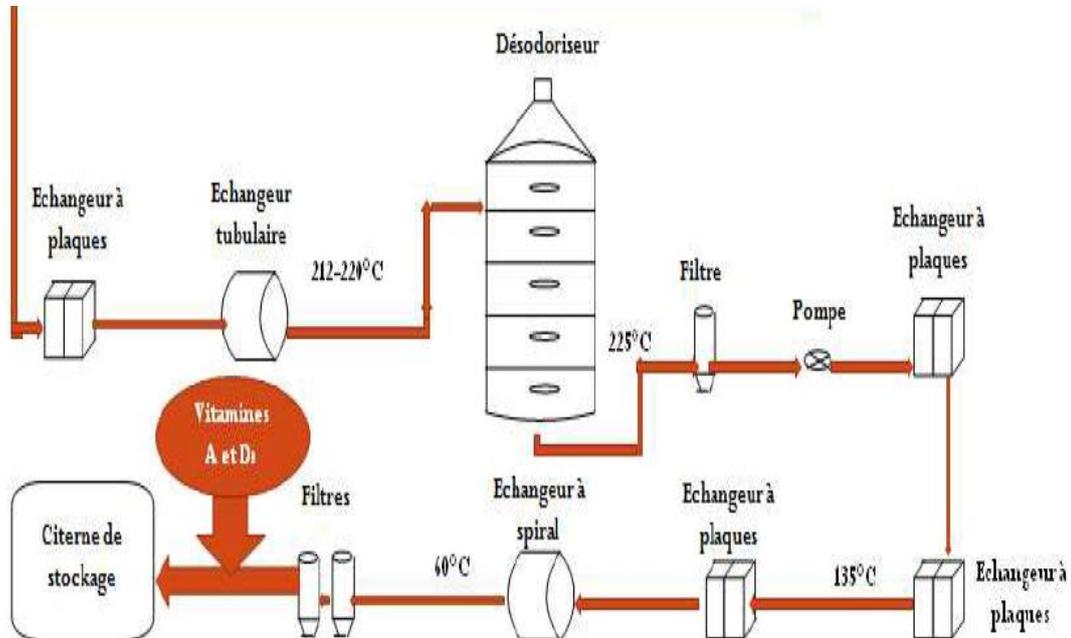


Figure 8 : les différentes étapes du raffinage des huiles alimentaires.

III. Les étapes du raffinage de l'huile de soja :

a. Préparation de l'huile :

L'huile brute venant du bac de stockage passe par un échangeur à plaques à contre-courant, elle est préchauffée à 70 °C avec l'huile désodorisée (chaude), avant de la refouler à la cuve de lancement.

L'huile est ensuite filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grosses substances, puis chauffée à 85-90 °C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompé vers le bac de contact.



Figure 9 : Echangeurs Tubulaires



Figure 10 : Bac de lancement

b. Démucilagination (ou dégommage) :

But :

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

La présence des mucilages dans l'huile peut entraîner un certain nombre d'inconvénients :

Acidification et oxydation rapide des huiles en donnant un goût désagréable.

Réduction du rendement lors de la première opération de filtration car ceux-ci désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapide des filtres.

Procédé :

L'opération se poursuit par l'ajout de l'acide phosphorique par une pompe doseuse à raison de 0,1 à 0,3 % avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide, l'action de l'acide est optimale à une température supérieure à 80°C.

L'huile et l'acide sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, après le mélange réactionnel est ramené au bac de contact dans lequel l'huile va séjourner 15-20 min pour qu'il y formation des mucilages (gonflement) , le mélange est ensuite envoyé pour l'étape de neutralisation .



Figure 11 : Bac de contact

c. Neutralisation :

But :

La neutralisation par la soude caustique consiste à éliminer les acides gras libres, sous forme de savons appelés pates de neutralisation, qui comprennent outre les savons de sodium et la soude, de l'eau, du sel, des phosphates de sodium, des mucilages, de l'huile neutre entraînée, des colorants, Produits d'oxydations et des contaminants divers, cette opération consiste également à neutraliser l'acide phosphorique.

Principe :

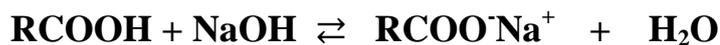
La soude permet de neutraliser à la fois l'acide phosphorique ajoutée pour dégommer les huiles et les acides gras en formant les savons sodiques selon les réactions suivantes :

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



➤ La neutralisation des acides libres en formant les savons sodiques

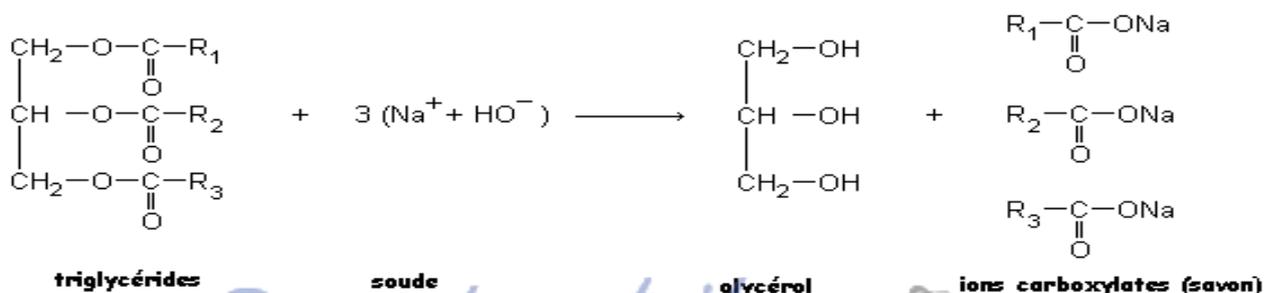
(Réaction de saponification) :



Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès d'alcali pour s'assurer que la réaction soit déplacée dans le sens de la formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite.

Cet excès est d'habitude entre 0,01 et 0,05 % pour les huiles de soja dégomées avec de l'acide phosphorique contenant une quantité de phosphore résiduelle inférieure à 2 ppm. S'il est mal dosé il peut produire une saponification partielle des triglycérides pour engendrer des glycérols et des savons sodiques. Cette réaction appelée « saponification parasite », est totalement nuisible car elle augmente beaucoup les pertes.

➤ Saponification parasite des triglycérides :



Procédé :

LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES



- A l'aide d'une pompe doseuse, la soude caustique (16% à 18 %) est injectée dans l'huile sortante du bac de contact (le débit=80 l/h).
- Pour éliminer tout risque de saponification parasite le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur (**RSE90**) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile neutre (phase légère).

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

Acidité : 0,04-0,06%

Traces de savon : 1000-1200 ppm.



Figure 12 : Séparateur RSE90

d. Lavage :

But :

Le lavage permet d'éliminer la soude en excès, le savon restant dans l'huile sortante du séparateur ainsi que les dernières traces de métaux de phospholipides et autres impuretés.

Il est essentiel que l'huile brute subisse une bonne préparation sinon il se produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminée.

Procédé :

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

- L'huile neutralisée de soja provenant du séparateur reçoit 10% d'eau de premier lavage chaude à 90°C acidifiée avec l'acide citrique 20% à raison 5%, ensuite, le mélange passe dans un mixeur sans risque d'émulsion, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur auto-débordeur de type **RSA 60**.
- L'huile sortante du premier lavage est réchauffée à 85-90°C, puis reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation (séparateur **RTA(OSM 8004)**).
- L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité à 0,04%.



Figure 13 : Séparateurs RSA 60 et RTA

e. Séchage :

But :

L'objectif de cette étape est de débarrasser l'huile des traces d'eau qu'elle contient avant l'opération de décoloration car l'humidité peut provoquer un colmatage des filtres.

Procédé :

L'huile neutralisée lavée est ensuite pulvérisée dans une tour vertical maintenue sous vide (60mmHg) appelée sécheur, l'évaporation s'effectue ainsi à une température inférieure à celle de l'évaporation normale.

A la sortie du sécheur l'huile doit avoir :

Une acidité inférieure à 0,06%, Une humidité inférieure à 0,01% (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5% et 0,7%), Des traces de savon inférieures à 50 ppm.



Figure 14 : Sécheur sous vide

f. Décoloration :

But :

Le but de cette opération est d'éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes) que l'huile contient encore, une partie du phosphore et les peroxydes responsable de la couleur foncée de l'huile brute que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

Procédé :

Cette opération fait intervenir un phénomène physique : absorption sur terres décolorantes.

A la sortie du sécheur, l'huile est séparée en 2 conduites :

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

Une deuxième conduisant 10 % vers une cuve munie d'un agitateur : mélangeur où l'huile sera mélangée avec la terre décolorante ensuite ce mélange rejoint les 90 % d'huiles dans le décolorateur qui est constitué de 2 compartiments, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentin où circule de la vapeur afin que l'huile garde une T° de 105°C , l'agitation se maintient pendant 20 min ce qui favorise le contact, un temps de contact suffisant pour que l'huile cède ses pigment, l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favoriser par l'air. La quantité de terre utilisée est de 0,2 à 0,4%.



Figure 15 : Décolorateur

g. Filtration :

But :

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

Procédé :

L'huile après décoloration est envoyée vers un gros filtre à plaques poreuses (appelé NIAGRA) où il y aura une séparation liquide-solide. On récupère à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée.

La filtration de poursuit dans les filtres à poches (filtration de sécurité). Chacun de ces derniers contient 4 poches à toile pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre. Après filtration, l'huile décolorée est envoyée vers un bac de stockage qui servira comme alimentation de l'opération de désodorisation.



Figure 16 : Filtres à plaques



Figure 17 : filtres à poches

h. Désodorisation :

But :

La désodorisation est la dernière phase du raffinage des huiles et a pour but d'éliminer les impuretés échappés aux traitements précédents , de détruire une partie des pigments carotènes ,réduire l'acidité par entraînement des acides gras, d'éliminer d'autres produits (stéroïdes , tocophérols , hydrocarbures...) mais surtout d'éliminer les substances odoriférantes comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile. L'évaporation et l'entraînement par la vapeur sèche d'injection se réalisent en même temps que l'évaporation des acides gras sous l'effet du vide et la haute température.

Procédé :

L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée par échange thermique avec l'huile de sortie du désodoriseur jusqu'à une température de 140 °C, elle est ensuite envoyée vers un dégazeur où elle va subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Puis l'huile passe par un autre échangeur à plaque où elle sera chauffée par l'huile désodorisée, après elle passe par un échangeur tubulaire (huile –vapeur jusqu'à une température de 190 °C).

Ensuite l'huile s'écoule dans un réchauffeur d'huile qui permet son chauffage à 210- 220 °C par le fluide thermique de la chaudière.

Après, l'huile réchauffée entre dans le désodoriseur comportant 5 étages, pour éliminer les composés odoriférants volatils, elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5^{ème} de bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).

L'opération se fait sous vide et à une haute température qui varie entre 220 et 260 °C).

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour éliminer les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par un échangeur à plaque afin de baisser sa température ensuite l'huile passe par un échangeur à spirale où le refroidissement est assurée par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50 °C .

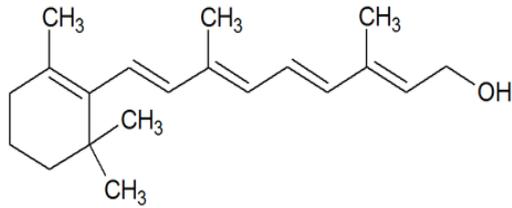


Figure 19 : Désodoriseur

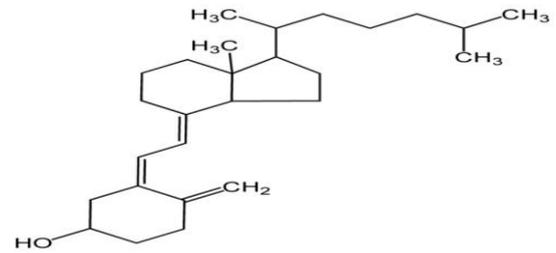
i. Fortification :

La malnutrition due aux carences en micro nutriments surtout les vitamines A et D₃ affecte profondément l'état nutritionnel, la santé et le développement d'une proportion importante de la population marocaine. Ainsi plusieurs efforts sont faits pour dépasser ce problème, la solution la plus connue est la fortification des produits alimentaires (huile, margine...Etc.) par ces deux vitamines. La fortification a pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs.

• **Vitamine A :**



Vitamine D₃ :



Les vitamines A et D₃ sont injectées à l'huile à l'aide d'une pompe doseuse (une quantité bien définie et précisée par la réglementation : teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile, teneur en vitamine D₃= 300UI/100g d'huile).



Figure 20 : Bac de vitamines

A la fin l'huile est stockée dans des citernes sous atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

IV. Différentes analyses effectuées dans le laboratoire de SIOF :

Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits par plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

Les analyses effectuées au laboratoire de la SIOF constituent une étape primordiale qui a comme but le suivi de l'huile dès son entrée à la société à l'état brute jusqu'à la fin du processus de raffinage et la vérification de sa conformité avec les normes imposées.

Parmi ces analyses il y a celles qui s'effectuent quotidiennement à un intervalle de temps régulier et celles qui sont sur demande au cas d'un problème rencontré lors du raffinage.

La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage comme suit :

Echantillon	Analyses
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impuretés, taux d'humidité
Huile déémucilaginée(M)	Acidité
Huile neutralisée(S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pâte de neutralisation	Acidité
Huile séchée(HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtré (F)	Acidité
Entrer de désodoriseur(ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale
Maturateur	Acidité, taux de savon

Tableau 1 : Différentes analyses effectuées a la SIOF

Lors de chaque contrôle, les responsables du laboratoire renseignent les techniciens de raffinage lors de toute non-conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

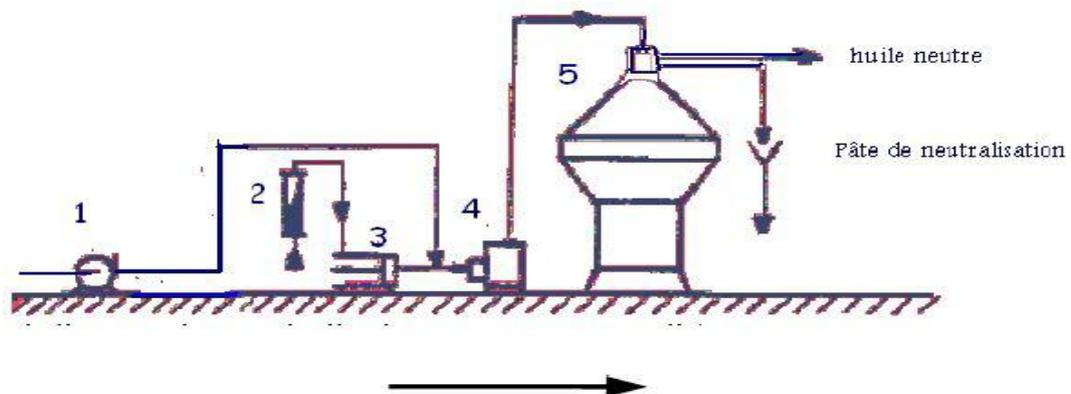
Chapitre 3 :

Optimisation des pertes d'huiles au

niveau de la pâte de neutralisation

I. Situation de la problématique :

Le thème de mon stage porte sur la neutralisation qui est une partie importante dans les étapes de raffinage car celle-ci élimine les acides gras libres, les matières colorées et les phospholipides ainsi que les métaux (tels que le fer et le cuivre) présents à l'état de traces car se sont des catalyseurs d'oxydation qui peuvent accompagner l'huile lors de stockage. La neutralisation se fait par injection de la soude par une pompe. Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débourbeur destinée à séparer les pâtes de neutralisation.



Rapport-gratuit.com
Figure 21: schéma de la neutralisation de l'huile.
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

- 1 Entrée de l'huile dégommée
- 2 Débitmètre de la solution de la soude caustique
- 3 Pompe doseuse de la soude caustique
- 4 Mélangeur rapide
- 5 Séparateur centrifuge

Nous avons donc essayé de suivre les variations de pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en variant les quatre paramètres suivantes : la température d'huile, la concentration de la soude, le temps de séparation et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser ces pertes d'huile et pour avoir le meilleur rendement lors de l'étape de neutralisation, en respectant les normes du taux de savon d'huile et de son acidité.

A la SIOF le rendement de l'huile de soja raffiné ne dépasse pas les 80% (pour des acidités d'huile brute qui ne dépassent pas 0,6%) . Autrement dit plus de 20% de pertes en huile raffinée. Donc l'objectif de mon stage consiste à améliorer le rendement.

II. Analyse effectuée au niveau de la neutralisation :

1. Analyse de la pâte de neutralisation :

But :

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile au niveau de la pâte de neutralisation en déterminant son acidité.

Mode opératoire :

- On pèse environ 10g de pâte, on ajoute 40 ml de dioxane, 7ml d'eau, 7ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- On laisse le mélange chauffer jusqu'à dissolution de la pâte et virage de couleur de rouge vers le marron.
- Une fois dissoute, on place le mélange dans une ampoule à décanter et on ajoute 25 ml d'hexane, il y a apparition des deux phases, on récupère la phase aqueuse dans une autre ampoule à décanter.
- On lave la phase aqueuse avec 25 ml d'hexane et on prend la phase organique de ce dernier, puis on le récupère dans la première ampoule à décanter.

- La phase organique est lavée par la suite 2 fois avec 25 ml d'eau distillée puis filtrée sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau existantes.
- Le mélange hexane-matière grasse est mis dans un rotavapeur pour éliminer l'hexanes par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min .

Après, on calcul la teneur en acidité (en % en masse) dans la pâte de neutralisation selon le protocole suivant :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)
- On ajoute une prise d'essai de la matière grasse d'environ 1g
- On titre par KOH 1N, le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

Expression des résultats :

$$\%AC = \frac{(28, 2 \times V)}{PE}$$

282 : Masse molaire d'acide oléique.

V : volume de KOH versé en ml.

PE : prise d'essai en g.

2. Dosage de l'acidité de l'huile :

L'acidité peut être défini comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique.

Mode opératoire :

Suivant ce protocole on peut calculer l'acidité :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillé dans un ballon de 250ml comme solvant.

- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (Coloration rose)
- On pèse la quantité d'huile nécessaire au dosage (5 à 10 g)
- On titre par KOH 0,1N le mélange huile et alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras sont neutralisés

Expression du résultat :

$$\%AC = \frac{2,82xV}{PE}$$

282 : Masse molaire d'acide oléique.

V : volume de KOH versé en ml .

PE : prise d'essai en g.

3. Dosage du taux de savon :

C'est la détermination de la quantité de savon contenue dans les huiles raffinées, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

Mode opératoire :

- On prend un ballon dans lequel on met 40 ml de l'acétone à 30%
- On ajoute quelques gouttes de bleu de bromophénol et 10g d'huile.

Lorsqu'on ajoute l'huile :

- Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.

-Si l'huile contient du savon on a un changement de coloration de jaune en vert foncé dans ce cas on titre par HCl (0,01N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

3040 : masse molaire du savon.

$$\text{Taux de savon} = \frac{Vx3040}{PE}$$

V : volume de HCl versé en ml.

PE : prise d'essai en g.

III. Résultats expérimentaux :

Au sein la SIOF le rendement de l'huile de soja raffiné ne dépasse pas les 80% lors de l'étape de neutralisation dans le procédé de raffinage, c'est à dire des pertes de 20%. Pour cela nous avons essayé de suivre les variations de pertes d'huiles au niveau de la pâte de neutralisation qui sort du séparateur en variant les paramètres les plus influents à savoir: la température d'huile, la concentration de la soude , le temps de séparation, et la contre-pression de séparateur, afin de trouver les conditions optimales pour minimiser ces pertes d'huile et pour avoir un meilleur rendement.

a) impact de la temperature d'huile lors de la phase de neutralisation sur le rendement:

But de l'expérience :

Le but est d'améliorer le rendement en huile brute c'est-à-dire augmenter l'acidité de la pâte.

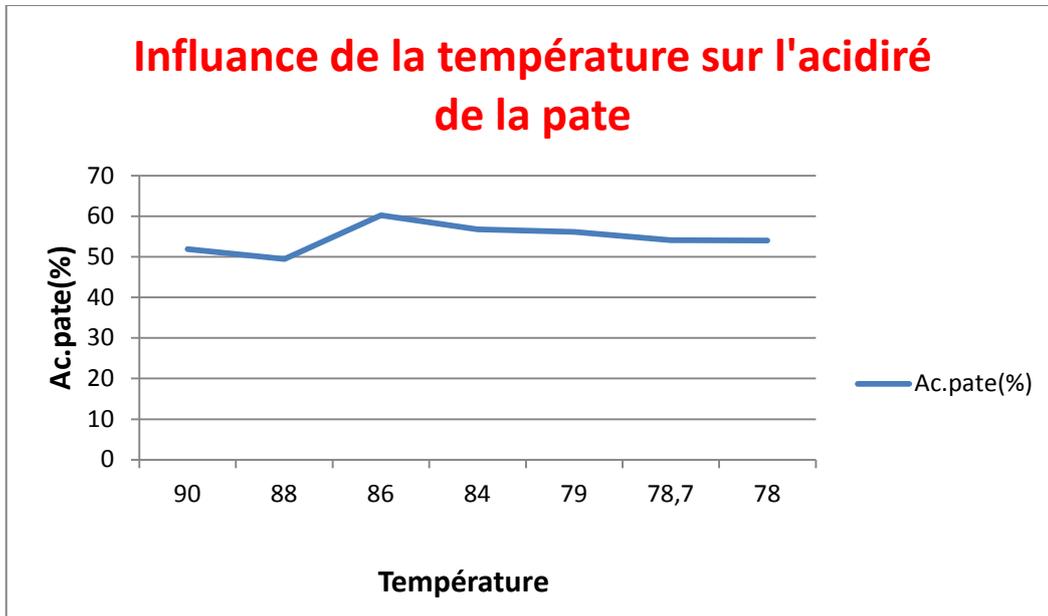
Pour cela on fixe les paramètres suivants :

- Acidité d'huile brute=0,48
- [NaOH]=16°Be
- Temps de séparation= 1400 s

Et on fait varier la température de l'huile brute. Les résultats sont donnés dans le tableau suivant :

T(°C)	Ac.S1(%)	T S.S1(ppm)	Ac. pâte(%)
90	0,058	560,29	51,91
88	0,043	536,61	49,45
86	0,051	621,80	60,19
84	0,054	589,41	56,79
79	0,034	523 ,63	56 ,12
78,7	0,042	495,15	54,08
78	0,036	552,11	54

Tableau 2 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la température.



Interprétation :

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente quand la température d'huile diminue (augmentation de rendement), elle atteint une valeur maximale de 60,19% (AC. Pâte) à 86°C, après elle commence à diminuer.

La bonne séparation correspond à 86°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

b) Impact de temps de séparation sur le rendement :

Principe :

La centrifugeuse qui sert à séparer l'huile neutre de la pâte de neutralisation nécessite un débouillage de la machine afin d'évacuer les précipités qui restent en suspension. Il faut donc régler ce temps de séparation et chercher à l'optimiser afin d'obtenir un meilleur rendement.

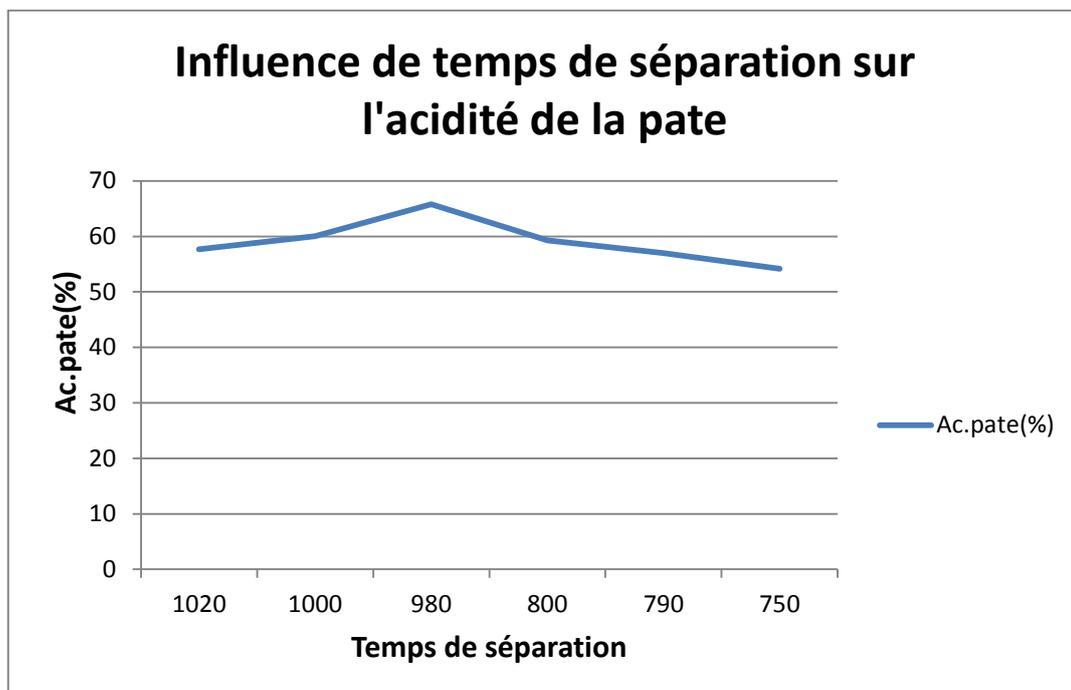
A la SIOF la séparation entre la pâte de neutralisation et l'huile neutre se déroule dans un temps variable entre 1400 et 800 s donc il est très important de trouver le temps qui donne le meilleur rendement.

Protocole :

On fixe la température en 86°C, la [NaOH] en 16°Be et on varie le temps de séparation :

t.s(s)	Ac.s1(%)	T S.s1(ppm)	Ac.Pate(%)
1020	0,056	1300	57,69
1000	0,054	654,66	60,03
980	0,049	800	65,76
800	0,051	893,24	59,29
790	0,062	652	57
750	0,058	826,02	54,19

Tableau 3 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de temps de séparation.



Interprétation :

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente quand le temps de séparation diminue, elle atteint une valeur maximale de 65,76 à 980s, après elle commence à baisser.

On peut conclure que la bonne séparation se fait à 980s ou l'acidité de la pâte et le rendement sont élevés.

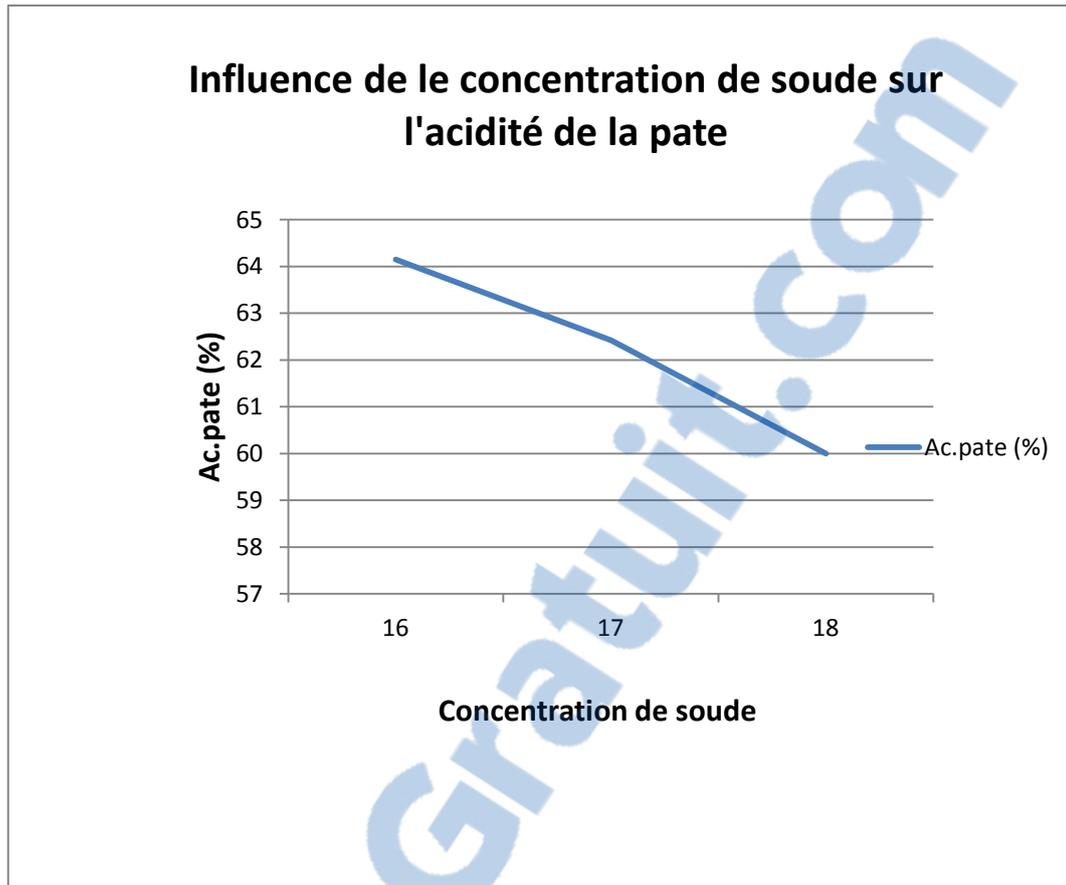
c) Impact de la concentration de la soude sur le rendement :

La concentration de la soude caustique joue un rôle intéressant dans le rendement de l'huile de soja chose qu'on a essayé de prouver avec la totalité des expériences qu'on a effectuées.

On fixe la température à 86°C, le temps de séparation à 980 s et on fait varier la concentration de NaOH :

Concent(°Be)	Ac.HB(%)	Ac.s1(%)	T S.s1(ppm)	Ac.Pate(%)
16	0,48	0,048	893,07	64,15
17	0,48	0,052	860,97	62,42
18	0,48	0,056	820,78	60

Tableau 3 : Variations d'acidité d'huile et de la pâte et taux de savon d'huile en fonction de la concentration de la soude.



Interprétation :

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte diminue quand la concentration de la soude augmente, elle atteint une valeur maximale de 64,15% à 16°Be.

La bonne séparation correspond donc à une $[NaOH]=16^{\circ}Be$ où l'acidité de la pâte et le rendement sont meilleurs.

d) Impact de contre pression de séparateur sur le rendement :

Principe :

La pâte de neutralisation est séparée de l'huile à une certaine contre pression qu'il faut contrôler afin d'optimiser sa valeur. Pour cette raison il était nécessaire d'effectuer quelques essais de séparation de l'huile neutre en faisant varier la contre-pression et en maintenant les autres paramètres constants :

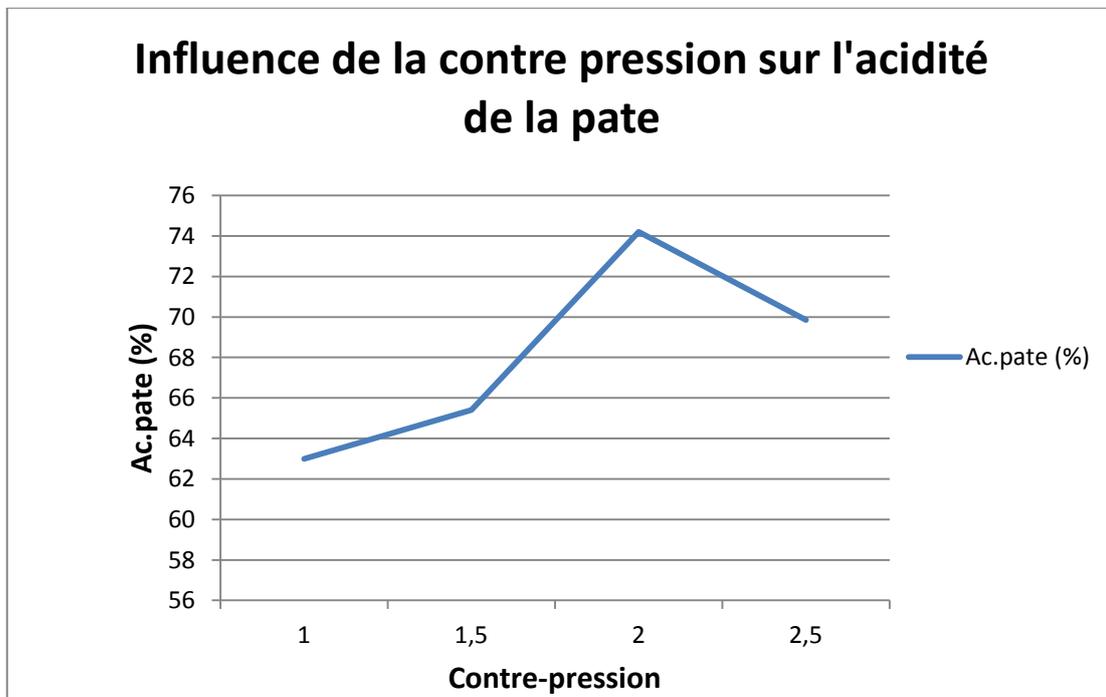
- $T=86^{\circ}\text{C}$.
- temps de séparation=980.
- $[\text{NaOH}]=16^{\circ}\text{Be}$.

Protocole :

Sur un intervalle de contrepression entre 1 et 2,5 Bar, on prend des échantillons de pâte et on suit l'évolution de leur acidité par la même méthode d'analyse citée précédemment.

Pression(Bar)	Débit NaOH(l/h)	Taux de savon (ppm)	AC .Pate(%)
1	100	654,66	63
1,5	100	523,30	65,4
2	100	1300	74 ,21
2,5	100	893,24	69,86

Tableau 4 : Variations d'acidité de la pâte, le taux de savon en fonction de la contre-pression.



Interprétation :

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte augmente quand la contre-pression augmente, elle atteint une valeur maximale de 74,21% à 2 Bar, après elle diminue.

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

Conclusion :

D'après l'étude que nous avons menée, nous avons réussi à minimiser les pertes d'huile de soja, lors de l'étape de neutralisation de procédé de raffinage, on faisant varier les paramètres les plus influents.

Les meilleurs résultats correspondent à :

- $T=86^{\circ}\text{C}$.
- temps de séparation=980.
- $[\text{NaOH}]=16^{\circ}\text{Be}$.
- Contre-pression=2 bar.

Conclusion générale

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 du travail en équipe.

D'après l'étude menée durant ce stage , on est arrivé à atteindre un bon rendement d'huile, et ceci grâce à une optimisation qui a touché quatre points essentiels, une concentration de soude de 16°Be, une température d'huile à 86°C, une contre-pression de 2 bar et un temps de séparation environ 980s.

Bibliographie :

- ❖ <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/>
- ❖ Schwitzer M , 1952 Procédés continus dans l'industrie des corps gras SEP PARIS