



Licence Sciences et Techniques (LST)

TECHNIQUE D'ANALYSE ET CONTRÔLE DE QUALITÉ

« TACQ »

PROJET DE FIN D'ETUDES

**CONTROLE DE QUALITE AU NIVEAU
DU CONDITIONNEMENT - (SIOF)**

Présenté par :

◆ TAIBI HAJAR

Encadré par :

◆ Pr. N. IDRISSE KANDRI (FST)

◆ Mlle. F. FARROUDI (SIOF)

Soutenu Le 10 /07/2021 devant le jury composé de:

- Pr. N. Idrissi kandri

- Pr. A. EL Ghazouali

- Pr. A. Zerouale

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2020 / 2021

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☒ Ligne Directe : 212 (0)535 61 16 86 – Standard : 212 (0)535 60 82 14

Remerciements

Nous ne pouvons pas commencer ce rapport sans remercier Allah le Tout-Puissant et le Très Bienveillant qui nous a donné la grâce et les bénédictions pour que ce rapport se réalise

Il nous est agréable de nous acquitter d'une dette de reconnaissance auprès de toutes les personnes, dont l'intervention au cours de ce projet a favorisé son aboutissement.

- *Tout d'abord je remercie **M .Er-rafik** le Directeur de la société m'avoir donné leur pacte d'effectuer notre stage de fin d'étude au sein de son organisme*
- *Je remercie **Mlle. Farroudi fatima** responsable de laboratoire pour le suivi de mon travail tout au long de la période du stage*
- *Mes profonds gratitudes et remerciements vont aussi à le professeur **N.IDRISSI KANDRI** mon encadrant à l'FST pour ses précieuses instructions et recommandations, sa disponibilité et ses conseils d'orientation qu'elle nous a prodigué durant ce stage*
- *Je remercie également les membres de jury mes Professeur **A. EL Ghazouali** et **A. Zerouale** d'avoir accepté de juger ce travail*
- *Enfin je remercie toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'achèvement de ce projet.*

✓ Introduction générale	6
✓ Présentation de la société	7
1- Histoire de la siof	8
2-Présentation des huiles élaborée par la siof	8
3- L'organigramme de la société.....	8

CHAPITRE 1 : BIBLIOGRAPHIE SUR LES HUILES VEGETATIVE

I. <u>Les huiles végétales</u>	
1-Description	10
2-Les acides gras.....	10
3-Composition.....	10
3-1 La fraction saponifiable.....	11
3-2-Lesinsaponifiable	11
II. <u>Nature des huiles végétales produites par la siof</u>	
1-L'huile d'olive.....	11
2-L'huile de tournesol.....	12
3-L'huile de soja	12
4-L'huile de grignon	13

CHAPITRE2 : PROCESSUS DE RAFFINAGE ET CONDITIONNEMENT

I. <u>Principe</u>	15
II. <u>Les différentes étapes de processus industriel de raffinage</u>	15
1. -Démucilagination	15
2. Neutralisation	17
3. Lavage.....	18
4. Séchage.....	19
5. Décoloration	19
6. Filtration	19
7. La désodorisation	20
8. Fortification.....	20
III. <u>Analyse effectuées au l'aboratoire</u>	21
1-Dosage de savon	21
2-L'acidité de l'huile :	22
3- dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation	23
4-Dosage du titre hydrométrique de l'eau :.....	24
5-Transmittance par spectrophotomètre :	25
6-Dosage de phosphore :	25
IV. <u>Conditionnement</u>	26
1. Soufflage.....	26
2. -Remplissage et bouchage.....	26
3. L'étiquetage	26

4. datage	27
5. Mise en carton.....	27

CHAPITRE 3 : CONTROLE DE QUANTITE AU NIVEAU DU CONDITIONNEMENT

1) Démarche d'étude de projet.....	29
2) Méthodes.....	29
3) contrôle de produit fini.....	30
3-1-Analyse physicochimique.....	30
3-2-les analyses organoleptique.....	30
3-3-Teste de friture	30
4) contrôle qualitative	30
4-1-resultats	31
4-2- interprétation des résultats	32
4-3-Présentation des résultats par une carteP.....	32
4-4-interpretation	32
5) contrôle de poids.....	33
5-1-resultats	33
5-2- carte à variable quantitative.....	33
5-3-interpretation	34
6) les actions correctives des non- conformités	34
6-1- Au niveau de remplisseuse.....	34
6-2-Au niveau d'étiqueteuse	34
Conclusion général	35

..

LISTE DES FIGURES

<u>Figure 1</u> ; L'organigramme de la société	8
<u>Figure 2</u> ; Composition des huiles végétaives	10
<u>Figure 3</u> ; La réaction chimique de la formation de triglycéride...	11
<u>Figure 4</u> ; Formule générale d'un phospholipide	11
<u>Figure 5</u> ; Les étapes de processus de raffinage	16
<u>Figure 6</u> ; saponification parasite.....	18
<u>Figure 7</u> ; résultats d'analyse dosage de de savon	21
<u>Figure 8</u> ; résultats d'analyse d'acidité de l'huile	22
<u>Figure 9</u> ; résultats d'analyse d'acidité de la pâte.....	24
<u>Figure 10</u> ; Les étapes de conditionnement	26

INTRODUCTION

- ✓ **Le secteur agroalimentaire représente un des secteurs industriels moteurs de l'économie marocaine sa responsabilité à fournir au citoyen une satisfaction totale, qu'elle soit quantitative ou qualitative, puisque l'agriculture marocaine constitue le pivot central de l'économie nationale.**
- ✓ **Les huiles sont constituent en gros par des corps gras qui sont des éléments essentiels dans notre alimentation**
- ✓ **La SIOF est l'une des sociétés les plus importantes dans le domaine de production des huiles alimentaires. Au niveau de service conditionnement de contrôle de qualité**
Dans ce cadre ce travail au sein de la SIOF au niveau de service Conditionnement est effectué dans le but d'étudier le contrôle de qualité au niveau de conditionnement
Ce rapport est présenté comme suit :
 - Le premier chapitre est consacré à une bibliographie sur les huiles alimentaires**
 - Le deuxième chapitre est consacré à la description du procédé de production et conditionnement d'huile au sein de la société SIOF.**
 - Le troisième chapitre consiste à étudier le suivie de contrôle au niveau de l'étape de conditionnement.**

PRESENTATION DE LA SIOF

1) HISTORIQUE

La SIOF « **Société industrielle oléicole de Fès** » est une société anonyme à vocation Agro-alimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

- ❖ **1961** : Création de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF) par la famille Lahbabi avec la trituration d'olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve d'olive.
- ❖ **1966**: La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- ❖ **1972**: Acquisition des équipements nécessaires pour la fabrication d'emballage et conditionnement des huiles alimentaires.
- ❖ **1982**: Modernisation de l'unité de raffinage.
- ❖ **1986**: Développement de la SIOF: SIOF s'étend sur la totalité du royaume chérifien
 - L'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Oujda, Casablanca, Oued Zen et Meknès.
 - Lancement de la première campagne publicitaire.
- ❖ **1995** : La construction de la première usine d'extraction d'huile de grignon.
- ❖ **1996**: Après la libéralisation au Maroc, la SIOF a modernisé l'unité de conserve d'olive et augmenté la capacité d'extraction d'huile de grignon.

La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le 1er site se situe en zone industrielle **Sidi Brahim** s'étend sur une superficie de 20000 m² et assure la trituration des olives la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- Le 2ème est situé en zone industrielle **Dokkarat** occupe une superficie de 12000 m², il assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3ème situé à **Ain taoujdat** occupe une superficie de 20000m², qui assurent l'extraction d'huile de grignons

2) Présentation des huiles élaborées par la SIOF

La SIOF assure le raffinage de différentes huiles, afin de toucher une large partie des consommateurs et grâce à cette diversité la société entre en une forte concurrence avec les sociétés oléicoles du Maroc.

Elle assure le raffinage de 4 produits :

- ✓ SIOF : huile de table raffinée à base de soja. . (à partir de **1966.**)
- ✓ Moulay Idriss : huile d'olive vierge courante. (à partir de **1993**)
- ✓ Andaloussia: huile de grignon raffiné. . (à partir de **1996**)
- ✓ Frior : huile de tournesol raffiné. . (à partir de **1992**)

3) l'organigramme de la société :

Les relations hiérarchiques entre les différentes fonctions et service sont formalisées dans l'organigramme suivant

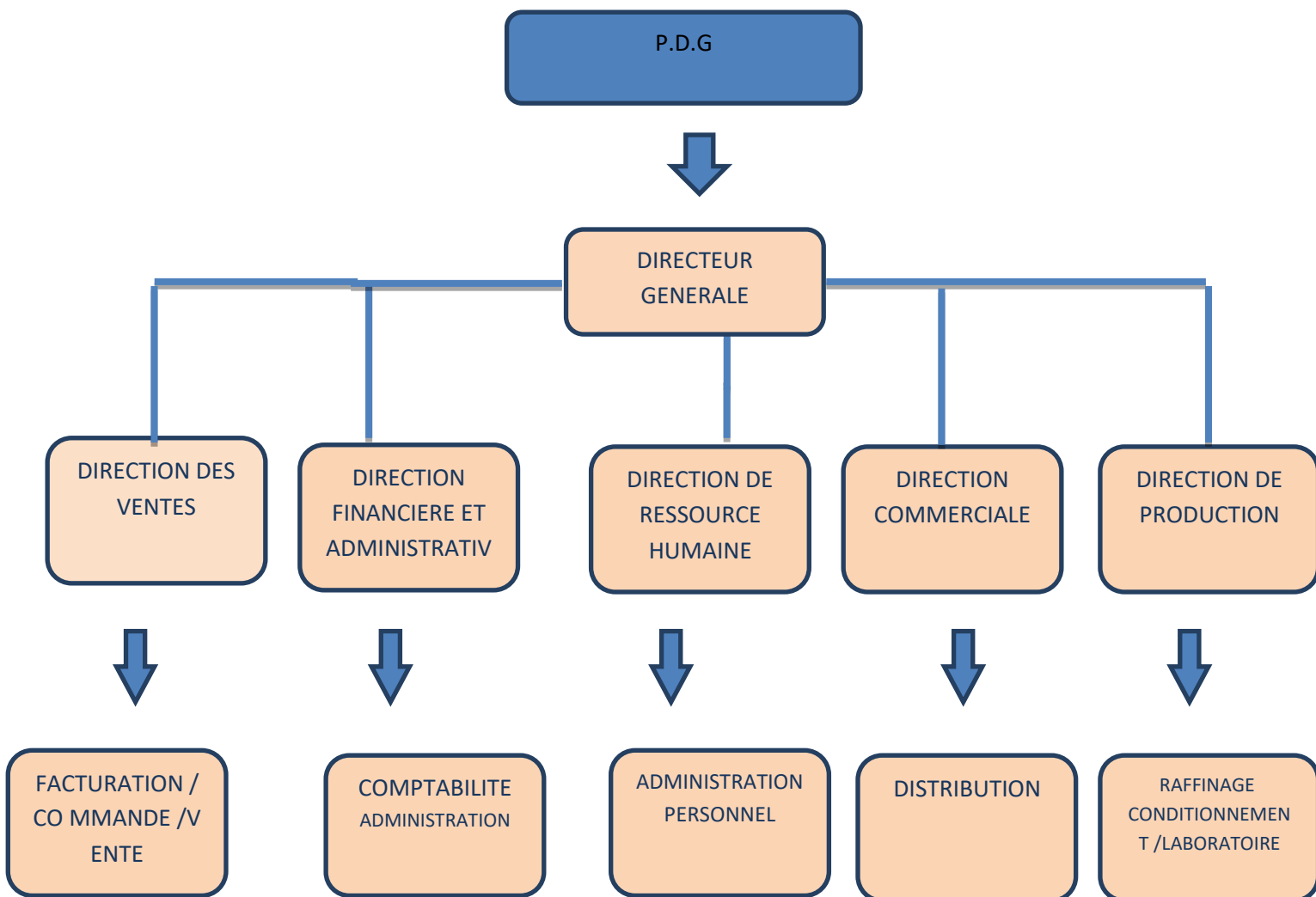
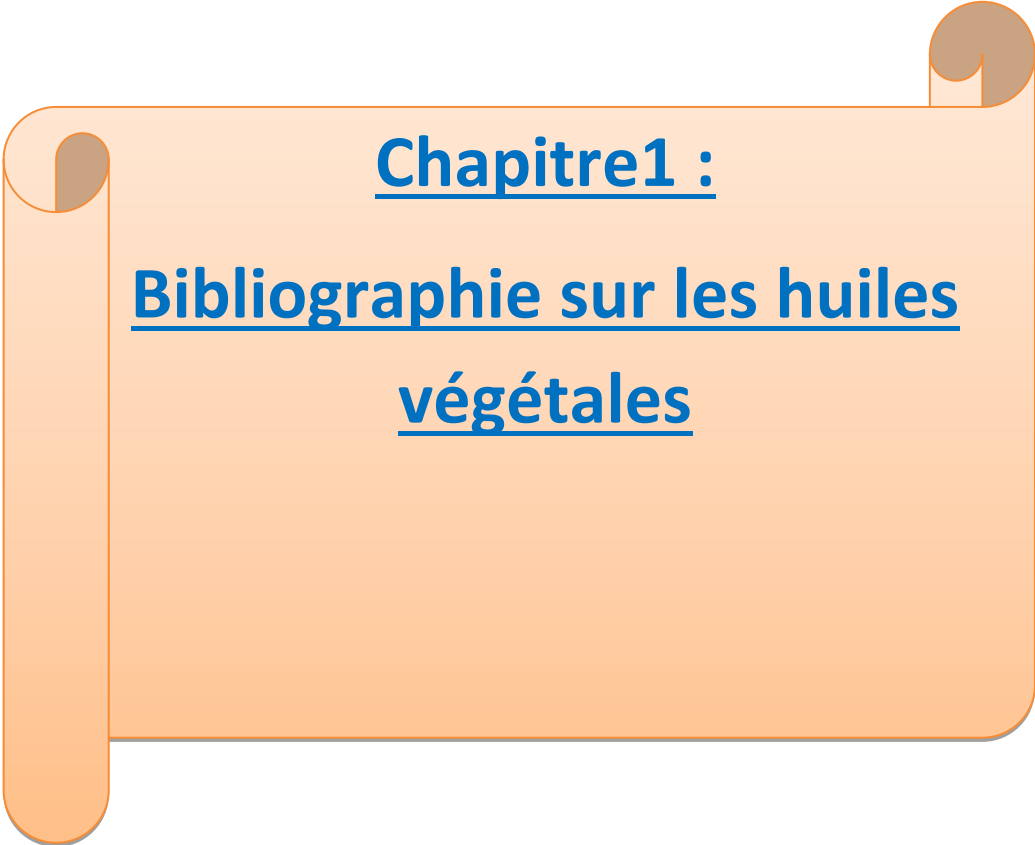


Figure 1 :L'organigramme de la société

An orange scroll graphic with a light orange gradient and a dark orange border. The scroll is unrolled in the center, with the top and bottom edges curled up. The text is centered on the unrolled portion.

Chapitre1 :
Bibliographie sur les huiles
végétales

I. Les huiles végétales

1. Description

Les huiles végétales sont principalement extraites des grains ou des fruits des plantes oléagineuses telles que tournesol, soja, arachide, olive son extraction se fait soit par pression, ou par un solvant (généralement hexane)

Les huiles végétales généralement c'est la matière grasse végétale constituée essentiellement d'acide gras et glycérol représenté par des triglycérides qui représentent au moins 98 à 99% du poids des huiles accompagnés de constituants mineurs qui forment les insaponifiables représentent 1 à 2%

2. Les acides gras

Ce sont des acides carboxyliques aliphatique ou ramifiés présentant des chaînes d'au moins 4 carbones. Ils sont classés en différents groupes :

- ✓ Les acides gras saturés linéaires : de formule générale : $C_nH_{2n}O_2$
- ✓ Les acides gras insaturés sont des acides qui portent au minimum une double liaison et de formule générale $C_nH_{2n-2}O_2$
- ✓ . Suivant le nombre d'insaturation, on a :
 - Acides gras mono- insaturés.
 - Acides gras poly- insaturés.

3. Composition

La composition des huiles végétales est représentée par le schéma suivant :

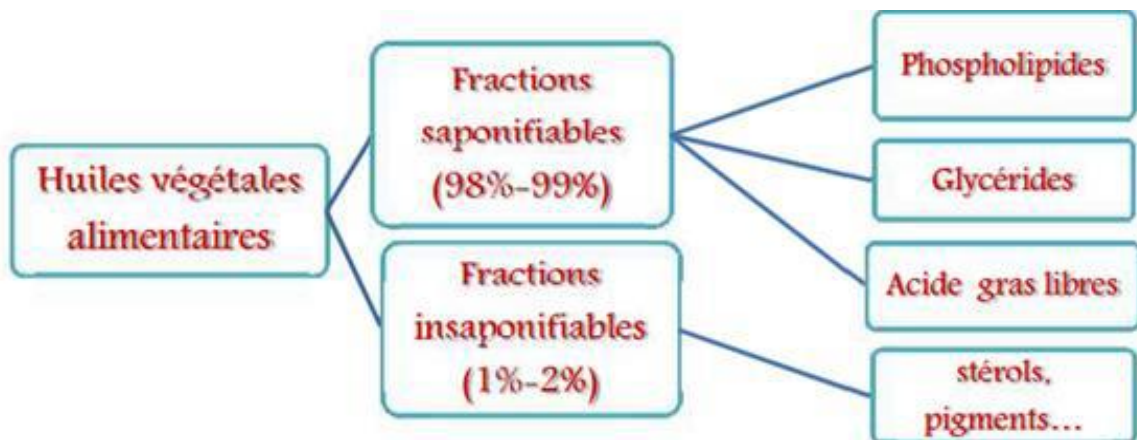


Figure 2 : composition d'une huile végétale alimentaire

3-1-La fraction saponifiable est composée de :

a-triglycérides ou glycérides : sont formés de l'union d'un glycérol à trois acides gras

Il existe deux types de glycérides :

- **glycéride homogène** : dans laquelle un seul acide gras estérifie le glycérol
- **glycéride hétérogène** : dans laquelle au moins 2 types d'acide gras estérifié le glycérol

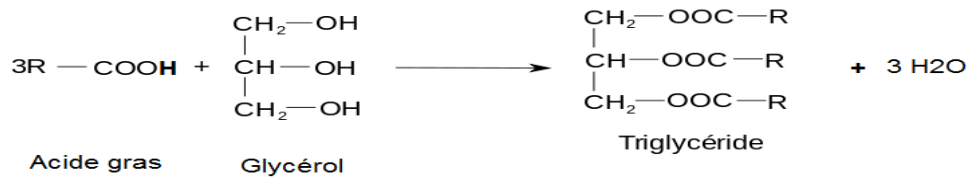


Figure 3 : La réaction chimique de la formation de triglycérides

b-Phospholipide : sont les composés lipidiques contenant du phosphore

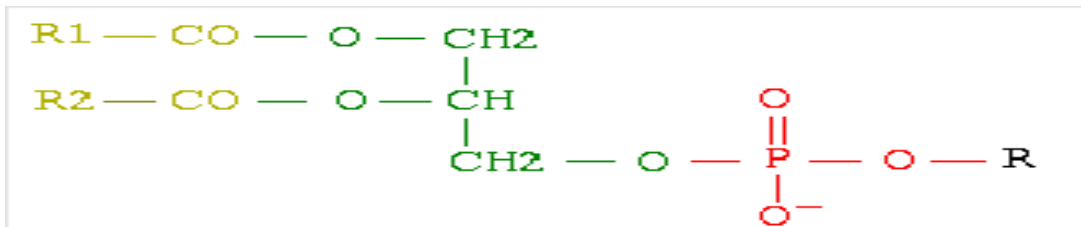


Figure 4 : Formule générale d'un phospholipide.

3-2 -Les insaponifiables :

Ce sont les constituants qui sont recueillis après saponification du corps gras par l'action d'un alcalin (soude caustique). On trouve généralement les cires, pigments et stérol

II-Nature des huiles végétales produites par la SIOF

1. L'huile d'olive :

L'huile d'olive désigne exclusivement l'huile extraite du fruit de l'olivier lors de la trituration dans un moulin à l'huile.

L'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : en passant par le lavage, le broyage, le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage et pendant la durée de l'entreposage doit être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

Composition :

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

2. L'huile de tournesol :

Tournesol est une plante d'origine d'Amérique du Nord où il fut cultivée par les Indiens.

- L'huile de tournesol est extraite de graines décortiquées soit par broyage soit par extraction.

Elle est composée à 97.7% de triesters d'acide gras et 2.3% des stérols + tocophérol (vitamine). Elle est recommandée pour la prévention des maladies cardio-vasculaires par sa richesse en acides gras essentiels comme (oméga 6).

Composition :

- 67% d'acide linoléique (C18 :2)
- 19.7% d'acide oléique (C18 :1)
- 11% d'acides gras saturés.
 - 6 % d'Acide palmitique (C16:0)
 - 5 % d'Acide stéarique (C18:0)
- Autres : 2,3 %

3. L'huile de soja :

Le soja est originaire des régions chaudes de sud-est de l'Asie, mais 45% des surfaces cultivées se trouvent aux États-Unis et 55 % de la production mondiale provient de ce pays.

Les grains de soja sont riches en protéines, lipides, glucides, vitamines A et B, Potassium, Calcium, Magnésium, Zinc et Fer, ils contiennent aussi des acides gras polyinsaturés donc ils possèdent des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

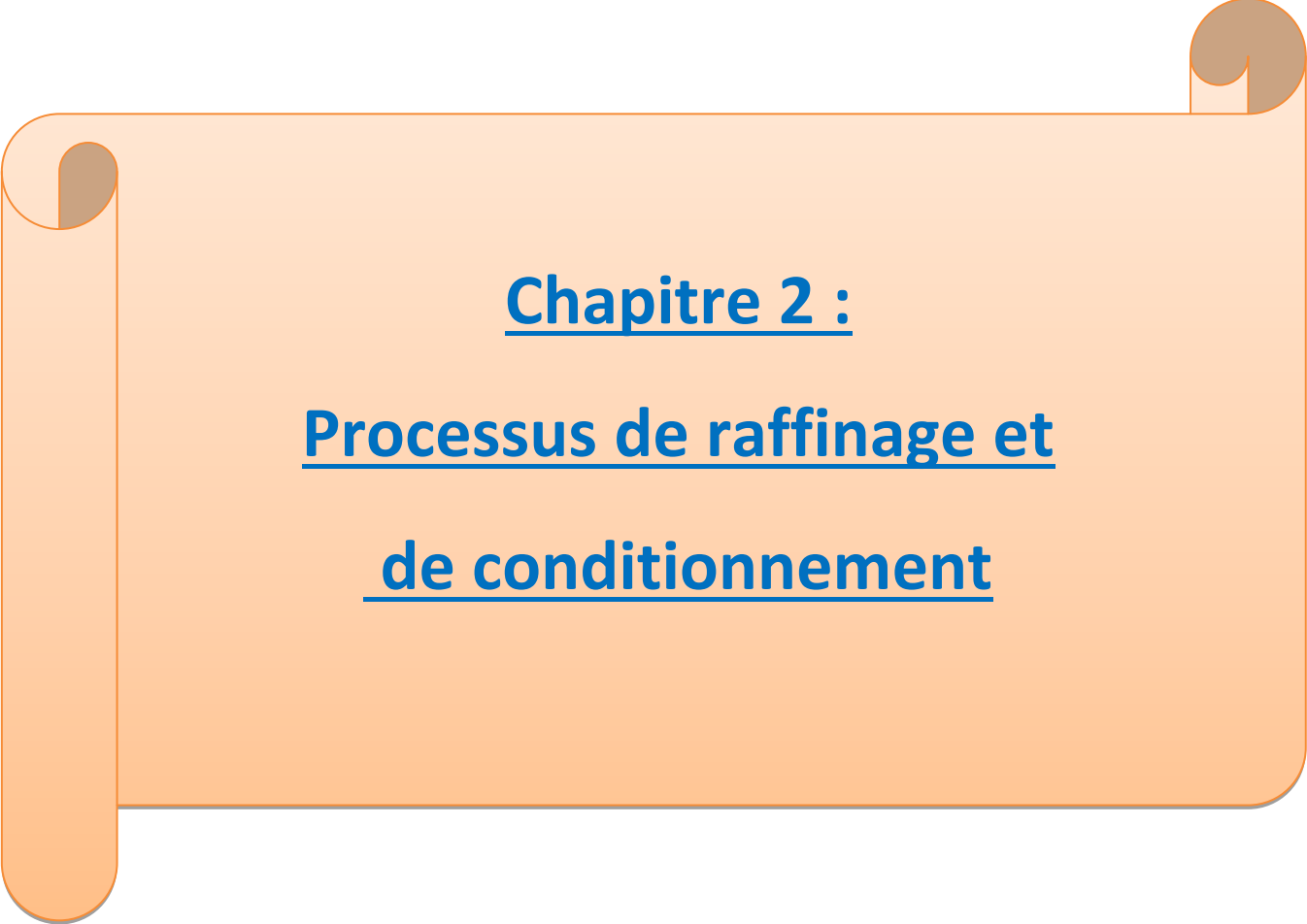
L'huile de soja ou les huiles de table est une huile végétale qui est extraite de ces grains par broyage ou par extraction chimique.

Composition :

- 14.4% d'acides gras saturés.
 - Acide arachidique (C20 : 0)
 - Acide palmitique (C16 : 0)
 - Acide stéarique (C18 : 0)
- 23% d'acides gras mono-insaturés
 - (Acide oléique (C18 : 1, cis))
- 57.9% d'acides gras polyinsaturés :
 - Oméga-3 ou Acide linoléique (C18 : 3)
 - Oméga-6 ou Acide linoléique (C18 : 2)

4. L'huile de grignon :

- **grignons** sont les résidus d'olives qui restaient une fois l'huile d'olive vierge extraite. Il renferme la plus grande partie de la matière sèche d'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. Il passe par l'étape de séchage, broyage et traitement par un solvant pour obtenir une huile de grignon.
- La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en 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

An orange scroll graphic with a vertical strip on the left side and a tab on the right side. The text is centered on the scroll.

Chapitre 2 :
Processus de raffinage et
de conditionnement

I. Principe

Le raffinage est l'ensemble des étapes continue qui servent à transformer l'huile brute qui contient un certain nombre d'impuretés indésirable, responsables du goût et d'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation (pigments ; acides gras libre ; gomme ; phospholipides ; agents odorants.....) en un produit raffiné et consommable. Autrement dit le raffinage consiste à éliminer les composés nuisibles afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes.

Il existe deux types de raffinage :

- Le raffinage chimique
- Le raffinage physique.

II. Les différentes étapes de processus industriel de raffinage

- Au niveau d'usine Le processus de raffinage chimique d'huile se fait selon des opérations suivant

1-Démucilagination

But

Démucilagination est la première opération de raffinage consiste à éliminer de l'huile brute des substances dites mucilages qui sont généralement des phospholipides. Lorsqu'elles sont chauffées à des températures de 85 à 90 °C en présence d'eau (50%) et d'acide phosphorique dilué H_3PO_4 ces substances hydratent, passent dans la phase aqueuse et peuvent alors être séparées par centrifugation.

Cette opération est importante pour éviter les inconvénients de ces substances lors du raffinage:

- Ils réduisent le rendement lors de l'opération de filtration (colmatage des filtres)
- ils réduisent l'activité des terres de colorant
- formation de mousse lors de l'opération de désodorisation ils affectent sur la qualité et la conservation de l'huile raffinée

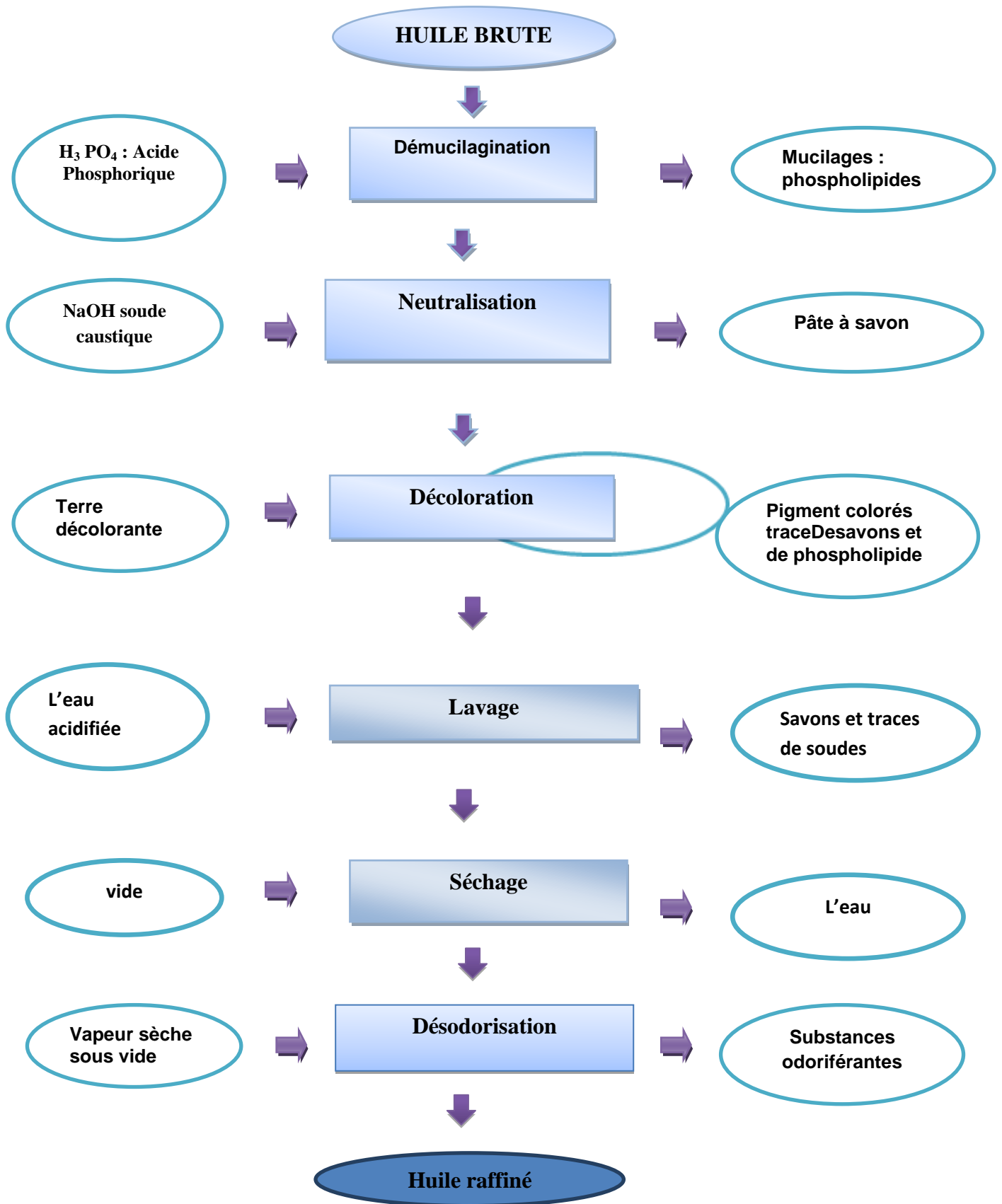


Figure 5 : les étapes de processus de raffinage

Procédé

- L'huile brute passe par un échangeur à plaques à contre-courant, elle est préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée (chaude), avant de la refouler à la cuve de lancement.
- L'huile brute est lancée à la cuve de lancement filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les grossières substances
- L'huile filtrée est ensuite chauffée à 85 -90°C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur d'eau venant de la chaudière
- injection d'acide phosphorique selon la teneur des huiles par les phospholipides par une pompe doseuse
- l'huile et l'acide passent dans un mélangeur rapide (6000tr/min) pour avoir un mélange intime, avant de le refouler vers le bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 15 à 20 minutes pour permettre l'hydratation des phospholipides, et le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation.

Le mélange est ensuite envoyé vers l'étape de neutralisation.

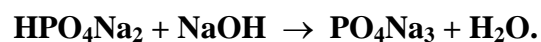
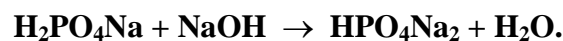
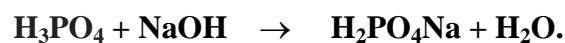
2-Neutralisation

But

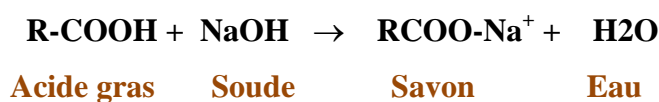
Neutralisation c'est une étape nécessaire dans le raffinage se fait par la soude caustique **NaOH** qui vise essentiellement à éliminer les acides gras qui sont indésirable sous forme des savons appelées «pâtes de neutralisation »

Réactions qui ont lieu lors de neutralisation :

- La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique ajouté pour dégommer les huiles.



- La neutralisation des acides gras libres forment les savons sodiques selon la réaction de saponification suivante :



- Puisque ils sont des acides faibles, ils ont besoin d'un surplus de soude pour s'assurer que la réaction est déplacée dans le sens de la formation de savon et que l'acidité restante de l'huile est faible. Ce surplus se situe habituellement entre 1 et 5 % pour les huiles de soja.
- Un mauvais dosage de la soude produit une saponification partielle des triglycérides pour engendrer du glycérol et des savons sodiques, cette réaction appelée saponification parasite

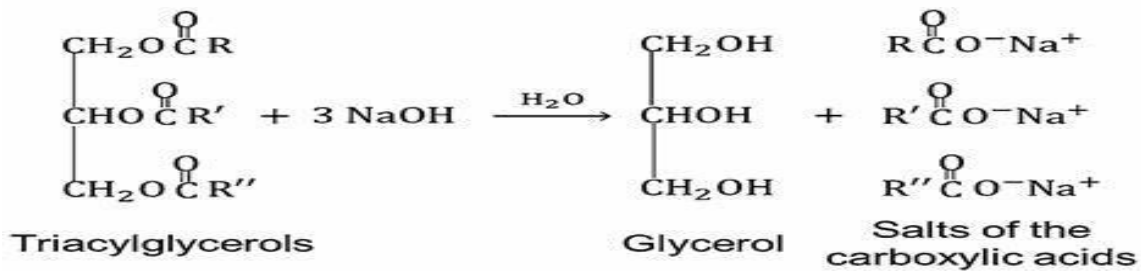


Figure 6 : saponification parasite

Procédé

- Injection de la soude dans l'huile dégommée aux concentrations souhaitées à l'aide d'une pompe doseuse
- le mélange d'huile et de la soude passent dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers un premier séparateur à Bol auto débourbeur (RSA150) Qui vise à la Séparation de l'huile neutralisée (phase légère) et du savon ou de la pâte neutralisée (phase lourde)

3-Lavage

But

C'est une étape qui consiste à l'élimination des substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile neutralisée ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

Le lavage s'effectue par l'eau chaude (90°C) et l'acide citrique.

Procédé

L'huile neutralisée du soja reçoit de l'eau chaude à 90°C, acidifiée par l'acide citrique dilué le mélange passe dans un troisième mixeur pour subir une centrifugation qui nous permet de distinguer entre la Phase légère (l'huile + humidité) et la Phase lourde (eaux savonneuses).

- ✓ utilisation d'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

4-Séchage

But

Visé à éliminer l'humidité présente dans les huiles lavées avant le passage à l'étape de décoloration parce que l'humidité diminue l'activité de la terre décolorante ainsi peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savon.

Procédé

L'huile est lavée à une température de 90°C pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide à une pression inférieure à 76 mmHg (sécheur)

5-Décoloration :

But

La décoloration est une opération qui se fait dans le but d'éliminer les pigments de l'huile (carotène et chlorophylle) et les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute et qui sont nuisibles à sa couleur et à sa conservation et que la neutralisation n'est que partiellement détruits. Cette étape fait intervenir un phénomène physique qui est adsorption sur des terres décolorantes activées

Procédé

Après séchage l'huile est séparée en deux conduits

- 90% de l'huile sèche passe directement vers un échangeur à spirale où l'huile sera préchauffée par la vapeur pour atteindre une température de 100°C-110°C puis vers le décolorateur.
- 10 % restants vers un mélangeur qui est présenté par une petite cuve munie d'un agitateur. où l'huile sera mélangée par la terre puis le mélange rejoint les 90% de l'huile dans le décolorateur.

6-Filtration

But

Après décoloration on doit réaliser la filtration pour enlever totalement la terre usée de l'huile Cette opération s'effectue par des filtrantes qui favorisent le passage de l'huile seule

Procédé

- A la sortie de la décoloration, le mélange huile-terre est filtré dans un filtre à plaque puis dans deux autres filtres à poche ou de polissage (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matière en suspension

7-La désodorisation

But

La désodorisation est la dernière phase du raffinage. Elle se fait dans le but d'éliminer les substances odoriférantes qui sont les aldéhydes et les cétones qui donnent à l'huile un goût de rance ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation

Procédé

- L'huile décolorée est stockée dans un bac, ensuite elle est pompée vers le 1er échangeur à Plaques ou elle sera préchauffée par l'huile déjà désodorisée jusqu'à une température de 140°C.
- L'huile chauffée est envoyée par la suite vers le dégazeur sous vide qui permet le séchage et la désaération par le système du vide
- l'huile sèche passe par un deuxième échangeur à plaque où elle sera chauffée par l'huile désodorisée,
- un dernier chauffage s'effectue avec un échangeur tubulaire dont l'huile sera préchauffée par la vapeur d'eau déminéralisée jusqu'à 190°C
- l'huile s'écoule dans un réchauffeur qui permet son chauffage vers une température de 210-220°C par un échange de chaleur avec un fluide thermique provenant de la chaudière
- l'huile réchauffée est envoyé vers le désodoriseur qui est de forme cylindrique verticale pour éliminer les composés odoriférants volatils ce dernier comporte 5 étages chacun d'eux a sa propre injection de la vapeur sèche sauf le 5ème car il est considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile
- l'huile s'écoule par débordement du premier compartiment au deuxième et de la même manière jusqu'au 5ème compartiment ou l'huile va être récupérée à une température de 210°C.

- L'huile désodorisée coule continuellement du dernier compartiment du désodoriseur vers un premier échangeur à plaque puis le deuxième échangeur pour diminuer de la température
- elle se refroidit encore par son passage dans un troisième échangeur à plaque avec l'huile brute à 25°C. Enfin elle passe par un dernier échangeur spiral où le refroidissement est assuré par les eaux des tours, pour atteindre une température inférieure à 50°C.
- finalement on effectue l'opération de polissage c.-à-d. l'huile se dirige vers les filtres de sécurité qui permettent d'éliminer les dernières traces de terre usée ayant échappées aux filtres pour produire une huile fine et brillante.

8-Fortification :

C'est une étape qui se fait dans le but d'élever la teneur nutritive de l'huile est cela s'effectue par l'ajout d'une quantité bien définie des deux vitamines **A** (3000 UI/100g d'huile) et **D₃** (300 UI/100gd'huile)

III. Analyses effectuées au laboratoire :

1) Dosage de savon :

Principe

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles raffinées exprimée en d'oléate de sodium

Mode opératoire

- Dans un ballon on met 30 ml de l'acétone à 3%.
- On ajoute 10 g d'huile puis 7 gouttes de bleu de bromophénol
- 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 vers vert-bleu on titre avec **HCl** (0,01 N) jusqu'à obtention d'une coloration jaune.

Avant titrage



Après titrage



Figure 7 : les résultats d'analyse dosage de savon

Expression de résultats :

- * Masse molaire d'oléate de sodium $C_{18}H_{33}NaO_2$ égale 304 (g/mol).
- * V : Volume de HCl versé(L).
- * N : Normalité de HCl
- * PE : Prise d'essai (g).

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

2) l'acidité de l'huile:

Principe

L'acidité libre définie comme la teneur en acides gras libres exprimés en pourcentage d'acide oléique

Mode opératoire :

- On met dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 3 gouttes de phénophtaléine comme indicateur spécifique
- On neutralise l'alcool par KOH (coloration rose)
- On ajoute une quantité d'huile à analyser
- On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage



Figure 8 : Les résultats d'analyse de l'acidité de l'huile

Expression de résultats :

*%AC : Pourcentage d'acidité

*V : Volume de KOH versé en ml

*C : La concentration exacte de la solution titrée d'hydroxyde de potassium en mol/l (**0,1N**)

*M : Masse molaire d'acide oléique en g/mol (**282 g/mol**)

*PE : Prise d'essai d'huile en g

$$\%AC = (V * C * M) / 10 * PE$$

3) Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation :

Principe

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

Mode opératoire :

- On met une petite quantité de la pâte dans un bécher, on ajoute un peu de l'eau
- On chauffe le mélange, tout en ajoutant de l'acide sulfurique petite à petite jusqu'au virage de la coloration vers le marron. On laisse le mélange refroidit
- On verse le mélange avec le même poids dans 2 tubes gradués
- on les met dans la centrifugeuse où se séparent les deux phases : phase aqueuse et phase organique
- On prend juste la phase surnageante (la phase organique)
- On mesure son pourcentage d'acidité par la même façon que les autres échantillons des huiles



Figure 9 : résultats d'analyse de l'acidité de la pâte

4) Dosage du titre hydrométrique de l'eau :

Principe

La dureté totale d'une eau est la concentration en ions calcium (Ca^{2+}), magnésium (Mg^{2+}) et Bicarbonate (HCO_3^-) dans l'eau. Ces ions présents dans l'eau sont complexés par l'éthylène diamine tétra acétate disodique (EDTA).

Le noir d'ériochrome donne une couleur violette en présence de ces ions

Mode opératoire :

- On verse dans un bēcher 100 ml d'eau à analyser.
- On ajoute 5 ml de solution tampon. (Ph= 8)
- On ajoute quelques gouttes de l'indicateur coloré
- On titre avec la solution complexometrique (EDTA) jusqu'au virage en bleu.

Expression des résultats :

La dureté est donnée en degré français ($^{\circ}\text{F}$)

$$\text{TH} = V * 2 (^{\circ}\text{F})$$

5) La transmittance par spectrophotomètre

But

- La transmission est un paramètre indiquant l'efficacité de la terre utilisée lors de décoloration des huiles au niveau de Raffinage
- Mode opératoire
- La mise à zéro du spectrophotomètre par l'eau distillée
- On règle le dispositif de sélection des longueurs d'onde du spectrophotomètre à 420 nm
- On lave la cuve 2 fois par l'huile à analyser puis on la remplit par l'huile.
- On essuie bien la cuve et on la met dans le spectrophotomètre
- La lecture de la valeur de transmission

6) Dosage de phosphore :

But

Cette méthode permet la détermination de la quantité de phosphore dans les huiles qu'on rencontre souvent sous forme de phospholipides.

MODE OPERATOIRE :

- On prend 4 tubes, puis on met
 - Le 1er tube : le blanc (pas d'huile)
 - LE 2eme tube : 0, 2 g d'huile brute
 - Le 3eme tube : 0, 2 g d'huile séchée
 - Le 4eme tube : 0, 2 g d'huile de sortie de désodoriseur
- on ajoute une pincée d'oxyde de magnésium MgO dans les 4 tubes. Puis on met les tubes dans le four à mouler pendant 2h à 350 °C jusqu'à carbonisation de l'échantillon donnant une masse noire sèche
- Porter la température 550° cependant 2h jusqu'à obtention des cendres blanches
- Retirer les tubes à essais du four et les laisser refroidir
- Ajouter 2 ml de HCl (2mol / L) pour la dissociation en chauffant avec précaution jusqu'à ébullition du liquide
- Ensuite on ajoute 0,6 ml d'hydroxyde de sodium NaOH (5mol/l).
- On ajoute 5ml d'une solution réductrice et homogénéiser
- Ajouter 2,5 ml de nitro-vanado-molybdique qui joue le rôle de complexant de phosphore
- on laisse les tubes à l'abri de lumière pendant 20 min
- on complète jusqu'au trait de tube avec l'acétate de sodium
- on mesure son absorbance à une longueur d'onde de 720 nm

V. CONDITIONNEMENT

Il s'agit de la dernière étape de processus de production qui comprend la fabrication d'emballage et le remplissage de l'huile dans des bouteilles de plusieurs capacités allant de 1 L à 5 L

- L'unité de conditionnement de **Siof** constitue de deux lignes de conditionnement
 - La première produit des bouteilles de 1L
 - La deuxième des bidons de 2l et de 5L

les étapes du conditionnement

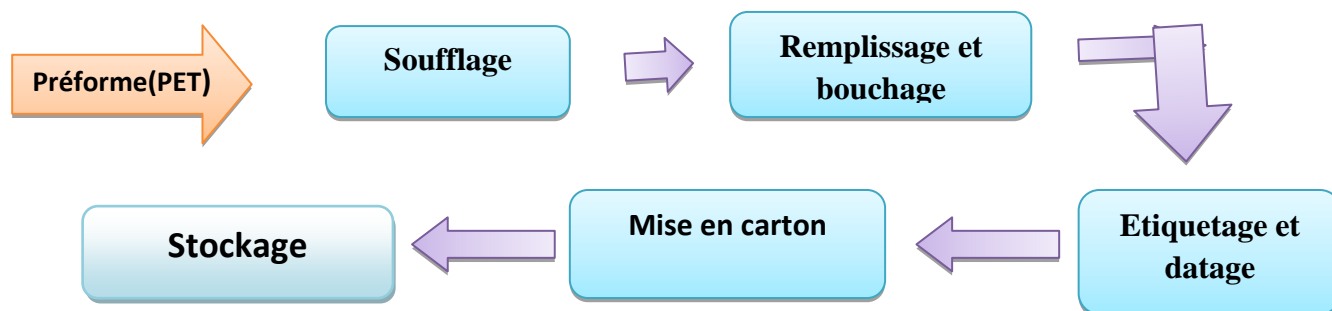


Figure 10 : les étapes de conditionnement

1-Soufflage :

La première étape qui contient plusieurs sous étapes :

- Les préformes PET (polyéthylène téréphtalique) sont chauffées dans un four équipé de lampes infrarouges pour transformer la matière en moule
- Etirage à la hauteur souhaitée en allongeant la tige
- A l'aide du pré soufflage avec une pression de 7 bars s'effectue pour préparer le matériau à résister à la pression élevée pendant le processus de soufflage
- Soufflage a une pression de 40 bars
- à l'aide du dégazage, le bidon sort du moule avec délibération de l'air pour donner au bidon sa forme définitive

2-Remplissage et bouchage :

Le remplissage se fait à l'aide d'une remplisseuse automatique qui consiste à remplir les bouteilles par l'huile qui seront par la suite fermées par la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport (le convoyeur).

3-L'étiquetage

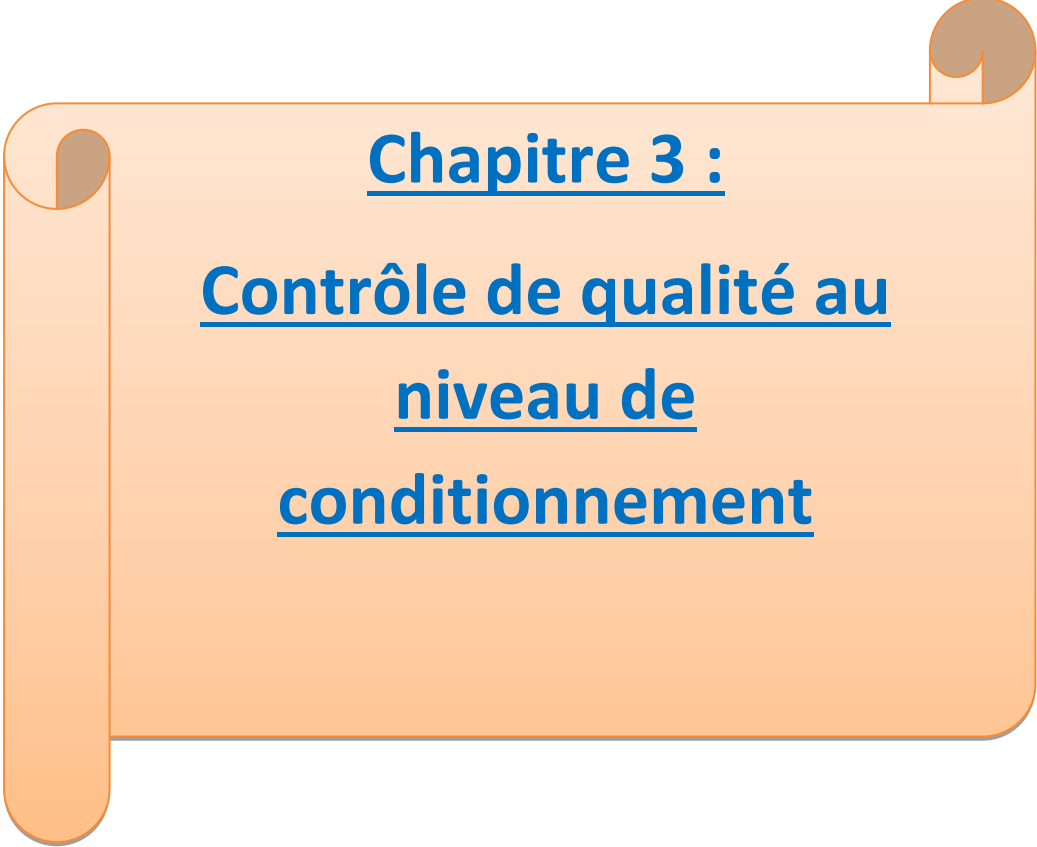
Il se fait par une étiqueteuse automatique qui permet d'étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à une température 150°C.

4-Le datage :

Se fait à l'aide d'un dateur électronique qui marque la date et l'heure de production et d'expiration de l'huile.

5- La mise en carton :

Les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où elles seront déposées dans des cartons qui sont remis par la Formeuse qui leur donne une forme parallélépipédique .Les cartons sont par la suite fermés et datés puis encaissés et enfin stockés.

An orange scroll graphic with a white background, featuring a vertical strip on the left side and a circular tab on the top right. The text is centered on the white background.

Chapitre 3 :
Contrôle de qualité au
niveau de
conditionnement

Le conditionnement est l'une des étapes les plus importantes dans la société (SIOF) il remplit plusieurs fonctions telles que la préservation et la qualité.

L'évaluation de la conformité à cette étape implique le processus utilisé pour prouver que le produit répond aux exigences de la norme y compris. Le principe forme d'évaluation de conformité sont les analyses et contrôle. Cette évaluation offre de nombreux avantages :

- **Pour les consommateurs** : l'accroître de la confiance
- **Pour la société** : Un avantage concurrentiel
- **Pour les régulateurs** : c'est un moyen de garantir le respect des réglementations en matière de sécurité –santé-environnement

1) Démarche de l'étude de projet

Afin de traiter clairement notre sujet nous avons traité quatre parties principales :

- ❖ La première représente les analyses physicochimiques de produits finis
- ❖ La deuxième partie consacrée pour le contrôle de conformité lors du conditionnement
- ❖ La troisième représente le contrôle du poids
- ❖ La dernière consacre pour les solutions qu'on peut utiliser pour diminuer les impacts de ces problèmes

2) Méthodes

Au cours de ce stage nous avons essayé d'effectuer un contrôle de qualité avant et pendant le processus d'emballage, ce qui a été fait en utilisant des analyses physicochimiques au niveau du laboratoire pour contrôler la qualité de produits finis, et au niveau d'atelier en utilisant une balance électronique pour contrôler le poids des bidons, aussi on a effectué des contrôles de non-conformité au stade d'étiquetage et de datage par une analyse visuelle.

L'outil de contrôle

L'outil de contrôle utilisé pour atteindre nos objectifs c'est la carte de contrôle, qui se présente sous forme graphique avec des points indiquant le suivi dans le temps de la caractéristique du processus. Cette carte comprend trois valeurs importantes

- **La valeur centrale**
- **La limite inférieure**
- **la limite supérieure**

Une valeur caractéristique contrôlée doit se situer entre les limites inférieure et supérieure sinon cette valeur est considérée hors de contrôle.

- ✎ pour notre projet on a utilisé deux types de carte contrôle
- Carte de variable qualitative notée CARTE P pour le contrôle de non-conformité.
- Carte de variable quantitative pour contrôle de poids.

3) Contrôle du produit fini

Avant le conditionnement on procède à trois types d'analyse du produit fini :

- Physico-chimique
- Organoleptique
- Friture

3-1-Analyse physicochimique

- Les huiles de bonne qualité doivent suivre les normes suivant :

<u>Analyse effectuée</u>	<u>Norme</u>
Acidité	$\leq 0,3\%$
Indice de peroxyde	$\leq 10 \text{ meq O}_2/\text{Kg}$
Transmittance	$50\% \leq T \leq 70\%$
Taux de savons	0 ppm

Tableau 1 : normes des résultats des analyses

3- 2- Analyses organoleptiques :

Ce sont des analyses non instrumentales .Ils s'effectuent par une personne bien déterminé (chef de laboratoire) dans le but de contrôler les différents caractéristiques de goût et d'odeur.

3-3-Teste friture

Se fait par chauffage d'huile à une température de 180 °C pour assurer qu'il n'y a pas un dégagement d'odeur à cette température.

4) Contrôle qualitative

C'est le contrôle des bidons lors de l'étape de conditionnement. Il se fait par élimination (voir correction) des bidons qui représente l'une des non-conformités suivantes :

- Absence d'étiquetage
- Mauvaise étiquetage
- Passage de deux étiquettes
- Déchirement d'étiquette
- Manque de la date de production et d'expiration
- Ecoulement de l'huile sur les parois externes des bidons

4-1-Résultats :

Les résultats de contrôle de qualité sont obtenus pour les bidons de 2L sont rassemblés dans le tableau suivant :

Essai	Contrôle	Non-conformité	Total de non-conformités	Quantité total	Proportion (p) de non-conformité
1	Etiquetage	5	12	510	2,4
	Ecoulement	1			
	la date	7			
2	étiquetage	6	14	186	7,5
	Ecoulement	0			
	La date	8			
3	étiquetage	32	46	430	0 10,6
	Ecoulement	0			
	Manque de date	14			
4	étiquetage	2	9	215	4,1
	Ecoulement	0			
	Manque de date	7			

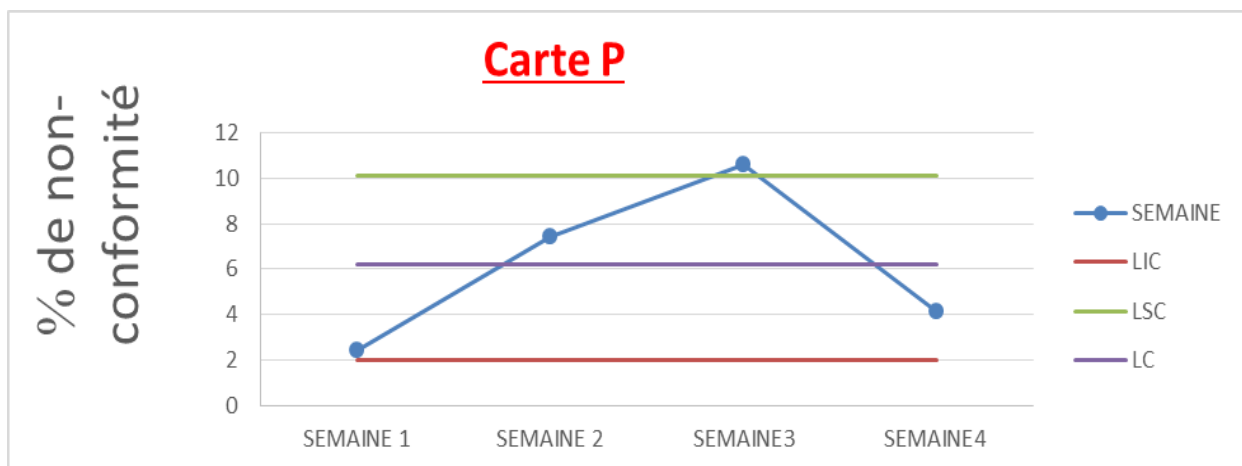
Tableau 2 : résultats de contrôle des conformités

4-2-Interprétation des résultats :

Au niveau de conditionnement la plus part des problèmes de conformités apparaissent au stade d'étiquetage et de datation. Cette dernière est principalement due au flux d'huiles sur la surface extérieure des bidons, cela entrainera un mauvais contact entre la colle et les bidons ou entre l'encre et les bidons.

4-3-Présentation des résultats par une carte P

On utilise cette carte pour suivre la proportion p de défectueux contenus dans un échantillon en provenance d'un lot ou d'une machine.



Graphe 1 : carte de contrôle P

D'après le graphe 1 on peut déterminer les valeurs suivant :

- **Limite centrale** : $p=6,2$
- **Limite inférieure** : LIC 2,2
- **Limite supérieure** : LSC= 10,1

4-4-Interprétation

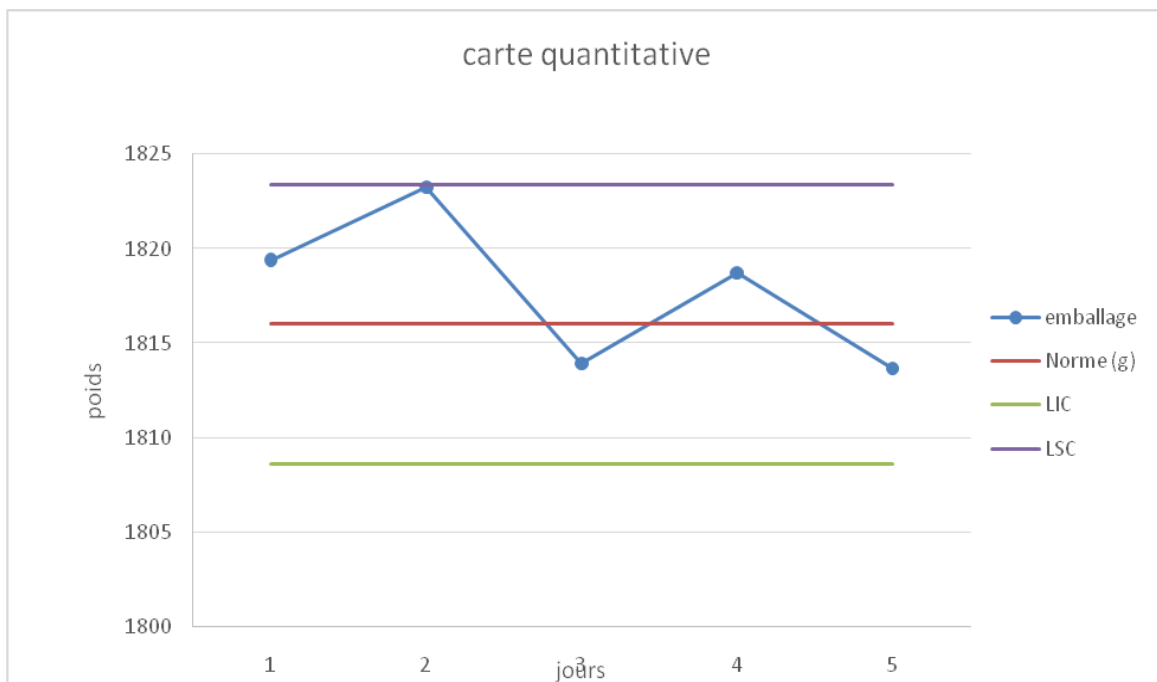
Le dépassement de la limite de contrôle au niveau de la troisième semaine est une preuve évidente de l'absence de contrôle, d'autre part l'existence de ce point est due à des raisons spécifiques et précises qui conduisent à la valeur maximale observée. Cela oblige à signaler immédiatement la cause pour prendre les mesures nécessaires pour la corriger.

5) Contrôle de poids

Le contrôle du poids de la ligne 2l/5l est très pointu, car le remplissage est basé sur le volume à l'aide d'une remplisseuse de 20 pistons, par contre le remplissage dans la ligne ½ L / 1 L est basé sur le poids.

Les bouteilles sont pesées avant et après remplissage à l'aide d'une balance

5-1-Carte a variable quantitative



Graph 2 : carte quantitative

D'après le graphe on peut déterminer les valeurs suivant

Limite centrale : LC=1816

Limite inférieure : LIC=1808.63

Limite supérieure : LSC=1823 ,3

5-2-Interprétation

D'après le graphe 2 ci-dessus, nous avons tous les points positionnés entre les deux limites, donc le processus est sous contrôle, mais la valeur de deuxième jour est très proche de la limite supérieure. Cette dernière peut alors conduire à une perte de contrôle. C'est pour cela le technicien doit être informé pour diminuer le débit de remplissage des bidons en ajustant manuellement la hauteur des pistons avec un tourneur fixé sur une règle graduée.

6) Les actions correctives pour les non conformités trouvées

6-1-Au niveau de remplisseuse :

Le problème de perte des huiles avec des grandes quantités est principalement dû à des problèmes de nature technique au niveau de la machine qu'on peut éviter par réalisation des actions suivantes :

- Nettoyage temporaire au début et à la fin de la ligne de chaque remplissage.
- Réglage précis de la hauteur des pistons dans la remplisseuse qui permet d'atteindre la quantité ciblée au début de chaque remplissage.

6-2- au niveau d'étiquetage :

Certaines corrections au niveau de l'étiquetage sont utilisées sur place, pour les absences des étiquettes ou présence de mouillage au niveau d'étiquettes on peut essayer simplement l'huile sur la surface extérieure du bidon et le retourner par la suite au convoyeur pour passer de nouveau par machine, ainsi que le passage de deux étiquettes est corrigée manuellement en éliminant une étiquette.

Conclusion générale

Lors de ce stage à la société Soif et au service du conditionnement, on a effectué trois types de contrôle :

- un contrôle qualitatif réalisé par certain nombre d'analyses pour s'assurer que le produit fini est d'une qualité sensorielle et chimique satisfaisante.
- un contrôle de poids qui nous permet de suivre les pertes des huiles au niveau du remplissage.
- Un contrôler les conformités des bidons par une inspection visuelle.