

Sommaire

Dédicaces

Remerciements

Introduction.....1

Chapitre I: Identification de la SIOF.....2

I-Aperçu sur la SIOF.....3

I-1Présentation et Historique.....3

I-2Site de Production4

I-3Game de produit.....4

I-4Organigramme de la SIOF5

II-Les Huiles Alimentaires.....6

II-1Définition.....6

II-2Composition.....6

o Les triglycérides.....6

o Les phospholipides.....7

o Les stérols.....7

o Les tocophérols.....7

o Les colorants.....7

o Autres constituants.....7

II-3 Conservation.....7

III-Les Huile élaborées par la SIOF.....8

III-1 Huile de Soja8

III-2 Huile de grignon.....8

III-3Huile se tournesol8

III-4 Huile d'olive.....9

Chapitre II: Raffinage des Huiles.....10

I- Introduction.....11

II- L'objectif du Raffinage.....11

III- Les étapes du Raffinage.....11

❖ *Schéma Général du Procédé du*

Raffinage.....12

1-Démucilagination.....13

2-Neutralisation.....14

3-

Décirage.....15

4-Lavage.....16

5-	
Séchage.....	16
6-Décoloration	
.....	16
7-	
Filtration.....	17
8-Désodorisation	
.....	17
9-Fortification	
.....	18
VI- Emballage et Conditionnement.....	18
❖ <i>Description des étapes du Conditionnement</i>	
➤ Soufflage.	
➤ Remplissage et Bouchage.	
➤ Etiquetage et Datage.	
➤ Mise en Carton.	
Chapitre III: Analyse Effectuées au Sein de Laboratoire de SIOF.....	20
I- Introduction.....	22
II- Analyses instrumentales.....	22
II-1- Contrôle de la transmittance	22
II-2-Analyse Phosphorique.....	22
III- Analyses non instrumentales.....	23
II-2- Test d'acidité	23
III-3- Contrôle de Savon.....	24
III-4- Dosage de L'acidité de la pâte	25
III-5- L'humidité de L'huile	26
Chapitre IV: Comparaison Entre Raffinage continu et Raffinage discontinu.....	27
I- Introduction.....	28
II- Travail effectué.....	28
III-Résultats et Interprétations.....	29
Conclusion.....	3

Introduction

Découvrir le monde industriel, c'est se mettre en contact avec tous les personnels de l'entreprise et le monde du travail. Pour établir ce contact et pour avoir une vision générale sur la production, mon stage a eu lieu à la société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF), qui opère dans le secteur agroalimentaire, plus précisément dans le domaine des huiles.

La fabrication des huiles alimentaires appartient aux industries agro alimentaires. Leurs matières premières sont des produits agricoles végétaux ou animaux. Elles suivent un enchaînement bien défini de différentes opérations unitaires et des procédés pour être transformés en produits finis destinés aux consommateurs.

Les huiles alimentaires jouent un rôle majeur dans notre alimentation. Nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge. Le consommateur est devenu de plus en plus exigeant en termes de qualité. Par conséquent, les technologies de fabrication et de transformation des huiles doivent garantir parfaitement la qualité du produit.

Mon rapport comporte quatre chapitres :

Le **première** chapitre, présente une brève présentation de la société SIOF et ses produits commerciaux.

Le **deuxième** chapitre, décrit le processus de raffinage des huiles et leurs conditionnements.

Le **troisième** chapitre, présente les analyses effectuées quotidiennement au sein du laboratoire.

Le **quatrième** chapitre, expose la partie de mon sujet << Raffinage discontinu >>.

A decorative border resembling a scroll, with rounded corners and a vertical strip on the left side. The text is centered within this border.

Chapitre 1

PRESENTATION DE LA SOCIETE SIOF

I- Aperçu sur la SIOF

I-1- Présentation et Historique

La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) s'est créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée «SARL», il s'agit d'une réalisation familiale qui a fourni plus d'effort pour développer ses moyens, se diversifier et améliorer la qualité de ses produits. C'est une société à vocation dans le domaine de l'extraction, raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

- **Au début**, l'activité principale de la société était la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conservation des olives.
- **En 1966**, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table (tournesol, soja, colza, coton...) avec une capacité de 12000 t/an.
- **En 1972**, la société a intégré dans ses activités la fabrication de l'emballage et un atelier pour le remplissage, le capsulage et l'étiquetage des bouteilles (1/2 L, 1L, 2L, 5L).
- **En 1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le territoire grâce au premier lancement de la campagne publicitaire. Plusieurs dépôts ont été ouverts dans différentes régions (Oujda, Casablanca, Marrakech et Oued-Zem). La société a recruté plusieurs représentants. Elle a installé un nouveau système de décirage (*élimination des cires*) avec de nouveaux matériaux de remplissage et surtout un suivi permanent du marché au niveau de la qualité du produit, du prix de vente et de la concurrence.
- **En 1980**, l'entreprise a augmenté la capacité de production par l'installation d'un système de raffinage de 30000 t/an.
- **En 1985**, elle s'est transformée en une société anonyme S.A, avec un capital de 30 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.
- **En 1994**, elle a recruté des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part du marché.
- **2002-2003**, la société a installée deux chaînes de fabrication des bouteilles poly téréphtalate d'éthylène.
- **Aujourd'hui**, la société se trouve devant une concurrence de plus en plus accrue, lui imposant d'adopter une gestion et un management plus moderne pour être compétitive soit au niveau national ou international.

I-2- Site de Production.

Les activités de SIOF sont réparties entre trois sites:

- **SIOF de Sidi Brahim** : occupe une superficie de 20000 m², dont l'activité principale est la trituration des olives et l'extraction de l'huile de grignon.

- **SIOF de Dokkarat** : s'étend sur une superficie de 12000 m², se distingue par le raffinage des huiles alimentaires et le conditionnement.
- **SIOF de Ain Taoujrat «Domaine El Hamd»**: s'étend sur une superficie de 20000 m², qui assure l'extraction de l'huile de grignons.

La société réalise son énorme production grâce à l'appui permanent de trois équipes 24h/24h et 7j/7j.

I-3- Gamme de Produit.

La société SIOF possède une large gamme de produits qui lui permettent de toucher la majorité des consommateurs sur le marché national.

- **SIOF**: huile de soja lancé au marché national en 1966.
- **FRIOR**: huile de tournesol lancé au marché national en 1992.
- **Moulay Idriss**: huile d'olive lancé au marché national en 1993.
- **Andaloussia**: huile de grignon d'olive lancé au marché national en 1996.

I-4- Organigramme de la SIOF

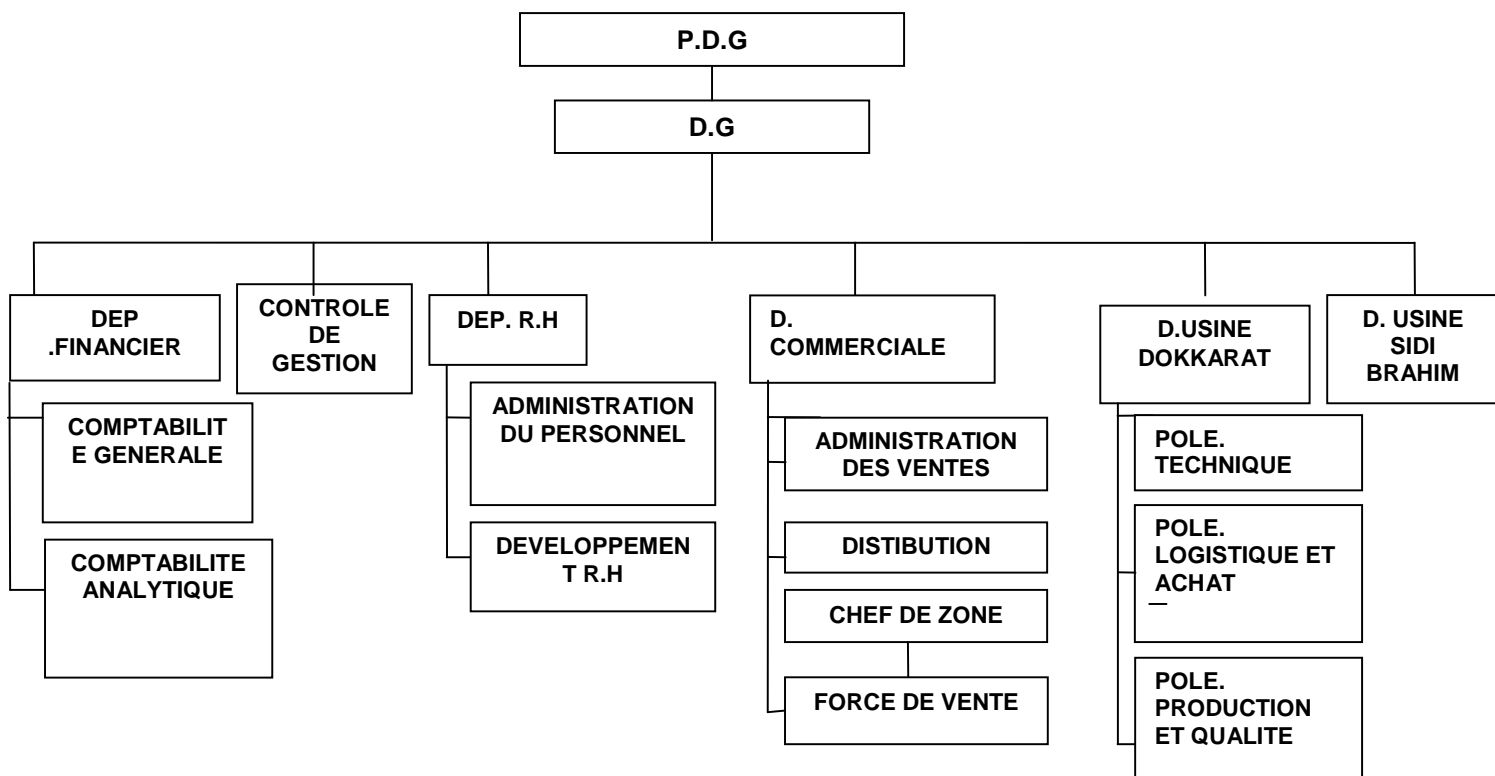


Figure1 : Organigramme de la société SIOF.

La gestion de l'entreprise est assurée par le travail collectif de plusieurs départements:

- ❖ **Département financier** : s'occupe des finances des activités et des fonctions ainsi que le prix de revient des produits finis.
- ❖ **Département commercial** : responsable des actions de vente, réseau de distribution et de commercialisation de la société.
- ❖ **Département ressources humaines** : prend en charge la gestion du personnel (recrutement et gestion administrative des dossiers du personnel).
- ❖ **Département de production** : s'occupe du fonctionnement des différents ateliers de fabrication ainsi le contrôle de qualité des produits.

II- Huiles alimentaires

II-1- Définition

Les huiles sont des liquides gras à la température de 15°C, visqueux, d'origine animale, végétale. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales.

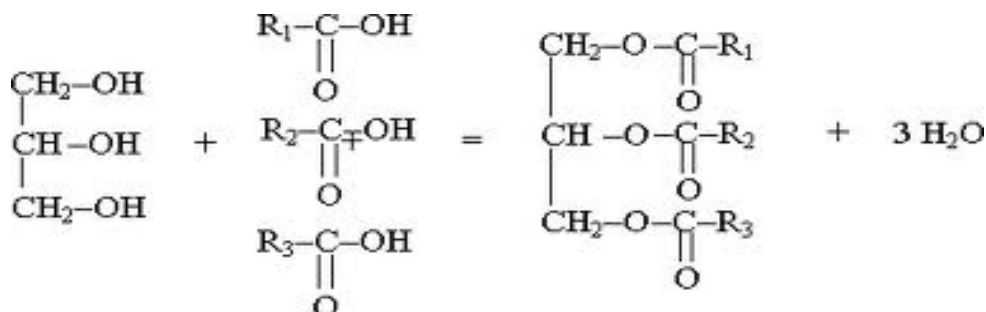
II-2- Composition

Les huiles alimentaires sont constituées à 100% de lipides (environ 99 % de triglycérides, le reste étant composé principalement de lécithines et de vitamine E). Leurs teneurs élevées en acides gras mono-insaturé ou polyinsaturés sont bénéfiques pour la santé. Chaque huile a une composition en acides gras différentes

🌀 Triglycérides

Les triglycérides (également appelés triacylglycérides ou TAG) sont des glycérides dans lesquels les trois groupements hydroxyle du glycérol sont estérifiés par des acides gras. Ils sont le constituant principal de l'huile végétale et des graisses animales.

L'équation de synthèse d'un triglycéride est:



Glycérol + Acide Gras \longrightarrow Triglycéride + Eau

Où **R₁**, **R₂** et **R₃** sont des radicaux. Les trois radicaux ne sont pas nécessairement les mêmes.

☞ Phospholipides

Les Phospholipides sont des esters d'acide phosphorique avec mono- ou di glycérides. Les principaux phospholipides sont la lécithine et la céphaline.

L'élimination parfaite du phosphore est une opération très importante pour obtenir une bonne qualité de l'huile. Les principaux inconvénients des phospholipides:

- Ils provoquent des émulsions.
- Ils réduisent le rendement lors de l'opération de filtration (colmatage des filtres).
- Ils minimisent l'activité des terres de blanchiment.
- Ce sont des catalyseurs d'hydrogénation (poison).
- Leurs présences conduisent à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation.
- Ils affectent la qualité et la conservation de l'huile raffinée.

☞ Stérols

Les stérols sont des substances cristallines et alcooliques contenues dans des matières non saponifiables végétales et animales. Les stérols d'huile végétale sont connus sous le groupe de noms de poly stérols.

☞ Tocophérols

Les tocophérols sont des composantes d'huile soluble de couleur jaune claire à incolore. Ils se produisent naturellement dans les huiles végétales. Ils jouent le rôle d'antioxydant pour retarder l'oxydation des tissus végétaux. Ils sont une source de vitamines E dont la valeur nutritive est essentielle.

☞ Colorants

Les colorants sont des pigments qui donnent à l'huile sa belle couleur jaune ou verte. Ce sont principalement la chlorophylle pour la couleur verte et le carotène pour la couleur jaune.

- le β -carotène se rencontre dans toutes les huiles végétales. C'est un colorant particulièrement sensible à la chaleur et à l'oxydation.
- La chlorophylle est présentée en grande quantité dans les huiles d'olive.

☞ Autres constituants

- Les phénols sont des antioxydants et protègent l'huile du vieillissement.
- Composés métallique : le fer et le cuivre sont des catalyseurs d'oxydation.

III-3-Conservation

- La conservation des aliments comprend un ensemble de procédés de traitement dont le but est de conserver les propriétés gustatives, nutritives, les caractéristiques de texture, de couleur des denrées alimentaires et d'éviter d'éventuelles intoxications alimentaires.
- La conservation implique habituellement de retarder l'oxydation des graisses qui provoque le rancissement ou auto-oxydation et l'autolyse par les propres enzymes des cellules de l'aliment.
- La conservation des denrées alimentaires concerne donc tous les facteurs biotiques (micro-organismes, animaux, germination végétale...etc.) et abiotiques (lumière, oxygène, chaleur, irradiation, UV...et) qui peuvent détériorer la qualité de la denrée stockée.
- Pour chaque huile, il existe une température critique (ou point de fumage) au-delà de laquelle il ne faut pas chauffer l'huile, Cela provoque la dégradation de ses composants et forment des composés toxiques.

III- Huiles élaborées par la SIOF

III-1- Huile de Soja

L'huile de soja appelée également <<soya oil>> est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Onctueuse, légère et de couleur jaunâtre. Elle provient de l'extraction de la fève de soja. Ce dernier constitue une plante légumineuse cultivée en grande partie dans les pays asiatiques.

III-2- Huile de grignon

Après l'extraction de l'huile d'olive, il en résulte un sous-produit, le grignon. Ce dernier renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petit morceaux de noyaux) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignons.

Le grignon épuisé ainsi obtenu est utilisé pour la calcination des chaudières.

III-3- Huile de tournesol

L'huile de tournesol vierge a une saveur douce, une odeur légère et agréable. Sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé. Elle contient 12% d'acides gras insaturés et 65% d'acides gras polyinsaturés. Elle est riche en vitamine E, ses acides gras sont également de la série oméga 6.

III-4- Huile d'olive

C'est la matière grasse extraite des olives. L'extraction de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes de la cueillette du fruit 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 est composée d'environ 99% de matières grasses. Le 1% restant constitue les composés mineurs tels que des alcools, des stérols, des phénols. Elle est très riche en vitamines (A, B, Ket E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

A decorative graphic of a scroll with a black outline and rounded corners. The scroll is partially unrolled, with the top and bottom edges curving upwards. The text is centered within the scroll.

Chapitre2

RAFFINAGE DES HUILES

I- Introduction

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

Cette distribution se fait inégalement pour les différentes sociétés selon un pourcentage précisé, SIOF bénéficie d'environ 21% du total de cette opération alors que son premier concurrent LESIEUR CRISTAL reçoit 75%.

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 nuisible à la qualité nutritionnelle, organoleptique et à la conservation du produit.

Le raffinage est une technologie relativement récente qui devient de plus en plus importantes dans l'industrie agroalimentaire.

II- Objectif du raffinage:

L'objectif du raffinage des huiles végétales est de fournir des huiles répondant aux attentes du consommateur et de l'industriel de l'agroalimentaire:

* vis-à-vis du consommateur, il s'agit de proposer une huile qui soit saine, d'aspect limpide et brillant, peu colorée et de caractéristiques organoleptiques neutres.

* pour les industriels de l'agroalimentaire, l'huile doit satisfaire aux exigences d'un cahier de charge très complet: une excellente qualité du produit, l'absence de contaminants et de composés indésirables ainsi qu'une bonne stabilité au cours du temps.

III- étapes du raffinage

Le raffinage effectué au niveau de la SIOF est un raffinage chimique qui se fait selon les opérations élémentaires suivantes:

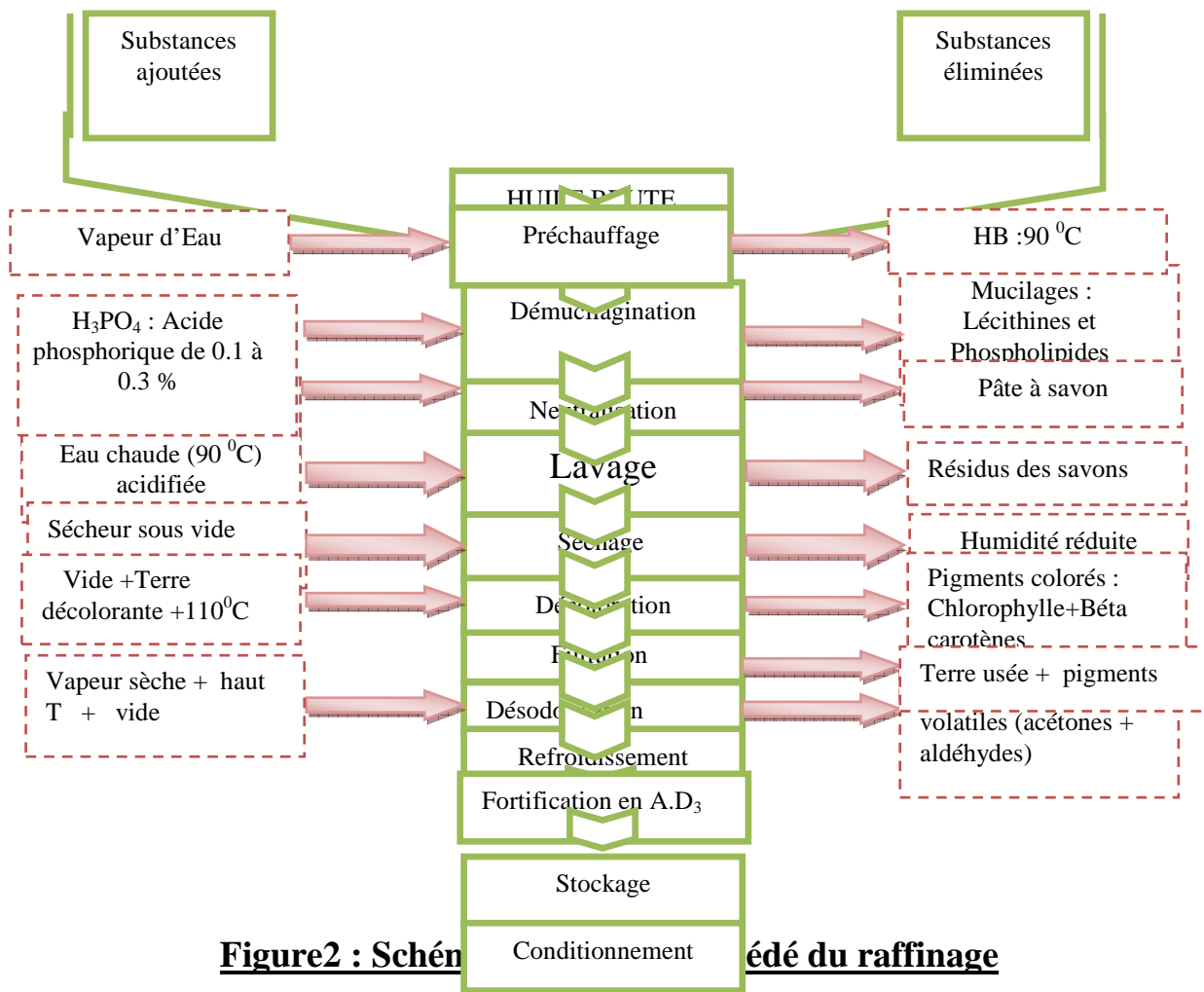


Figure2 : Schéma du raffinage

II- 1- Démucilagination

La démucilagination est une opération nécessaire qui permet l'élimination des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de l'acide phosphorique H_3PO_4 .

La teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration: ils peuvent représenter 0.5-1% de l'huile de soja.

a) Procédé

- L'huile brute est filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grossières substances.
- Ensuite, elle traverse un échangeur à plaques qui élève sa température au environ 85-90 °C, en utilisant comme fluide chauffant la vapeur d'eau.
- L'acide phosphorique commercial est injecté par une pompe doseuse 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 passent alors dans un mélangeur rapide (6000 tr/min) pour la dispersion d'acide dans l'huile puis dans un mélangeur lent à l'axe vertical (bac de contact) assurant un temps de contact d'au moins 15-20 minutes pour qu'il y est conditionnement des mucilage (gonflement).Le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

b) Facteurs influençant le rendement

- **La température :** ne doit pas dépasser 90°C, elle favorise l'élimination des mucilages et la diminution des pertes.
- **L'agitation :** augmente la surface de contact.
- **Le temps :** entre 15 à 20 minutes selon la quantité des mucilages dans l'huile brute.

Remarque

L'action de l'acide a quelques inconvénients sur l'huile : elle renforce la couleur de l'huile, ce qui complique l'opération ultérieure de décoloration. Elle risque d'hydrolyser les triglycérides ce qui va faire augmenter les pertes en huile (sous forme d'acides gras libres).

II-2- Neutralisation

a) But

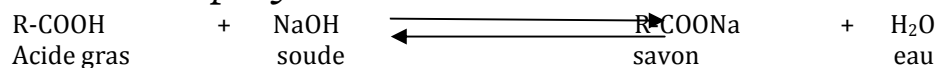
- Cette opération vise essentiellement à neutraliser les acides gras libres indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation, ainsi que l'acide phosphorique employé dans l'étape précédente.

- autre son effet neutralisant, la soude permet de débarrasser l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restant et d'éliminer les traces métalliques (fer et cuivre) qui sont des catalyseurs d'oxydation, donc des accélérateurs de rancissement.
- En plus la soude a un effet décolorant parce qu'elle détruit un grand nombre de pigments et de composés colorés d'origine oxydative.

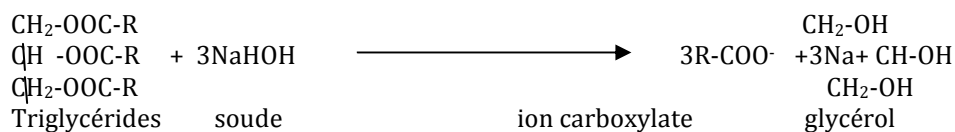
b) Procédé

- On injecte à l'huile venant de la démulcination de la soude caustique (16°B à 18°B) à l'aide d'une pompe doseuse pour l'huile de soja. (pour l'huile de grignon on ajoute de la soude à 34°B).
- En tenant compte de l'acidité de l'huile et de la quantité d'acide phosphorique ajouté lors de la démulcination, on détermine la quantité de soude caustique à injecter.
- Le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un premier séparateur (centrifugation à 4700tr/min) destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile (phase légère).

La réaction de saponification est la suivante :



Pour déplacer l'équilibre vers le sens de la formation des savons, on doit ajouter une quantité bien déterminée de la soude car une huile mal dosée peut donner la saponification des triglycérides dite saponification parasite



Remarque

- Le degré Baumé indique la concentration d'une solution. Sa définition, assez ancienne, est légèrement variable selon le domaine et selon les pays.

II-3- Décirage

Certaines huiles (grignon et tournesol) nécessitent un traitement supplémentaire suite à un pourcentage élevé des esters d'acide gras (cires) qui se précipitent à basse

température d'où l'importance du décirage. Pour que l'huile soit exemptée de cires, après la neutralisation, elle doit passer par les étapes suivantes :

1. Un refroidissement dans un échangeur **huile – huile** (huile froide qui sort de décirage va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation), et aussi un échangeur **huile – eau** qui va faire baisser la température jusqu'à 11°C.
2. On injecte NaOH (2^{ème} soude) 15-16 °B sur l'huile refroidie. Pour créer des savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
3. Un autre refroidissement dans les maturateurs munis d'agitateurs et de serpentins avec addition de l'eau douce froide dans le 2^{ème} maturateur. L'huile sort à une température de 8°C, ensuite elle est pompée vers un échangeur huile – eau qui va augmenter la température de l'huile à peu près de 15-16° C en évitant la rupture des cires cristallisées.
4. A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur N°2, on va éliminer les cires d'huile. L'huile décirée est chauffée par l'échangeur **huile – huile** (huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort du décirage) et aussi par échangeur huile - vapeur jusqu'à 90°C. Le lavage se poursuit comme pour le soja.

Remarque

- Si L'acidité de l'huile brute est < 10%, on effectue une seule neutralisation avec une soude caustique concentrée (26⁰ Bé).
- Si l'acidité de l'huile brute est >10%, la neutralisation passe par deux étapes :
 - *une 1^{ère} neutralisation après l'étape de dé mucilagination avec une soude caustique concentrée (26⁰ Bé).
 - *une 2^{ème} neutralisation (ou re- neutralisation) qui est effectué après le 2^{ème} refroidissement avec une soude moins concentrée (13⁰Bé).
- Le raffinage de l'huile de grignon diffère du raffinage de l'huile de soja par cette opération de (purification).

II-4- Lavage

a) But

Cette opération permet d'éliminer (savon et la soude en excès) présentes à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

b) Procédé

L'huile décirée est réchauffée à 90°C. Elle reçoit de l'eau acidifiée, ensuite le mélange passe dans un mélangeur rapide, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans un séparateur.

Remarque

- L'eau utilisée dans l'étape du lavage est adoucie pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savon .
- L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons (augmentation de leurs densités).

II-5- Séchage

a) But

- C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, car l'humidité peut provoquer un colmatage des filtres.

b) Procédé

- L'huile sortante du lavage avec une température de 90 °C, est pulvérisé dans une tour verticale maintenue sous vide appelée sécheur.

II-6- Décoloration

a)But

- Cette opération a pour but d'éliminer les pigments colorés (caroténoïde et la chlorophylle) que la neutralisation n'a que très partiellement détruit.

b) Procédé

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

- Une première conduisant 90% de l'huile directement vers un échangeur thermique à spiral (où elle sera chauffée à 100 °C) puis vers le décolorateur.
- Une deuxième conduisant 10% de l'huile vers un mélangeur, où elle se mélange avec la terre (10% de charbon actif +0.08% de terre). Après un temps de contact de 20 min (suffisant pour avoir un bon mélange), le mélange rejoint les 90% d'huile dans le décolorateur.

L'opération se fait à la température $T=110^{\circ}\text{C}$ et à la pression 1,5 bar. Pendant 15 min dans un décolorateur muni d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et qui empêche les dépôts au fond du décolorateur.

Remarque

- Pour l'huile de grignon, la décoloration se fait par du charbon actif car il est plus efficace.

II-7- Filtration

a) Procédé

Au sien de la SIOF, l'huile sortante du décolorateur doit être débarrassée de la terre qu'elle contient en suspension. Pour cela, l'huile passe tout d'abord dans un gros filtre à plaque, puis dans deux autres petits filtres à proche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matières en suspension. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

II-8- Désodorisation

a) but

Le but de cette étape du raffinage est essentiellement d'éliminer les saveurs de l'huile afin qu'elle soit plate de goût et d'odeur.

Les composés responsables de ces saveurs sont divers. Ils ont notamment été identifiés des **aldéhydes**, des **cétones**, des **peroxydes**, des **alcools** et des **produits organiques** contenus en faible quantité et pour la plupart volatils.

b) Procédé

La procédure de désodorisation se fait en 5 étapes :

1- L'huile décolorée est pompée d'abord vers un filtre puis vers un échangeur à plaque (N°1) où elle sera préchauffé ($T=140^{\circ}\text{C}$) par l'huile déjà désodorisée. Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur (désaération et élimination des traces d'eau), puis elle passe par 2 échangeurs :

- le premier «échangeur est à plaque (N°2) où elle sera chauffée (à une température d'environ 200°C) par l'huile désodorisée.
- le deuxième est un échangeur tubulaire où le chauffage se fait par la vapeur.

2- Ensuite, l'huile entre dans le désodoriseur (comportant 5 étages) pour éliminer les composés volatils. On travaille toujours sous vide (8 bars) et on injecte de la vapeur dans

l'huile des 4 étages (le 5^{ème} étage de bas du désodoriseur est considéré comme un réservoir).

- 3- L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre retenant les impuretés qui sont formées sous l'effet de la température élevée. Puis elle est pompée vers l'échangeur à plaque (N°2), puis vers l'échangeur à plaque (N°1) afin de diminuer sa température.
- 4- L'huile désodorisée se refroidit encore par son passage dans un échangeur à plaque où on a un transfert de chaleur avec l'huile brute (à peu près 25 °C), puis dans un deuxième à spiral où le refroidissement est assuré par l'eau. Elle sort avec une température entre 50 et 70 °C et se dirige vers les filtres de sécurité.

NORMES:

- acidité <0.1%.
- teneur en phosphore <3 ppm.
- taux de savon =0 ppm.
- Absence d'humidité car c'est un agent de lipolyse (c'est une réaction de dégradation des lipides).
- absence de chlorophylle et de carotène car se sont des agents de photo oxydation.
- absence de Fer et de cuivre car se sont des catalyseurs d'oxydation.
- absence d'odeur et de flaveur.

II-8- La fortification:

La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs de ces aliments au dessus de la valeur considérée comme normale. La fortification des aliments avec la vitamine A et D₃ est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines.

L'huile finie de la SIOF est enrichie avec les vitamines A et D₃.

IV-Emballage et conditionnement :

L'emballage assure la protection des aliments, il constitue une barrière physique contre les facteurs d'altération (humidité, oxygène ...).

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans les cartons.

Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne ½ L / 1 L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon manuelle.
- Une ligne 2L / 5L PET où le remplissage est volumique.

❖ Description des étapes du conditionnement :

Le soufflage:

Le soufflage s'effectue en plusieurs :

- Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes à IR pour que la matière devienne molle ;
- Un étirage par une tige d'élongation qui donne à la bouteille la hauteur prévue ;
- Le pré soufflage avec une pression de 7bar, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage ;
- Le soufflage à une pression de 40bar.
- A l'aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale à la bouteille.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenus, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse.

Remplissage et bouchage :

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse, qui seront par la suite fermées par la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport (le convoyeur).

Etiquetage et datage :

Les bouteilles remplies sont étiquetées et codées.

Mise en carton :

Après cette étape les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse ou elles seront remplis dans des cartons qui sont remis par la Formeuse et qui leur donne une forme parallélépipédique. Les cartons sont par la suite fermés et datés puis encaissés manuellement et enfin stockés.

Chapitre 3

Analyses d'huile effectuées au sein de laboratoire de SIOF

I-Introduction:

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

Lors de chaque contrôle des analyses, les responsables de laboratoire renseignent les techniciens de raffinage en cas de non-conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

La prise des échantillons se fait régulièrement à chaque étape de raffinage par le service de laboratoire comme suit:

<u>Echantillon</u>	<u>Analyses</u>
Huile brute(HB)	Acidité, taux d'impuretés
Huile déémucilaginée (HM)	Acidité
Huile neutralisée (S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pâte de neutralization	Acidité
Huile séchée (HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtrée (HF)	Acidité
Entrée de désodoriseur (ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur (SD)	Acidité, savon, transmittance
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde

Tableau 1: Les Analyses effectuées sur chaque étape du raffinage

HB : huile brute.

HM : huile mélangée au moment de la déémucilagination.

HN : huile de séparateur 1. Au moment de la neutralisation

HS : huile séchée.

ED : huile entrant à la désodorisation.

SD : huile sortant de la désodorisation.

II- Analyses instrumentales:

II-1-Contrôle de la transmittance (couleur)

a)

Le but

- S'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.
- C'est une analyse qui nous permet de savoir l'intensité de la couleur d'une huile, il y a des clients qui exigent une certaine couleur de l'huile surtout dans l'industrie de la peinture. L'huile ne doit présenter aucune couleur, ceci dépend du pourcentage de la terre décolorante.

b) Mode opératoire

Cette mesure est effectuée par spectroscopie UV,

- on règle le spectromètre à la longueur d'onde 420 nm.
- Remplir une cuve par l'eau distillée pour étalonner le spectromètre. La coloration (Absorbance) doit être égale 99.99 ppm pour avoir un bon étalonnage.
- Après on remplit l'autre cuve par l'échantillon.
- Pour que la coloration soit dans la norme, elle doit être supérieure à 50 ppm.

⇒

Ce contrôle s'effectue à

la sortie de désodoriseur et pour les huiles finis.

II-2- L'analyse phosphorique

a) but

Cette méthode a pour but de déterminer la quantité du phosphore dans les huiles.

b) principe

La destruction de la matière organique s'effectue par la minéralisation en présence d'oxyde de magnésium : L'hydrolyse du phosphore à l'état d'ortho phosphate forme en milieu acide du complexe jaune de phosphovanadomolybdate d'ammonium de coloration stable.

c) Mode opératoire

La **première** étape :

- Faire une prise d'essai de l'huile.
- Rajouter une pincée d'oxyde de magnésium.
- Mettre sur feu jusqu'à une calcination totale.
- Introduire le creuset dans un four.

- Après refroidissement verser 10 ml d'acide nitrique au creuset.
- Chauffer pendant 5 min.
- Transvaser le contenu du creuset dans des fioles de 100 ml, à travers un papier à filtre en le rinçant par de l'eau distillée.
- Compléter le volume par de l'eau distillée.

La **deuxième** étape :

- Mettre 10 ml de solution **C** « nitro-vanado-molybdique » dans 2 béchers.
- Ajouter dans chaque bécher 10 ml de la solution contenu dans la fiole.
- Préparer un témoin contient 10 ml de solution concentré + 10 ml d'eau distillé.

La détermination du phosphore se fait par spectrophotométrie. On met l'échantillon témoin dans une cuve qu'on place dans le spectrophotomètre. Après on met l'échantillon à analyser dans l'une des cuves et on suit les consignes données par l'appareil, les résultats obtenus par spectrophotométrie sont exprimer en ppm.

d) Résultats

Etape de l'huile	1 ^{er} jour	2 ^{ème} jour	3 ^{ème} jour	4 ^{ème} jour	5 ^{ème} jour	Norme
HS (ppm)	5.45	7.65	8.11	2.45	4,55	≤5ppm
SD(ppm)	2,25	2 ,89	4.95	7.05	2,15	≤ 5ppm

Tableau 2: Taux de phosphore dans l'huile de SOJA au séchage et à la sortie à la désodorisation.

e) Interprétation

- ⇒ D'après les résultats présentés on remarque la présence parfois des valeurs supérieures à 5ppm.
- ⇒ Lorsque le taux de phosphore dépasse la norme, le responsable du raffinage doit intervenir en diminuant la quantité de l'acide phosphorique ajouté à l'étape de la démulagination.

II-Analyses non instrumentales:

III-2- Test d'acidité:

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

a) Mode opératoire

- Prendre 100 ml de l'alcool + indicateur coloré, neutralisé le milieu par KOH (coloration rose clair).

- Faire une prise d'essai environ 10 ml.
- Titrer par l'hydroxyde de potassium à 0.1 N jusqu'au virage.

L'acidité est donnée par la formule suivante:

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

Avec:

V: volume de KOH versé (0.1 M).

PM : poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol

PE : prise d'essai en g.

$$\% \text{ d'acidité} = (V * 10^{-3} * 0.1 * 282 * 100) / PE$$

$$\% \text{ d'acidité} = (V * 2.82) / PE$$

b) Résultat

	HB	HM	HN	HS	ED	SD
1ere jour	0.65	0.85	0.078	0.085	0.16	0.085
2eme jour	0.69	0.98	0.05	0.089	0.17	0.099
3eme jour	0.6	1.12	0.074	0.095	0.11	0.091
4eme jour	0.74	0.95	0.06	0.1	0.1	0.082
Norme	Max2%	Max 2%	0.02-0.04%	0.08-0.1%	0.08-0.1%	0.08-0.1%

Tableau 3 : Acidité de l'huile de SOJA au cours de la procédure de raffinage.

c) Interprétation

⇒ Pour les huiles brutes, mélangées, avant désodorisation, après désodorisation nous avons trouvé des acidités dans les Normes.

⇒ Après la neutralisation nous avons trouvé des acidités supérieures à 0,04 %. Dans ce cas le responsable au raffinage a été averti pour ajouter de la soude pour neutraliser davantage.

Remarque

- On utilise l'alcool distillé (Ethanol) qui joue le rôle de solvant, puisqu'il a un caractère acide, on doit le neutraliser en présence de l'indicateur spécifique (phénophtaléine).

- Après neutralisation de l'alcool, il nous reste les acides gras qu'on les neutralise par un dosage acido-basique par une solution de potasse, le virage indique que tous les acides gras (notamment l'acide oléique) sont neutralisés.

III-3- Contrôle de savons :

C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium.

a) Mode opératoire

- Dans un ballon Prendre 40 ml d'acétone.
- On ajoute 7 gouttes d'indicateur coloré (bleu de bromophénole).
- On obtient une coloration jaune.
- Ajouter une prise d'essai d'huile environ 10 g.
- Titrer avec l'acide chlorhydrique (0.01 N) jusqu'au virage (coloration verte).

Le taux de savon est:

$$Taux_{sapon} = (\text{volume de HCl versé} * N * M (\text{oléate de sodium})) / PE$$

$$Taux_{sapon} = (V(HCl) * 3040) / PE \text{ en ppm}$$

Avec:

3040: masse molaire du savon.

V: volume de HCL versé.

PE : prise d'essai.

b) Résultat

	1 ^{er} jour	2 ^{ème} Jour	3 ^{ème} Jour	4 ^{ème} Jour	Norme
HN(ppm)	729	896	1158	2896	Max 1200
ED(ppm)	0	0	0	0	0

Tableau 4 : Taux de savon dans l'huile de SOJA

c) **Interprétation**

- ⇒ on remarque que la valeur du 4^{ème} jour du taux de savon à l'étape de neutralisation est hors norme, dans telles situations le responsable de raffinage doit augmenter la quantité de l'acide citrique.
- ⇒ Notons ici que la mesure du taux de savon à cette étape sert uniquement comme indice de la quantité de l'acide citrique qu'on devrait ajouter à l'étape de lavage pour éliminer les savons.

⇒ Pour l'étape de désodorisation, le taux de savon trouvé pour les 4 jours est de 0 ppm. Un tel résultat montre que les procédures de lavage et de décoloration se sont bien produites.

III-4 Dosage de l'acidité de la pâte

a) Mode opératoire

- Dans un ballon on met :
 - 10 g de la pâte
 - 30 ml de dioxane.
 - 7 ml d'eau distillé.
 - 7 ml d'acide sulfurique.
 - Indicateur coloré (orange de méthyle).
- Chauffer le ballon jusqu'à une coloration marron.
- Faire l'extraction par 25 ml de l'hexane le contenu du ballon, On laisse le mélange reposé jusqu'à la séparation de deux phases, la phase supérieure contient la matière grasse et la phase inférieure contient les impuretés, refaire l'extraction de la phase inférieure deux fois par l'hexane.
- Laver la phase contenant la matière grasse par l'eau chaude.
- Filtrer la phase contenant la matière grasse dans un papier filtre contenant le sulfate de sodium anhydre pour empêcher les traces d'eau existantes, ensuite elle est mise en Soxhlet pour éliminer les traces de l'huile collantes sur le papier.
- Après l'huile est mise à l'étuve à une température de 103 °C pour éliminer les dernières traces d'eau.
- On contrôle l'acidité de matière grasse trouvée.

Remarque:

- Plus l'acidité est supérieure à 60% plus les pertes de l'huile dans la pâte de neutralisation diminuent.

b) Résultat

Jours	1 ^{er} jour	2 ^{ème} jour	3 ^{ème} Jour	4 ^{ème} Jour	5 ^{ème} jour	Norme
Acidité %	69	75	77	65	67	≥60%

Tableau 5: Acidité de la pâte de neutralisation de SOJA.

III-5- L'humidité de l'huile:

a) Le principe

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 103°C.

b) Mode opératoire

- Dans un cristalliseur, faire une prise d'essai d'huile d'environ 10 g.
- Mettre le cristalliseur dans l'étuve
- Après 2 heures, on le fait sortir de l'étuve.
- Le pourcentage d'humidité est :

$$\underline{\% \text{ humidité} = [(m_1 - m_2) / m_1] * 100}$$

Avec:

m₁: la masse de l'échantillon avant le faire entré à l'étuve.

m₂: la masse après le faire sortir de l'étuve.

Chapitre 4:

Raffinage continu et discontinu de l'huile de Grignon

I- Introduction :

Après la démucilagination, l'huile subit une neutralisation des acides gras libres indésirables. La neutralisation débarrasse l'huile de la quasi-totalité des phospholipides restant et élimine les traces métalliques. Elle joue aussi un effet décolorant.

Après l'ajout de la soude, l'huile est malaxée dans un mixeur, puis elle passe vers un séparateur pour séparer l'huile de la pâte.

La séparation de la phase huileuse de la pâte se fait essentiellement par décantation ou par centrifugation. Elle est basée sur la différence de densité entre les 2 phases.

Problématique :

- La société SIOF utilise la méthode de centrifugation pour cette étape de neutralisation, l'entraînement de l'huile dans la pâte de neutralisation provoque une perte importante de l'huile.
- La société a décidé de tester la méthode de décantation dans le but de minimiser les pertes de l'huile dans la pâte et d'augmenter le rendement.
- Pour remédier à cette perte, plusieurs paramètres tels que (Température, Temps de décantation, Acidité d'entrée de l'huile brute, Acidité de sortie après neutralisation) doivent être maîtrisés. C'est pour cela la société a décidé d'expérimenter, à l'échelle de laboratoire, cette méthode de décantation afin d'optimiser les meilleures conditions pour avoir une bonne séparation.

II- Travail effectué :

Nous avons essayé de réaliser la séparation par la méthode de décantation en faisant varier la température et l'acidité d'entrée et on garde l'acidité de sortie fixe.

- ✓ Nous avons travaillé avec deux températures fixe à $T = 80^{\circ}\text{C}$ et à $T = 90^{\circ}\text{C}$.
- ✓ Acidité Entrée (on a pris plusieurs échantillons d'acidité différente de 8 % jusqu'à 15%).
- ✓ Acidité de sortie est fixée à 2%.

Mode Opérateur:

- Dans un bêcher, on pèse 200g de l'huile brute de grignon.
- On chauffe l'huile à 80°C en agitant, puis on ajoute 0.1ml de l'acide phosphorique et on maintient l'agitation pendant 20min.
- Après 20 min, on ajoute la soude pour faire descendre l'acidité à 2% en maintenant l'agitation jusqu'à apparition de deux phases, la pâte monte en haut et l'huile décent en bas.
- Après séparation de l'huile, on effectue l'analyse de la pâte.

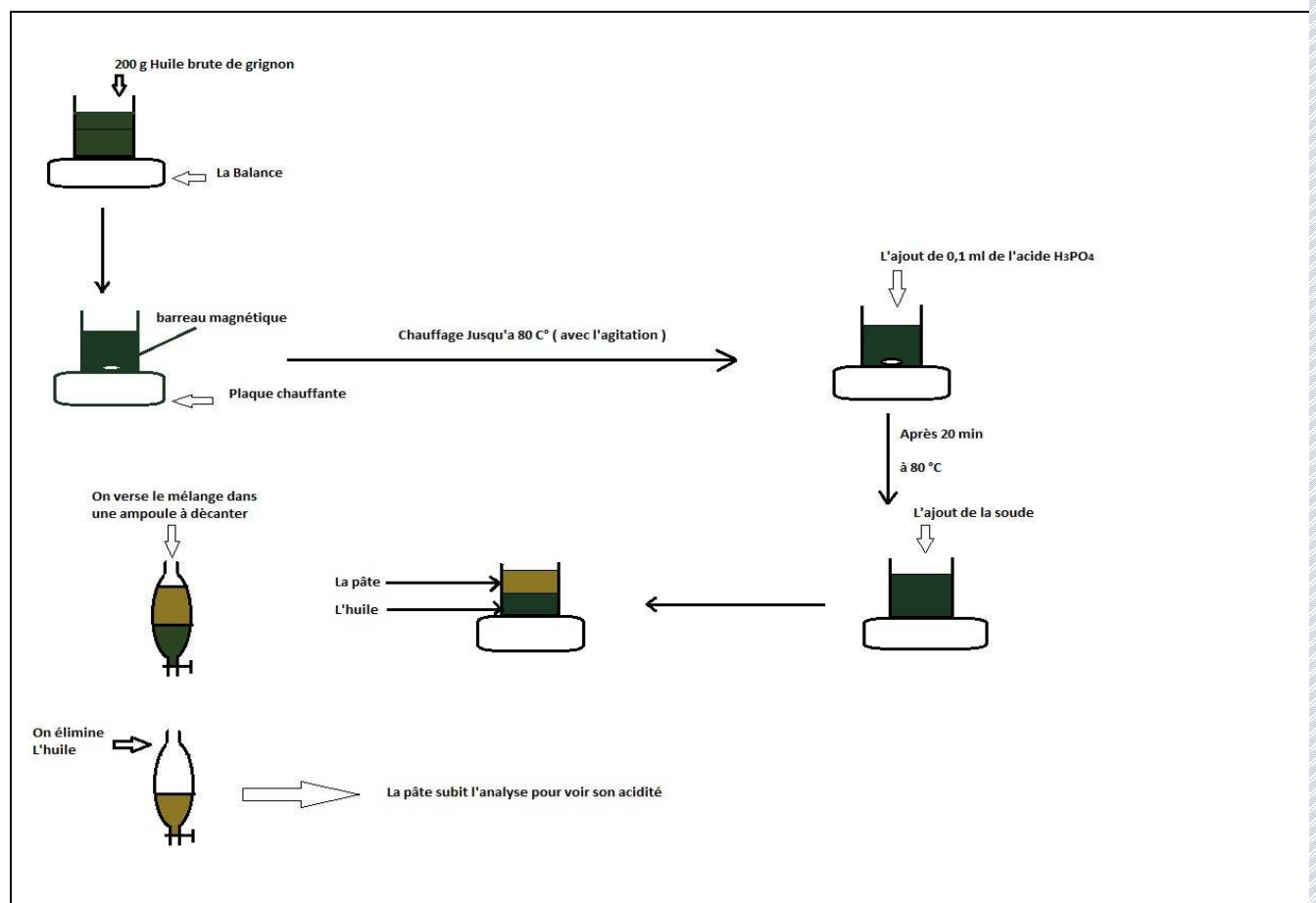


Figure3 : Schéma de la séparation par la méthode de décantation

III-Résultats et interprétations:

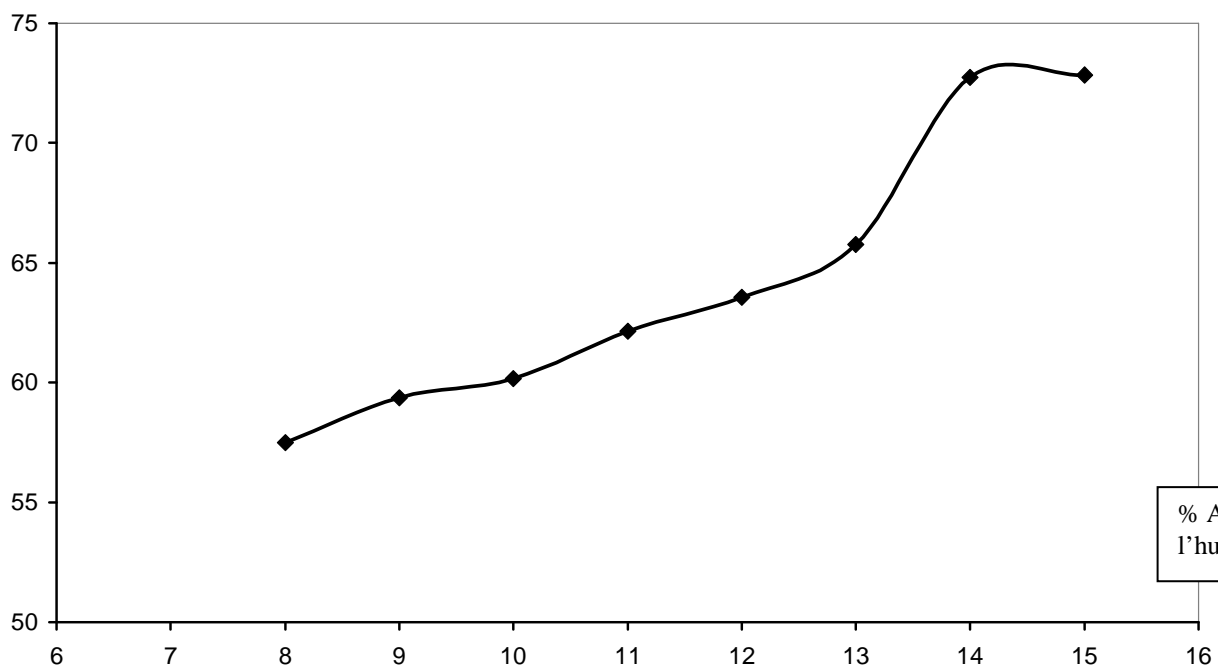
⇒ Le tableau 6 présente le pourcentage de l'acidité de la pate en fonction du pourcentage de l'acidité d'entrée de l'huile brute à la température $T=80^{\circ}\text{C}$ pour le raffinage discontinu.

Raffinage discontinu		
Acidité Entrée %	Acidité sortie%	Acidité de la pâte%
8	2,16	57,48
9	2,11	59,36
10	2,56	60,17
11	2,14	62,14
12	2,72	63,55
13	2,3	65,77
14	2,14	72,73
15	2,5	72,83

% Acidité de la pâte

Evolution de l'acidité de la pate en fonction d'acidité d'entrée de l'huile $T=80^{\circ}\text{C}$.

raffinage discontinu à 80°C



% Acidité de l'huile d'entrée

Figure 4: évolution de l'acidité de la pâte en fonction de l'acidité d'entrée de l'huile brute à 80°C .

⇒ le tableau 7, on présente le pourcentage de l'acidité de la pate en fonction du pourcentage de l'acidité d'entrée de l'huile à une température fixe $T=90^{\circ}\text{C}$ pour le raffinage discontinu.



Raffinage discontinu		
Acidité Entrée	Acidité sortie	Acidité de la pâte
9	2,14	52 ,43
13	2,11	57,18
17	2,01	60,25
25	2,36	70,58

Tableau7 : Mesure de l'acidité de la pate en fonction d'acidité d'entrée de l'huile brute à T=90 °C

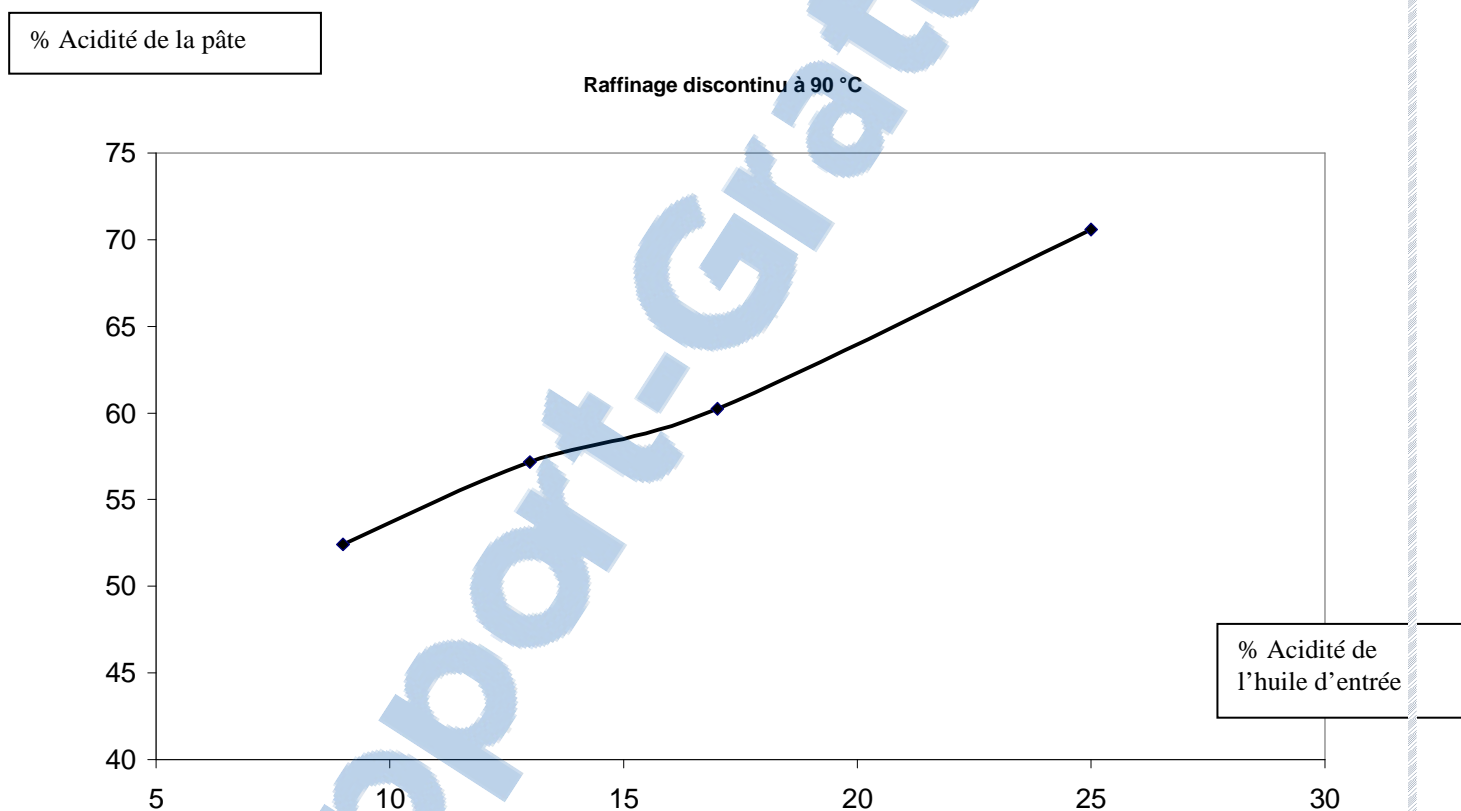


Figure 5 : évolution de l'acidité de la pate en fonction d'acidité d'entrée de l'huile brute à 90 °C.

⇒ Le tableau 8 présente le pourcentage de l'acidité de la pate en fonction de l'acidité à l'entrée de l'huile brute à la température T= 90°C pour le raffinage continu.

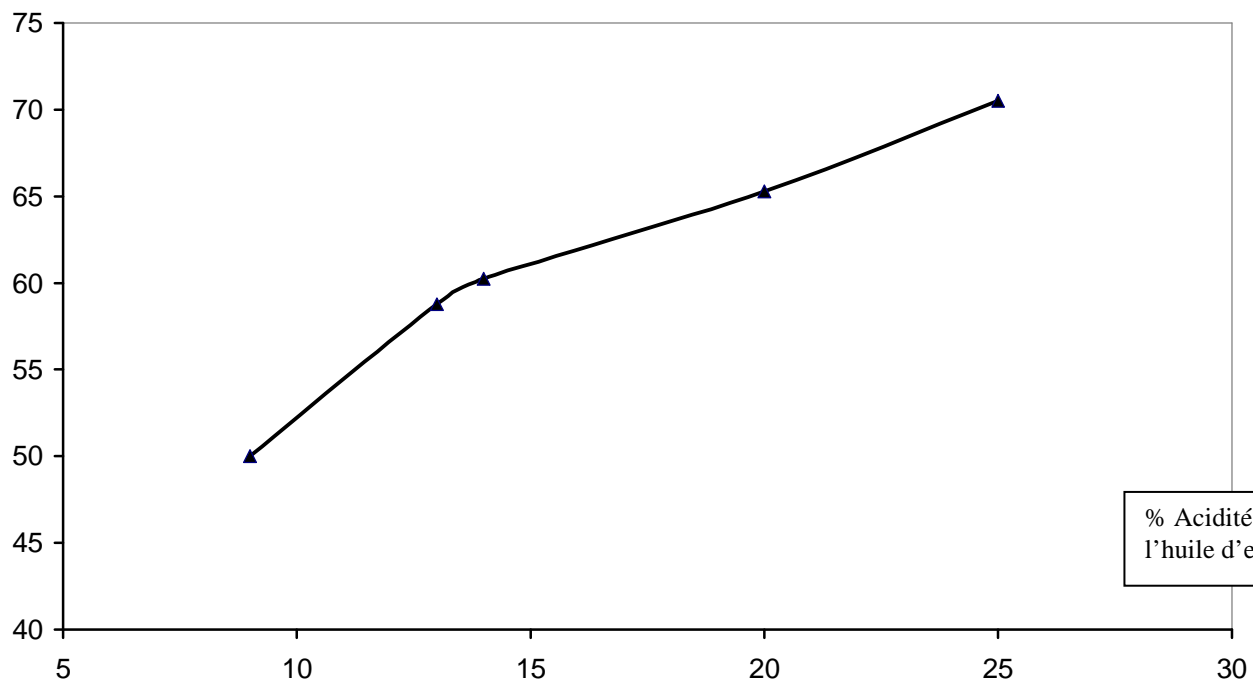
Raffinage continu		
Acidité entrée	Acidité sortie	Acidité de la pâte
9	2.14	50

13	2.11	58.77
14	2.01	60.25
20	2.72	65.3
25	2.30	70.5

Tableau 8 : Mesure de l'acidité de la pâte en fonction d'acidité d'entrée à T=90 °C

% Acidité de la pâte

Raffinage continu à 90 °C



Courbe 6 : évolution de l'acidité de la pâte en fonction de l'acidité d'entrée à une T = 90 °C.

Interprétations :

- ⇒ D'après les résultats obtenus pour les deux températures 80 et 90°C, on constate que l'acidité de la pâte augmente en fonction de l'acidité de l'huile brute.
- ⇒ Nous avons aussi constaté qu'il n'y a pas une grande différence au niveau des résultats entre les 2 méthodes de raffinage continu et discontinu.
- ⇒ Malheureusement les expériences de la méthode de décantation que j'ai réalisée au laboratoire n'ont pas pu augmenter le pourcentage d'acidité de la pâte au delà de 90%, valeur significative pour avoir un bon rendement de raffinage.

Conclusion

Mon stage s'est déroulé au sein de la Société Industrielle Oléicole de Fès du 16 Avril au 31 Mai 2012. Durant cette période, j'ai pu valoriser mes acquis théoriques en les mettant en pratique par la réalisation d'analyses chimiques (spectroscopie UV, neutralisation...) et d'acquérir une expérience complémentaire dans le domaine du contrôle de qualité. Ce stage constitue une étape très importante dans mon cycle de formation. Il m'a permis de comprendre le fonctionnement de cette entreprise et de consolider mes connaissances sur le registre de l'industrie des huiles.

L'objectif de ce stage est d'utiliser la décantation comme technique de séparation au lieu la centrifugation dans le but de minimiser les pertes de l'huile dans la pâte. Nous n'avons pas pu améliorer le pourcentage d'acidité de la pâte au-delà de 90%, valeur significative de bon rendement du raffinage. En raison de la durée de stage très courte, nous n'avons pas pu étudier l'influence de tous les paramètres tels que la température, temps de décantation et l'acidité sur la séparation par décantation.

