



Licence Sciences et Techniques (LST)
**TECHNIQUES D'ANALYSE CHIMIQUE ET CONTROLE
DE QUALITE**

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Contrôle de qualité des huiles et le suivi des analyses effectuées au
sein de la SIOF**

Présenté par :

◆ **AKHSSAS Amal**

Encadré par :

◆ **Mme BOUSSELAMI Fatiha (SIOF)**

◆ **Pr BEN TAMA Abdeslem**

Soutenu Le 13 Juin 2011 devant le jury composé de :

- **Pr BEN TAMA Abdeslem**

- **Pr BOULAHNA Ahmed**

- **Pr EL HADRAMI El Mestafa**

Stage effectué à la SIOF

Année Universitaire 2010 / 2011

Remerciements

Je tiens à présenter mes remerciements et ma gratitude à tous
Ceux qui m'ont aidée de près ou de loin à l'accomplissement de ce rapport et du stage.

- La direction de **SIOF** dans la personne de son Président Directeur Générale **Mr. Khalil Lahbabi** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle.
- **Mr. Abdeslem BEN TAMA** mon encadrant et professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès pour son soutien et ses conseils.
- **Mr. Errafik** Responsable Production à la société **SIOF**.
- **Mme Fatiha** Responsable du Laboratoire et **Mr. Mounsi** de la société **SIOF**, pour leur accueil chaleureux, leur précieux conseils sur la façon d'élaborer ce travail et d'avoir partagé avec moi tout son savoir faire dans le domaine de la production des huiles de table.

Mes remerciements vont également à toutes les personnes qui ont participé à l'élaboration de ce travail.

Sommaire :

| | |
|--|-----------|
| Introduction | 1 |
| Partie 1 : Présentation de la SIOF | 2 |
| I. Aperçu de la SIOF | 3 |
| I-1. Présentation | 3 |
| I-2. Historique..... | 4 |
| I-3. Organigramme de SIOF..... | 6 |
| II. Les huiles élaborées par la SIOF | 7 |
| II-1. Huile de soja..... | 7 |
| II-2. Huile de tournesol..... | 8 |
| II-3. Huile de grignon..... | 8 |
| II-4. Huile d'olive..... | 8 |
| Partie 2 : Processus de production | 9 |
| I. Raffinage..... | 10 |
| II. Description des différents étapes du raffinage..... | 12 |
| II-1. Démucilagination..... | 12 |
| II-2. Neutralisation..... | 12 |
| II-3. Lavage..... | 13 |
| II-4. Séchage..... | 14 |
| II-5. Décoloration..... | 15 |
| II-6. Désodorisation..... | 16 |
| II-7. fortification..... | 17 |
| Partie 3 : Fabrication d'emballage et conditionnement | 18 |
| I. Conditionnement..... | 19 |
| I-1. Extrusion et soufflage des bidons..... | 19 |
| I-2. Moulage des onces..... | 19 |
| I-3. Fabrications des bouteilles et bidons..... | 19 |
| Partie 4 : Contrôle et suivi des analyses | 23 |
| I. Analyses effectuées au laboratoire..... | 24 |
| I-1. Dosage de l'acidité de l'huile..... | 24 |
| I-2. Dosage de taux de savon..... | 24 |
| I-3. Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation..... | 25 |
| I-4. Dosage du titre hydrométrique de l'eau..... | 26 |
| I-5. Dosage du phosphore..... | 27 |
| I-6. Détermination de l'indice de peroxyde..... | 27 |
| I-7. Humidité et matière volatile dans l'huile..... | 28 |
| I-8. Excès de soude..... | 29 |
| II. Les suivi des analyses de laboratoire..... | 29 |
| II-1. Acidité..... | 30 |
| II-2. Taux de savon..... | 31 |
| II-3. le phosphore..... | 31 |
| II-4. Pâte de neutralisation..... | 32 |
| II-5. Titre hydrométrique de l'eau..... | 32 |
| Conclusion | 33 |

Introduction

Le secteur agroalimentaire est un pilier de l'économie marocaine et une source importante de rentrée de devises. Il permet également de répondre à la plupart des besoins alimentaires du pays en produits de première nécessité.

Le secteur agroalimentaire est également l'un des secteurs qui contribuent activement à la création d'emplois, du fait de la diversification des branches qui le constituent.

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Parmi ces produits, l'huile de soja qui nécessite un traitement de raffinage pour obtenir une huile prête à la consommation humaine. 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. Les principales plantes oléagineuses annuelles cultivées au Maroc sont le tournesol, le colza, l'arachide, le soja et le carthame.

C'est pour ces raisons que j'ai choisi ce secteur et particulièrement la société des Huileries de SIOF pour effectuer mon stage. Elle est considérée l'une des grandes sociétés marocaines spécialisées dans la production et la commercialisation de quelques produits agroalimentaires comme l'huile d'olive, huile de table, huile de grignon,...

Mon stage vise à suivre le processus de raffinage des huiles en effectuant des analyses soit sur demande en cas d'anomalie, ou bien dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité du processus et des huiles raffinées.

Pour décrire ce que j'ai vu au long de ce stage, mon travail sera divisé en trois parties, la première partie concerne la présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique. La deuxième partie consistera à décrire le processus de production au sein de la société SIOF. Et la dernière partie portera sur la description des tâches et des fonctions exécutées quotidiennement au sein du laboratoire d'analyse avec une procédure bien détaillée.

Partie 1 :

Présentation de

la SIOF

I. Aperçu de SIOF :

1. 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.

La **SIOF** dispose de deux sites industriels :

- Le 1^{er} 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 2^{ème} est situé en zone industrielle *Dokkarat*, et occupe une superficie de 12000 m², assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

La société dispose de plusieurs dépôts dans les principales villes marocaines : Oujda, Casablanca, Oued Zem, Marrakech et Tétouan.

Avec un capital qui atteint 42 millions de dirhams « dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI (9associés) » la société réalise sa production grâce à l'appui des trois équipes menant le système des 3 fois 8.

Quoique la **SIOF** produit une gamme variée d'huiles lui permettant de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme : **LESIEUR CRISTAL** « première sur les marchés des huileries au Maroc »

La **SIOF** possède une large gamme de produits avec une capacité de production de 150 t/j pour l'unité de raffinage. La production est assurée par 3 équipes 24/24 et 7/7.

Elle assure le raffinage des produits suivants :

- **Moulay Idriss** : l'huile d'olive vierge courante.
- **SIOF** : l'huile de table raffinée a base de soja.
- **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.

2. Historique :

La société industrielle oléicole « S.I.O.F » se situe à Fès. Il s'agit d'une réalisation familiale qui a été créée en 1961 sous forme d'une **SARL**, et depuis elle ne ménage aucun effort pour développer ses moyens, diversifier et améliorer la qualité de ses produits.

Au début, l'activité principale de la société était la production des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conservation des olives.

Au 1966, la **SIOF** a pu installer une raffinerie d'huile de table (tournesol, soja,.....) avec une capacité de 12000 t/an.

En 1972, la société a intégré dans ses activités la fabrication de l'emballage et un atelier pour le remplissage, le capsulage et l'étiquetage des bouteilles (½ L, 1L, 2L, 5L).

En 1978, le produit de **SIOF** s'est étendu à tout le territoire grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture de dépôts dans différentes régions, le recrutement des représentants et surtout l'installation d'un nouveau système de décirage, ce qui a permis à la société de devenir plus proche du consommateur avec ses différents produits de haute qualité.

En 1980, l'entreprise a augmenté la capacité de production au raffinage à 30000 t/an.

En 1985, elle s'est transformée en société anonyme S.A.

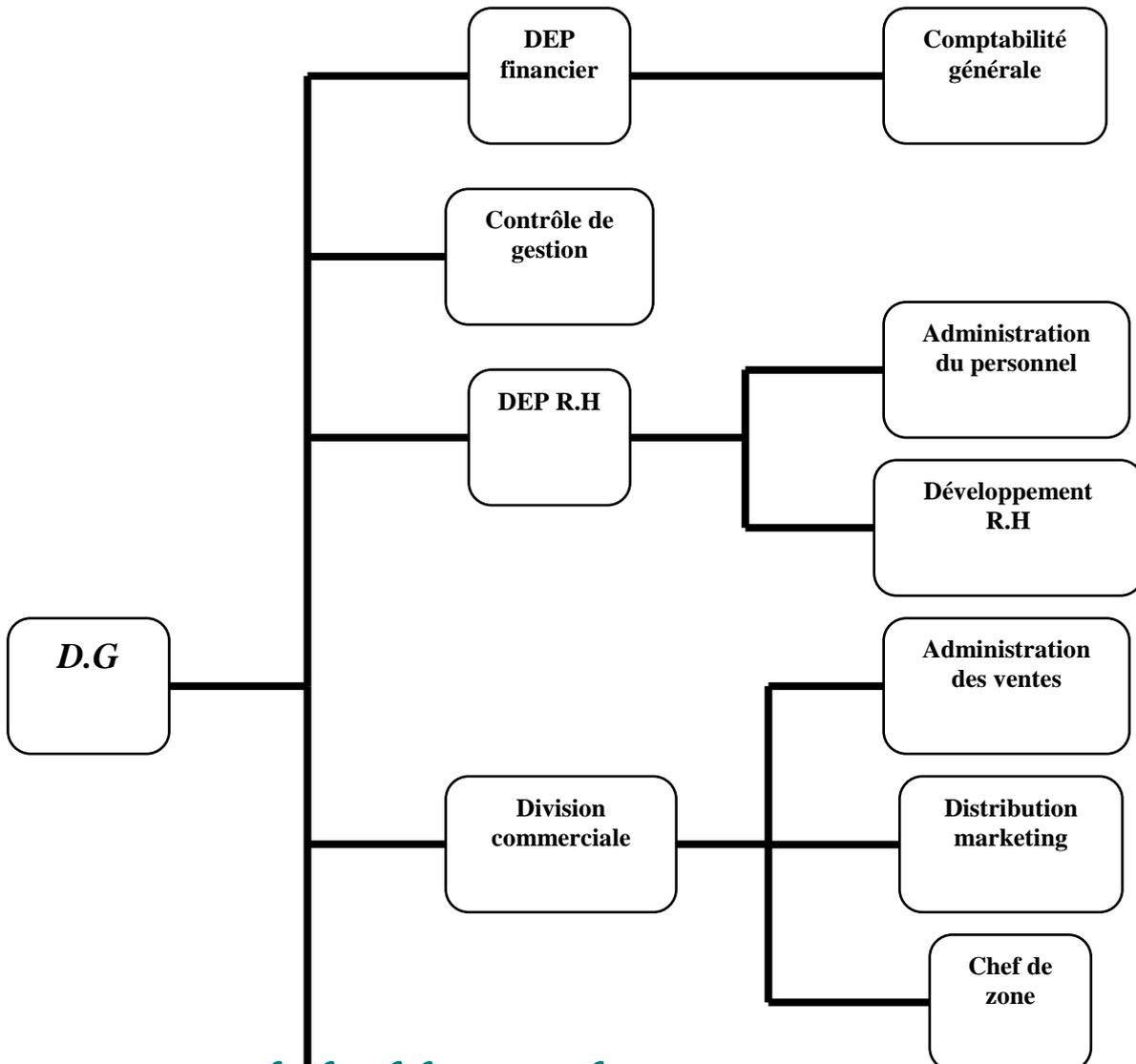
En 1994, elle a recruté des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part du marché.

2002-2003, la société a installé deux lignes pour la fabrication des bouteilles PET.

Aujourd'hui, la société se trouve devant une concurrence de plus en plus accrue, lui imposant d'adopter une gestion et un management plus moderne pour être compétitive tant au niveau national qu'international.

3. Organigramme de la SIOF :

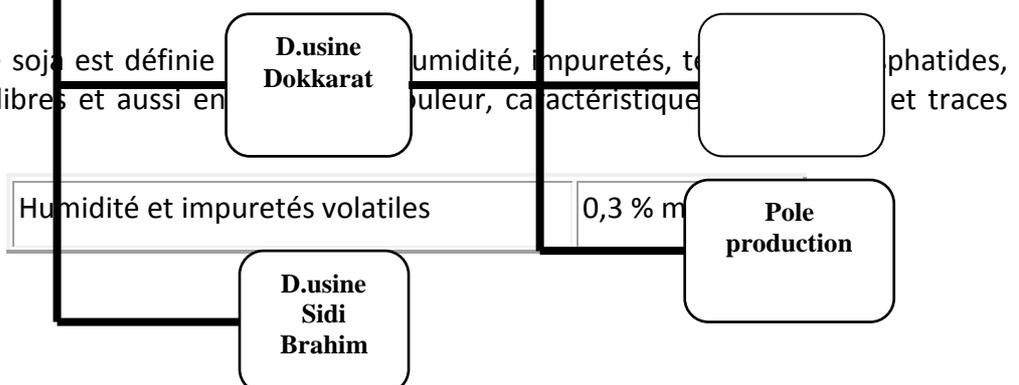
L'aspect organisationnel de la **SIOF** ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivante :



II. Les huiles élaborées par la SIOF :

1. Huile de soja :

L'huile brute de soja est définie en acides gras libres et aussi en métalliques.



Humidité et impuretés volatiles

0,3 % m

| | |
|--------------------------------------|---------------|
| Acides gras libres | 0,75% maximum |
| Phosphatides (exprimés en Phosphore) | 0,02% maximum |
| Matières insaponifiables | 1,5 % maximum |
| Point d'éclair | 121°C minimum |

Composition de l'huile de soja en acides gras :

| Types d'acides gras | Pourcentage |
|--------------------------------------|-------------|
| Acide palmitique (C16: 0) | 11,5 % |
| Acide stéarique (C18: 0) | 4,0 % |
| Acide oléique (C18: 1, cis) | 25,0 % |
| Acide linoléique (C18: 2, cis : cis) | 51,5 % |
| Acide linoléique (C 18: 3) | 7,5 % |
| Acide arachidique (C20: 0) | 0,5 % |

La teneur en insaturés de soja étant

acides gras l'huile de 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.

=> Plus le degré d'insaturation augmente, plus la vitesse de dégradation des acides gras est importante.

2. Huile de tournesol :

L'huile de tournesol est une huile végétale obtenue à partir des graines de tournesol sous une pression à froid. Elle est composée à 98% de triesters d'acides gras et 2% des stérols (β-sitostérol) + tocophérol (vitamine E).

La composition en acides gras de l'huile de tournesol utilisée pour l'alimentation humaine est la suivante (en % massique):

- Acide linoléique (C18:2 ω-6 polyinsaturé) : 70 %
- Acide oléique (C18:1 ω-9 mono insaturé) : 20 %
- Acide palmitique (C16:0 saturé) : 6 %
- Acide stéarique (C18:0 saturé) : 5 %
- Autres : 2 %

3. Huile de grignon :

Après l'extraction de l'huile d'olives, 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, proportion qui dépend du système utilisé. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite 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 de l'altération des propriétés organoleptiques.

4. Huile d'olive :

L'huile d'olive, dont le bon goût et les bienfaits pour la santé sont largement reconnus, se confond avec le paysage et l'histoire du bassin méditerranéen, où l'olivier est cultivé depuis des millénaires.

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 ainsi produite doit alors être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

L'huile d'olive est composée d'environ 99% de matières grasses. Le 1% restant constitue les composés mineurs, il s'agit des alcools, des stérols, des phénols. Elle est très riche en vitamines (A, B, K et E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

Partie 2 :

Processus de Production

I. Raffinage :

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

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...).

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

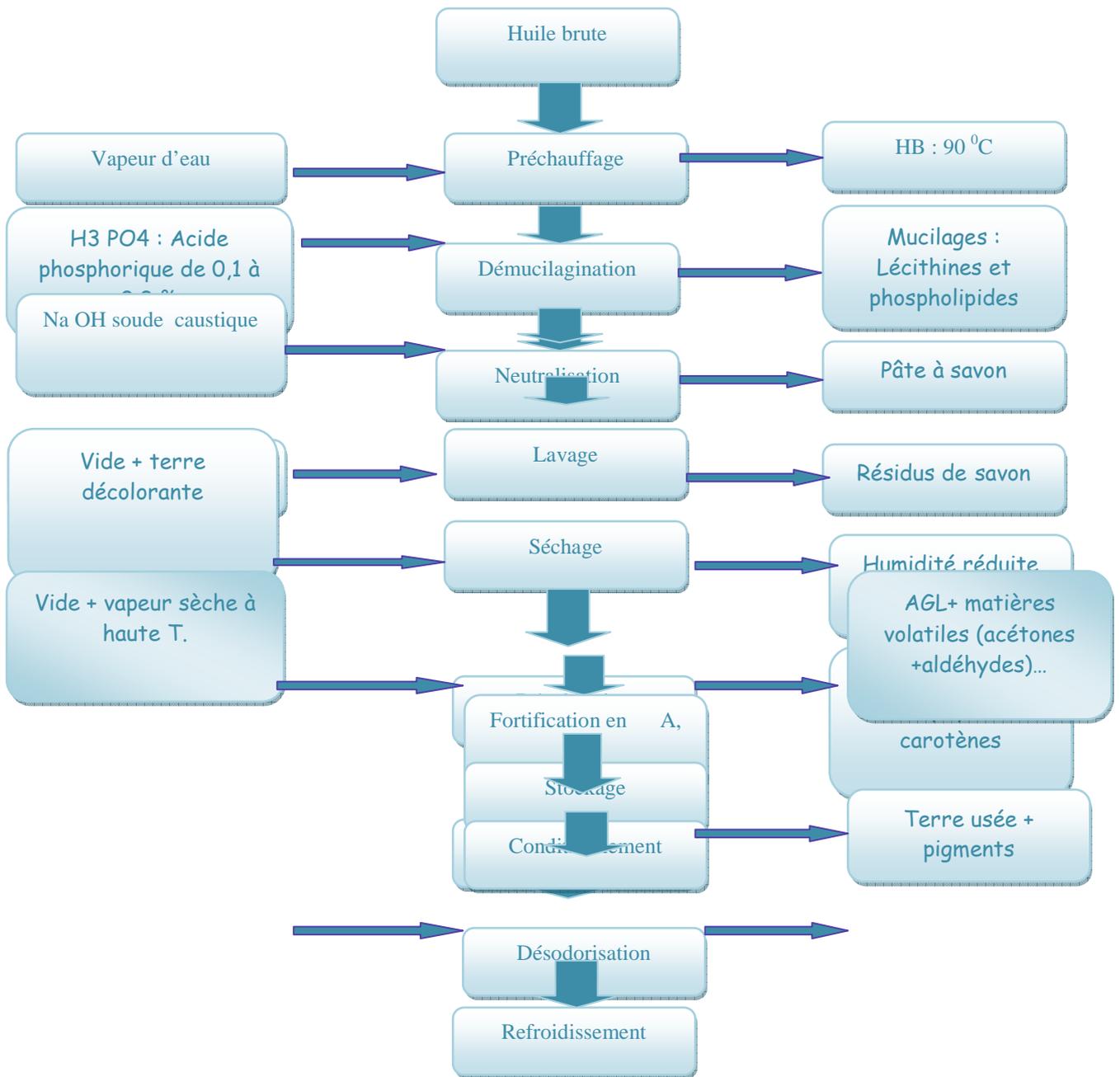
Cette distribution se fait inégalement pour les différentes sociétés, et ça selon le pourcentage précisé par l'état : **SIOF** bénéficie d'environ 21 % du total de cette opération alors que son premier concurrent **LESIEUR CRISTAL** reçoit 75 % de la dotation de l'état.

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

- **Démucilagination** (ou dégomme) : elle permet de débarrasser les huiles des gommes après leur hydrolyse par un acide.
- **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 soude caustique, suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.
- **Décoloration** : elle sert à éliminer les pigments contenus dans l'huile.
- **Filtration** : cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante.
- **Désodorisation** : cette étape permet de débarrasser l'huile de son odeur désagréable par distillation sous vide poussée à température élevée (180°C-200°C).

On va traiter par la suite le raffinage de l'huile de deux graines oléagineuses dont les huiles sont les plus consommées : l'huile de tournesol et l'huile de soja.

Organigramme de raffinage de l'huile de table :



II. Description des différentes étapes du raffinage :

1. Démucilagination :

C'est une opération nécessaire et qui permet l'élimination des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de H_3PO_4 .

La teneur des mucilages dépend de la variété d'huile et du mode de trituration : ils peuvent représenter 0,5-1% de l'huile de soja.

Elle se fait par action de l'acide phosphorique. Cette opération est nécessaire pour éviter des problèmes lors du raffinage à savoir :

- 1- l'oxydation de l'huile (les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation) et dégagement d'une odeur indésirable.
- 2- la perte de l'huile au stade de lavage par emprisonnement de la matière grasse entre les pôles hydrophiles.
- 3- risque de formation de mousse au niveau du séchage.
- 4- colmatage du filtre et inhibition de la terre décolorante.

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. Ensuite elle traverse un échangeur à plaques qui élève sa température aux environs de $85-90^{\circ}C$, en utilisant comme fluide chauffant la vapeur d'eau. L'acide phosphorique commercial est injecté par une pompe doseuse à raison de 0,1 à 0,3%, avec un débit qui dépend de la teneur en phospholipide, l'action de l'acide est optimale à une température supérieure à $80^{\circ}C$, l'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide (6000tr/min) pour la dispersion d'acide dans l'huile puis dans un mélangeur lent à axe vertical (bac de contact) assurant un temps de contact d'au moins 15-20 minutes pour qu'il y est conditionnement des mucilages (gonflement), le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

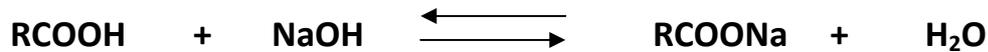
2. Neutralisation :

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

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

L'huile venant de la démucilagination est mélangée avec de la soude caustique, La quantité de soude qu'il faut ajouter, doit tenir compte de la quantité d'acide phosphorique utilisée et de l'acidité de l'huile. Cette acidité dépend de la nature de l'huile, de son origine, des conditions de la récolte, des techniques de trituration et de la durée de stockage.

La réaction d'équilibre chimique entre les acides gras libres et la soude 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 :



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

Le mélange est divisé en deux phases :

Phase lourde : pâte de neutralisation.

Phase légère : huile neutre.

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

Acidité : 0,02 – 0,04 %.

Traces de savon : entre 1000 et 1200 ppm.

3. Lavage :

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.

A la **SIOF** l'huile provenant du séparateur reçoit une eau acidifiée avec l'acide citrique, passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation.

Si toutes les opérations en amont ont été bien maîtrisées, l'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.

Les eaux de lavage contiennent encore de l'huile qu'on récupère par décantation (environ 1 à 3 % de matière grasse).

4. Séchage :

On vise d'après cette opération à sécher l'huile neutralisée en la pulvérisant dans une tour verticale sous vide pour éliminer les traces d'humidité (qui diminue l'activité de la terre décolorante) et éviter les pertes d'huile par hydrolyse.

A la sortie du sécheur on doit avoir :

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

N.B :

* Pendant le raffinage le conducteur contrôle l'excès de soude par quelques gouttes de phénophtaléine sur une quantité de la pâte :

- ❖ Si la soude fait défaut, la pâte garde sa couleur.
- ❖ Si la soude est en excès, la pâte se colore en rose foncé.

⇒ la régulation se fait par action sur le débit de la soude.

* l'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons par augmentation de leur densité.

Certaines huiles (grignon et tournesol) nécessitent un traitement supplémentaire suite à un pourcentage élevé des esters d'acide gras (cires) qui se précipitent à basse température d'où l'importance du décirage après la neutralisation pour que l'huile soit exempte de cires, elle passe par les étapes suivantes :

1. Un refroidissement dans un échangeur **huile – huile** (*huile froide qui sort de décirage va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation*), et aussi un échangeur huile - eau jusqu'à 11°C.

2. L'huile refroidie est injectée par NaOH (2^{ème} soude) 15-16 baumes pour créer des savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.

3. Un autre refroidissement dans les maturateurs munis d'agitateurs et de serpentins avec addition de l'eau douce froide dans le 2^{ème} maturateur. L'huile sort à une température de 8°C, ensuite elle est pompée vers un échangeur huile – eau à 25°C qui va augmenter la température de l'huile à peu près de 15-16° C en évitant la rupture des cires cristallisées.

4. A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur RSA150 on va éliminer les cires d'huile. L'huile décirée est chauffée par l'échangeur **huile – huile** (*huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort du décirage*) et aussi par échangeur huile - vapeur jusqu'à 90°C, et le lavage se poursuit comme pour le soja.

5. Décoloration :

C'est une opération qui consiste à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes), une partie du phosphore, les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute et que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Cette décoloration dite aussi blanchiment fait intervenir un phénomène physique : adsorption, sur des terres décolorantes actives, de la quantité des agents décolorants en fonction de la coloration initiale et de la nature des pigments.

Les terres activées (terres décolorantes commerciales) en général, ne possèdent aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. L'activation des terres consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir absorbant. Cette opération est réalisée par voie chimique (action d'acide fort).

Les charbons actifs sont seuls capables d'éliminer les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) qui peuvent être présents en quantité non négligeable dans certaines huiles végétales.

Dans cette opération, il se produit un certain nombre d'effets secondaires dus au temps de décoloration en contact avec la terre activée (le charbon actif ne produit pas ce genre d'effet, mais le traitement à lui seul est très coûteux).

Un séchage mal conduit va affecter négativement l'opération de décoloration, car la terre utilisée va absorber l'eau contenue dans l'huile au lieu d'accomplir sa tâche prévue qui est l'adsorption des pigments.

80 % de l'huile est directement conduite vers le décolorateur et les 20 % restants vers un mélangeur de la terre. Le mélange entre l'huile et la terre est assurée dans une petite cuve munie d'un agitateur. L'opération se fait à une température de 120°C,

L'ajout de la terre décolorante varie en fonction de l'huile traitée (soja, grignon,..), puis l'ensemble terre-huile passe dans le décolorateur à T=110°C et 1,5 bar, muni d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et empêche les dépôts au fond du décolorateur pendant 15 min.

A la sortie de la décoloration, le mélange huile-terre est filtré dans un filtre à plaque « AMAFILTER » et des filtres de polissage (de sécurité) pour éliminer les pigments en suspension. (figure1)

=> Le produit doit avoir une acidité inférieure à 0,1 % et une teneur en savon égal à 0 ppm.

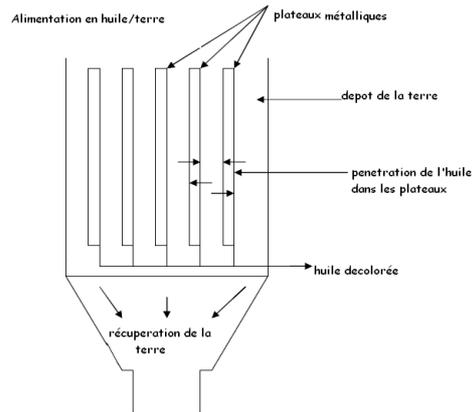


Figure 1 : Schéma de filltation

6. Désodorisation :

C'est la dernière étape du raffinage, son but principal est l'élimination des substances odorantes tel que : les aldéhydes, les cétones les hydrocarbures, peroxydes (substance provenant de l'oxydation de l'huile), ainsi que certains pigments contenus dans les huiles et ceci pour leur conférer les qualités requises pour la consommation. Ce procédé a l'inconvénient majeur de dégrader une partie des tocophérols, cette désodorisation s'effectue par distillation par l'injection de la vapeur sèche dans l'huile sous vide poussée à haute température, il s'agit d'un entraînement à la vapeur des substances plus volatiles que l'huile.

L'huile décolorée est stockée dans un bac, ensuite elle est pompée vers le 1^{er} 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 reçu 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 2^{ème} échangeur de chaleur (toujours avec l'huile désodorisée), duquel elle sort à une température de 160°C .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 ou 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.

Spécificités du produit :

- Acidité inférieure à 0,1%.
- Teneur en phosphore inférieur à 5 ppm.
- Taux de savon égal à 0 ppm.
- Absence d'humidité (agent de lipolyse).
- Absence de pigments (agents de photo-oxydation).
- Absence de fer et cuivre (catalyseur d'oxydation).
- Absence d'odeur et flaveur.

7. Fortification :

L'huile finie destinée au conditionnement subit une fortification par les deux vitamines A et D₃. Ces derniers sont des vitamines liposolubles qui ne sont pas synthétisées en quantité suffisante par l'organisme, c'est ainsi que les chercheurs ont choisi comme produits vecteurs la margarine, le lait pasteurisé et les huiles végétales car ces derniers répondent à une gamme de critères : consommation régulière par tous les individus, bonne stabilité du micronutriment dans l'aliment fortifié, etc....

=> L'huile finie enrichie avec les vitamines A et D₃, est pesée puis stockée.

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

Teneur en vitamine D₃=300UI/100gd'huile

Partie 3 :

**Fabrication
d'emballage et
conditionnement**

I. Fabrication d'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.

1. 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'empreinte 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.

2. Moulage des onces (moulage en coquille) :

La fabrication des onces passe par les mêmes premières étapes, sauf que le transport de plastique (PEBD) fondu à 268°C se fait avec un piston qui permet d'injecter une quantité bien déterminée dans le moule dont un châssis est fixe et l'autre mobile. A la fin du moulage, le moule s'ouvre et les onces sont démoulées par un système d'éjection.

La machine est de marque SAMOVI-RICART, elle permet d'avoir des onces en bon état d'où l'absence de décarottage.

3. Fabrication des bouteilles et des bidons :

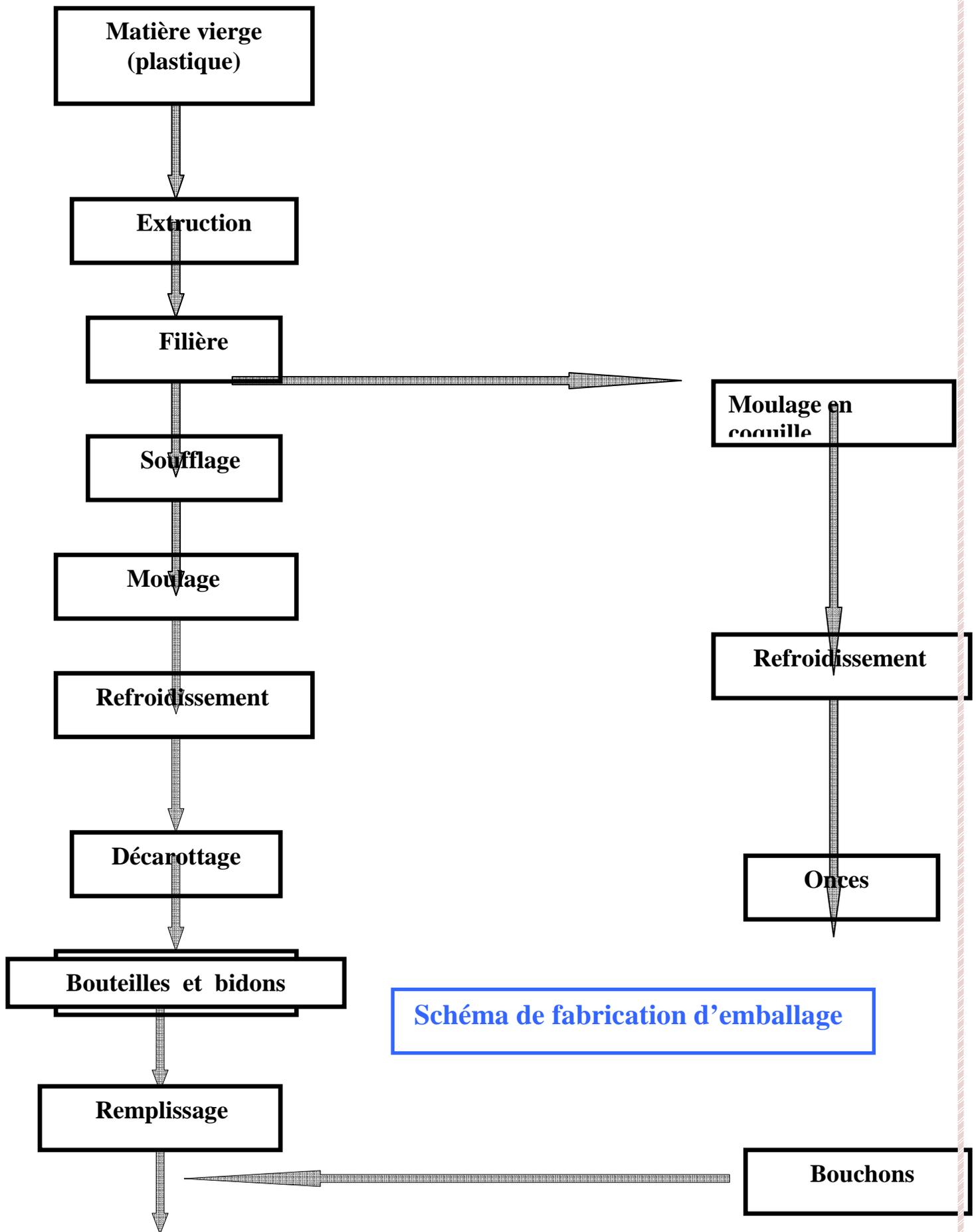
Dans cette installation, il y a deux lignes automatisées traitant les préformes PET (polyéthylène téréphtalique) :

Une ligne SIDEL pour bouteille d'un litre et ½ litre dont le débit est 12000 bouteilles/h et le remplissage volumétrique, une ligne italienne pour bidons de deux et cinq litres dont le débit est de 1620 bidons/h et le remplissage et massique.

Les préformes sont transportées par l'élévateur à bande, à l'entrée de la machine, elles passent dans un four muni de lampes infrarouges pour le chauffage et les tourneurs, chacun

fixe une préforme. A la sortie, les préformes sont prises par les goulots avec des pinces qui les font entrer dans le moule, des tiges y entrent pour lui donner la hauteur de la bouteille prévue. Après vient l'étape de soufflage pendant laquelle la préforme subit une pression de 40 bar, lui permettant ainsi de prendre la forme du moule (la durée de soufflage dépend de la cadence de la machine, la pression, la nature des préformes, la température ambiante...). Une fois fabriquées, les bouteilles passent par un testeur dont le rôle est de détecter les bouteilles déformées (dont la pression est $<$ à 28 bar) puis sont transportées par un convoyeur à l'air (éviter la contamination par la poussière) vers les remplisseuses munies de pistons et de balance et bouchées automatiquement par des capsuleuses, étiquetées à l'aide d'une colle à chaud et datées.

A la fin, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse où elles sont déposées dans les cartons à l'aide d'un robot avec des ventouses. Les cartons glissent sur des palettes et sont transportés par des manutentions vers le magasin de préstockage. Chaque machine dispose d'un poste de commande pour rectifier les paramètres d'utilisation tels que la pression, la température et le débit.



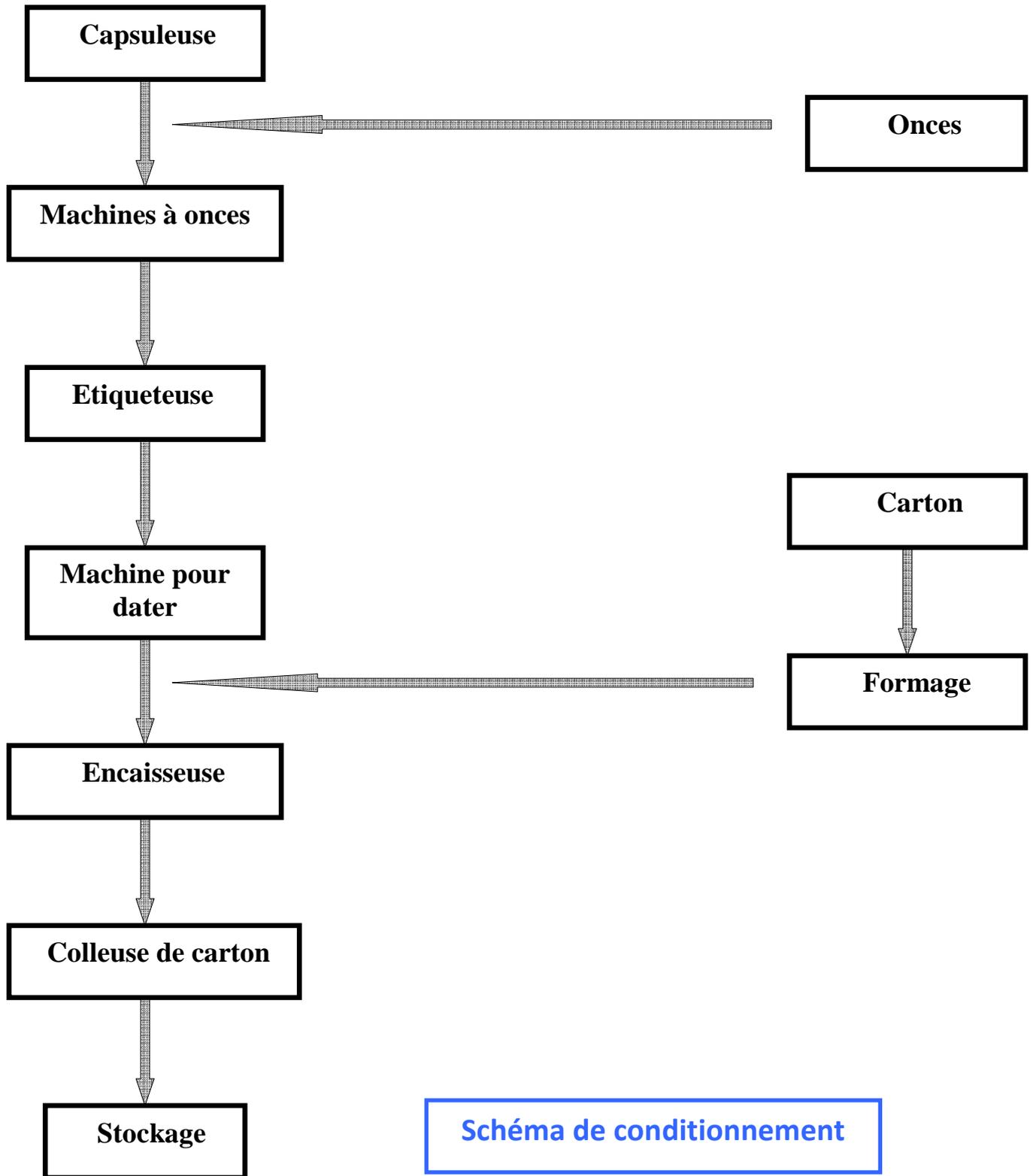


Schéma de conditionnement

Partie 4 :

**Contrôle et suivi
des analyses**

I. Analyses effectuées au laboratoire :

1. Dosage de l'acidité de l'huile :

Définition :

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

Expression du résultat :

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

* V : Volume de KOH versé (L).

* N : Normalité de KOH (0,1N).

* P_E : Prise d'essai (g).

$$\%Ac = (N * V * 282 * 100) / P_E * 1000$$

2. Dosage de taux de savon :

Définition :

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

Mode opératoire :

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

Expression des résultats :

* 304 : Masse molaire d'oléate de sodium (g/mol).

* V : Volume de HCl versé (L).

* N : Normalité de HCl (0,01N).

* P_E : Prise d'essai (g).

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

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

Définition :

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile dans la pâte de neutralisation, en déterminant la quantité de matière grasse éliminée et 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 met le ballon dans un chauffe ballon et on laisse le mélange chauffé 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 extra pur, puis les phases organiques sont rassemblées et lavées 2 fois avec 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.

- On pèse la quantité de matière grasse et on détermine son acidité en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pâle.

Expression des résultats :

$$\begin{aligned} \% \text{ Matière grasse} &= (M - T) * 100 / P_E = (M_{MG} * 100) / P_E \\ \% \text{ Acidité} &= (V * 2,82) / P_E \end{aligned}$$

- * M_{MG} : Masse de matière grasse.
- * Tare : Ballon vide.
- * M : Masse du ballon + matière grasse.
- * P_E : Prise d'essai.
- * V : Volume de KOH versé.

4. Dosage du titre hydrométrique de l'eau :

Définition :

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, qui donne une couleur rouge foncée ou violette en présence des ions calcium et magnésium est utilisé comme indicateur pour la détermination de la dureté totale.

Mode opératoire :

- On verse dans un bêcher (déjà lavé avec l'eau à traiter) 100 ml d'eau à analyser.
- On ajoute 5 ml de solution tampon.
- On ajoute quelques gouttes de l'indicateur coloré (noir d'ériochrome).
⇒ **Solution mauve.**
- On titre avec la solution complexométrique (EDTA) jusqu'au virage mauve en bleu.

Expression des résultats :

La dureté est donnée en degré français (°F) en prenant :
1 ml d'EDTA versé = 2 °F.

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

5. Dosage du phosphore :

Définition :

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 commence Par peser 10 g d'huile raffinée (huile séchée et huile désodorisée) dans un creuset en silice, on ajoute une pincée d'oxyde de magnésium, on minéralise sur une flamme jusqu'à calcination totale dans un four à moufle à 700°C pendant 1h45min (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 E.D + 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.

Norme : inférieure à 5 ppm.

6. Détermination de l'indice de peroxyde :

Définition :

C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de produit. Par un traitement du corps gras en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une

solution d'iodure de potassium, ensuite un titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire :

On prend deux ballons (bien lavés) dont on met dans chaque ballon 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml de la solution KI saturée.

On prend l'un des ballons dont on ajoute 1 à 2 g d'huile à analyser et l'autre pour faire le blanc et on les laisse pendant 5 min à l'obscurité, après on ajoute dans chaque ballon 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'amidon, et on titre en agitant avec le thiosulfate de sodium.

Expression des résultats :

* V_0 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.

* V_1 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.

* N : Normalité de thiosulfate de sodium.

* P_E : Masse de la prise d'essai en g.

$$IP = \frac{(V_1 - V_0) * N * 1000}{P_E}$$

L'indice de peroxyde doit être inférieur à 5 meq d'O₂ / Kg

7. Humidité et matière volatiles dans l'huile :

Définition :

Le dosage d'humidité consiste à éliminer par vaporisation l'eau et les matières volatiles de l'huile.

Mode opératoire :

On pèse 10 g d'huile brute dans un cristalliseur taré qu'on introduit dans l'étuve à 103°C pendant 3 heures, ou bien 1h30min à 150°C puis dans le dessiccateur contenant un déshydratant efficace pendant 5min, on mesure à nouveau la masse du cristalliseur.

Expression des résultats :

* P_E : Prise d'essai.

* M : Masse de cristalliseur remplie après étuvage.

* T : Masse du cristalliseur vide.

$$\% \text{ humidité} = \frac{P_E - (M - T)}{P_E} * 100$$

8. Excès de soude :

Définition :

Le but de cette manipulation est d'évaluer l'efficacité de l'opération de neutralisation, car cet excès doit être contrôlé pour qu'il n'y ait pas de perte dans l'huile neutralisée (saponification parasite).

Mode opératoire :

Dans un bêcher où on met 100 ml de l'huile de mixeur avant le premier séparateur (huile+ A.phosphorique + soude) et on le met sur la plaque chauffante en agitant par la barre magnétique, après on ajoute 2 ml de la solution alcoolique de thyomphaleine.

Expression des résultats :

- Si le résultat est incolore, il n'y a pas d'excès de soude.
- Si le mélange se colore en bleu en présence de soude libre, dans ce cas on effectue des ajouts de 5 ml d'huile brute de même origine jusqu'à la décoloration.

Excès de soude = 0%

Le pourcentage de l'excès de soude exprimé est le volume d'huile brute ajoutée.

$$\text{Excès de soude} = n * 5\%$$

n = le nombre d'ajout de 5 ml d'huile brute.

II. Le suivi des analyses de laboratoire :

La détermination de l'acidité et le taux de savon au cours du processus de raffinage nous permettent la modification des conditions de raffinage (quantité d'acide phosphorique et de soude ajoutée, contre pression,...) dans le but d'avoir une huile de haute qualité avec des caractéristiques bien précises.

L'acidité et le taux de savon sont mesurés dans les différentes étapes de raffinage : démulcination, neutralisation, décoloration, désodorisation, quelques étapes intermédiaires et aussi pour les citernes de stockage 2 fois par jour. En cas d'anomalie, l'équipe veillant au raffinage doit être avertie pour effectuer toutes les modifications nécessaires le plus vite possible.

Au cours de mon stage, j'ai suivi le développement de ces analyses et plus spécifiquement l'acidité et le taux de savon car ces derniers connaissent une grande variation et doivent être contrôlés plus de deux fois par jour.

On a effectué ces analyses sur l'huile de soja 5 jours successifs, le matin entre 8h45 et 9h et on a constaté les résultats du tableau ci-dessous : (tableau 1)

1. Acidité :

Le pourcentage d'acidité au cours du processus de raffinage

| Jours d'analyse | HB | M | S1 | HS | ED | SD |
|-----------------------|---------------|---------------|-------------------|------------------|------------------|------------------|
| 1 ^{er} jour | 0,65% | 0,81% | 0,056% | 0,12% | 0,14% | 0,088% |
| 2 ^{ème} jour | 0,72% | 0,94% | 0,066% | 0,11% | 0,13% | 0,073% |
| 3 ^{ème} jour | 0,8% | 1,4% | 0,08% | 0,13% | 0,13% | 0,08% |
| 4 ^{ème} jour | 0,83% | 1,18% | 0,043% | 0,08% | 0,12% | 0,05% |
| 5 ^{ème} jour | 0,6% | 0,93% | 0,077% | 0,092% | 0,1% | 0,056% |
| Norme | Max 2% | Max 2% | 0,02-0,04% | 0,08-0,1% | 0,08-0,1% | 0,08-0,1% |

Tableau 1

* HB : huile brute.

* M : huile de mélangeur.

* S1 : huile de séparateur 1.

* HS : huile séchée.

* ED : huile entrant à la désodorisation.

* SD : huile sortant de la désodorisation.

Si les valeurs d'acidité dépassent les normes, on alerte les responsables du raffinage et on refait l'analyse après la modification des paramètres de production.

Pour S1 :

Si la valeur est supérieure à 0,04 % on ajoute la soude pour neutraliser l'huile, et si c'est le contraire (inférieure à 0,02%) on diminue la quantité de soude.

Pour HS :

Elle dépend de la quantité d'acide citrique ajoutée, si cette dernière augmente l'acidité diminue et vice versa (l'acidité à l'étape de séchage dépend majoritairement de la quantité d'acide citrique ajoutée à l'étape de lavage).

2. Taux de savon :

Le taux de savon en ppm à la neutralisation et à l'entrée de la désodorisation

| Jours d'analyse | S1 | HS | ED |
|-----------------------|---------------------|-------------------|--------------|
| 1 ^{er} jour | 797 ppm | 84 ppm | 0 ppm |
| 2 ^{ème} jour | 2711 ppm | 134 ppm | 0 ppm |
| 3 ^{ème} jour | 2100 ppm | 57 ppm | 0 ppm |
| 4 ^{ème} jour | 1900 ppm | 51 ppm | 0 ppm |
| 5 ^{ème} jour | 1300 ppm | 30 ppm | 0 ppm |
| Norme | Max 1200 ppm | Max 50 ppm | 0 ppm |

Tableau 2

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes à l'étape de neutralisation, dans ce cas on va jouer sur les paramètres pour baisser la valeur de la teneur en savon en augmentant la quantité d'acide citrique. Cette mesure est effectuée à cette étape afin de déterminer la quantité d'acide qu'on devrait ajouter à l'étape de lavage.

Pour l'étape de séchage les résultats sont hors normes, les savons toujours présents vont être éliminés à l'étape de décoloration par adsorption sur la terre décolorante. Pour l'étape de désodorisation, le taux de savon est de 0 ppm. Ce qui montre que les procédures de lavage et décoloration sont bien exécutées.

3. Le phosphore :

Le phosphore en ppm dans les huiles raffinées au séchage et à la sortie de désodorisation

| Jours d'analyse | SD | HS |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| 1 ^{er} jour | 2,16 ppm | 4,93 ppm |
| 2 ^{ème} jour | 2,54 ppm | 7,56 ppm |
| 3 ^{ème} jour | 5,01 ppm | 2,10 ppm |
| 4 ^{ème} jour | 7,90 ppm | 8,11 ppm |
| 5 ^{ème} jour | 2,05 ppm | 4,53 ppm |
| Norme | Inférieur à 2 ppm | Inférieur à 5 ppm |

Tableau 3

On remarque qu'il y a des valeurs qui dépassent les normes, dans ce cas on a un problème dans la quantité d'acide phosphorique ajoutée, soit elle n'est pas suffisante pour éliminer tous les phospholipides présents dans l'huile ou bien l'acide phosphorique est ajouté en excès, il faut alerter donc les responsables du raffinage pour augmenter sa quantité ou bien la diminuer.

4. Pâte de neutralisation :

Le pourcentage d'acidité de la pâte de neutralisation

| Jours d'analyse | % Acidité |
|-----------------------|----------------|
| 1 ^{er} jour | 70% |
| 2 ^{ème} jour | 63% |
| 3 ^{ème} jour | 60% |
| 4 ^{ème} jour | 60% |
| 5 ^{ème} jour | 79% |
| Norme | Max 60% |

Tableau 4

La pâte doit avoir une acidité supérieure à 60%, une acidité inférieure signifie qu'il y a perte non négligeable de l'huile, si ce n'est pas le cas les responsables doivent être informés afin d'effectuer toutes les modifications nécessaires au cours de la neutralisation.

5. Titre hydrométrique de l'eau :

La dureté de l'eau en degrés français

| Jours d'analyse | Ad 1 | Ad 2 |
|-----------------------|--------------------------|--------------------------|
| 1 ^{er} jour | 4 °F | 63 °F |
| 2 ^{ème} jour | 40 °F | 40 °F |
| 3 ^{ème} jour | 10,2 °F | 11,2 °F |
| 4 ^{ème} jour | 60 °F | 43 °F |
| 5 ^{ème} jour | 13 °F | 8,5 °F |
| Norme | Inférieur à 10 °F | Inférieur à 10 °F |

Tableau 5

La présence de quelques valeurs qui dépassent les normes signifie que la dureté de l'eau a augmenté à cause de la présence de ions calciums (Ca^{2+}), magnésium (Mg^{2+}) et bicarbonates (HCO_3^-). Pour remédier à ce problème qui cause l'entartrage des appareils et des canalisations d'eau chaude, il est possible de

réduire la dureté de l'eau de tour et de la chaudière en l'adoucissant par un système de résines échangeuses d'ions.

Conclusion

Le stage est un parcours très sollicité avant d'entamer la vie professionnelle proprement dite du fait qu'il donne une vue d'avance de la manière dont se déroule le travail afin d'éviter toute crainte ou ambiguïté concernant la pratique de la profession pour les futurs professionnels.

Le chemin devant **SIOF** s'annonce très long pour que son statut occupera le marché national, cependant plusieurs pas sont à accomplir comme la qualité qui s'impose comme une nécessité impérieuse pour toute unité de production.

Mon stage était une occasion de mettre en valeur la formation reçue et qui m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société SIOF avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles.

Il m'a permis de confronter des situations réelles et c'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.