

# INTRODUCTION

La fabrication des huiles alimentaires fait partie des industries agro alimentaires qui ont des activités basées sur des matières premières qui sont des produits agricoles végétaux ou animaux .Un enchainement bien défini de différentes opérations unitaires traduit un procédé qui relie entre la matière première et le produit fini.

Le stage est effectué d'une durée d'un mois et demi au sein du laboratoire de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF) qui est un des pionniers de la production d'huile alimentaire au Maroc.

L'objectif du stage est de compléter la formation théorique par des applications pratiques, il permet donc de passer du monde étudiant au monde professionnel, d'acquérir de nouvelles techniques du procédé du raffinage des huiles alimentaires, de compléter mes connaissances concernant les différentes analyses effectuées sur les huiles et de me permettre de développer l'esprit de responsabilité et d'initiation.

Notre rapport se subdivisera en trois axes principaux :

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

En second lieu, nous présenterons le processus de fabrication de l'huile de table. Nous verrons en détail les étapes clés du raffinage des matières oléagineuses pour obtenir de l'huile admise à la consommation et respectant les normes en vigueur.

Finalement on va entamer le processus de raffinage discontinu de l'huile de grignon.

## I. Aperçu sur la SIOF :

### 1. Historique :

Créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée SARL, la SIOF (Société Industrielle Oléicole de Fès) est 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, colza, coton...), avec une capacité de 12000 tonnes/an.

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

En 1978, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du royaume, à l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) et de nouveaux matériaux de remplissage, et surtout au suivi permanent du marché au niveau de la qualité du produit, du prix de vente et de la concurrence.

A partir de 1985 elle s'est transformée en une société anonyme <<S.A >>, avec un capital de 30.000.000 DH, dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

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

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

En 2002-2003, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication de PET (polyéthylène téréphtalate). Pour le conditionnement des huiles en format 1/ 2L, 2 L et 5 L.

Dans le souci d'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.

## **2. Présentation :**

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 exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

**Actuellement**, La **SIOF** dispose de trois sites industriels :

- ✓ Le 1<sup>er</sup> se situe à la zone industrielle *Sidi Brahim*, assurant la trituration des olives, la production de conserve d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- ✓ Le 2<sup>ème</sup> situe à la zone industrielle de *Dokkarat*, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaire.
- ✓ Le 3<sup>ème</sup> site est une ferme localisée dans les régions d'Ain Taoujdate dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

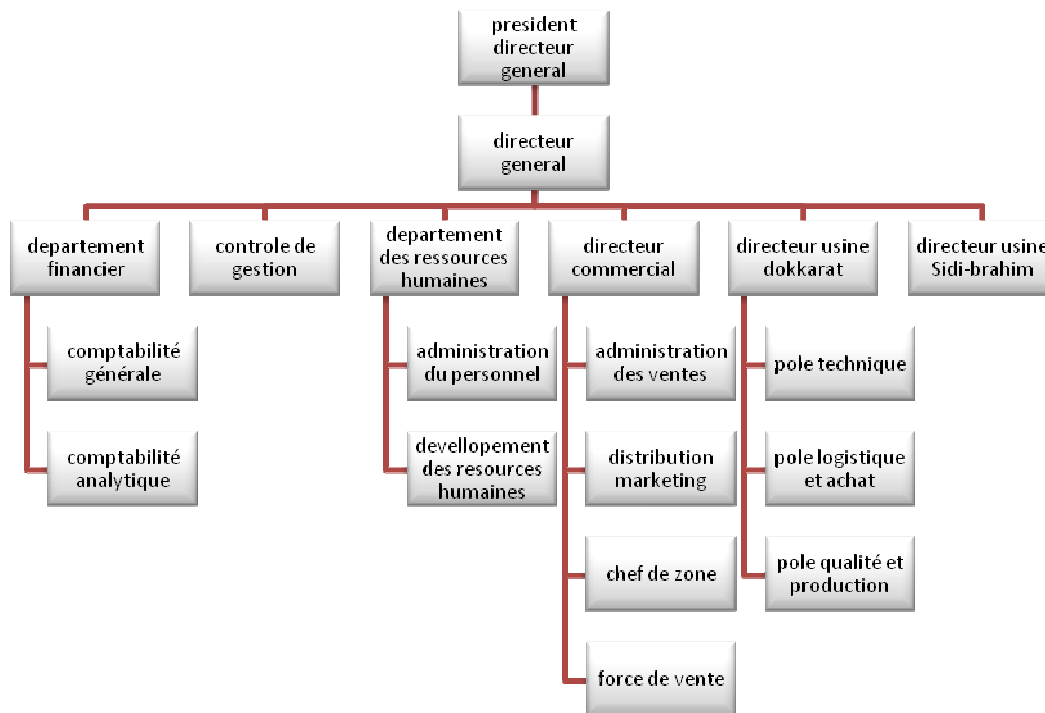
Avec un capital qui atteint 30.000.000dhs «dont les actions sont répartis entre la famille LAHBABI (9associés) », la **SIOF** produit une large gamme d'huiles qui lui permet de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme **LESIEURE** **CRISTAL** «première sur les marchés des huileries au Maroc»

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

- «**SIOF**» huile de table raffinée à base de **soja**.(1966)
- «**Moulay Idriss** » huile d'**olive** vierge courante.(1992)
- «**Andalousia**» huile de **grignons** raffinés.(1993)

- «*Frior*» huile de friture, 100 % tournesol.(1996)

### 3. Organigramme de la SIOF :



## II. Produits fabriqués par la SIOF :

### 1. Huile d'olive

L'**huile d'olive** est la matière grasse extraite des olives. Simple et délicate à la fois, 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.

Composition de cette huile

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

## **2. Huile de Soja**

Cette huile est extraite de la fève de soja, une plante originaire d'Asie, utilisée dans l'alimentation. C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3.

### Composition de cette huile :

- 23 % de gras mono insaturés ;
- 14 % de gras saturés
- 58 % de gras polyinsaturés (acide linoléique et  $\alpha$ -linoléique)
- Bonne source d'oméga-3 et d'oméga-6

## **3. Huile de grignon :**

Lorsqu'on extrait l'huile d'olive, il en résulte un sous-produit : le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive - peau, pulpe, petits morceaux de noyau - 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 grignon. La matière grasse des grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 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.

## **4. Huile de tournesol :**

L'huile de tournesol est originaire du Mexique et du Pérou. On l'extrait des graines de la fleur de tournesol.

### Composition de cette huile :

- 10 % d'acides gras saturés (acide palmitique et stéarique) ;
- 20 % d'acides gras mono insaturés (acide oléique) ;
- 66 % d'acides gras polyinsaturés (acide linoléique) ;
- Riche en tocophérol (vitamine E);
- Des stérols ( $\beta$ -sitostérol) ;
- Bonne source d'oméga-6

## I. Raffinage :

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

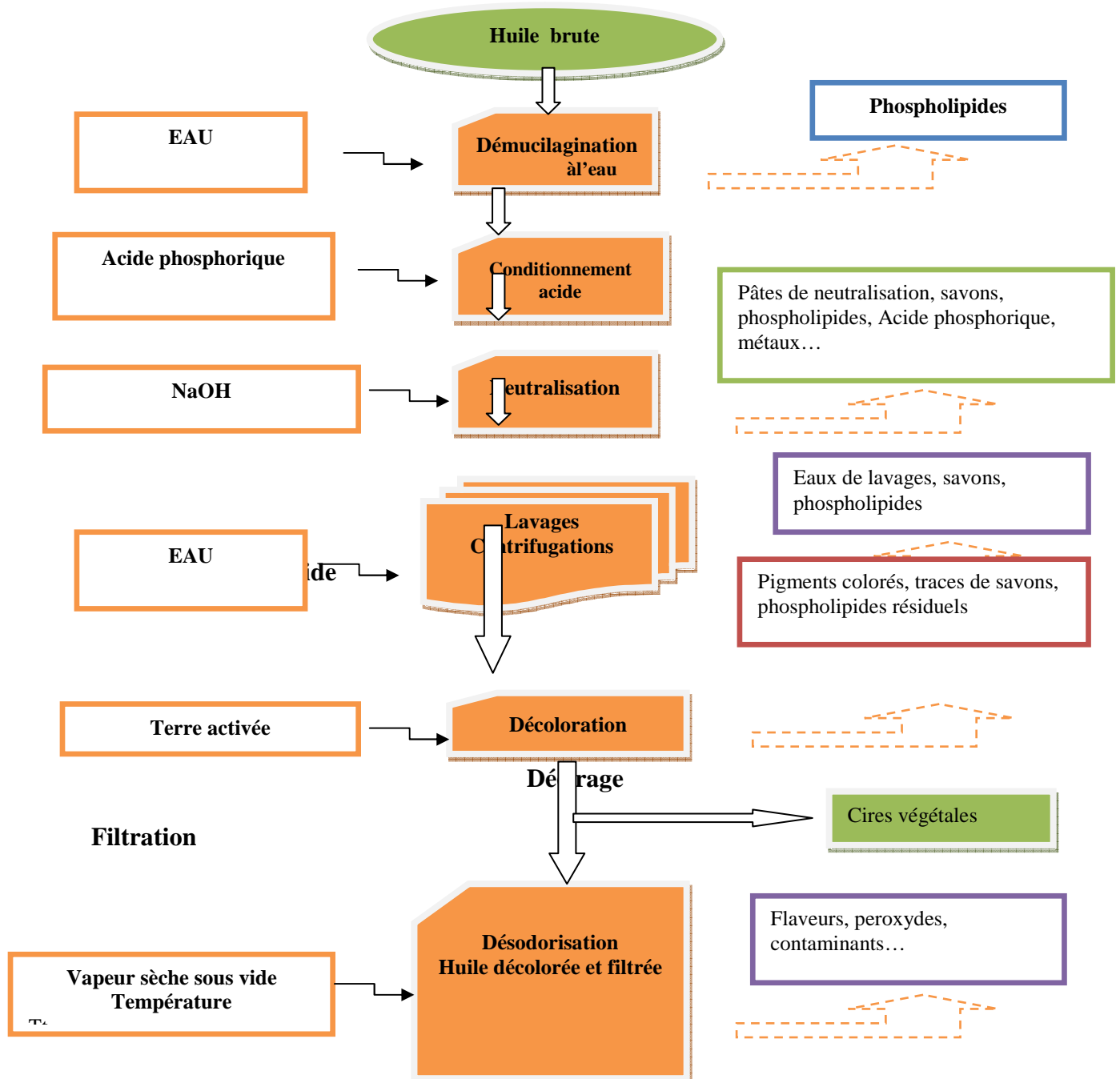
Son objectif est la récupération, en vue d'une utilisation alimentaire, des huiles auparavant inaptes (ce qui est dû principalement à une acidité élevée et à des défauts de saveur et d'arôme.)

Après traitement, on obtient une huile raffinée et les "**pâtes de neutralisation**" généralement destinées à des industries de formulation de graisses ; ces pâtes seront ensuite incluses dans des aliments composés destinés au bétail ou à des utilisations techniques non-alimentaires.

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, ...). Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes. Il comprend plusieurs opérations :

- ❖ Démucilagination (ou dégomme) : elle permet de débarrasser les huiles des gommages après leur hydrolyse par un acide.
- ❖ Neutralisation : les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans 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 et est suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.
- ❖ Décoloration : elle sert à éliminer les pigments contenus dans l'huile.
- ❖ 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-200°C).

Une représentation systématique de la séquence des étapes et/ou opérations utilisées dans un processus de raffinage des huiles :



## II. Description des différentes étapes de raffinage de l'huile de grignon:



### 1. Démucilagination :

#### Principe :

C'est une opération nécessaire et qui permet l'élimination des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de  $H_3PO_4$ . La présence de ces substances dans l'huile entraîne un certain nombre d'inconvénients :

- De nombreux essais ont montré qu'une huile mal raffinée (mal débarrassée de ces phospholipides) s'acidifie, s'oxyde et prend plus rapidement un goût désagréable.
- Ces substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation, désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.
- Les composés phosphorés en présence d'eau forment des précipités dits mucilages qui ne sont pas admis dans une huile livrée à la consommation.

#### Procédé :

Cette opération comprend les étapes suivantes :

**Stockage et alimentation** : L'huile brute de soja est stockée dans des cuves qui lui sont réservées. Avant de subir la démucilagination, cette huile est filtrée par les filtres d'avant pompe, puis pompée vers le circuit de neutralisation.

**Préchauffage** : Il a lieu sur deux étapes, d'abord dans l'échangeur à huile raffinée, puis dans un 2<sup>ème</sup> échangeur à eau adoucie. L'huile brute entre au 1<sup>er</sup> échangeur à 22°C et sort du 2<sup>ème</sup> à 95°C.

**Injection de l'acide** : La solution d'acide phosphorique, à 25-30 degré Baumé, est injectée. Le mélange passe dans un 1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> bac de contact tournant à une vitesse angulaire de 100 tours/min.

### 2. Neutralisation :

## Principe :

L'huile brute contient toujours des acides gras libres qu'il faut éliminer. Ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation.

La neutralisation c'est une opération qui vise essentiellement à neutraliser à la fois l'acide phosphorique et les acides gras indésirables sous forme de savons appelés : 'pâte de neutralisation'.

La réaction de saponification est la suivante :



C'est une réaction équilibrée, ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation du savon, on ajoute une quantité bien déterminée de soude.

La neutralisation avec la soude est très intéressante car elle élimine aussi les pigments colorés et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors du stockage.

À la sortie du bac de contact, l'huile est mélangée dans un malaxeur avec la soude caustique injectée par une pompe doseuse avec un débit qui dépend de l'acidité de l'huile brute (jusqu'à 140 l/h pour le soja) pour parfaire la réaction de neutralisation, puis dans un 1<sup>er</sup> séparateur bol auto-Débourbeur RSE 90.

## Procédé :

Au niveau de la SIOF la neutralisation se fait comme suit :

- Injection de la soude 16 à 18 degré baumé<sup>(1)</sup> : par une pompe doseuse (V=80L/h) pour l'huile de soja (pour l'huile de grignon et du tournesol, on travaille avec la soude 20%)
- Le mélange d'huile et de soude passe dans un deuxième mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol auto débourbeur (centrifugeuse à 4700tr/min) destiné à séparer la pâte de neutralisation de l'huile.

**(1)** °Bé =  $145 - (145000 / \text{masse volumique}) = 145 - (145 / \text{densité})$  ; où la masse volumique est en kg/m<sup>3</sup> et où la densité a pour référence : eau distillée = 1,000

## Remarque :

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



☞ Acidité : 0,02 – 0,04 %.

☞ Traces de savon : entre 1000 et 1200 ppm.

### 3. Lavage :

#### Principe :

Le lavage c'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

#### Procédé :

Il est important de noter que les huiles de grignon subissent un lavage peu différent (Décirage). Après la neutralisation, on les refroidit dans un premier échangeur huile – huile (huile froide qui sort de décirage va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation) et aussi dans un second échangeur huile - eau jusqu'à 11°C

- ❖ Huile refroidit est injectée par NaOH (2ème soude) 15-16 baumé pour créer des savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
- ❖ L'huile est conduite vers un premier maturateur où on peut ajouter l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de graines pour faciliter leur élimination. Après l'huile passe d'un second maturateur à un troisième dans un circuit plus long pour garantir un temps de séjour plus long.
- ❖ Dès le 3ème maturateur l'huile est pompée vers un échangeur huile – eau à 25°C qui va augmenter la température d'huile à 15-16°C tout en évitant la rupture des cires cristallisées.
- ❖ A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur les cires sont éliminées de l'huile.
- ❖ L'huile décirée est chauffée par l'échangeur huile – huile (*huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort de décirage*) et aussi par échangeur huile - vapeur jusqu'à 90°C, et le lavage se poursuit comme le soja.
- ❖ L'huile neutralisée du soja provenant du séparateur reçoit une eau acidifiée avec l'acide citrique, passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation.
- ❖ L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.
- ❖ Les eaux de lavages contiennent encore de l'huile qu'on récupère par décantation (environ 1 à 3 % de matière grasse).

### 4. Séchage :

### Principe :

On vise d'après cette opération à sécher l'huile neutralisée en la pulvérisant dans une tour verticale sous vide pour éliminer les traces d'humidité (qui diminue l'activité de la terre décolorante et peut provoquer un colmatage des filtres, surtout en présence de savon.

### Procédé :

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

A la sortie du sécheur on doit avoir :

A la sortie du sécheur on doit avoir :

- Une acidité inférieure à 0,04%.
- Une humidité inférieure à 0,1 % (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5 et 0,7 %).
- Des traces du savon inférieur à 50 ppm.
- Un pourcentage en mucilage ne dépassant pas 10 ppm.

## *5. Décoloration :*

### Principe :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les pigments( Chlorophyle, Carotene) que la neutralisation n'a que partiellement détruits , les peroxydes (produits d'oxydation primaire), les produits d'oxydation secondaire, les traces de savon, de métaux et de phospholipides par adsorption au moyen de terres décolorantes à une température d'environ 100 °C, et par brassage sous vide en milieu légèrement acide dans le cas de l'huile de grignons d'olive.

### Procédé :

Au niveau de la SIOF, la décoloration se fait comme suit : à 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 puis vers le décolorateur.
- ✓ Une deuxième conduisant 10% d'huile vers un mélangeur (une petite cuve munie d'un agitateur) où elle sera mélangée avec de la terre . ce mélange rejoint ensuite les 90% d'huile dans le décolorateur.

- ✓ Le décolorateur est constitué de deux compartiment, menu chacun d'eux d'un agitateur et un serpentins où circule de la vapeur afin que l'huile garde une température de 90°C, et avec une agitation efficace qui favorisera le contact pendant 20 min .l'huile est toujours traitée sous vide, de façon à empêcher l'oxydation favorisée par l'air.

**Remarque :** Pour l'huile de *grignon*, on ajoute une quantité de charbons actifs, indispensables pour éliminer les hydrocarbures polycycliques actifs, ou d'autres auxiliaires de filtration à une température d'environ 100 °C, et par brassage sous vide en milieu légèrement acide .

**Spécifications de l'huile décolorée :**

- Acidité(en %) : 0.05 – 0.08
- Savon(en ppm) : 0 – 15

**6. Filtration :**

**Principe :**

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration .cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

**Procédé :**

L'huile après la décoloration est envoyée vers les filtres où il y aura une séparation liquide-solide pour récupérer à la fin de l'opération une huile décolorée d'une part, et d'autre part une terre usée.

La filtration se poursuit dans les filtres à poches. Chacun de ces derniers filtres contient 4 poches. Après la filtration, l'huile décolorée est envoyée vers un bac de stockage qui servira comme alimentation de l'opération de la désodorisation.

**7. Désodorisation :**

**Principe :**

Cette étape a deux objectifs : elle débarrasse, tout d'abord, comme son nom l'indique, l'huile des substances sapides et odorantes désagréable, mais elle permet également d'éliminer les substances indésirables comme les pigments par exemple. Cette désodorisation s'effectue par entraînement sous vide et à température élevée (180°C-240°C) des composés dénaturés en l'occurrence les acides gras volatils par de la vapeur surchauffée.

### Procédé :

- L'huile décolorée venant du réservoir est pompée vers l'échangeur à plaque où elle sera préchauffée par une huile déjà désodorisée à 140°C. Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur qui va aspirer l'humidité et les gaz sous l'effet de vide, après l'huile est réchauffée dans un échangeur à plaque avec l'huile désodorisée à 170°C puis par un échangeur tubulaire huile - vapeur jusqu'à 190°C. Finalement elle s'écoule dans le réchauffeur d'huile qui assure son chauffage par le fluide thermique de la chaudière est l'huile minérale à 210-220°C.
- L'huile réchauffée est remplis dans le désodoriseur (désodoriseur de Bernardini) où elle reste assez de temps pour éliminer les odeurs et les saveurs indésirables, ce désodoriseur est de forme cylindrique verticale constitué de 5 compartiments chacun d'eux comprends un système d'injection de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide et soumise à une haute température variante entre 220 et 260°C.
- L'huile est alors déchargée de la colonne de désodoriseur vers les deux échangeurs vus précédemment pour le refroidissement d'huile (huile d'entrer va refroidir l'huile de sortis) puis par un échangeur huile – eau pour la refroidir a une température <50°C.
- Cette phase du processus est indispensable pour donner une huile fine brillante. Ce filtrage permet d'éliminer les dernières traces de terre décolorante ayant échappé aux filtres NIAGARA. Pour cela la société dispose de deux filtres à poches qui assurent cette opération.
- Les vapeurs venante du désodoriseur contiennent en plus de la vapeur d'eau, des acides gras, des substances odoriférantes et les insaponifiables sont condensée dans un réservoir des acides gras puis elles sont pompée vers un échangeur acide gras – eau qui va refroidit ces AG, et à l'aide d'un circuit fermé ces acides gras froid vont pulvériser sur les AG chauds sortants du désodoriseur (condensation des acide gras chaud).

### & Fortification :

L'huile finie destinée au conditionnement subit une fortification par les deux vitamines A et D<sub>3</sub>. Ces derniers sont des vitamines liposolubles qui ne sont pas synthétisées en quantité suffisante par l'organisme, c'est ainsi que les chercheurs ont choisi comme produits vecteurs la margarine, le lait pasteurisé et les huiles végétales car ces derniers répondent à une gamme de critères : consommation régulière par tous les individus, bonne stabilité du micronutriment dans l'aliment fortifié, etc....

**=>L'huile finie enrichie avec les vitamines A et D<sub>3</sub>, est pesée puis stockée.**

Teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile

Teneur en vitamine D<sub>3</sub>=300UI/100gd'huile

*L'huile de grignon ne subit pas le traitement de la fortification.*

### III. Emballage et Conditionnement :

#### **1.**

#### Emballage :

Cette ultime étape n'est pas la moindre. C'est elle qui vient sceller les efforts apportés à la fabrication de l'huile et garantir son niveau qualitatif dans le temps.

Les bouteilles et bidons utilisés pour le conditionnement, ainsi que les anses son fabriqués au sein de la société à partir de préforme et de matière plastique.

#### 1.1. Fabrication des bouteilles et des bidons :

Les préformes sont conduites vers la machine de fabrication par un élévateur en escalier, à l'entrée de la machine, les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes à infrarouge qui fixent les préformes et les fait tournés tout au long du four et cela pour les donner une forme souple et facile à se déformer.

A la sortie du four, des pinces attrapent la tête de chaque préformes et la conduit vers des moules muni d'une tige d'élongation qui entre dans la préforme pour lui donner la hauteur prévue. Les préformes subit ensuite un pré-soufflage avec une pression de 7bars, pour les préparer à subir une haute pression (40bars) lors du soufflage

A la fin, les bouteilles sortent du moule, subissent un dégazage a l'air libre et une fois soufflées, elles seront acheminées par un convoyeur vers le remplisseuse.

Le conducteur de cette machine (souffleuse) dispose d'un poste de commande pour donner des consignes et rectifier les paramètres d'utilisation comme la pression et la température et le débit.

## 1.2. Fabrication des anses

La fabrication des anses débute par un mélange des matières plastiques le PET (polyéthylène, colorant) à des proportions bien déterminées, à la sortie du mélangeur le tout est envoyé dans un four pour fondre le plastique à une température supérieure à 200°C. Ensuite, la fonte est injectée avec un piston dans le moule et à la fin les anses seront démoulées par un système d'éjection.

### Remarque :

La SIOF reçoit les bouchons prêts à être utilisés comme fermeture des bouteilles. Il reste à signaler que la fabrication assistée concerne les bouchons dit «<mono>> réservés au petit volume de ½ et 1 L, tandis que les bouchons à vis utilisés pour les bidons de 2 et 5L.

## 2. Conditionnement :

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans les cartons ensuite dans des palettes et se déposent dans le stock des produits finis. Le magasin est constitué de deux lignes de production :

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

### 2.1 Description des étapes du conditionnement

#### 2.1.1 Remplissage et capsulage :

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

#### 2.1.2 L'étiquetage et codage :

Après vient le rôle de l'étiqueteuse pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C.

Une fois étiquetées, elles seront datées et dirigées vers l'encaisseuse.

#### 2.1.3 L'encaissage :

Finalement, les bouteilles sont dirigés vers une encaisseuse où ils seront remplis dans des cartons qui sont remis par la Formeuse, Les cartons sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

Le rôle de laboratoire dans l'usine SIOF, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée .Les analyses sont effectuées soit sur demande dans le cas d'un phénomène anormal, soit dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité de raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

Les analyses effectuées au laboratoire sur les huiles sont les suivantes :

- Acidité
- Taux de savon
- Dosage du phosphore
- Analyse de la pate
- L'humidité
- Dosage des impuretés

## I. Analyses effectuées au laboratoire

### 1.

### Dosage d'acidité

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

#### ☞ Mode opératoire :

- On met dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 3 gouttes de phénophtaléine.
- On neutralise l'alcool par KOH (0,1 N) => **Coloration rose.**
- On ajoute une quantité d'huile à analyser :
  - 5g d'huile brute.
  - 10 g d'huile neutralisé, séchée, décolorée, filtrée et désodorisée.
- On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage.

#### ☞ Expression des résultats :

L'acidité est donnée par la formule suivante :

$$\% \text{Acidité} = (N \times V \times 282 \times 100 \times 10^{-3}) / P_E$$

Avec :

- V : volume de KOH versé en ml
- 282 : Masse Molaire de l'acide oléique (g/mol)
- PE : prise d'essai en g.
- N : normalité de KOH (0.1N)

## **2.**

### Dosage du taux de savon

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles raffinées exprimée en milligramme d'oléate de sodium dans un kilogramme de matière grasse, pour savoir si on a une perte d'huile ou non. Il est effectué sur l'huile neutralisée, séchée et désodorisée.

#### ∞ **Mode opératoire :**

- On prend un ballon (lavé avec l'acétone à 3%) dont on met 40 ml de l'acétone à 3%.
- On ajoute 7 gouttes de bleu de bromophénol=>**Coloration jaune.**
- On ajoute 10 g d'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 couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

#### ∞ **Expression des résultats :**

$$\text{Taux da savon (ppm)} = (V \times N \times 1000 \times 304) / P_E$$

Avec :

- V : volume versé d'acide chlorhydrique 0.01N en ml.
- 304 : poids moléculaire d'oléate de sodium(g/mol)
- PE : prise d'essai en g.
- N : Normalité de HCL (0.01N)



### 3.

### Dosage du phosphore

Cette méthode a pour objectif de déterminer la quantité d'esters de l'acide phosphorique.

#### ☞ Mode opératoire :

1<sup>ère</sup> étape /

- Faire une prise d'essai de l'huile.
- Rajouter une pincée d'oxyde de magnésium.
- Mettre sur feu jusqu'à calcination totale.
- Introduire le creuset dans un four à 570°C.
- Verser 10ml de l'acide nitrique à 7%.
- Chauffer pendant 5 minutes.
- Transvaser le contenu des creusets dans des fioles de 100 ml, à travers un papier filtre en rinçant par de l'eau distillée.
- Compléter le volume par de l'eau distillée.

2<sup>ème</sup> étape :

- Mettre dans les béchers 10 ml du réactif C <sup>(2)</sup>
- Ajouter 10 ml de la solution contenue dans la fiole.
- Préparer un témoin : 10 ml de réactif C et 10 ml d'eau.
- La détermination du phosphore se fait par spectrophotométrie, on met l'échantillon témoin dans 2 cuves qu'on place parallèlement dans le spectrophotomètre ; après on met l'échantillon à analyser dans l'une des cuves et on suit les consignes données par l'appareil.

<sup>(2)</sup> : nitrovanadomolybdique

### 4.

### Analyse de la pate de neutralisation

Cette manipulation a pour but de déterminer la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

#### ☞ Mode opératoire

- On pèse 10g de la pate dans un ballon.
- On ajoute 30ml de dioxane pur comme solvant, 7ml d'acide sulfurique, 7ml de l'eau distillée et quelque goutte d'orange de méthyle comme indicateur coloré.
- On met le ballon dans un chauffe à ballon 50°C, jusqu'au virage de l'indicateur au marron (formation de matières grasses).
- On verse le contenu du ballon dans une ampoule à décanter et on ajoute 25 ml de l'hexane extra pure.

- On sépare les 2 phases et on rince la phase inférieure (aqueuse) par 25 ml de l'hexane dans une autre ampoule on sépare les deux phases (on rejoint la phase supérieure (organique) à la première phase supérieure) et l'autre on l'élimine.
- On lave 2 fois la phase supérieure qui contient la matière grâce par l'eau chaude.
- On prend un nouveau ballon taré et on filtre la phase organique sur papier filtre spécifique contenant du sulfate de sodium anhydre qui va jouer le rôle de déshydratant et on ajoute à peu près 150ml d'hexane.
- On chauffe le ballon à l'aide d'un soxlet et un réfrigérant jusqu'à ce que la couleur jaune de l'huile au niveau du papier filtre disparaît et l'élimination de l'hexane.
- On met le ballon dans l'étuve 103 °C, pendant 15min puis dans le dessiccateur et on prend sa masse m.
- On pèse la quantité de la matière grasse.
- L'acidité est déterminée par titrage avec KOH 1N jusqu'au virage au rose pale.

### ☞ Expression des résultats :

Le pourcentage de la matière grasse est déterminé par la relation suivante :

$$MG \% = \frac{m - m'}{P} \times 100$$

- m' : masse du ballon vide.
- m : masse du ballon remplie de matière grasse.
- P : prise d'essai.

L'acidité est déterminée par titrage avec KOH 1N

Acidité (%)	Pourcentage de matière grasse (%)
≥60	30 ≤ MG ≤ 40

## 5

### L'humidité

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant subi un temps de séjour suffisant dans une étuve réglée à une température de 105°C.

### ☞ Mode opératoire

- Peser la tare d'une boîte de pétri.
- Faire la prise d'essai d'huile.
- Mettre la boîte de pétri avec la prise d'essai dans l'étuve.
- Après 2 à 3 heures, on la sort de l'étuve, on la met dans le dessiccateur pour la refroidir.
- Répéter l'opération jusqu'au poids constant.

### ☞ Expression des résultats :

$$\% \text{Humidité} : 100 \times (m_1 - m_2) / (m_1 - m_0)$$

*Avec :*

- $m_1$  : prise d'essai.
- $m_2$  : poids de l'échantillon après étuvage.
- $m_0$  : la tare



### Dosage des impuretés

La teneur en matière insolubles : poussière et autres matières étrangères non solubles dans l'hexane dans des conditions spécifiées, est exprimés en pourcentage **% d'impuretés =  $(M - T) / PE * 100$**  massique.

Ces impuretés comprennent les matières minérales, les hydrates de carbone, les matières azotées, diverses résines, les savons de calcium, les acides gras oxydés....

#### ☞ Mode opératoire

- On rince le papier filtre avec l-hexane puis on le sèche dans l'étuve et on le laisse refroidir dans le dessiccateur qui vas le conserver contre l'humidité avant de le tarer dans un cristalliseur.
- 20 g de l'échantillon sont placés dans un erlenmeyer, auquel on ajoute 150 ml d'hexane. Le tout est agité pendant quelques minutes. Ensuite, le mélange est laissé au repos à une température avoisinant 20°C durant 30 minutes.
- Ensuite le mélange est filtré sur papier filtre préalablement taré, et lavé avec l'hexane afin d'éliminer la totalité de la matière grasse.
- Après filtration, le papier filtre est séché à l'air libre, puis à l'hexane pour se débarrasser de la totalité du solvant.
- On le laisse refroidir dans le dessiccateur puis on le pèse.

#### ☞ Expression des résultats :

La teneur en impuretés insolubles est exprimée en pourcentage massique par la relation suivante :

$$\% \text{ d'impuretés} = 100 * (M - M_0) / PE$$

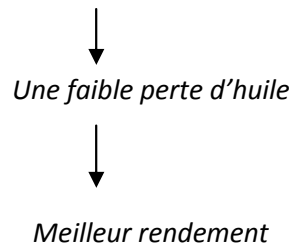
- $P_E$  : Prise d'essai. (g)
- $M$  : Masse de papier filtre contenant les impuretés. (g)
- $M_0$  : Masse de papier filtre. (g)

## I. Le but du raffinage discontinu :

Le but du raffinage discontinu de l'huile de grignon c'est de diminuer l'acidité de l'huile brute par décantation et obtenir une bonne séparation entre la pate de neutralisation et l'huile afin d'utiliser cette dernière dans le procédé de raffinage

Ce raffinage discontinu à l'échelle laboratoire se déroule dans des conditions de température constante (80, 85, 90°C) tout au long de la manipulation et on subit de nombreux essais sur plusieurs échantillons d'huile brute pour en déduire la température correspond au meilleur rendement.

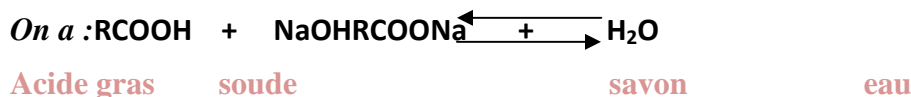
*Acidité de la pate de neutralisation élevée*



## II. Les calculs effectués

Le calcul du volume de soude qu'on doit ajouter :

- La quantité de soude nécessaire pour la neutralisation des acides gras libres :



*Exemple d'huile brute d'acidité 20%*

$$\text{On a: } n(\text{NaOH}) = n(\text{RCOOH})$$

$$m(\text{NaOH}) = [m(\text{acide oléique}) / M(\text{acide oléique})] * M(\text{NaOH})$$

$$m(\text{acide oléique}) = \text{acidité} * \text{débit} / 100$$

$$\text{On a : } 20 - 2 = 18\%$$

$$\text{Et on a une prise d'essai de 200 g donc : } m(\text{acide oléique}) = 18 * 200 / 100 = 36 \text{ g}$$

$$m(\text{NaOH}) = (40 / 282) * 36 = 5,10 \text{ g}$$

Or on veut avoir un excès de soude de 5% donc la masse de soude sera dans ce cas :

$$m(\text{NaOH}) = 105 * 5,10 / 100 = \mathbf{5.355g}$$

- La quantité de soude nécessaire pour la neutralisation de l'acide phosphorique :

La soude agit avec le H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> comme suit :



Ensuite:



On a donc :  $n(\text{H}_3\text{PO}_4) / 2 = n(\text{NaOH})$

Ce qui donne :  $m(\text{NaOH}) = [M(\text{NaOH}) * m(\text{H}_3\text{PO}_4)] / 2 * M(\text{H}_3\text{PO}_4)$

Avec :  $m(\text{H}_3\text{PO}_4) = 156 \text{ g}$  ;  $M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 98 \text{ g/mol}$  ;  $M(\text{NaOH}) = 40 \text{ g/mol}$

**Donc :**  $m(\text{NaOH}) = 40 * (156 / 196)$

**= 37.836g**

- La masse de soude nécessaire est :

$$m(\text{NaOH}) = 31.836 \text{ g} + 5.355 \text{ g}$$

$$= \mathbf{37.171 \text{ g}}$$

**On a la masse volumique de la soude égale masse (NaOH) / volume ( NaOH)**

La masse volumique de NaOH est définie d'après la table des masses volumiques, puisque la concentration de la soude est de 34 degré Baumé :

$$\text{Donc : } \rho = 361.7 \text{ g/L}$$

$$V(\text{NaOH}) = m(\text{NaOH}) / \rho_{(\text{NaOH})}$$

$$= 37.171 / 361,7$$

$$= \mathbf{0.102 \text{ L} =}$$

### III. *Le mode opératoire utilisé dans la méthode de décantation :*

#### 1. *Matériels :*

- Un bécher de 500 ml ; Plaque chauffante ; Thermomètre ; Pipettes de (2, 10 ,15 ml) ; Micropipette ; Barreau magnétique ; Ampoule à décanter

#### 2. *Réactifs*

- L'acide phosphorique ; La soude caustique NaOH 34 Baumé ; Huile brute de grignon

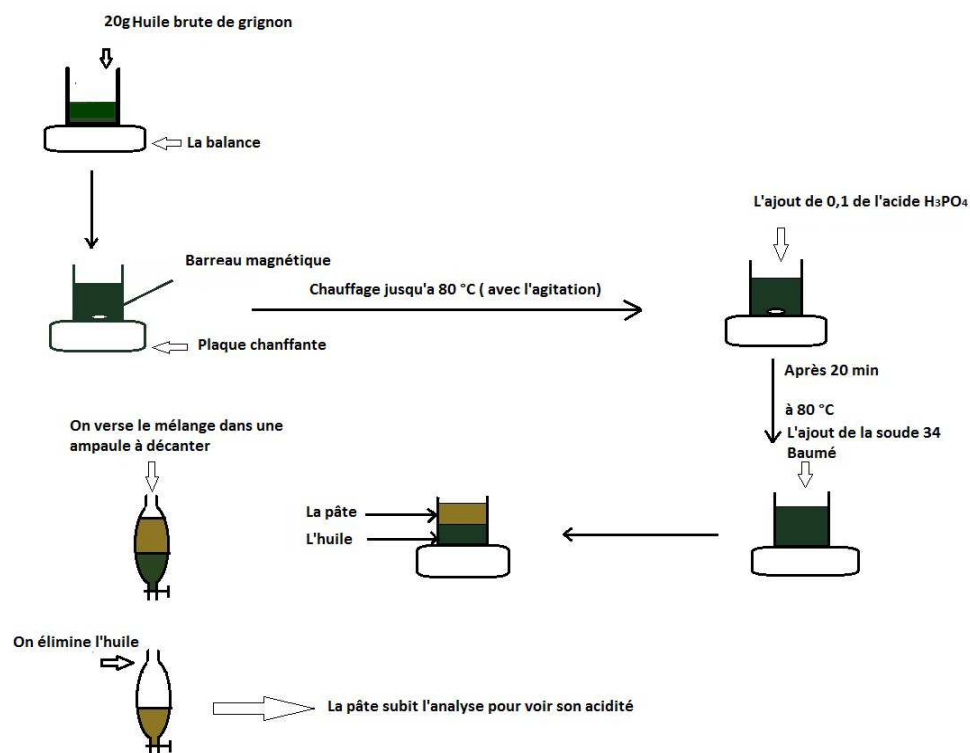
#### 3. *Mode opératoire*

- On prend un bécher de 500 ml dont on pèse 200g d'huile brute de grignon.

- On pose le bécher sur une plaque chauffante et on laisse l'échantillon chauffé jusqu'au 90°C (la température est contrôlée à l'aide du thermomètre)

**Remarque:** *Les savons formés par la neutralisation des acides gras libres de l'huile brute contiennent pour l'essentiel, des phospholipides et de l'huile brute entraînée, ils sont traités à l'acide, ce qui provoque la transformation des savons en acides gras. Pour que la réaction soit la plus rapide et la plus complète possible, elle est conduite à 90°C.*

- Après, on verse à l'aide d'une pipette un volume de 0.1 ml d'acide phosphorique tout en agitant pendant 20 – 25 minutes. Ainsi il faut bien veiller à maintenir une température constante.
- Ensuite, on verse à l'aide d'une pipette le volume de la soude (34 Baumé) qu'on a déjà calculé par la méthode déjà expliqué tout en agitant à une T cte.
- La pate de neutralisation se forme et on observe la formation de deux phases séparées (l'huile et la pate dessus).
- On fait un dosage de l'acidité de l'huile neutralisé afin de vérifier la diminution de l'acidité d'huile brute vers 2 %.
- On verse le mélange (huile et pate) dans une ampoule à décanter et on note le temps de décantation.
- à la fin de la décantation, on effectue le dosage de l'acidité de la pate de neutralisation par la méthode citée dans le chapitre précédent.
- On refait la manipulation avec des divers échantillons et avec des températures différentes.



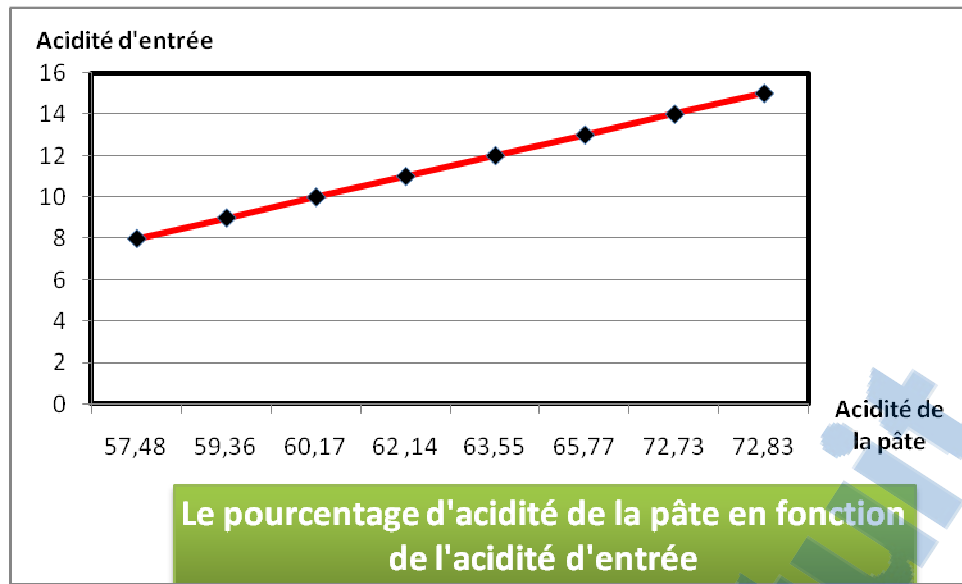
#### 4. Expression des résultats :

##### 4.1 Le raffinage discontinu est représenté par le tableau suivant

$T = 80\text{ °C}$

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité 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	2,30	65,77
14	2,14	72,73
15	2,50	72,83

Tableau1 : les résultats du raffinage discontinu à  $T=80\text{ °C}$



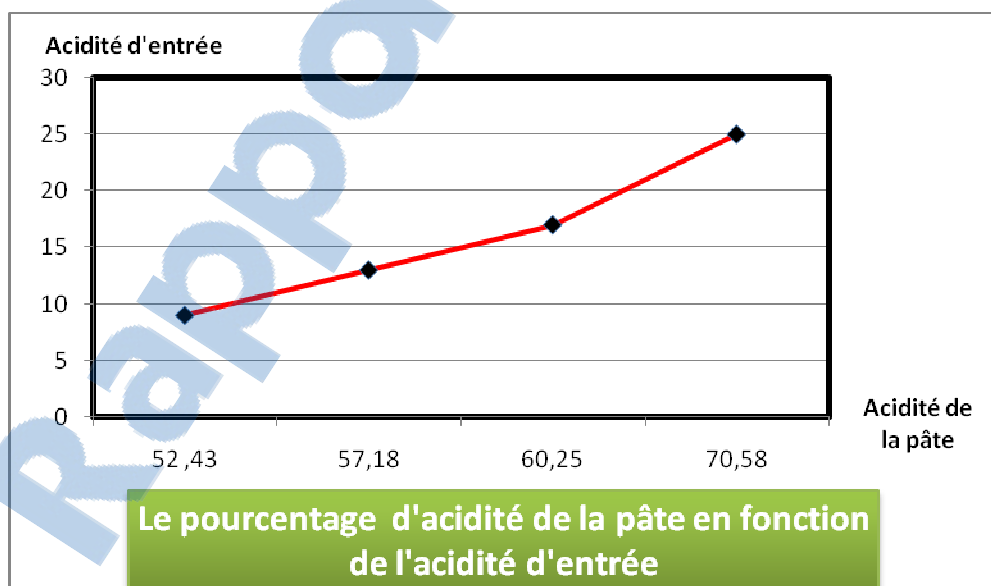
***Courbe1 : les résultats du raffinage discontinu à  $T=80^{\circ}\text{C}$***

On observe que l'acidité de la pate de neutralisation croit en fonction de l'acidité d'entrée de l'huile brut

***$T=90^{\circ}\text{C}$***

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
9	2,14	52,43
13	2,11	57,18
17	2,01	60,25
25	2,36	70,58

***Tableau2 : les résultats du raffinage discontinu à  $T=90^{\circ}\text{C}$***



***Courbe2: les résultats du raffinage discontinu à  $T=90^{\circ}\text{C}$***



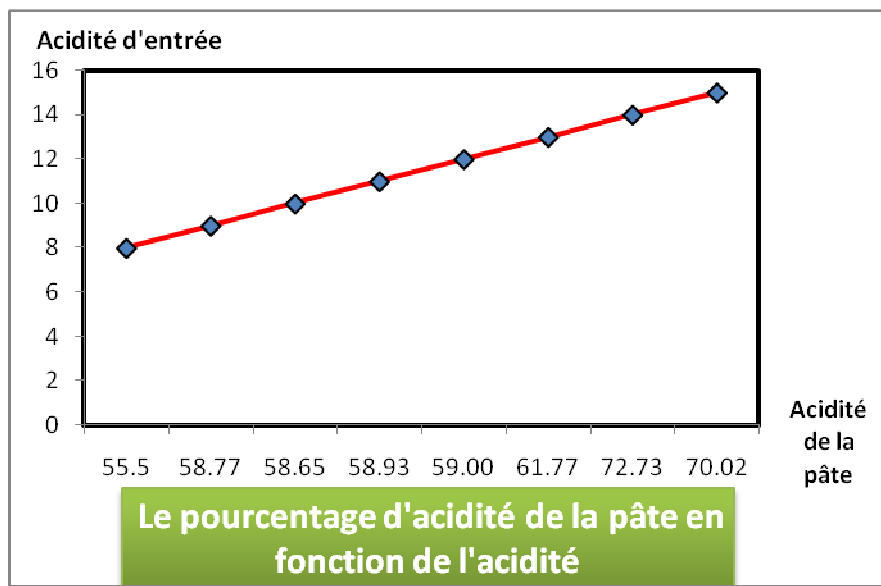
On observe qu'avec des faibles acidités d'entrée, le rendement obtenu par la pate de neutralisation est faible puis elle augmente tant que l'acidité d'entrée de l'huile brute augmente.

#### 4.2 Le raffinage continu est présenté par le tableau suivant :

$T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
8	2.16	55.5
9	2.11	58.77
<b>10</b>	2.03	58.65
<b>11</b>	2.72	58.93
<b>12</b>	2.30	59.00
<b>13</b>	2.10	61.77
<b>14</b>	2.42	72.73
<b>15</b>	2.23	70.02

Tableau 3 : les résultats du raffinage discontinu à  $T=80^{\circ}\text{C}$



Courbe3: les résultats du raffinage continu à  $T=80^{\circ}\text{C}$

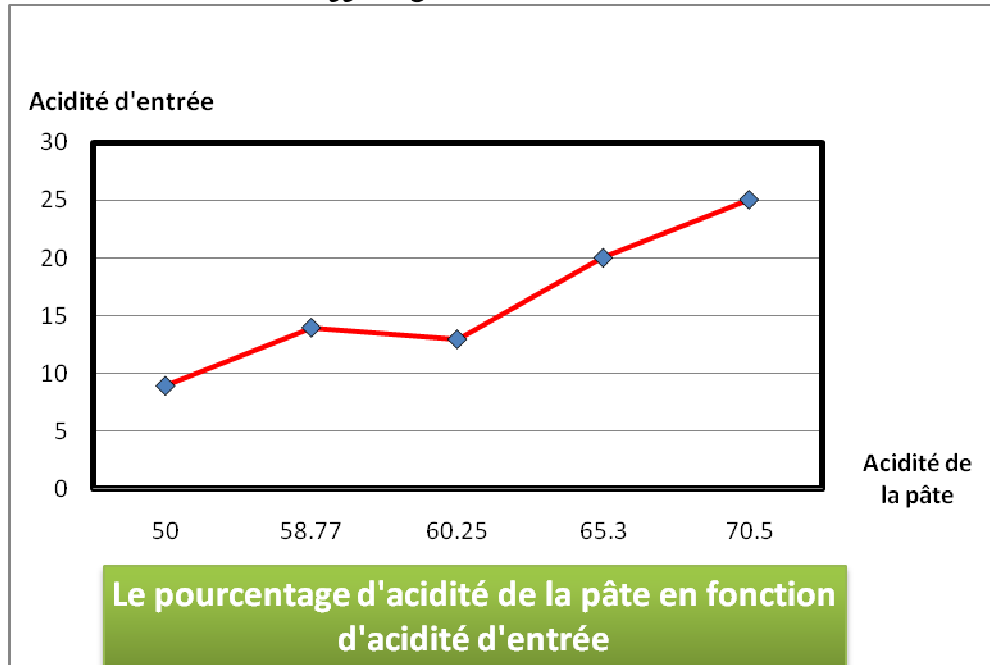
On observe que l'acidité de la pate de neutralisation est croissante en fonction de l'acidité d'entrée de l'huile brute.

$T = 90\text{ }^{\circ}\text{C}$

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
9	2.14	50

<b>14</b>	<b>2.11</b>	<b>58.77</b>
<b>13</b>	<b>2.01</b>	<b>60.25</b>
<b>20</b>	<b>2.72</b>	<b>65.3</b>
<b>25</b>	<b>2.30</b>	<b>70.5</b>

***Tableau4: les résultats du raffinage continu à 90°C:***



***Courbe4: les résultats du raffinage continu à 90°C:***

On observe qu'avec des faibles acidités d'entrée, le rendement obtenu par la pâte de neutralisation est faible puis elle augmente tant que l'acidité d'entrée de l'huile brute augmente.

### **Interprétation des résultats**

On a effectué de nombreux essais sur plusieurs échantillons d'huile brute avec deux températures différentes (80°C et 90°C). Les résultats trouvés nous ont permis de constater que le rendement obtenu de la pâte de neutralisation croît en fonction de l'acidité de l'huile brute, cela est pour les deux températures.

Nous avons constaté qu'il n'y a pas une grande différence au niveau des résultats entre les 2 méthodes.

Nous n'avons pas réussi à avoir un bon rendement et des acidités de la pâte > 90%.

## **CONCLUSION GENERALE**

La société SIOF est une société dynamique et ambitieuse. Pour garder sa place concurrentielle sur le marché marocain et internationale, elle se doit de toujours évoluer et rectifier ses défauts que ce soit en termes de productivité ou de qualité.

Il est évident que notre stage effectué au sein de la SIOF a été bénéfique, surtout avec l'hospitalité de son personnel et de son expérience très riche dans le domaine industriel. Il va de soi que cela nous a aidés à compléter notre formation et confronter nos connaissances acquises pendant la formation à la vie professionnelle.

Durant notre stage à la SIOF, nous avons mieux maîtrisé les analyses effectuées sur les acides gras (les huiles), de poursuivre le procédé du raffinage des huiles alimentaires, ainsi de détecter les anomalies au cours de la procédure de raffinage et de savoir les modifications à introduire pour avoir une huile de qualité.

Aussi une nouvelle étude a été réalisée pour la première fois au sein du laboratoire sur le processus de raffinage discontinu de l'huile de grignon, dans le but de déduire la température adéquate correspondant au meilleur rendement.

Enfin, ce stage m'a été très fructueux, il m'a permis de confronter mes acquis théoriques à la réalité pratique du monde de l'entreprise, et aussi de consolider mes connaissances sur le registre de l'industrie des huiles par une pratique quotidienne, en faisant face aux multiples difficultés et imprévus.