

المملكة المغربية
وزارة التربية الوطنية و التكوين المهني و التعليم العالي و البحث العلمي

ROYAUME DU MAROC
LE MINISTRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE, DE LA FORMATION PROFESSIONNELLE,
DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Ministère de l'Education Nationale, de la Formation Professionnelle,
de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



جامعة سيدي محمد بن عبد الله
UNIVERSITÉ SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
كلية العلوم و التقنيات فاس
FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FÈS

UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES



Licence Sciences & Techniques
«BioProcédés, Hygiène & sécurité alimentaires»

Suivi du raffinage de l'huile de
grignons d'olives :

- **Présenté par** : *LEMRABTI Khaoula*
- **Encadré par** : *Pr. TLEMSANI Rachida (FST) et MR. RITAL Abdenebi (Société)*

Soutenu le : *05 juin 2018* devant le jury composé de :

- *Pr. TLEMSANI Rachida.*
- *Pr. BAHAFID Wifak.*

Année universitaire : *2017/2018*

Sommaire

Introduction	1
Présentation de la société «Les huileries de Meknès»	
✓ <i>Historique</i>	<i>2</i>
✓ <i>Organigramme</i>	<i>2</i>
✓ <i>Présentation</i>	<i>3</i>
Bibliographie	
Définitions	4
Raffinage de l'huile de grignons d'olives	6
✓ <i>Huiles de grignons d'olives.....</i>	<i>6</i>
✓ <i>Raffinage de l'huile de grignons d'olives.....</i>	<i>6</i>
✓ <i>Etapas du processus de raffinage</i>	<i>7</i>
• <i>Réception de l'huile brute</i>	<i>7</i>
• <i>Dégommage (Démucilagination).....</i>	<i>7</i>
• <i>Neutralisation</i>	<i>8</i>
• <i>Refroidissement</i>	<i>8</i>
• <i>Décirage</i>	<i>8</i>
• <i>Lavage</i>	<i>9</i>
• <i>Séchage</i>	<i>9</i>
• <i>Décoloration</i>	<i>9</i>
• <i>Désodorisation</i>	<i>10</i>
• <i>Fortification.....</i>	<i>12</i>
• <i>Emballage et conditionnement</i>	<i>12</i>
Démarche HACCP au sein de la société «LHDM»	
✓ <i>Définition.....</i>	<i>14</i>
✓ <i>Application du HACCP à «LHDM».....</i>	<i>15</i>
Matériels et méthodes	
Analyses effectuées au sein du laboratoire «LHDM»	18
✓ <i>Contrôle d'acidité</i>	<i>19</i>
✓ <i>Humidité</i>	<i>19</i>
✓ <i>Indice de peroxyde.....</i>	<i>19</i>
✓ <i>Taux des impuretés.....</i>	<i>20</i>
✓ <i>Absorbance</i>	<i>20</i>
✓ <i>Teneur en savon</i>	<i>20</i>
✓ <i>Dureté calcique de l'eau.....</i>	<i>21</i>
✓ <i>Décoloration au sein du laboratoire</i>	<i>21</i>
Conclusion.....	23

Remerciements

Ce travail a été effectué au sein de la société «Les huileries de Meknès».

Je profite par le biais de ce rapport pour exprimer ma profonde gratitude à mon encadrante, Pr. TLEMSANI Rachida, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce modeste travail, ses encouragements ainsi que ses précieux conseils.

Je tiens à remercier vivement le membre du jury, Pr. BAHAFID Wifak, pour l'honneur qu'elle m'a fait pour examiner et juger ce travail.

Je remercie également le coordinateur de la filière BHSA, Mr.Aarab Lotfi, d'avoir été là pour nous renseigner à tout moment.

Un merci bien particulier adressé à la société «Les huileries de Meknès» pour son accueil durant ce stage, et plus précisément, à Mr. MAGHRAOUI Rachid, Mr. RITAL Abdenebi, Mr. GUY François et tout le personnel de la société, qui n'ont pas lésiné à répondre à toutes mes interrogations et ont veillé à un bon avancement de mon stage, spécialement Mlle. MESSADI Doha pour les informations qui m'a dévoilé, son soutien et ses encouragements.

Que tous ceux qui ont contribué à bien mener ce stage trouvent ici l'expression de ma parfaite considération.

Dédicace

A ma maman chérie et mon papa adoré ;

Que ce modeste travail soit l'expression des vœux que vous n'avez cessé de formuler dans vos prières.

Votre encouragement et votre soutien étaient la bouffée d'oxygène qui me ressourçait dans les moments pénibles, de solitude et de souffrance. Merci d'être toujours à mes côtés, par votre présence, par votre amour dévoué et votre tendresse également. En témoignage de mon amour, de mon admiration et de ma grande affection, je vous prie de trouver dans ce travail l'expression de mon estime et mon sincère attachement. Je prie dieu le tout puissant pour qu'il vous donne bonheur et longue vie Inchaelah.

A mon petit frère chouchou ;

Je t'exprime à travers ce rapport mes sentiments de fraternité et d'amour.

Je te souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité.

A blue scroll graphic with a white background, featuring a dark blue border and a lighter blue fill. The scroll is unrolled in the middle, with the top and bottom edges curled up. The word "Introduction" is written in a bold, black, sans-serif font across the center of the unrolled portion. The word is underlined with a thin black line.

Introduction

Les huiles végétales ont toujours constitués une part importante de l'alimentation humaine. Elles offrent un large choix au niveau du goût, de l'utilisation, du prix et 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 ces propriétés anti-oxydantes.

Parmi ces produits, l'huile de grignons d'olive, qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, un traitement de raffinage.

Le raffinage vise à décolorer et désodoriser l'huile de grignons d'olives et surtout neutraliser son goût.

Afin d'assurer cette qualité, il est essentiel de comprendre comment les propriétés du corps gras influencent les procédés de fabrication et les caractéristiques du produit fini.

Le stage au sein de la société « Les huileries de Meknès » m'a permis de :

- Assister aux diverses étapes du procédé de raffinage de l'huile de grignons d'olives.
- Effectuer les analyses visant le contrôle de qualité de l'huile de grignons d'olives.
- Suivre de près l'huile produite.

C'était une véritable occasion pour compléter la formation théorique et l'enseignement dynamique acquis à travers notre département de biologie, et d'avoir un contact avec le monde industriel durant la période du stage.

Mon étude se tient principalement sur quatre grands axes :

- La présentation de la société « Les huileries de Meknès ».
- Le processus du raffinage de l'huile de grignons d'olives.
- La démarche HACCP au sein de la société « Les huileries de Meknès ».
- Les analyses effectuées quotidiennement au sein du laboratoire.

Présentation de la
société «Les huileries
de Meknès»

I. Historique

L'histoire des **Huileries de Meknès** commence en **1943** avec la création de la Société Oléicole de Meknès spécialisée dans la production et la commercialisation d'huile d'olive. **Reprise en 1962** par **My Messaoud Agouzzal** sous son nom actuel, la société se complète par l'implantation d'un raffinage chimique et d'une unité de conditionnement pour traiter des huiles de table. Mise en place d'une savonnerie et d'une conserverie d'olives. **En 1974**, passage du stade artisanal pour la trituration de l'huile d'olive à des installations continues.

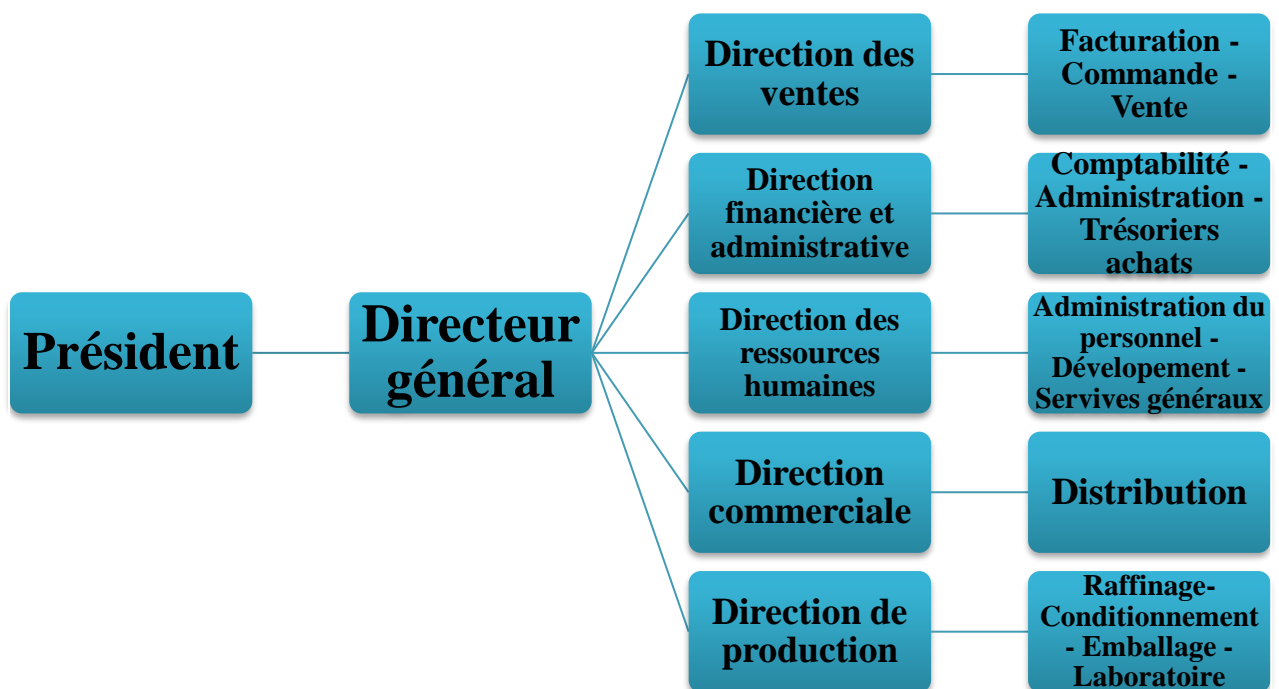
En 1994, amélioration de la savonnerie par l'implantation d'une ligne de saponification continue et de deux lignes de finissage.

En 1995, remise à niveau de tous les secteurs de l'usine.

En 2002 : mise en place d'un nouveau raffinage des huiles et d'un raffinage physique pour les huiles d'olive et de grignon d'olive.

En 2004 : mise en marche de l'atelier de scission hydrolytique des huiles et de distillation des acides gras. Orientation de secteurs de l'entreprise vers l'oléo-chimie.

II. Organigramme



III. Présentation

La société « Les huileries de Meknès » est un acteur industriel majeur au Maroc, spécialisé dans les produits de l'olive depuis 1943, non seulement dans le secteur agro-alimentaire mais également dans celui de l'oléo-chimie.

Elle est la seule entreprise située dans les pays du Maghreb à posséder un atelier de scission et de distillation d'acides gras, produit de base pour tout le secteur de la chimie verte, d'une capacité annuelle de 15 000 tonnes.

Par biotechnologies et synthèses oléochimiques, nous créons pour répondre à des besoins personnalisés en ingrédients pour:

La cosmétique verte: rouge à lèvres, mascara, fond de teints, crèmes, laits, pommades...

L'agro-alimentaire: émulsifiants, coémulsifiants, additifs et conservateurs d'origine végétale pour améliorer les propriétés fonctionnelles et sensorielles des aliments et ingrédients, mais aussi des émoullients, tensioactifs, agents lipophiliques ...

La chimie, parachimie, et bon nombre d'autres industries : dispersants, agents consistants, opacifiants, agents préservatifs, masquants d'odeurs, solubilisants, stimulants, savons, biosolvants ...

Nos équipes de professionnels mettent quotidiennement au point des bio-solutions capables de concilier innovation, efficacité, écologie et rentabilité pour relever les grands défis du XXIème siècle. Elles font continuellement l'objet de formations et de soutiens, sur les dernières avancées technologiques dans les domaines d'intérêts relatifs aux objectifs de recherche variés et complémentaires à l'image des métiers de notre clientèle.

Un autre des atouts majeurs de l'équipe LHDM est de disposer, au sein de ses laboratoires, d'équipements homothétiques nécessaires, (agitateurs mécaniques, réacteurs, équipements de contrôle de qualité...) de façon à être le plus prédictif possible sur la production industrielle.

A blue scroll graphic with a white border, featuring a rolled-up top edge and a hanging tab on the left side. The word 'Bibliographie' is written in a bold, black, sans-serif font across the center of the scroll, underlined.

Bibliographie

I. Définitions

A l'issue de l'extraction de l'huile d'olive, on obtient deux sous-produits : Les grignons, aussi appelés les tourteaux d'olive, dont les caractéristiques et la composition sont mentionnées dans les tableaux 1 et 2, et les margarines.

Les grignons contiennent de l'huile qui peut être extraite pour donner une huile de deuxième pression ou de l'huile de grignons d'olives.

Cette huile est généralement obtenue après pression des grignons. Elle est plus acide et de moindre qualité que l'huile de première pression.

La deuxième pression n'épuise pas totalement les grignons. Le reste de l'huile est extrait grâce à des solvants volatils.

Certaines huiles de grignons d'olive d'un degré d'acidité trop élevé sont employées en savonnerie ^[1].

L'huile de grignons d'olive est commercialisée selon les dénominations et définitions ci-après :

- **L'huile de grignons d'olives brute** : C'est l'huile de grignons d'olive destinée au raffinage en vue de son utilisation dans l'alimentation humaine ou destinée à des usages techniques.
- **L'huile de grignons d'olives raffinée** : C'est l'huile obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale.
- **L'huile de grignons d'olives** : C'est l'huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huile vierge propre à la consommation en l'état ; ce coupage ne peut, en aucun cas, être dénommé «Huile d'olive»^[2].

La composition des grignons d'olive varie dans de très larges limites selon le stade de maturité, le procédé d'extraction de l'huile et l'épuisement par solvant :

- *Tableau 1 : Caractéristiques des grignons issus de divers procédés d'extraction de l'huile* [2].

Paramètres	Extraction par pressage	Système continu à 3 phases	Système continu à 2 phases
Humidité	27.2	50.23	56.8
Huile	8.72	3.89	4.65
Protéines	4.77	3.43	2.87
Sucres	1.38	0.99	0.83
Azote	0.71	0.51	0.43
Phosphore	0.07	0.05	0.04
Composés phénoliques	1.14	0.326	2.43
Potassium	0.54	0.39	0.32
Carbone	42.9	29.03	25.37

- *Tableau 2 : Composition des différents types de grignons en % de la matière sèche.* [2]

Types de grignons	Brut	Epuisé non tamisé	Tamisé gras	Epuisé tamisé
Matière sèche	81.4	89	92.8	89.5
Cendres totales	8.0	7.9	11.0	12.0
Matières azotées	6.6	13.6	7.3	10.3
Matière grasse	8.9	3.2	12.0	4.0

II. Processus de fabrication

1. Huile de grignons d'olives

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.

Ce sous-produit est, par la suite, séché et broyé afin d'en extraire l'huile en se servant de solvants (Hexane).

Or, l'huile produite selon ce processus n'est comestible qu'après un traitement par raffinage. Cependant, l'huile d'olive de grignons est une alternative très efficace et moins cher à l'huile d'olive extra vierge. Celle-ci se compose de divers éléments nutritifs, ce qui aide le corps à rester en bonne santé et en forme.

L'huile d'olive de grignons a besoin haute température pour brûler, ce qui en fait la meilleure option en matière de friture. En outre, elle est caractérisée par une autre propriété étonnante : Elle se propage facilement : Un peu d'huile d'olive de grignons est suffisante pour la cuisson.

2. Raffinage de l'huile de grignons d'olives brute

L'activité principale de la société « Les huileries de Meknès » est le raffinage des huiles brutes obtenues par l'extraction par solvant (Hexane) et qui contiennent des impuretés.

Afin que les huiles obtenues soient comestibles, il faut les purifier de leurs impuretés, c'est le but du raffinage.

Le raffinage produit une huile qui répond aux exigences du consommateur et de l'industrie agroalimentaire. Cette huile doit préserver les substances nobles telles que les vitamines, les antioxydants ... et être dépourvue d'éléments indésirables (AG libres, cires, pigments, traces des métaux et des solvants, les traces de savon...) ainsi que les mauvaises odeurs.

On distingue deux types de raffinage :

- Raffinage chimique : Il se compose classiquement des opérations de dégomme, conditionnement acide, neutralisation chimique, décoloration, désodorisation et filtration. Il est utilisé pour tous les types d'huile.
- Raffinage physique : Il est plus adapté aux huiles saturées avec une valeur d'acidité oléique élevée.

Le choix entre raffinage physique et chimique se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés.

Le raffinage nécessite plusieurs étapes : Dégomme (Démucilagination) – Neutralisation – Décirage – Lavage – Séchage – Décoloration – Désodorisation – Filtration – Fortification.

- Tableau 3 : **Eléments mineurs indésirables contenus dans l'huile brute de grignons d'olives.**

Classification des substances	Eléments contenus dans l'huile de grignons	Effets de détérioration
Produits d'hydrolyse.	Acides gras libres – Glycérides.	Oxydation – Pertes des huiles neutres.
Produits d'oxydation.	Aldéhydes volatils – cétones – Hydrocarbures.	Odeur et goût.
Colorants.	Carotènes – Chlorophylles.	Oxydation – Couleur.
Antioxydants.	Tocophérols – Stérols.	Anti-oxydation.

➤ Etapes du processus de raffinage

1. Réception de l'huile brute

La société « Les huileries de Meknès » reçoit régulièrement des grandes citernes d'huiles brutes provenant de Marrakech ou de Meknès même.

Les citernes sont déchargées par pompage du produit qui sera ensuite stocké dans des cuves en acier inoxydables.

Ces huiles seront, par la suite, raffinées en suivant plusieurs étapes.

2. Dégommage (Démucilagination)

Le dégommeage consiste à éliminer les complexes sucrés et d'autres impuretés, les phospholipides (Glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée). Ces derniers peuvent manifester plusieurs inconvénients :

- Provoquer des émulsions.
- Réduire le rendement lors de la décoloration en désactivant les terres décolorantes.
- Former des mousses au cours de la désodorisation.

On distingue plusieurs types de dégommeage :

- **Dégommage acide** : Il consiste à dissocier le complexe phospholipidique à l'aide d'un acide pour ensuite l'hydrater.
- **Dégommage enzymatique** : Il est de plus en plus pratiqué comme alternative au dégommeage acide conventionnel, apportant un meilleur rendement et une baisse significative du volume d'eau utilisé.

Or, le processus du dégommeage utilisé au « Huileries de Meknès » consiste à ajouter 2% - 3% d'eau chaude pour gonfler les phospholipides hydratables pour qu'ils soient faciles à séparer.

Le principe de dégommeage consiste à faire passer l'huile brute dans un échangeur à plaques afin de la chauffer jusqu'à 80°C pour diminuer sa viscosité.

L'huile se mélange ensuite avec l'eau adoucie en agitant pour former un mélange homogène.

Elle passe, finalement, dans un contracteur à axe vertical, dans lequel le mélange huile-eau est brassé pendant 30 min avant centrifugation dans un séparateur continu classique.

L'opération peut se poursuivre par une injection d'acide phosphorique commercial à 75% par une pompe doseuse à raison de 1 à 3%. L'huile et l'acide sont ensuite fortement agités pour avoir un mélange homogène, avant de le refouler vers le bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 15 à 20 minutes. Ce temps de séjour est suffisant pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation.

Mais, l'ajout de l'acide phosphorique peut représenter certains inconvénients :

- Altérer la qualité de l'huile.
- Renforcer la couleur de l'huile.

3. Neutralisation

La neutralisation à la soude vise essentiellement à éliminer les acides gras libres sous forme de savon.

Les AG libres sont susceptibles de se former :

- Entre la récolte des olives et l'extraction d'huile.
- Pendant le stockage des graines en silo.
- Au cours de la trituration (Broyage) par hydrolyse chimique.

La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément « pâtes 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, des produits d'oxydation et des contaminants divers.

La soude permet de neutraliser à la fois l'acide phosphorique ajouté pour dégommer l'huile et les acides gras en formant les savons sodiques. Comme ce sont des acides faibles, ils requièrent un excès de soude pour s'assurer que la réaction soit déplacée dans le sens de formation du savon et que l'acidité résiduelle de l'huile soit petite :



Le traitement de l'huile par la soude se fait par injection de celle-ci grâce à des pompes dans un mixeur qui refoule le mélange dans un séparateur permettant de partager l'huile de la pâte de neutralisation. Cette dernière donne une coloration rose lorsqu'on lui ajoute l'indicateur coloré, la phénolphaléine. Cette couleur est due à la présence d'excès de soude.

4. Refroidissement

A la sortie du séparateur de neutralisation, l'huile est chaude. C'est pour cela, on procède à un refroidissement afin d'abaisser la température de l'huile à 7°C-8°C.

Le refroidissement permet de cristalliser les cires sous forme de cristaux pour faciliter la séparation.

L'huile sort à une température de 8°C du maturateur et passe dans un échangeur thermique huile-eau à 25°C pour augmenter la température de l'huile à 18°C-20°C.

La séparation des cires et l'huile se fait grâce à la force centrifuge du séparateur.

5. Décirage

L'huile de grignons est riche en cires, esters d'acides gras, qui sont insolubles dans l'huile à basse température et provoquent un trouble ou un dépôt.

Le processus du décirage s'effectue en trois étapes :

- ✓ Refroidissement de l'huile.
- ✓ Croissance des cristaux de cires.
- ✓ Elimination des fractions solides.

On obtient ainsi une huile limpide et brillante.

Remarque :

- Lorsque l'acidité est inférieure à 10%, une seule neutralisation suffit.
- Lorsque celle-ci est supérieure à 10%, il faut procéder à 2 étapes de neutralisation : Une après l'étape de dégomme et l'autre au cours du décirage.

6. Lavage

Le lavage permet d'éliminer les traces de savons encore présentes dans l'huile décirée, ainsi que les dernières traces de métaux et de phospholipides.

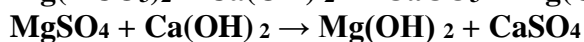
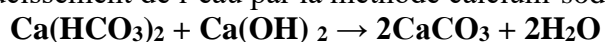
L'huile de grignon décirée est chauffée par échangeurs huile- huile (l'huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort du décirage) et aussi par échangeur à spiral huile-vapeur à 90°C qui vient de la chaudière, après le lavage se poursuit.

On utilise également l'acide citrique pour faciliter le lavage et l'élimination des impuretés par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

L'eau utilisée pour le lavage doit être adoucie :

- La plupart des adoucisseurs utilisent le principe des échanges ioniques de calcium et de magnésium avec les ions sodium en faisant passer l'eau à adoucir sur un lit de résine d'échange ionique. Cette résine est souvent faite de polymère qui contient des groupes sulfatés SO₃⁻ sur sa structure.
- Il existe également des adoucisseurs qui recourent au principe de l'osmose inverse.

L'adoucissement de l'eau par la méthode calcium-sodium provoque des réactions de ce type :



Ce qui transforme les sels en carbonates insolubles.

7. Séchage

Après le lavage, le taux d'humidité de l'huile augmente.

En effet, la présence d'eau et du savon peut provoquer un colmatage rapide des filtres utilisés au cours de l'opération de décoloration et une diminution de l'activité de la terre décolorante.

L'huile sort à une température équivalente à 90°C du réacteur de lavage. Elle est ensuite séchée sous vide dans une tour verticale dite sécheur à température d'environ 220°C.

8. Décoloration

L'huile de grignons d'olives est caractérisée, avant le raffinage, d'une couleur verte foncée. C'est pour cela on procède à une décoloration par absorption des terres décolorantes.

Cette étape a pour objectif principal de réduire les pigments colorés à savoir les caroténoïdes et la chlorophylle.

La décoloration s'effectue par entraînement de l'huile dans un échangeur tubulaire qui permettra de la chauffer à environ 100°C. Puis, la terre décolorante est ajoutée.

L'ensemble terre-huile passe dans un réacteur muni d'un mélangeur qui permet le mixage pendant 15 min.

A la sortie de ce mélange de l'appareil, il subit une filtration dans un filtre à plaques pour éliminer les pigments en suspension.

Cette opération est effectuée une deuxième fois selon le même principe.

Les agents décolorants entraînent un certain nombre d'effets secondaires outre leur action sur les pigments colorés :

- Ils transforment en acides gras les savons encore présents dans l'huile après lavages.
- Ils permettent d'éliminer, par adsorption, les phospholipides, les polymères et les oxypolymères.
- Ils créent des systèmes conjugués suite à la migration des doubles liaisons le long des chaînes grasses polyinsaturées ; la désaération des terres avant et durant l'opération de blanchiment permet de réduire ce phénomène.
- Les terres de blanchiment peuvent produire au-dessus de 150°C une isomérisation trans.

La décoloration est une opération rapide qu'il ne faut pas prolonger afin d'éviter la désorption et le risque de réversion de la couleur.

La terre décolorante utilisée au sein du laboratoire de « LHDM » est la TONSIL OPTIMUM. Celle-ci est décrite dans les tableaux qui suivent :

✓ Tableau 4 : Composition chimique du Tonsil Optimum:

Eléments	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O
%	72	13.6	3	0.6	2	0.1	0.8

✓ Tableau 5 : Composition minéralogique du Tonsil Optimum :

Minéraux argileux		Minéraux non-argileux			
Illite	Montmorillonite	Quartz	Gypse	Feldspath	Anhydride
13.5	76.5	2	Indéfini	1	Indéfini

✓ Tableau 6 : Paramètres physico-chimique du Tonsil Optimum :

Paramètres	Densité	Humidité	Capacité d'échange	Perte au feu (1000°C)	Acidité (en HCl)	pH
Résultats	500g/l	10% Max	45meq/100g	7.6%	0.10	3.80

9. Désodorisation

L'opération de désodorisation est une distillation sous vide poussée et à haute température avec une injection de vapeur sèche dans l'huile.

La désodorisation a pour rôle d'éliminer les AG libres, certains pesticides, les contaminants environnementaux, et surtout les composés odorants par entrainement à la vapeur.

Le principe de désodorisation est basé sur la différence de volatilité entre les divers composés de l'huile. Ces différences s'expliquent principalement la différence des poids moléculaires des molécules.

La désodorisation est un procédé multi-étapes comprenant le dégazage, le chauffage de l'huile, l'élimination des composés volatils, le refroidissement de l'huile, condensation les impuretés et récupération de l'huile désodorisée : L'huile décolorée subit d'abord une désaération pour éliminer les traces d'eau dans l'huile afin de réaliser une désodorisation sous vide (L'eau élimine le vide). L'huile passe ensuite à travers une série d'échangeurs pour augmenter sa température à (220° C – 230°C).

Au fur et à mesure que la vapeur permettant le chauffage est injectée (barbotage), les substances odoriférantes qui sont plus volatiles que l'huile maintenue sous vide à haute température s'évaporent.

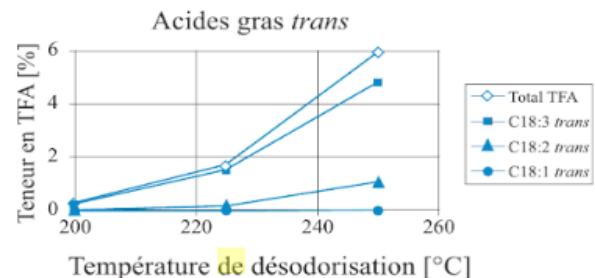
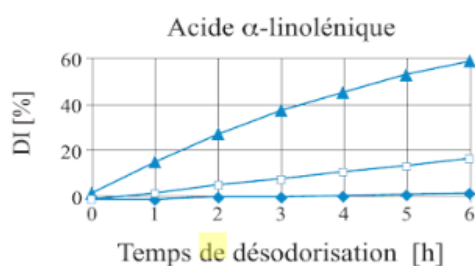
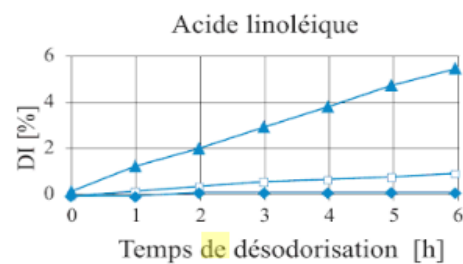
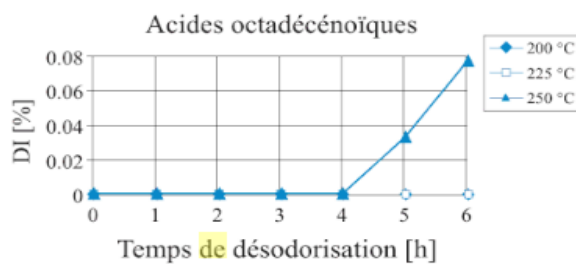
L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre retenant les impuretés alors que les substances volatiles seront condensées et éliminées également.

Le produit fini 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 spirale 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.

Cependant, la désodorisation de l'huile de grignons d'olives peut être influencée par plusieurs facteurs notamment :

• La température

La désodorisation à haute température augmente la volatilité des substances à éliminer. Cependant, il existe une température optimale de désodorisation pour chaque huile, au-dessous de laquelle les substances odorantes ne sont pas complètement éliminées et au-dessus de laquelle la qualité de l'huile se dégrade : Il se forme une quantité non négligeable d'isomères d'AG Trans à partir des AG polyinsaturés.



• La quantité de vapeur injectée

A pression constante, l'augmentation du débit de vapeur injectée induit l'augmentation de la qualité de matière entraînée par la vapeur et une diminution du temps nécessaire de traitement.

Toutefois, l'application d'un débit trop important risque de causer des pertes non désirées en huile neutre et en composés mineurs par entraînement mécanique du courant de vapeur.

• La pression absolue

La conduite de désodorisation dans des conditions de basse pression absolue aide à éliminer les matières odorantes tout en protégeant l'huile de l'oxydation.

Dans le cas du raffinage physique, la désodorisation s'effectue dans des pressions très faibles : Environ 3mbar au maximum.

En outre, la conduite de la désodorisation dans des conditions de vide poussée a une influence sur la surface de contact entre l'huile et les bulles de vapeur : La désodorisation sera plus efficace lorsque la surface de contact entre l'huile et la vapeur d'eau est grande.

• La durée de l'opération

L'efficacité d'une distillation n'est pas directement liée à la durée de l'opération.

Le temps de distillation dépend essentiellement de température et de pression et de la quantité de vapeur injectée : A basse température, l'efficacité de la désodorisation ne peut pas être améliorée au-delà de trois heures.

La durée de cette étape peut être diminuée en réduisant la pression absolue et/ou en augmentant la quantité de vapeur injectée.

• Agitation

Le débit de la vapeur injectée doit être suffisamment élevé pour obtenir une agitation optimale de l'huile.

L'efficacité et l'uniformité de l'agitation sont importantes afin d'assurer des conditions optimales de distillation pour toutes les particules d'huile.

10. Fortification

La fortification est effectuée afin de remédier à tous les carences en micronutriments dues aux différents traitements qui précèdent. Notamment, la déficience en vitamines, ce qui affecte essentiellement la qualité nutritionnelle de l'huile raffinée.

La fortification au sein de « LHDM » s'effectue par l'ajout d'une huile d'olive caractérisée par une bonne qualité.

11. Emballage et conditionnement

La conservation de l'huile comprend un ensemble de procédés de traitement dont le but est d'en conserver les propriétés gustatives et nutritives, les caractéristiques de texture, de couleur, et d'éviter d'éventuelles intoxications alimentaires.

Le conditionnement de l'huile consiste à remplir dans des bouteilles ou bidons l'huile raffinée qui s'emballent ensuite dans des cartons qui sont déposés dans le stock des produits finis ou envoyés directement aux clients.

a- Soufflage : Cette étape contient plusieurs sous-étapes :

- **Chauffage** : Les préformes subissent un chauffage dans un four à infrarouge afin de devenir molles.
- **Etirage** : Ceci s'effectue grâce à une tige qui confère à la bouteille la hauteur désirée.
- **Pré-soufflage** : Les préformes subissent un pré-soufflage à une pression d'environ 7 bars pour les préparer devenir susceptibles d'accepter la pression élevée du soufflage.
- **Soufflage** : Le soufflage des bouteilles se fait à pression égale à 40 bars dans des moules convenables à la forme voulue.
- **Dégazage** : Cette étape permet de libérer les bouteilles des moules par dégagement de l'air.

b- Remplissage et capsulage : C'est l'étape qui permet de remplir et de fermer les bouteilles grâce à une remplisseuse et une boucheuse.

c- Etiquetage et codage : L'étiqueteuse sert à étiqueter les bouteilles, en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C.

d- Encaissage (Mise en carton) : Les bouteilles sont finalement encaissées dans des cartons qui seront à leur tour fermés manuellement. Ainsi, le produit fini sera prêt à être stocké.

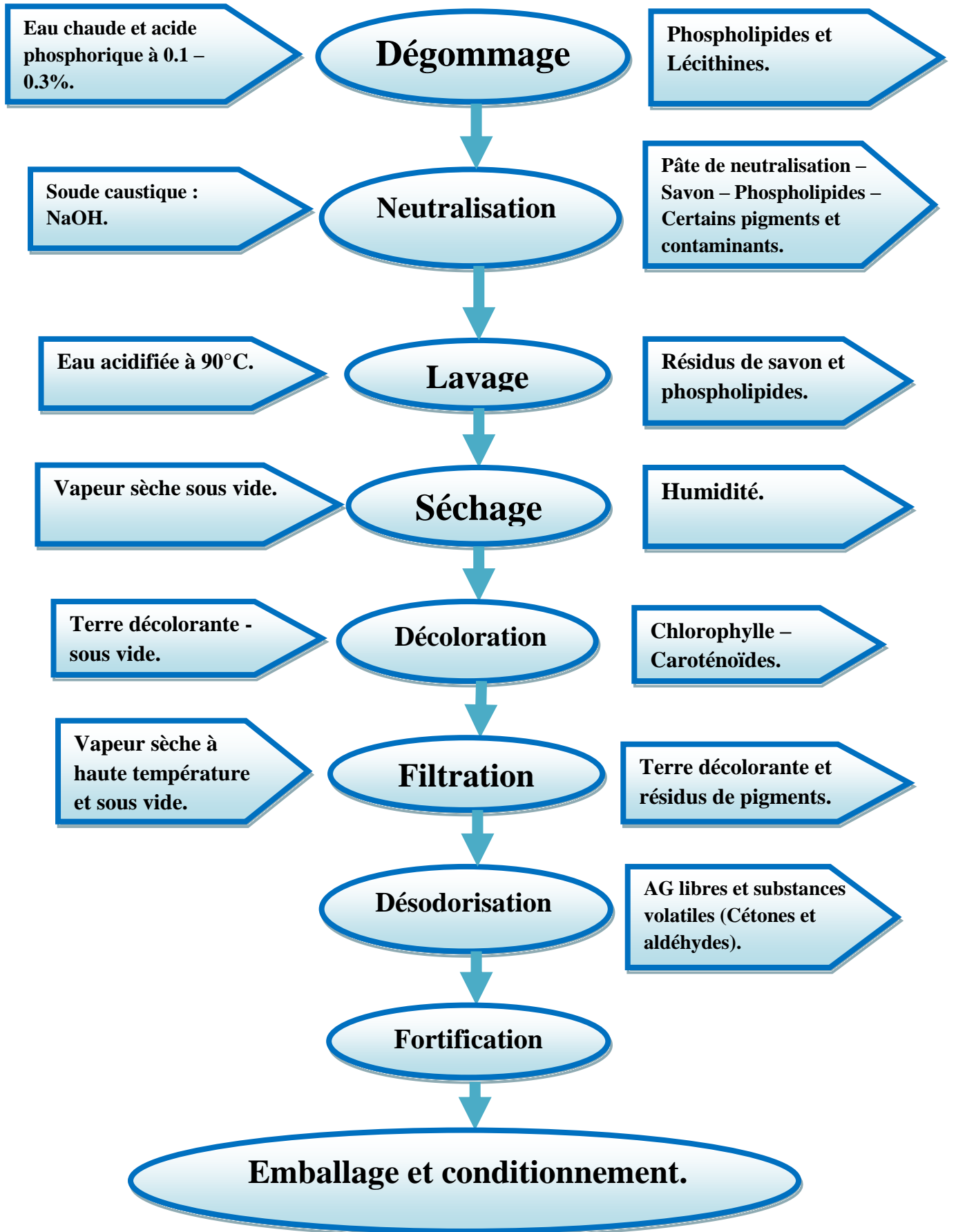


Schéma récapitulatif des étapes de raffinage de l'huile de grignons.

III. Démarche HACCP au sein de la société **« Les huileries de Meknès »**

1. Définition

La sécurité alimentaire est au cœur des préoccupations des industries agroalimentaires. Pour maîtriser ce risque, les entreprises de ce secteur d'activité ont un outil à leur disposition pour prévenir les risques biologiques, chimiques et physiques. Il s'agit de la méthode HACCP. Ce terme est une abréviation en anglais de *Hazard Analysis Critical Control Point* se traduisant en français par *Analyse des dangers – Points critiques pour leur maîtrise*.

Ce système est né, la première fois, aux USA vers la fin des années soixante et il a été mis au point pour la fabrication, essentiellement, des aliments destinés à nourrir les astronautes.

Cependant, de nos jours, le système HACCP permet de gérer la sécurité et la qualité de toutes les denrées alimentaires. Il est le meilleur outil de maîtrise des dangers associés à l'ensemble des secteurs de la transformation des aliments et des boissons, la distribution, la vente, la restauration et ce, où il est nécessaire de fournir au consommateur des produits irréprochables, évitant ainsi tout effet négatif sur sa santé.

Le HACCP permet, par son analyse organisée et systématique, de retracer l'ensemble du processus et de dégager toutes les causes à l'origine du problème.

Enfin, elle permet de mettre en place une batterie des moyens adaptés et orientés vers la prévention des problèmes : Détermination des CCP, surveillance des CCP, actions préventives, actions correctives, surveillance du système.

Cette démarche soit permettre de réaliser un véritable audit produit-processus.

Au sein de la société « Les huileries de Meknès », la démarche HACCP est exécutée de façon à identifier et évaluer tous les dangers qui peuvent menacer la santé du consommateur ou la qualité de la marchande du produit fini suite à une défaillance pendant la fabrication, depuis la réception de l'huile brute jusqu'à l'expédition de l'huile raffinée.

2. Applications de la démarche HACCP à «Les huileries de Meknès»

L'application de la méthode HACCP consiste à l'exécution de plusieurs étapes, parmi lesquelles :

a) Construction de l'équipe HACCP : qui est composé dans la société de «LHDM» des personnes suivantes :

- Tableau 7 : Equipe HACCP de la société « LHDM ».

Membres de l'équipe	Rôle
MIMOUNI Fouad	<ul style="list-style-type: none">• Préside les réunions HACCP.• Approuve le plan HACCP.
TNANI Sabah	<ul style="list-style-type: none">• Rédaction du système HACCP.• Révision du programme HACCP.
RITAL Abdenebi	<ul style="list-style-type: none">• Collabore à l'établissement du HACCP.• Suit la mise en place du plan HACCP et des actions correctives.• Vérifie le plan HACCP.
MARHRAOUI Rachid	<ul style="list-style-type: none">• Coordinateur de l'équipe HACCP.• Responsable du suivi de la traçabilité.• Veille au respect strict des CCP.• Vérification du diagramme de fabrication.
FRANCOIS Guy	<ul style="list-style-type: none">• Vérifie et audite tout le système HACCP.• Assure la maîtrise et la surveillance de CCP et des BPH.

b) Analyse des dangers et des risques : Ceci est effectué en utilisant le diagramme d'Hishikawa :

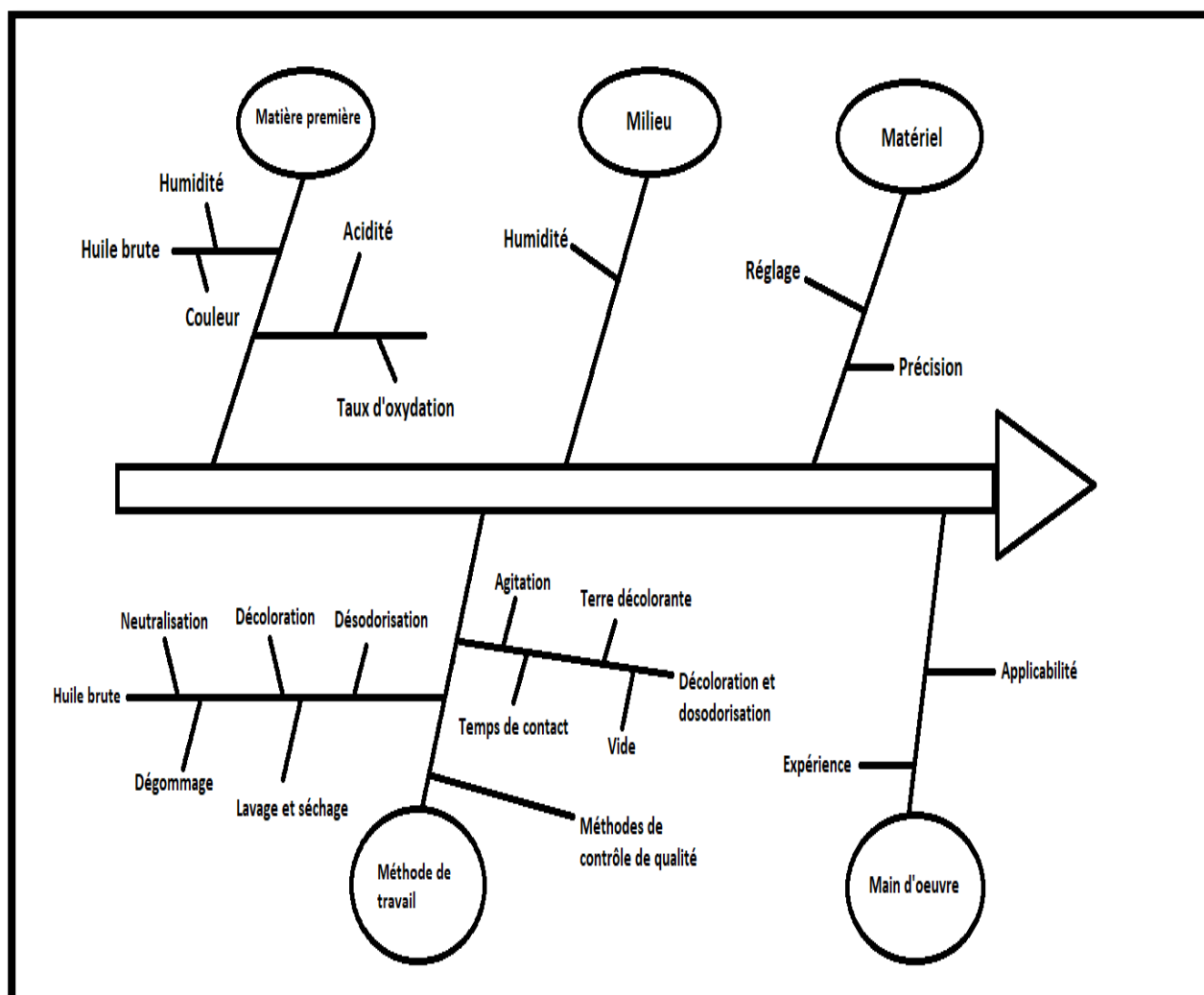


Figure 1 : Diagramme d'Hishikawa concernant la société « LHDM ».

A chaque étape du raffinage de l'huile de grignons d'olives brute, il risque d'avoir des dangers qui sont résumés dans le tableau qui suit.

- **Tableau 8 :** Risques liés à chaque étape du raffinage au sein de la société «LHDM» :

Étapes	Danger	Danger retenu	Causes	Mesures préventives
Réception de l'huile brute.	Acidité supérieure à 20%. Humidité supérieure à 1%. Présence d'impuretés et corps étrangers. Contamination par autres types d'huile.	Non	Le non-respect des BPH par le fournisseur. La contamination de l'huile pendant le transport. Les citernes de transport non ou males lavées.	Réaliser des analyses d'acidité et d'humidité. Etablir un cahier de charges avec les fournisseurs. La sélection et l'évaluation du transporteur. Le respect du plan de contrôle à la réception. Le nettoyage des citernes par le transport. Recevoir une preuve de nettoyage de chez les transporteurs.
Dégommage	Contamination par l'acide phosphorique.	Non	Le surdosage de l'acide phosphorique.	Le respect de la procédure de description des étapes de processus de fabrication. Le respect des normes.
Neutralisation	Contamination par des substances chimiques. Persistance de l'acide.	Non	Le surdosage ou le sous-dosage de la soude caustique.	Le respect de la procédure de description des étapes de processus de fabrication.
Décirage	Pas de danger potentiel.	Non		
Lavage	Contamination par les minéraux présents dans l'eau.	Non	L'utilisation d'eau traitée.	Le respect du plan de contrôle de qualité et des spécifications à cette étape et le respect de la procédure des étapes de fabrication.
Séchage et décoloration	Pas de danger potentiel.	Non		
Désodorisation	Surchauffe de l'huile.	Oui	Dépasser 220°C sous vide poussé 1 à 3 bars ce qui risque de dégrader l'huile et devient impropre à la consommation.	Vérifier et noter régulièrement la température de l'huile ainsi que le vide.
Refroidissement	Contamination par l'eau de refroidissement.	Non	La fuite dans l'échangeur.	Respecter l'entretien de l'échangeur de refroidissement.
Filtration	Avoir une huile raffinée mal filtrée à aspect trouble.	Non	L'utilisation d'une mauvaise terre décolorante. - Une mauvaise filtration.	La vérification du bulletin d'analyse et le contrôle à la réception des livraisons de la terre de filtration.

Mise en bouteilles	Contamination pas des corps étrangers, débris de verre, poussière, insectes.	Non	Un endroit poussiéreux. Le non-respect des fréquences de nettoyage.	La sensibilisation du personnel sur les BPH. Le respect du plan de nettoyage.
Capsulage	Contamination par des corps étrangers, débris de verre, poussière, insectes.	Non	Un endroit poussiéreux. Le non-respect des fréquences de nettoyage.	La sensibilisation du personnel sur les BPH. Le respect du plan de nettoyage.
Etiquetage – Mise en carton et stockage	Pas de danger potentiel.	Non		

c) Détermination des points critiques :

L'étape qui représente un CCP au cours du raffinage de l'huile de grignons d'olives est : *La désodorisation.*

Ce processus doit être bien maîtrisé suivant les actions représentées au tableau qui suit.

- *Tableau 9 : Plan de surveillance de la désodorisation :*

		Point critique pour la maîtrise de la désodorisation
Danger		Surchauffage de l'huile.
Limite critique		Ne pas dépasser 220°C sous vide poussé d'environ 1 – 3 mbar.
Système de surveillance	Objet	L'étape de désodorisation.
	Méthode	Vérifier et noter régulièrement la température de l'huile ainsi que le vide.
	Fréquence	Contrôle visuel continu une fois par heure.
	Responsables	- Ouvriers du poste. - Contrôleur de l'étape de désodorisation.

Actions correctives	Arrêter l'opération. – Refroidir l'huile. – Vider le lot concerné dans un stockage approprié afin de l'éliminer de la raffinerie et pour être dirigée vers la savonnerie.
Vérification de l'efficacité individuelle du CCP	<ul style="list-style-type: none">- Le responsable qualité examine les formulaires de contrôle toutes les 24heures.- Le responsable usine effectue d'autres inspections visuelles pour confirmer les ajustements afin de corriger le problème.
Documentation	Formulaire de contrôle de la température et le vide de la désodorisation.



Matériels et
méthodes

➤ Analyses effectuées au sein du laboratoire

«LHDM» :

Les responsables du laboratoire interviennent à tous les stades du raffinage de l'huile de grignons d'olives brute, depuis sa réception jusqu'à le stockage du produit raffiné, afin de contrôler la qualité de l'huile finie et veiller à ce que les normes soient respectées.

Ainsi, les analyses effectuées au laboratoire de l'établissement « LHDM » sont les suivantes :

- Contrôle de l'acidité totale.
- Contrôle de l'acidité de la pâte.
- Humidité.
- Indice de peroxyde.
- Taux des impuretés.
- Taux de savon.
- Absorbance (Spectrophotométrie).
- Dureté de l'eau de lavage.

- Tableau 10 : Analyses effectuées au laboratoire de « LHDM ».

Echantillon	Analyses
Huile de grignons d'olives brute (Marrakech Food, Aicha Meknès).	Acidité – Humidité – Indice de peroxyde – Taux des impuretés – Absorbance.
Huile dégommée.	Acidité.
Huile neutre.	Acidité – taux de savon – Acidité de la pâte.
Huile lavée et séchée.	Acidité – Taux de savon – Humidité.
Huile décolorée.	Acidité – Absorbance.
Huile désodorisée et filtrée.	Acidité – Indice de peroxyde – Absorbance.
Eau de lavage.	Dureté.

1. Contrôle de l'acidité :

L'acidité est la quantité d'acides gras exprimée conventionnellement en acide oléique (en gramme) présente dans 100 g de matière grasse.

✓ Mode opératoire :

- Chauffer dans un ballon une portion d'alcool, lui ajouter quelques gouttes de phénolphthaléines afin de le neutraliser par une solution de NaOH (0.1N) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose.
- Peser la quantité d'huile nécessaire pour le dosage :
 - 2g pour l'huile brute.
 - 10g pour l'huile neutre, séchée, décolorée et désodorisée.
- Titrer par une solution de NaOH (0.1N) jusqu'à la zone de virage. Cela signifie que tous les acides gras ont été neutralisés.

✓ Calcul :

$$\% \text{ Acidité} = \frac{V \times N \times PM}{PE} \times 100$$

$$\% \text{ Acidité} = \frac{V \times 2.82}{PE}$$

- V = Volume de NaOH (ml).
- N = Normalité de NaOH (0.1N).
- PM = Poids moléculaire de l'acide oléique (282 g/mole).
- PE = Prise d'essai (g).

2. Humidité :

L'humidité de l'huile est la quantité d'eau perdue après étuvage d'une prise de l'échantillon pendant un temps suffisant dans une étuve réglée à une température qui ne dépasse pas 103°C.

✓ Mode opératoire :

- Peser à peu près 8 à 10 g d'huile dans un bêcher.
- Chauffer l'échantillon à l'étuve pendant 1 heure.
- Refroidir puis peser.

✓ Calcul :

$$\% \text{H}_2\text{O} = \frac{\text{Poids initial} - \text{Poids final}}{\text{Poids initial}} \times 100$$

3. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde représente le nombre de milligrammes actifs de peroxyde contenu dans un gramme d'huile et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode.

✓ Mode opératoire :

- Dans un flacon, peser entre 2 à 5 g d'huile.
- Ajouter à cette prise d'essai 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml de solution saturée d'iodure de potassium.
- Boucher le ballon et le mettre 5 min à l'obscurité.

- Ajouter 75 ml d'eau distillée.
- Titrer l'iode libre avec une solution de thiosulfate de sodium (0.01N) en présence d'empois amidon jusqu'à ce que la solution devienne transparente.

✓ Formule du résultat :

$$\text{Indice de peroxyde} = \frac{10 \times V}{PE}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} V = \text{Volume du thiosulfate de sodium ajouté (ml).} \\ PE = \text{Prise d'essai (g).} \end{array} \right.$$

4. Taux des impuretés :

✓ Mode opératoire :

- Rincer un papier filtre avec de l'hexane et le sécher ensuite dans l'étuve à 150°C pendant 15 min.
- Peser l'ensemble bûcher-papier et noter P (g).
- Peser 10 – 14 g d'huile et ajouter 100 ml d'hexane.
- Filtrer le contenu du bûcher à travers le papier filtre déjà préparé.
- Rincer le bûcher et le papier filtre avec une petite quantité d'hexane afin d'éliminer toute trace d'huile.
- Retirer le papier filtre et le placer dans le même bûcher et laisser sécher dans l'étuve.
- Peser à nouveau l'ensemble et noter P' (g).

✓ Expression du résultat :

$$\% \text{ Impuretés} = \frac{P' - P}{PE} \times 100$$

5. Détermination de la couleur (Absorbance) :

L'absorbance consiste à doser la coloration de l'huile à l'aide d'un spectrophotomètre. Cette opération s'effectue sur deux valeurs de longueurs d'ondes : 242 nm et 270 nm afin de calculer leur différence.

6. Teneur en savon :

✓ Mode opératoire :

- Ajouter à 100 ml d'acétone 0.5 ml de bleu de bromophénol.
- Neutraliser avec la base NaOH (0.01N) jusqu'au virage au jaune.
- Peser 40 g d'huile et ajouter 1 ml d'eau. Chauffer cette solution sur bain marie.
- Ajouter 50 ml de la solution acétone neutralisée.
- Laisser reposer le mélange jusqu'à formation de deux phases : Si le savon se trouve dans l'huile on remarque une coloration bleue – verte.
- Doser par l'acide chlorhydrique (0.01N) jusqu'à réapparition de la couleur jaune.

✓ Formule du résultat :

$$\text{Taux de savon} = \frac{N \times V \times 3040}{PE}$$

$$\left\{ \begin{array}{l} V = \text{Volume de l'acide chlorhydrique (ml).} \\ N = \text{Normalité de l'acide chlorhydrique.} \\ PE = \text{Prise d'essai (g).} \\ 3040 = \text{Masse molaire du savon.} \end{array} \right.$$

7. Dureté calcique de l'eau :

La dureté de l'eau de lavage est analysée en ajoutant 5 ml de solution tampon à pH = 10 à un volume d'eau avec quelques gouttes de noire d'erichrome, la solution prend une couleur noire, ensuite, on titre avec une solution d'EDTA (0.02N) jusqu'à apparition d'une coloration bleue. On note le volume V d'EDTA ajouté.

La dureté calcique (DC) est ainsi exprimée en degré français par la formule : **DC = V°F**.

8. Décoloration au sein du laboratoire :

✓ Mode opératoire :

Il consiste à :

- Peser 100 g d'huile décirée dans un ballon.
- Chauffer la prise d'essai jusqu'à 80°C et lui ajouter 2 g de terre décolorante, notamment la TONSIL 115 FF.
- Chauffer en agitant 20 min à une température qui ne dépasse pas 105°C.
- Filtrer l'huile décolorée.
- Analyser l'huile par spectrophotomètre.

➤ Suivi des analyses au laboratoire

- Tableau 11 : Résultats des analyses effectuées au laboratoire de « LHDM ».

	Huile brute	Huile dégommée	Huile neutre	Huile lavée et séchée	Huile décolorée	Huile désodorisée	Les normes
Acidité	19.98	18.52	1.33	0.52	0.20	0.05	≤ 0.4 %
Humidité	0.35	—	—	—	—	0.098	≤ 0.1 %
Indice de peroxyde	6.34	—	—	—	1.22	0.98	≤ 5
Taux des impuretés	125.14	—	—	—	—	0.03	≤ 0.05 m/m
Absorbance	0.35	—	—	—	0.220	1.502	≤ 1 ppm
Teneur en savon	—	—	3320	7625	—	0	= 0

Comme bilan de ces analyses, on constate que l'acidité est le facteur le plus important et qui doit être contrôlé à chaque étape, surtout après la désodorisation.

D'après le tableau qui précède, les résultats obtenus pour l'huile désodorisée sont compris dans les normes. Donc, l'huile de ce lot est conforme.

A blue scroll graphic with a white background, featuring a dark blue border and a dark blue shadow. The scroll is unrolled in the center, with the word "Conclusion" written in a bold, black, sans-serif font. The word is underlined with a thin black line. The scroll has a dark blue circular element at the top right corner, suggesting a rolled-up end.

Conclusion

Mon stage effectué au sein de la société « Les huileries de Meknès » a été bénéfique, surtout avec l'expérience riche dans le domaine industriel.

Ce travail a été une occasion de mettre en valeur la formation acquise à travers notre département de biologie et m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société « Les huileries de Meknès » avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles, surtout dans la section du raffinage de l'huile de grignons d'olives.

En effet, l'huile de grignons d'olives brute contient toujours des substances indésirables qui peuvent représenter des catalyseurs d'oxydation. Cette huile subit un procédé de raffinage qui se résume dans les suivantes : Le dégommage, la neutralisation, le décirage, le lavage, le séchage, décoloration, désodorisation et la fortification, si nécessaire, avant de la mettre en bouteille.

Or, l'étape que j'ai bien suivie de près est *la désodorisation de l'huile de grignons d'olives*. Elle représente un point critique du procédé du raffinage de cette dernière.

Dans le laboratoire de l'entreprise « LHDM », on a tendance à analyser l'huile issue de chaque étape : Contrôle d'acidité, indice de peroxyde, humidité, taux de savons, taux des impuretés et l'absorbance.

Ces examens sont beaucoup plus importants dans la phase de la désodorisation afin d'avoir un produit fini sain et prêt à être consommé.

Cependant les échantillons de l'huile de grignons d'olives reçu par « LHDM » provient de « Marrakech Food » ou également de « Aicha Meknès ». Cette huile est toujours accompagnée d'une fiche dont les données sont approximativement équivalentes à celles de la bibliographie.

Références webographiques:

[1] : <file:///C:/Users/Khaoula/Downloads/lomenechPH10.pdf>

[2] : <http://dlibrary.univ-boumerdes.dz:8080/bitstream/123456789/824/1/Touati%20Lounis.pdf>

[3] :
<http://lipidlibrary.aocs.org/OilsFats/content.cfm?ItemNumber=40326>

[4] :
https://books.google.co.ma/books?id=rthi4YXGCOgC&pg=PA178&lpg=PA178&dq=d%C3%A9sodorisation+de+l'huile+de+grignon&source=bl&ots=_p6SMMKewt&sig=IDZ9KYozPBsd4CAgyx3fxg3daQs&hl=fr&sa=X&ved=0ahUKEwiIuL6HkujaAhUHUBQKHb0sA-M4ChDoAQhLMac#v=onepage&q=d%C3%A9sodorisation%20de%20l'huile%20de%20grignon&f=false