



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

Le raffinage discontinu de l'huile de grignon

Présenté par :

◆ **Jihane BABAYA**

Encadré par :

- ◆ **Pr. Amal HAOUDI (FST)**
- ◆ **Mme. Fatiha BOUSSELLAMI (SIOF)**

Soutenu Le 15 Juin 2012 devant le jury composé de:

- **Pr. Amal HAOUDI**
- **Pr. Youssef KANDRI RODI**
- **Pr. Mohamed Khalid SKALI**

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2011 / 2012

Sommaire

Introduction.....	1
Chapitre 1 :Présentation de la société	
I- Présentation de la société SIOF	2
1-Historique	2
2- Présentation	3
3- Organigramme de la SIOF	4
II-Présentation des huiles élaborées par la SIOF	4
1-Huile de soja	4
2. Huile de tournesol	5
3.Huile de grignon	6
4. Huile d'olive.....	6
Chapitre 2 :Raffinage et Conditionnement	
I-Raffinage	7
II. Description des différentes étapes du raffinage de l'huile de grignon.....	9
1-Démucilagination	9
2- Neutralisation	9
3-Lavage	11
4- Séchage	12
5- décoloration	12
6- Filtration	13
7-Désodorisation	14
8-Fortification	15
III. Emballage et Conditionnement	16
1-Emballage	16
2-Conditionnement	17

Chapitre 3 : Les différentes analyses effectuées au sein de laboratoire de SIOF

I-Introduction	18
1-Dosage de l'acidité de l'huile	18
2-Dosage de taux de savon	19
3-Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation	20
4-Dosage du phosphore	20
5-Dosage des impuretés	21

Chapitre 4 : Le raffinage discontinu de l'huile de grignon

<i>1-Le but du raffinage discontinu</i>	<i>23</i>
<i>2-Les calculs effectués</i>	<i>23</i>
3-Le mode opératoire utilisé dans la méthode de décantation:.....	25
4-Expression des résultats.....	27
Conclusion.....	31

INTRODUCTION

Introduction

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Cependant les industriels font preuve d'originalité en proposant des produits de plus en plus axés d'une part sur la praticité d'utilisation, et d'autre part, sur le côté naturel et authentique.

Parmi ces produits, l'huile de soja qui provient d'une huile brute et qui nécessite, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives. Il doit respecter au mieux un certain nombre de composés qu'il est souhaitable de conserver dans le produit final.

Le stage pratique a permis d'assister aux différentes étapes du procédé de raffinage, de suivre de près l'huile produite, en réalisant diverses analyses pour mieux contrôler La qualité.

Ce rapport contient deux volets :

- Dans le premier volet nous avons suivi le procédé du raffinage avec ces différentes étapes, ainsi que quelques notions sur les différentes analyses effectuées au sein du laboratoire.
- Le deuxième volet consiste à étudier le processus de raffinage discontinu de l'huile de grignon.

I- Présentation de la société 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, à 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.

2- Présentation

La *SIOF* « Société Industrielle Oléicole de Fès » est l'une des 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^{er} 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^{ème} situe à la zone industrielle de *Dokkarat*, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaire.
- ✓ Le 3^{ème} site est une ferme localisée dans les régions d`Ain Taoujdate dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

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 CRISTEL** «première sur les marchés des huileries au Maroc»

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

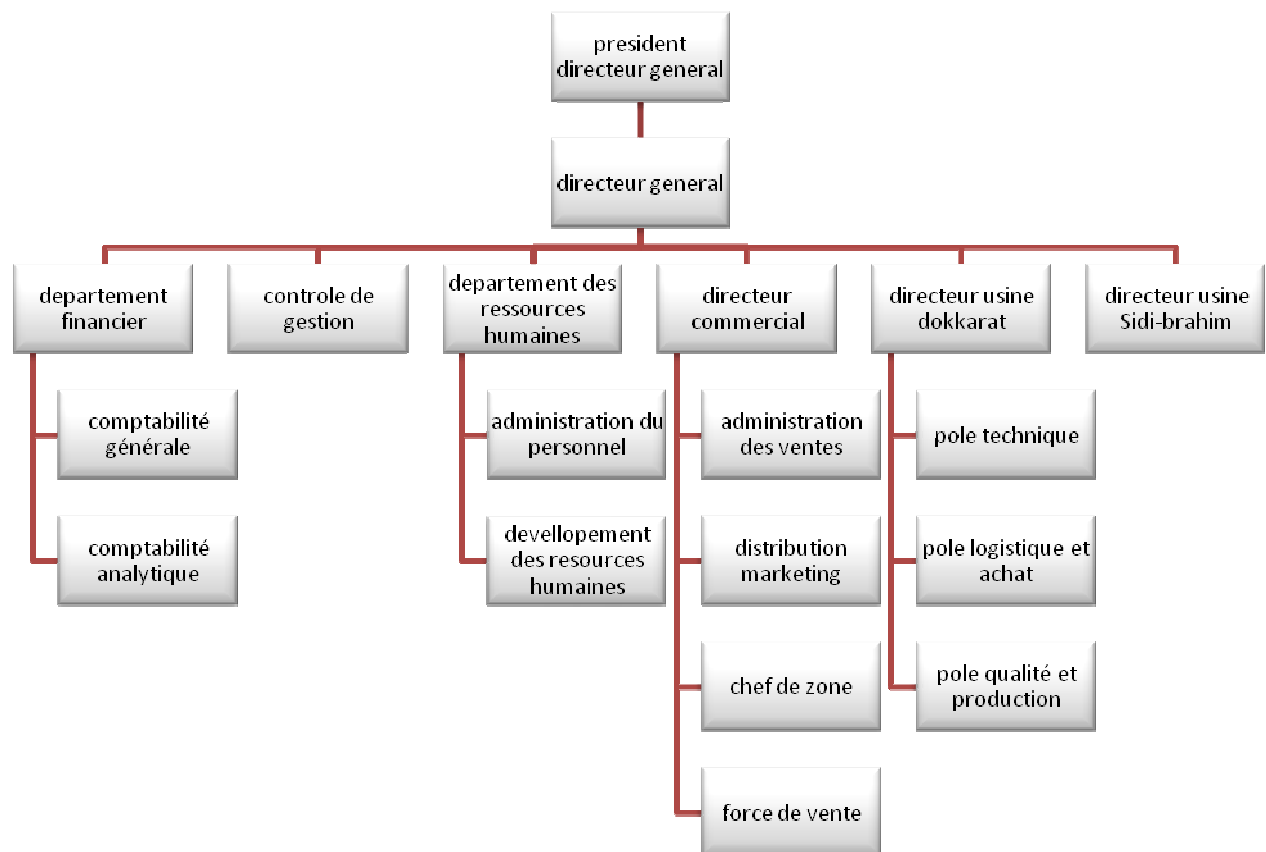
- «**SIOF**» huile de table raffinée à base de **soja**.
- «**Moulay Idriss** » huile d'**olive** vierge courante.
- «**Andaloussia**» huile de **grignons** raffinés.
- «**Frior**» huile de friture, 100 % **tournesol**.

Le groupement **SIOF** possède un complexe qui comprend :

- Un matériel d'extraction de l'huile de grignon.
- Un matériel de raffinage des huiles alimentaires.
- Une unité de fabrication d'emballage et conditionnement de produits.
- Un réseau de distribution.

3- Organigramme de la SIOF

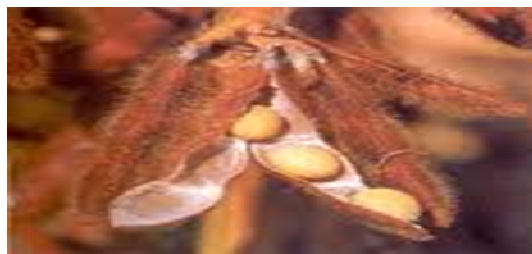
L'aspect organisationnel de la **SIOF** ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivante



II- Présentation des huiles élaborées par la SIOF :

1-Huile de soja

L'**huile de soja** est une huile végétale extraite de la fève de soja, utilisée dans l'alimentation. Elle contient de l'acide oléique (23 %), de l'acide linoléique (51 %), et de l'acide alpha-linolénique (7 %). C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3.



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

sont pratiquement absents ou en très faibles quantités. Elle diffère des autres huiles végétales par le niveau de la forme d'insaturation et la quantité appréciable d'acide linoléique (C18 :3), ce dernier est très sensible à l'oxydation donc vaut mieux éviter le contact de l'huile avec l'oxygène.

2. Huile de tournesol

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

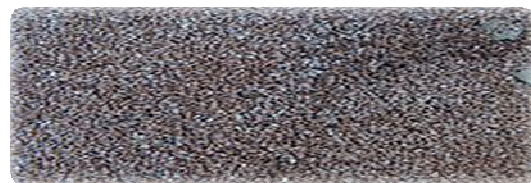
L'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides et de composés appelés composés mineurs. Elle est classée dans les huiles hautement poly-insaturées. Elle comprend :

- 12 % d'acides gras saturés.
- 21 % d'acides gras mono-insaturés, dont 19,7 % d'acide oléique.
- 67 % d'acides gras poly-insaturés comprenant essentiellement l'acide linoléique, précurseur de la famille de l'acide gras oméga 6.

Les composés mineurs de l'huile de tournesol, de natures très diverses, comprennent notamment de grandes quantités de tocophérols.



3. Huile de grignon



Les grignons sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés margines. Les grignons sont séchés, broyés et traités par des solvants.

La matière grasse des grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

4. 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.

L'huile d'olive rancit moins vite grâce à son indice d'iode peu élevé, elle se conserve mieux si elle est stockée au frais et protégée de la lumière.

Composition de l'huile d'olive :

- 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.

I-Raffinage

Les huiles de pression et les huiles d'extraction sont généralement mélangées et désignées sous le terme général << huile brute >>. La plupart des huiles brutes doivent être débarrassées des impuretés qu'elles renferment afin d'améliorer leur conservation, leur goût, leur aspect et leur digestibilité. Le but du raffinage est de préserver les substances nobles comme les antioxydants (par exemple les tocophérols) ou certaines propriétés techniques et d'éliminer les éléments mineurs indésirables qui peuvent être :

- des constituants mineurs de l'huile tels que les acides gras libres, les phospholipides, les cires, les pigments, les produits d'oxydations etc....
- des contaminants tels que des traces de métaux ou de solvants, des pesticides qui peuvent provenir des pratiques culturales ou de l'environnement.

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

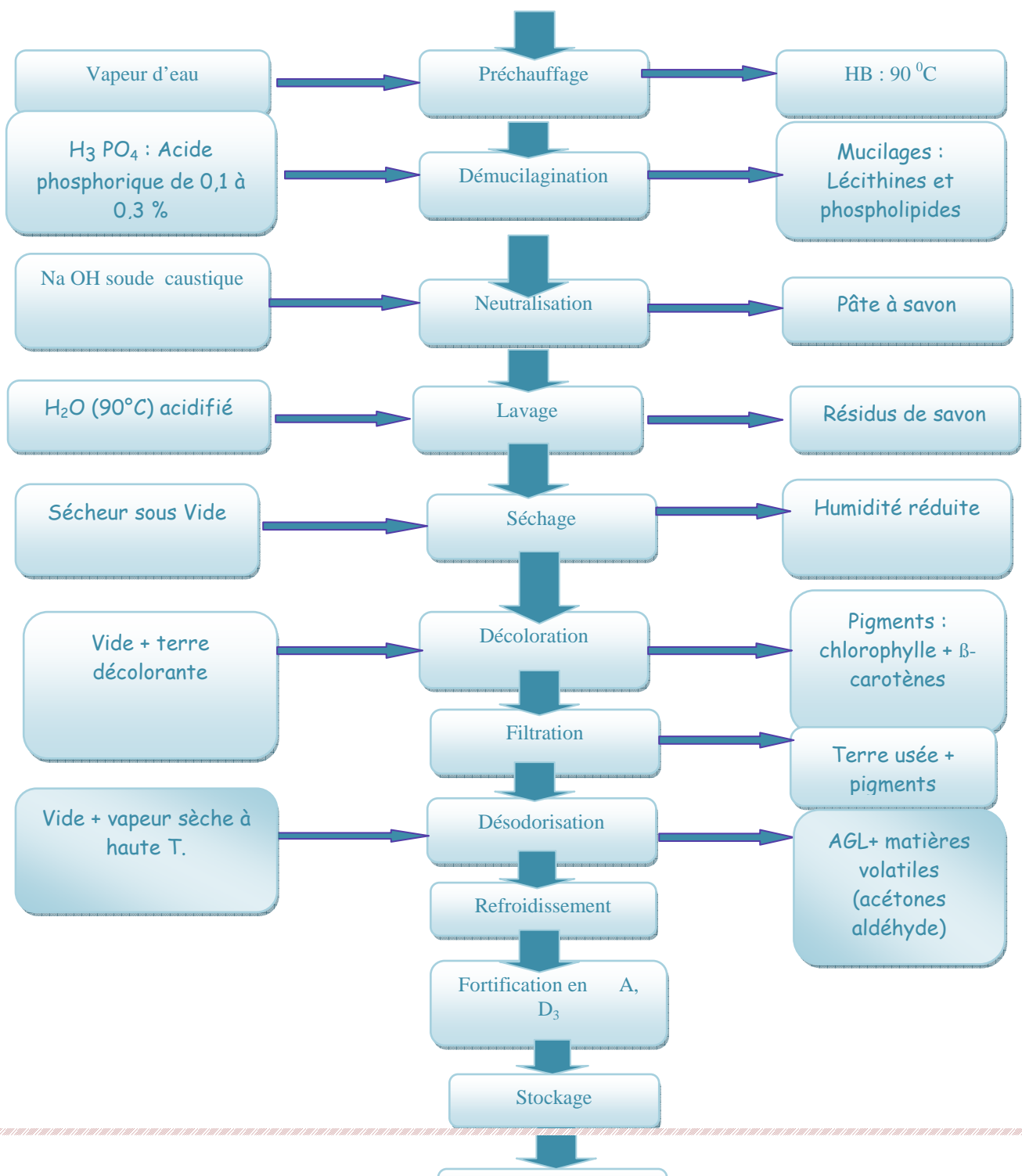
- ❖ **La Démucilagination :** c'est une opération qui consiste à éliminer les composés hydratés tels que les phospholipides.
- ❖ **La neutralisation :** les acides gras libres sont les impuretés les plus présentes dans les huiles à raffiner. L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. Elle se fait à l'aide de la soude caustique, suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.

- ❖ **La décoloration :** L'huile neutre est traitée par une terre absorbante pour éliminer les dernières traces des agents colorants : chlorophylle, caroténoïdes et les agents toxiques.
- ❖ **La désodorisation :** cette étape permet de débarrasser, l'huile de son odeur désagréable par distillation sous vide poussée à température élevée (180°C-200°C).

Au niveau de **SIOF** deux lignes de production séparées l'une de l'autre sont à distinguer :

- La 1^{ère} ligne est réservée au raffinage des huiles de *tournesol* et celle de *grignon*.
- La 2^{ème} ligne est réservée à l'huile brute de *soja*.

Les deux lignes suivent les mêmes étapes à l'exception de quelques différences, les opérations essentielles communes entre les deux procédés sont décrites ci-dessous :



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

1-Démucilagination

Principe

La Démucilagination (ou dégomme) est une opération qui consiste à éliminer de l'huile brute, les phospholipides, les lécithines, les pigments ... Elle se fait par action de l'acide phosphorique. L'élimination parfaite du phosphore est une opération très importante pour obtenir une bonne qualité de l'huile. Les principaux inconvénients des phospholipides sont présentés comme suit:

- Ils provoquent des émulsions.
- Ils réduisent le rendement lors de l'opération de filtration (colmatage des filtres. Ils réduisent l'activité des terres de blanchiment.
- Ce sont de puissants inhibiteurs des catalyseurs d'hydrogénation.
- Une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.

Procédé

Le procédé de la démucilagination de SIOF se fait comme suit :

L'huile venant du bac de lancement est filtrée dans un filtre à tamis puis chauffée à 92°C dans un échangeur à spirale. Ensuite, l'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique commercial par une pompe doseuse. L'huile et l'acide passent alors dans un premier mélangeur, puis dans un bac de contact où ils restent pendant 15 à 20 minutes. (Temps de séjours) pour la séparation des phospholipides non hydratables. Le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

2- Neutralisation

Principe

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

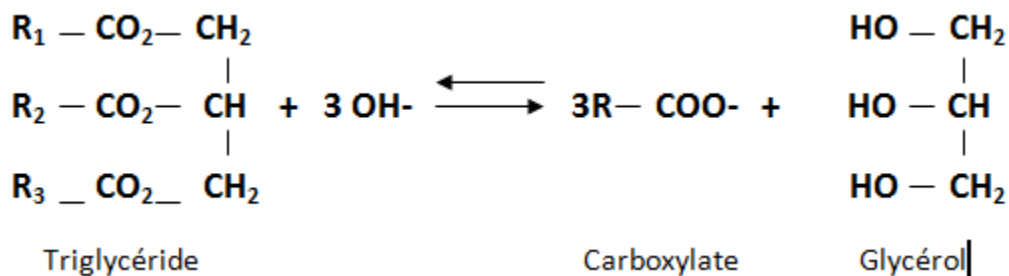
La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation.

La réaction de saponification est la suivante :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude de l'ordre de 5 à 10%. Cet excès doit être bien dosé afin d'éviter les pertes par saponification parasite des triglycérides.

La neutralisation élimine aussi les pigments colorés et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors du stockage.



Procédé

A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile provenant du bac de contact : **16 à 18 degré baumé** (débit = 80 L / h) pour l'huile de **soja** et **20 D° baumé** pour l'huile de **grignon** et de **tournesol**.

Le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débordeur (RSA 150) destiné à séparer les pâtes de neutralisation.

Le mélange est divisé en deux phases :

- Phase lourde : pâte de neutralisation.
- Phase légère : huile neutre.

3-Lavage

Principe

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. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne démulcination. Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de ne pas être éliminée.

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) puis dans un second échangeur huile - eau jusqu'à 11°C.

L'huile refroidit est injectée par NaOH (2ème soude) 15 à 16 degré 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 puis 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

C'est une étape qui consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée, avant l'opération de décoloration, car l'humidité peut provoquer un colmatage des filtres, surtout en présence de savon.

La technique de séchage est basée sur le phénomène de l'évaporation de l'eau à une température inférieure à sa température normale d'évaporation, en appliquant des pressions élevées.

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 :

- 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 inférieure à 50 ppm.
- Un pourcentage en mucilages ne dépassant pas 10 ppm.

5- décoloration

Principe

Après le séchage, l'huile passe à la décoloration qui vise à éliminer les peroxydes, les produits secondaires d'oxydation et essentiellement les pigments colorés (les chlorophylles et les carotènes). Elle fait intervenir le phénomène d'**adsorption** sur la terre décolorante et le charbon actif.

Pour l'huile de grignon, la décoloration se fait sur le charbon actif au lieu de la terre. Ceci permet aussi d'éliminer les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) qui peuvent être présents en quantités non négligeables dans certaines huiles végétales.

Procédé

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

- Une première conduisant 90% de l'huile directement vers un échangeur thermique à spirale (où elle sera chauffée à 100°C) puis vers le décolorateur.
- Une 2^{ème} conduisant 10% vers un mélangeur de la terre (10% de charbon actif + 0,08% de terre). Après un temps de contact de 20 min (suffisant pour avoir un bon mélange), le mélange rejoint les 90% d'huile dans le décolorateur.

L'opération se fait à une T = 110°C et un vide de 60 mm Hg dans un décolorateur muni d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre, empêche les dépôts au fond du décolorateur et permet de limiter le temps de réaction à 20 minutes.

6- Filtration

Principe

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration 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 sortante de la décoloration doit être débarrassée de la terre usée qu'elle contient en suspension. Pour cela, on utilise un filtre à plaque, l'huile passe dans le filtre à une pression de 0 à 3 bar.

Quand le filtre est chargé en terre décolorante, il doit être débarrassé de son gâteau. On envoie de la vapeur chaude pour le sécher, après on envoie de l'air comprimé pour réaliser une vibration des plaques qui vont faire tomber le gâteau qui sera envoyé dans un bassin puis vers les déchets.

Après filtration sur plaques, et pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou des matières en suspension, on la passe dans l'un des deux filtres à poches <<filtration de sécurité>>, fonctionnant alternativement.

L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

7-Désodorisation

Principe

La désodorisation est la dernière phase du raffinage des huiles. Elle a pour but :

- D'éliminer les impuretés qui ont pu échappées aux traitements précédents.
- De détruire une partie des pigments carotènes.
- De réduire l'acidité par entrainement des acides gras.
- D'éliminer d'autres produits (stérols, tocophérols, hydrocarbures...)
- Mais surtout d'éliminer les substances odoriférantes. Ces substances sont des aldéhydes et des cétones dont l'évaporation et l'entrainement par la vapeur sèche d'injection se réalisent en même temps que l'évaporation des acides gras sous l'effet du vide et de la haute température.

Procédé

L'huile décolorée est stockée dans un bac, ensuite elle est pompée vers le premier échangeur à plaques à contre courant ; elle y entre avec une température de 110°C et sort à 120°C, la quantité d'énergie qu'elle a reçue est fournie par l'huile désodorisée qui subit le refroidissement. L'huile chauffée est ensuite envoyée vers le dégazeur sous vide, celui-ci

permet le séchage et la désaération par le système du vide. L'huile séchée passe ensuite dans un deuxième échangeur de chaleur (toujours avec l'huile désodorisée), duquel elle sort à une température de 160°C, puis un dernier chauffage de l'huile avec un échangeur tubulaire augmente sa température jusqu'à 210°C par un échange de chaleur avec un fluide thermique : eau déminéralisée, provenant de la chaudière et circulant dans le serpent.

L'huile ainsi obtenue à 210°C, est envoyée vers un désodoriseur fonctionnant en système continue de 17 T, ce dernier est constitué de 4 compartiments, chacun d'eux a sa propre injection de vapeur sèche qui engendre le barbotage de l'huile et facilite l'entraînement des composés volatils vers la phase vapeur sous l'effet du vide. L'huile préchauffée entre par la partie supérieure du désodoriseur, ensuite l'huile s'écoule par débordement du premier compartiment au deuxième et de la même manière jusqu'au 5^{ème} compartiment où l'huile va être récupérée à une température de 210°C. Pour les acides gras issus de la désodorisation, ils sont aspirés dans un bac sous l'effet du vide, puis ils sont stockés dans des tanks de stockage des acides gras. L'huile désodorisée ainsi récupérée passe par les mêmes échangeurs à plaques qui ont assuré son préchauffage. Sa température baisse de 210°C à 160°C, de 160°C à 110°C et arrive jusqu'à 40°C.

A la fin l'huile finie passe dans des filtres en poches pour subir un polissage qui va éliminer toutes les impuretés qui ont persistées dans l'huile.

8-Fortification

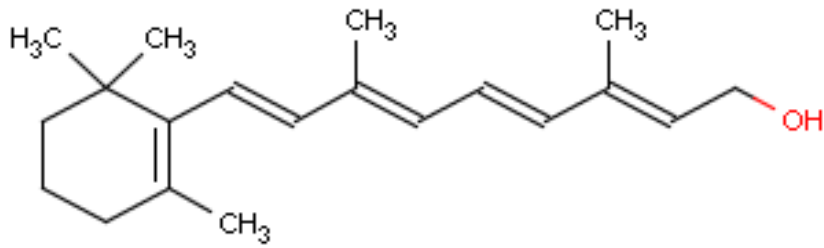
Principe

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

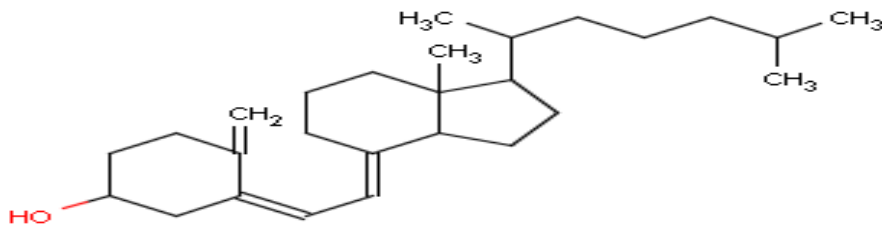
Procédé

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D₃. Ces vitamines (une quantité bien définie et précise par la réglementation) sont d'abord mélangées dans de petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées. A la fin l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

Vitamine A :



Vitamine D3 :



- Teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile
- Teneur en vitamine D₃=300UI/100gd'huile

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

III. Emballage et Conditionnement

1-Emballage

C'est la dernière étape de processus de production, il consiste à la fabrication de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffinée. Il est équipé de différentes machines conçues en France, en Allemagne et en Italie.

❖ Extrusion et soufflage des bidons

Les bidons en PEHD fabriqués à partir de plastique en granulés passent par les étapes suivantes :

Le plastique recyclé est mélangé avec la matière vierge et colorant à des proportions prédéterminées, le tout est envoyé dans une trémie via une filière entourée de résistances électriques pour faire fondre le plastique à une température de 207°C, la coulée est transportée avec une vis vers le moule portant l'empreint du bidon, la paraison y entre ; il y a soufflage de l'air à haute pression pour lui faire épouser la forme désirée, à la fin, il y a refroidissement et décarottage manuel des bidons pour éliminer les accessoires de coulée.

❖ Moulage des anses

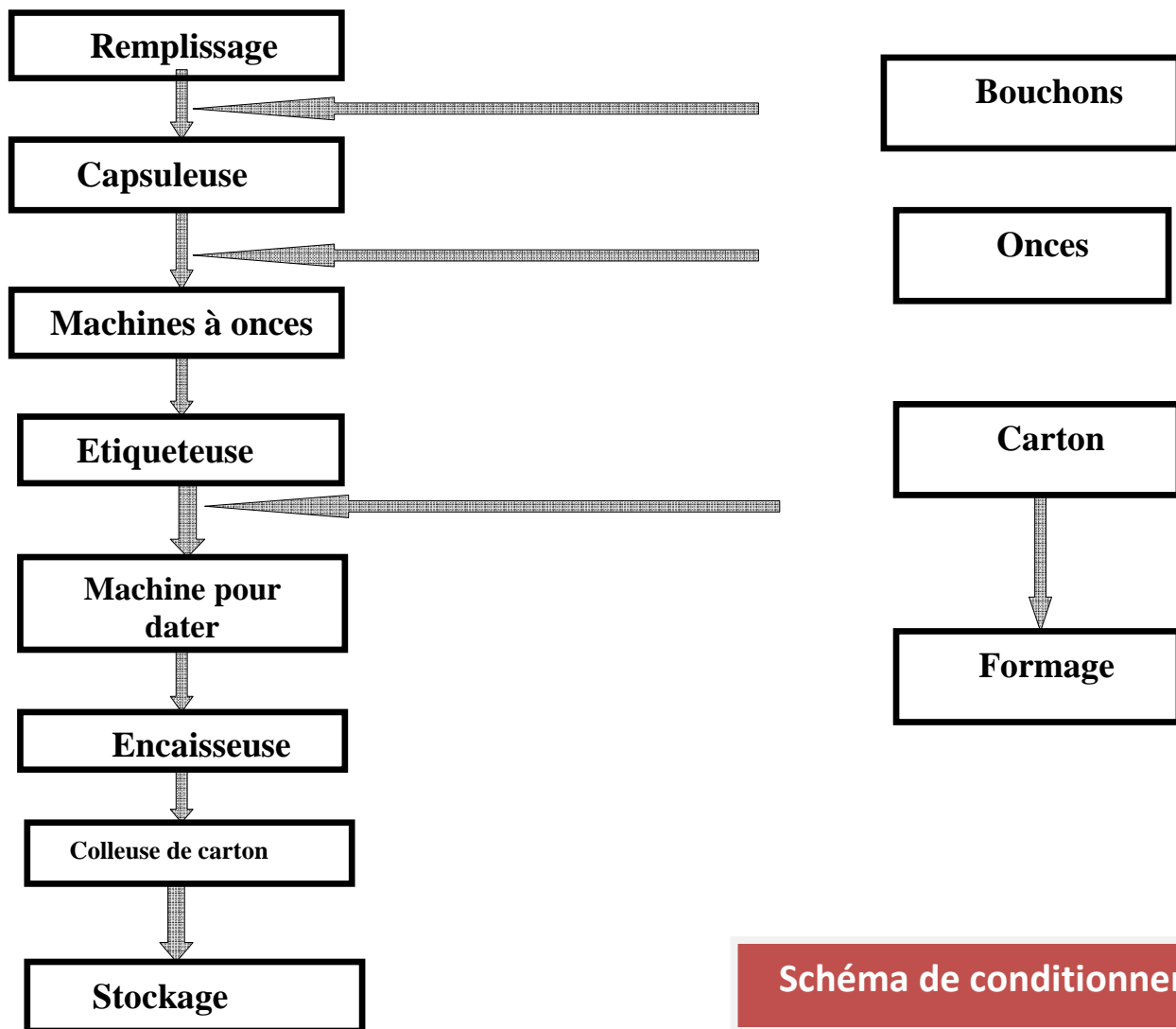
La fabrication des anses débute par un mélange des matières plastiques le PET (polyéthylène, colorant) à des proportions bien déterminées, à la sortie du mélangeur le tout est envoyé dans un four pour fondre le plastique à une température supérieur à 200°C.

Ensuite, la fonte est injectée avec un piston dans le moule et à la fin les anses seront démoulées par un système d'éjection.

2-Conditionnement

Définition

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.



I-Introduction

Le rôle de laboratoire dans l'usine, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée, par des analyses 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
- Analyse de la pate
- Dosage du phosphore
- Dosage des impuretés

1-Dosage de l'acidité de l'huile

L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique présent dans 100 g de matière grasse.

❖ Mode opératoire

- On met dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 3 gouttes de phénolphtaléine.
- 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 du résultat

$$\% \text{Acidité} = (N \times V \times 282 \times 100) / P_E \times 1000$$

- * V : Volume de KOH versé (ml)
- * N : Normalité de KOH (0.1 N)
- * 282 : Masse molaire d'acide oléique (g/mol)
- * P_E : Prise d'essai (g)

2-Dosage de 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 met dans un ballon 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 (on note 0 ppm).
- 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

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

- * V : Volume de HCL versé (ml)
- * N : Normalité de HCL (0.01 N)
- * P_E : Prise d'essai (g)
- * 304 : Masse molaire d'oléate de sodium (g/mol)

3-Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation

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 introduit environ 10 g de la pâte dans un ballon, on ajoute 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'acide sulfurique, 7 ml d'eau distillé et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.

On chauffe le mélange jusqu'au virage de coloration vers le marron. Après le mélange est versé dans une ampoule à décanter, on extrait 3 fois avec 25 ml d'hexane pur, puis on récupère les phases organiques qui seront lavées 2 fois avec de l'eau chaude, on filtre sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau dans un ballon taré, on ajoute à peu près 150 ml d'hexane et on met le ballon sous un soxlet et un réfrigérant pour récupérer les traces d'huile collant sur le papier filtre et éliminer l'hexane. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15 min puis refroidi dans le dessiccateur.

❖ **Expression des résultats**

$$\% \text{Acidité} = (N \times V \times 282 \times 100) / P_E \times 1000$$

4-Dosage du phosphore

Cette méthode permet la détermination de la quantité de phosphore dans les huiles qu'on rencontre souvent sous forme de phospholipides. La matière première est détruite par minéralisation en présence de l'oxyde de magnésium.

❖ **Mode opératoire**

On pèse 10 g d'huile raffinée (huile séchée et huile désodorisée) dans un creuset en silice, on ajoute une pincée d'oxyde de magnésium puis on minéralise sur une flamme jusqu'à calcination totale dans un four à moufle à 700°C pendant 1h45min, on obtient des cendres blanches).

Après avoir sorti le creuset du four, on laisse refroidir et on dissout dans 10 ml de l'acide nitrique à 10%, on chauffe pendant 5 min, on filtre le mélange et on le transvase dans une fiole de 100 ml et on complète avec l'eau distillée jusqu'à trait de jauge.

On prélève 10 ml du contenu dans la fiole, on lui ajoute 10 ml de la solution C (nitro-vanado-molybdique) qui joue le rôle de complexant de phosphore, puis on homogénéise

l'échantillon, et on introduit le blanc (10ml de l'eau distillée + 10ml de solution C) au premier dans le spectrophotomètre puis l'échantillon qui va nous donner automatiquement la teneur en phosphore à une longueur d'onde de 420 nm.

La teneur en phosphore est exprimée en ppm.

5-Dosage des impuretés

La teneur en matière insolubles : poussière et autres matières étrangères non solubles dans l'hexane dans des conditions spécifiées, est exprimée en pourcentage 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 va le conserver contre l'humidité avant de le tarer dans un cristallisoir.

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

$$\% \text{ d'impuretés} = (M - m_0) / P_E * 100$$

* M : Masse de papier filtre contenant les impuretés (g).

* m₀ : Masse de papier filtre (g).

* P_E : Prise d'essai (g).

1-Le but du raffinage discontinu

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

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

Acidité de la pâte de neutralisation élevée



Une faible perte d'huile



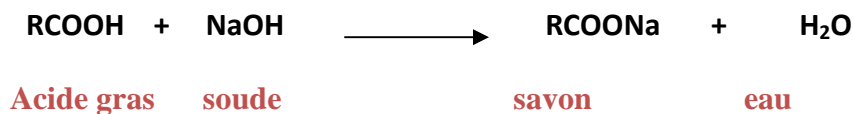
Meilleur rendement

2-Les calculs effectués

Les acides gras libres sont les impuretés les plus présentes 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 la soude caustique.

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

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



Exemple : Huile brute d'acidité 20%

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

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

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

On a : $20 - 2 = 18\%$

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_3PO_4 comme suit :



Ensuite:



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

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

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

$$\begin{aligned} \text{Donc : } m(\text{NaOH}) &= 40 * (156 / 196) \\ &= \mathbf{37.836g} \end{aligned}$$

- La masse de soude nécessaire est :

$$\begin{aligned} m(\text{NaOH}) &= 31.836\text{g} + 5.355\text{g} \\ &= \mathbf{37.171\text{ g}} \end{aligned}$$

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 :

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

$$\begin{aligned} V(\text{NaOH}) &= m(\text{NaOH}) / \rho_{(\text{NaOH})} \\ &= 37.171 / 361,7 \\ &= \mathbf{0.102\text{ L} = \underline{102\text{ ml}}} \end{aligned}$$

3-Le mode opératoire utilisé dans la méthode de décantation

a- Matériel

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

b- Réactifs

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

c- Mode opératoire

On introduit dans un bécher de 500 ml, 200g d'huile brute de grignon.

Puis on chauffe l'échantillon sur une plaque chauffante jusqu'au 90°C (la température est contrôlée à l'aide d'un thermomètre)

Remarque : Les savons formés par la neutralisation des acides gras libres de l'huile brute contiennent essentiellement 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 à 25 minutes. Ainsi il faut bien veiller à maintenir une température constante.

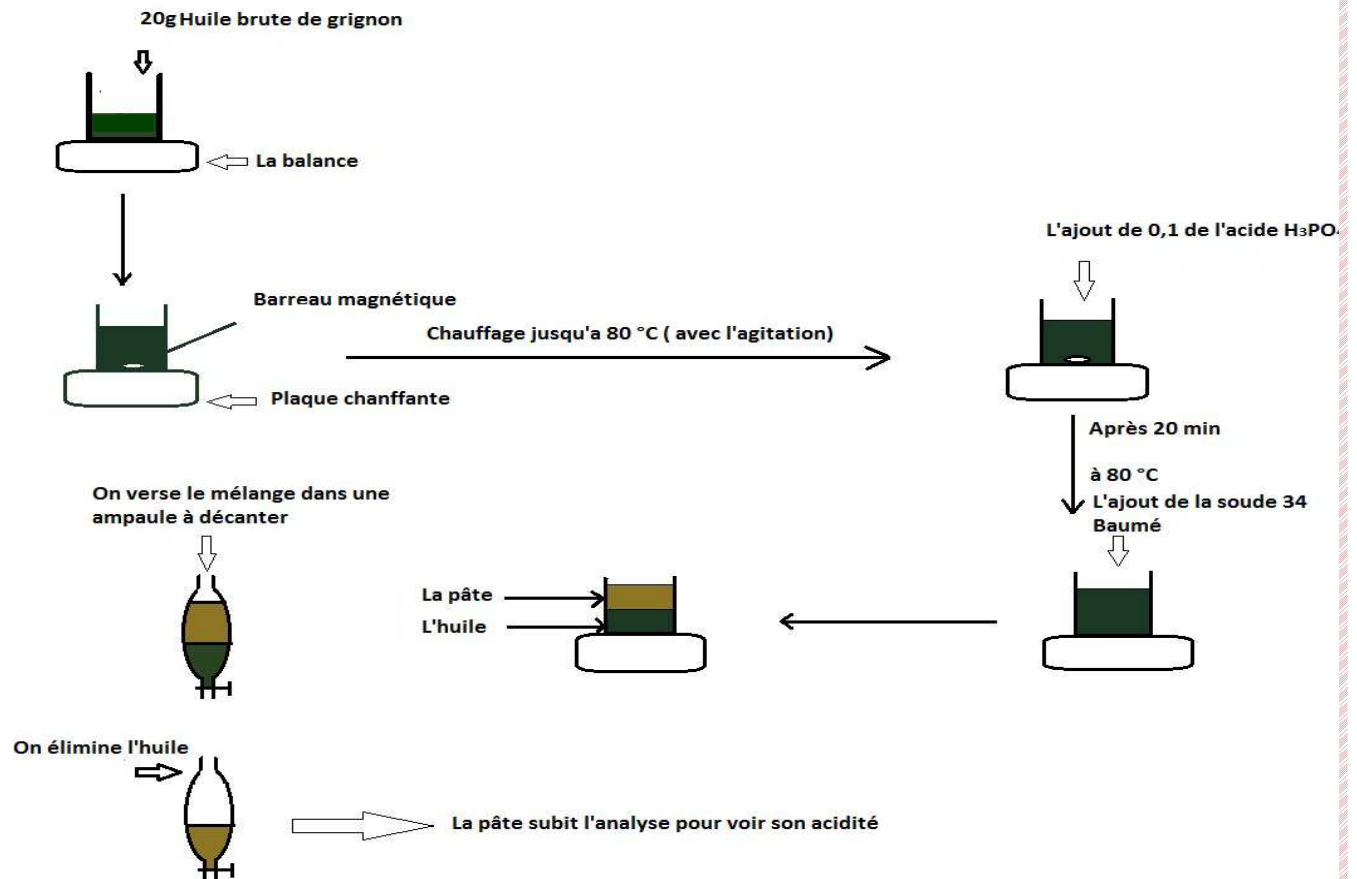
Ensuite, on verse à l'aide d'une pipette le volume de la soude (34 degré baumé) qu'on a déjà calculé par la méthode déjà expliqué tout en agitant à une température constante. La pâte de neutralisation se forme aussitôt et on observe la formation de deux phases séparées (l'huile et la pâte au-dessus).

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 pâte) 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 pâte de neutralisation par la méthode citée précédemment.

On refait la manipulation avec des divers échantillons et avec des températures différentes.



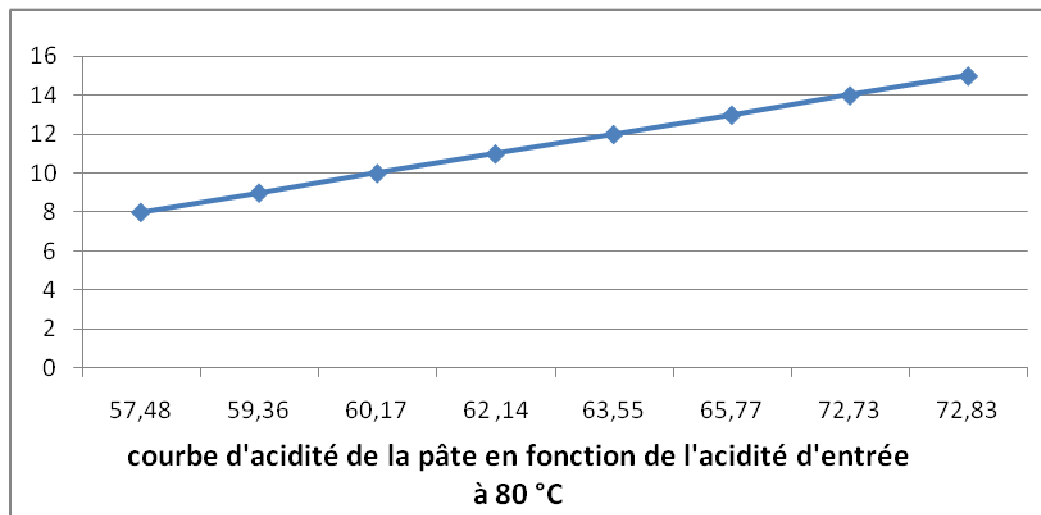
4- Expressions des résultats

On a subit de nombreux essaies sur plusieurs échantillons d'huile brute avec deux températures différentes (80°C et 90°C).

- *Le tableau représentant les résultats du raffinage discontinu :*

T = 80 °C

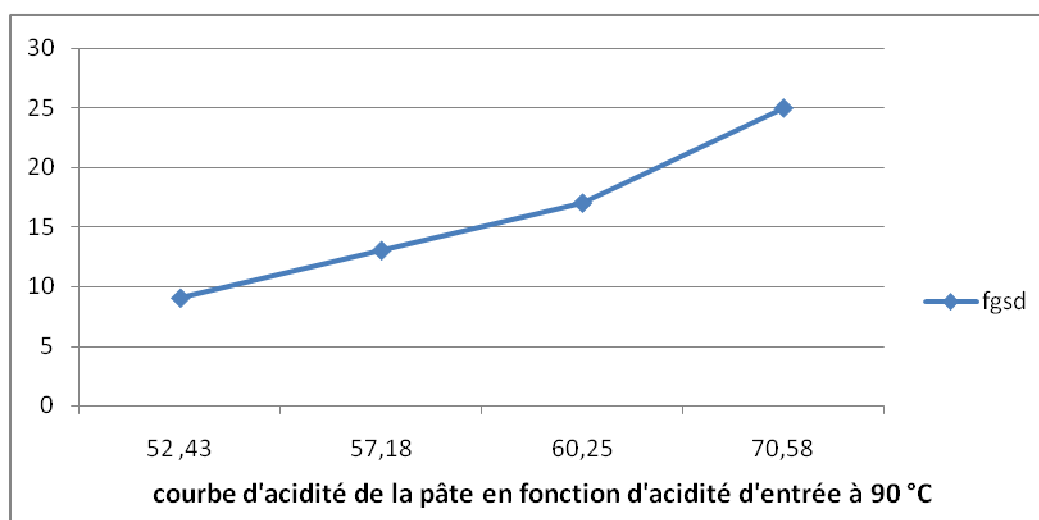
Acidité D'entrée (%)	Acidité de sortie (%)	Acidité Pâte (%)
8	2,16	57,48
9	2,11	59,36
10	2,56	60,17
11	2,14	62,14
12	2,72	63,55
13	2,30	65,77
14	2,14	72,73
15	2,50	72,83



On observe que l'acidité de la pâte de neutralisation croit en fonction de l'acidité d'entrée de l'huile brute.

T = 90 °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

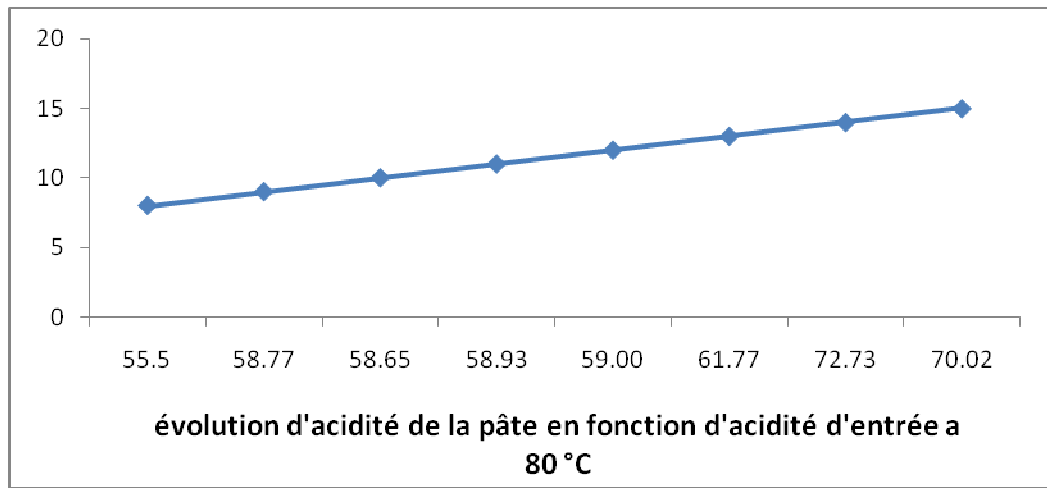


On observe qu'avec des faibles acidités d'entrée, le rendement obtenu par la pâte de neutralisation est faible puis elle augmente tant que l'acidité d'entrée de l'huile brute augmente.

- ***Le tableau représentant les résultats du raffinage continu :***

T = 80 °C

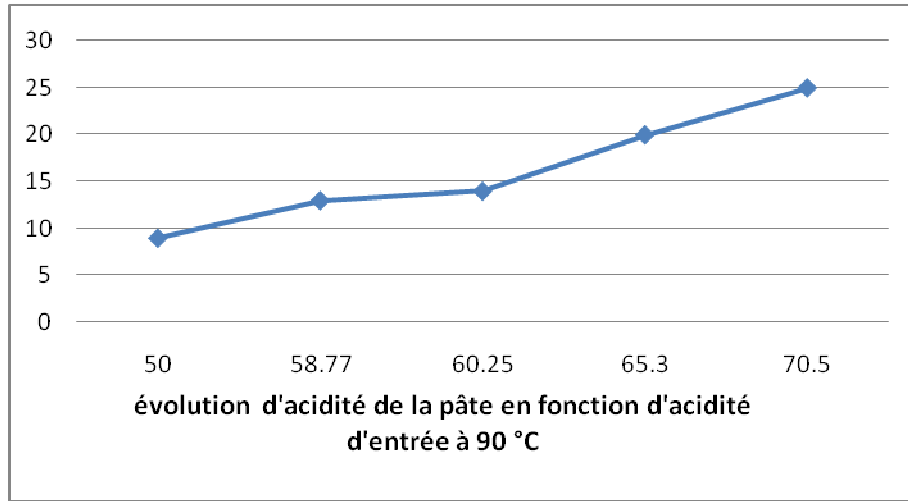
Acidité D'entrée (%)	Acidité de sortie (%)	Acidité Pâte (%)
8	2.16	55.5
9	2.11	58.77
10	2.03	58.65
11	2.72	58.93
12	2.30	59.00
13	2.10	61.77
14	2.42	72.73
15	2.23	70.02



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

T = 90 °C

Acidité D'entrée (%)	Acidité de sortie (%)	Acidité Pâte (%)
9	2.14	50
14	2.11	58.77
13	2.01	60.25
20	2.72	65.3
25	2.30	70.5



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 subi de nombreux essais sur plusieurs échantillons d'huile brute avec deux températures différentes (80°C et 90°C). Les résultats 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 le processus du raffinage continu et celui du raffinage discontinu.

Nous n'avons pas pu arriver à avoir un bon rendement et des acidités de la pâte supérieure à 80%, Ce qui implique que la méthode n'est pas très efficace et ne répond pas à ce qui était attendu.

Notre stage au sein de la SIOF a été bénéfique, surtout avec l'expérience très riche dans le domaine industriel. Cela nous a aidé à compléter notre formation et confronter nos connaissances acquises dans le milieu professionnelle.

Aussi il nous a permis de mieux maîtriser et valoriser le bon Déroulement des activités du laboratoire, ainsi d'avoir une idée plus approfondie sur le procédé du raffinage d'une huile alimentaire,

CONCLUSION

car ce dernier est une technologie relativement récente qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire.

Durant notre stage à la SIOF, nous avons mieux maîtriser 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.