



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**PROCÉDÉ DE RAFFINAGE, ET L'IMPACT DE LA
TEMPÉRATURE DE LA SOUDE SUR LE RENDEMENT DE
L'HUILE GRIGNON D'OLIVE**

Présenté par :

◆ **Siham Chalh**

Encadré par :

- ◆ **Mme. Bousellami Fatiha (Société)**
- ◆ **Pr. Bouayad Abdelouahed (FST)**

Soutenu Le 13 Juin 2013 devant le jury composé de:

- **Pr : A.BOUAYAD**
- **Pr : K.MISBAHI**
- **Pr : S.CHAKROUNE**

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2012 / 2013

Sommaire

Introduction	3
Chapitre I : Aperçu sur la société SIOF	4
1. Historique.....	5
2. Activité de la société.....	6
3. Produits fabriqués par la SIOF.....	6
4. Organigramme.....	9
Chapitre II : processus de raffinage et de conditionnement	10
I. Procédé du raffinage chimique	11
1. Huile.....	11
2. Raffinage des huiles.....	12
2-1 Démucilagination.....	14
2-2 Neutralisation	16
2-3 Lavage	17
2-4 Séchage.....	17
2-5 Décoloration.....	17
2-6 Filtration.....	18
2-7 Désodorisation.....	18
2-8 Fortification.....	19
II. Conditionnement	19
III. Analyses effectuée au sien de la SIOF	22
Chapitre III : L'impacte de la température de la soude sur le rendement au niveau de la neutralisation de l'huile grignon d'olive	23
I. Objectif	24

1. Les principaux facteurs influençant sur le processus de séparation de la pâte aux huiles de grignon d'olive.....	24
2. Principales caractéristiques de l'huile de grignon d'olive.....	24
II. Expérimentation.....	25
1. Méthode.....	25
2. Résultats.....	28
3. Interprétation.....	31
Conclusion.....	33

Introduction

Le marché industriel des huiles au Maroc devient de plus en plus diversifié, concurrentiel et exigeant impliquant des intervenants qui deviennent de plus en plus nombreux. Cette situation oblige les huileries nationales et notamment la société industrielle oléicole de Fès (SIOF) à améliorer leurs performances de manière permanente, pour s'adapter aux besoins du marché.

Consciente de ces contraintes, la SIOF essaye de s'améliorer constamment afin d'augmenter la productivité et la disponibilité des moyens de production.

L'objectif de ce stage est de compléter notre formation théorique par des applications pratiques, il permet donc de passer du monde étudiant au monde professionnel, d'acquérir de nouvelles connaissances, d'appréhender de nouvelles techniques, de développer notre spécialité, d'être un élément actif dans l'entreprise et donc de développer l'esprit de responsabilité et d'initiation.

Ce rapport contient trois volets :

Le premier concerne la présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique.

Le deuxième volet décrira le processus de production, le conditionnement et les analyses effectuées au sien de la SIOF, et le troisième présente la recherche que j'ai effectuée au sien du laboratoire concernant l'impact de la température de la soude sur le rendement de l'huile de grignon d'olive.

Chapitre I

Aperçu sur la société SIOF

1. Historique

Créée en **1961** sous forme d'une société à responsabilités limitée (S.A.R.L), la SIOF 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 de l'huile de grignon et la conserve des olives.

En **1966**, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12000 tonnes/an.

En **1972**, la société a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour le remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (½ L, 1L, 2L, 5L).

En **1977**, cette nouvelle installation a permis à la société de devenir un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits.

En **1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du Royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

En **1980**, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30000tonnes par an.

A partir de **1985**, elle s'est transformée en une société anonyme (S.A) avec un capital de 51millions de dirhams 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.

1994 : recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part de marché.

2003-2004 : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (type de plastique), pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L 2L et 5L [1].

2. Activité de la société

La SIOF 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.

La SIOF dispose de quatre sites industriels :

- Le premier se situé à la zone industrielle **Sidi Brahim**, il s'étend sur une superficie de 20000 m², et s'occupe de la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- Le deuxième se situé à la zone industrielle de **Dokkarat**, il occupe une superficie de 12000 m², assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le troisième site nommé Domaine **ELHAMD** : situé à **TAWJTAT**, il s'occupe de l'extraction de l'huile de grignon.
- Le dernier site est **LMAASSRA** ou SIOF2, qui a pour activité la trituration des olives.

L'activité de la **SIOF** était simplement la trituration des olives et le conserve d'olive.

La SIOF a pour activité aujourd'hui le raffinage des huiles alimentaires, la pression d'olive en continu et en classique, l'extraction d'huile de grignon, la transformation des matières en plastique (bouteilles, bidons, bouchons) et conserves d'olives.

L'huile d'olive et les conserves sont exportés à 90 % vers différents pays d'Europe et aux ETATS UNIS, la SIOF comprend quatre dépôts à savoir : Casablanca, Marrakech, Oujda et celui de Oued-zem.

3. Produits fabriqués par la SIOF

La SIOF produit une large gamme de produits qui lui permet de toucher une large partie des consommateurs sur le marché.

Les quatre catégories d'huile produites par la SIOF sont :

- « **SIOF** » : huile de table raffinée à base de soja.
- « **FRIOR** » : huile de tournesol raffinée
- « **MOULAY IDRIS** » : huile d'olive vierge courante
- « **ANDALOUSSIA** » : huile de grignon et d'olive raffinée.



L'huile d'olive

L'huile d'olive est la matière grasse extraite des olives (fruits de l'olivier) lors de la trituration dans un moulin à huile (figure1). Elle est un des fondements de la cuisine méditerranéenne.

Elle a des propriétés bénéfiques pour la santé, notamment sur le plan cardio-vasculaire, grâce à sa teneur en vitamine A, vitamine E et en acides gras monoinsaturés.

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.

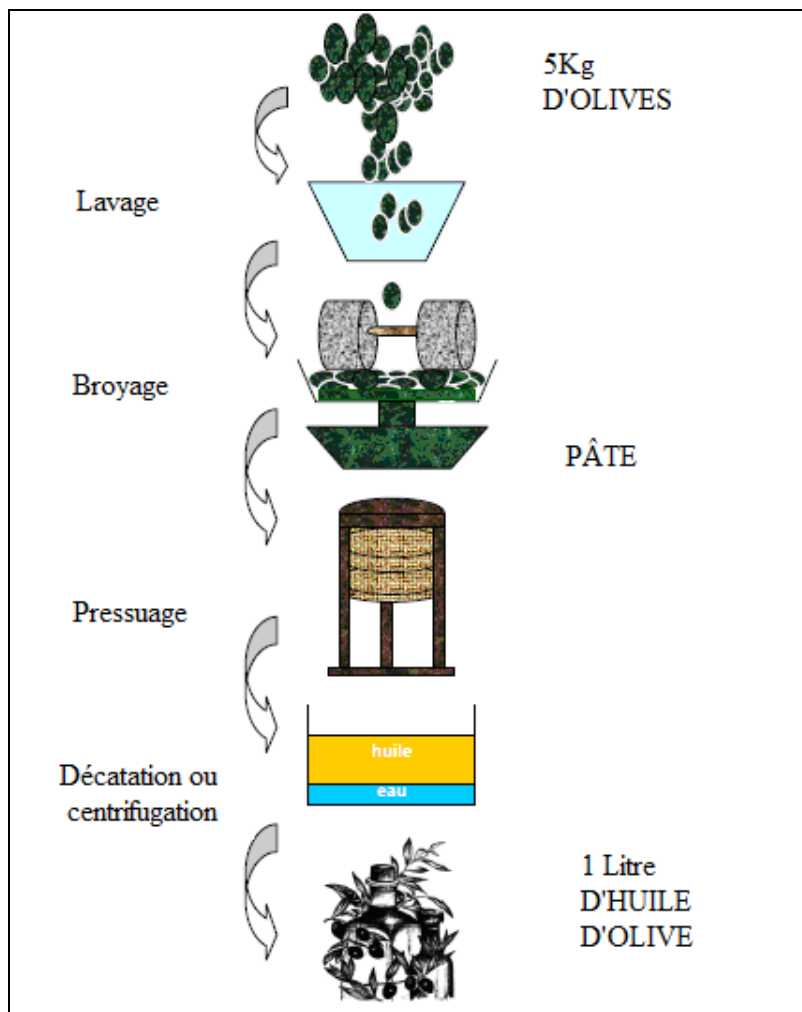


Figure 1 : Procédé industriel de fabrication de l'huile d'olive

Huile de grignon

Lorsqu'on extrait l'huile d'olive, il en résulte un sous-produit, le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système utilisé.

Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon.



Huile de soja

L'huile de soja est extraite des pois par broyage ou par extraction chimique.

C'est une matière première intéressante parce qu'elle est chimiquement souple, abondante et renouvelable.



L'huile de soja est une huile riche en acides gras polyinsaturés. Elle contient aussi de la lécithine qui a une action hypocholestérolémiante.

Huile de tournesol

L'huile de tournesol est une huile végétale obtenue à partir des graines de tournesol à partir d'une pression à froid.

Elle est composée à 98% de triesters d'acides gras. Le reste contenant entre autres des stérols (β -sitostérol) et du tocophérol (vitamineE).

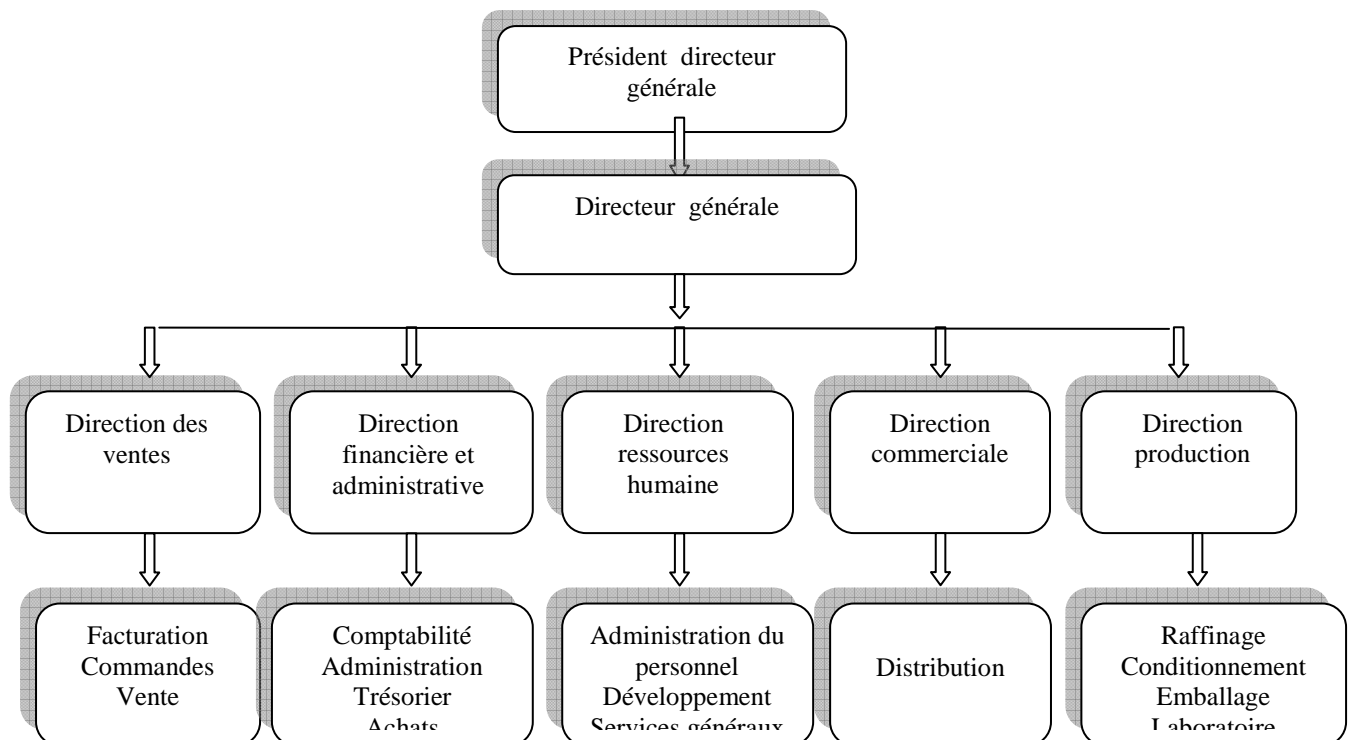


La composition en acides gras de l'huile de tournesol utilisée pour l'alimentation humaine est la suivante (en pourcentage massique):

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

4. Organigramme

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



Chapitre II

Processus de production

I. Procédé industriel de raffinage chimique

1. L'huile

Définition :

L'huile est un terme générique désignant des matières grasses qui sont à l'état liquide à température ambiante et qui ne se mélangent pas à l'eau.

Les huiles sont des liquides gras, visqueux, d'origine animale, végétale, minérale ou synthétique. Elles se différencient des graisses qui sont pâteuses dans les conditions normales d'utilisation.



Composition :

L'huile est composée de :

- Les acides gras libres

Les acides gras libres ne sont pas fixés à une molécule de glycérol et sont des lipides peu assimilables par l'homme.

La teneur d'une huile en acide gras libre s'exprime par l'acidité oléique. Le raffinage permet notamment de retirer ces acides gras libres.

- L'insaponifiable

Fraction qui ne peut pas être transformée en savon.

Il est composé suivant les huiles de :

- Vitamines (A, D, E sous forme de tocophérols)
- Différents stérols (l'analyse de ces composants donne une carte génétique de l'huile et permet une identification sûre des huiles)
- Des cires

- D'hydrocarbures naturels (carotène, squalène,...)

- Les triglycérides

Un triglycéride est composé de 3 acides gras fixés sur une molécule de glycérol. Les acides gras sont composés d'une chaîne d'atomes de carbone (6 à 24), sur ces atomes de carbone sont fixés des atomes d'hydrogène.

2. Principe du raffinage

Le raffinage constitue une étape clef de la technologie de production des huiles et corps gras naturels d'origine végétale ou animale, permettant d'obtenir une qualité conforme aux exigences.

Le raffinage est une série de traitements de purification effectués le plus souvent en continu et ayant pour but de débarrasser les huiles brutes des impuretés diverses qu'elles contiennent. En effet, elles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines) d'autres sont nuisibles à leur qualité ou à la santé (phospholipides, gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants...).

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés nocifs afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques les meilleures possibles.

Le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sûr du savoir faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des corps gras glycériques. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras brut les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables, sans dégrader ou perdre les constituants utiles, tels que les acides gras poly-insaturés, les stérols ou la vitamine E.

Le raffinage est une technologie relativement récente qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire.

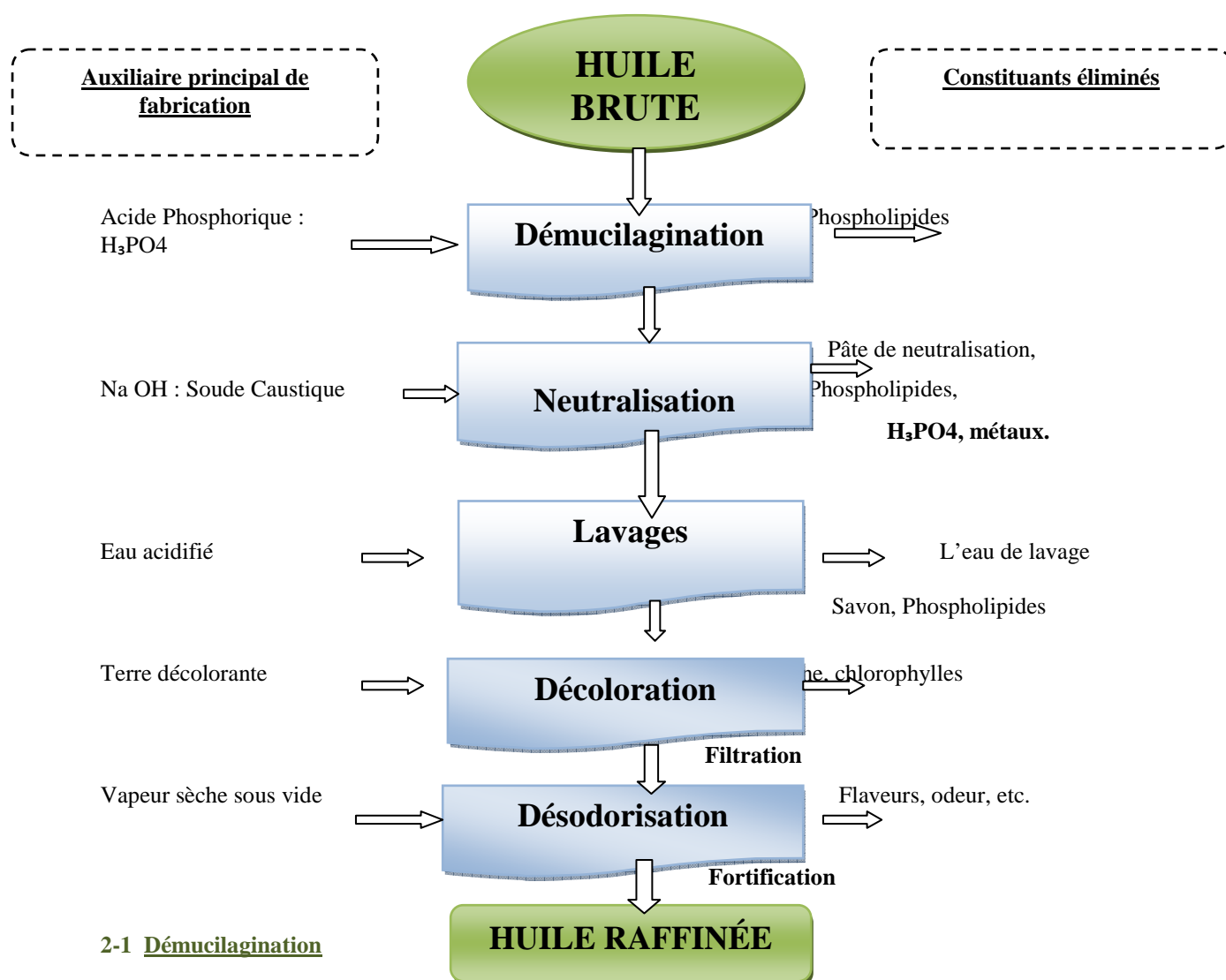
Différents procédés peuvent être utilisés pour le traitement des huiles. Nous examinerons le procédé utilisé à la société oléicole SIOF, pour obtenir une huile de bonne qualité, ce procédé est le RAFFINAGE CHIMIQUE.

Les étapes du raffinage chimique

Les huiles brutes sont des huiles importées à partir d'autres pays (Canada, Brésil, Argentine, Europe...), transportées au moyen des navires jusqu'au port de Casablanca où le laboratoire officiel effectue des analyses sur des échantillons représentatifs puis les huiles seront stockées dans COSTOMA (compagnie de stockage marocaine) les huiles sont transportées et pompées dans des réservoirs situés à l'entrée de l'usine, dans le laboratoire de SIOF, les mêmes analyses sont réalisées pour confirmer les résultats trouvés, puis les huiles passent au raffinage pour la purification.

Les différentes étapes du procédé de raffinage (Figure 2) sont les suivantes :

Schéma général du procédé de raffinage :



Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute, les phospholipides, les lécithines, les pigments, les impuretés mécaniques.... L'ensemble de ces produits est souvent désigné sous le nom de gommes, qui sont nuisibles à la santé, à la conservation et aux opérations du raffinage de l'huile, ces gommes sont hydrolysées grâce à un acide et se détachent alors des triglycérides.

L'ensemble des phospholipides et des gommes est dénommé "mucilage". La présence de ces substances dans l'huile entraîne un certain nombre d'inconvénients :

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

Par ailleurs, l'élimination incomplète des composés phosphorés peut avoir comme conséquence de créer des difficultés dans les étapes ultérieures du raffinage : émulsion, désactivation de la terre décolorante et colmatage rapide des filtres, inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation.

Dans la société SIOF, l'opération de démucilagination se fait comme suit :

- ✚ L'huile brute venant du bac de stockage appelé cuve de lancement. Filtrée dans un filtre à double corps (figure 3) contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les substances grossières.



Figure 3 : Filtres à poche

- ✚ Après, l'huile est chauffée à 90°C par la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette opération visant à diminuer la viscosité est suivit d'un pompage par deux pompes, l'une continue et l'autre à variation de vitesse dans un échangeur de chaleur tubulaire.
- ✚ Ensuite, l'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique commercial par une pompe doseuse (figure 4) à raison de 1 à 3 %. l'huile et l'acide passent alors dans le bac de contact pendant 15 à 20 min.

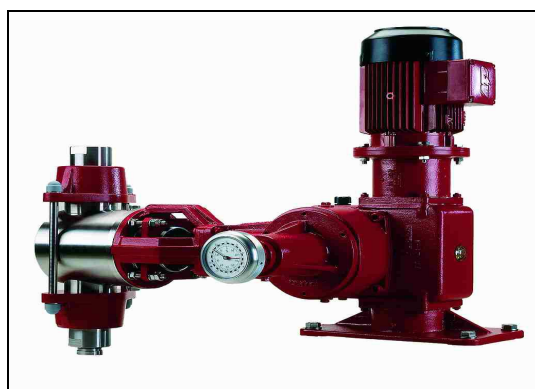


Figure 4: Pompe doseuse

Quelque soit l'agent de démulcification employé, le rendement de l'opération dépend généralement de :

- **La température** : une élévation de la température favorise la rupture de l'émulsion d'où une meilleure élimination des mucilages et une diminution des pertes. Cependant, une augmentation excessive de la température risque de dégrader les mucilages et affecter la couleur de l'huile. La température ne doit pas dépasser 90°C.
- **Le temps** : il est variable selon la quantité de mucilages dans l'huile brute. Il doit être d'ordre de 15 à 20 min.
- **L'agitation** : une bonne agitation augmente la surface de contact et le passage des mucilages dans la phase aqueuse.

Pour l'huile de grignon et du tournesol, l'opération se fait semblablement sauf qu'elles seront refoulées directement vers la cuve de lancement sans recevoir de l'eau puis chauffage.

2-2 Neutralisation

Il convient également d'éliminer de l'huile les acides gras libres qui lui donnent un mauvais goût et nuisent à sa conservation. La neutralisation à la soude reste de loin la méthode la plus employée pour séparer les acides gras libres.

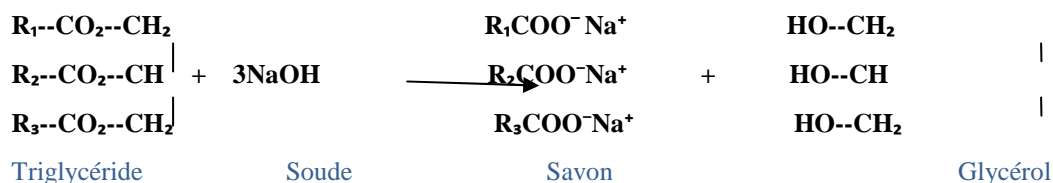
La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément pâtes de neutralisation. La réaction de saponification est la suivante :



Les conditions de concentration et de quantité de soude sont très importantes car une fausse quantité de soude peut entraîner des conséquences :

- Une faible quantité de soude ajoutée permet la présence des acides gras libres dans l'huile de neutralisation ce qui augmente l'acidité d'huile.

- Un excès de soude peut non seulement neutraliser les acides gras, mais aussi attaquer l'huile neutre par une saponification parasite ce qui va diminuer le rendement selon la réaction suivante :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude qui s'il est mal dosé peut entraîner des pertes importantes par saponification parasite.

A l'aide d'une pompe doseuse (Figure 4), la soude est injectée dans l'huile provenant du bac de contact, après le mélange d'huile et de soude passent dans un mélangeur (Figure 5). L'huile est refoulée vers une centrifugeuse auto-débourbeur (4700 tour/min) qui assure la séparation de l'huile des pâtes de neutralisation.



2-3 Lavage

Cette opération permet d'éliminer les savons et la soude en excès, qui sont encore présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux étapes. Il faut utiliser de l'eau décalcifiée chaude (température de l'eau supérieure à celle de l'huile de 10°C). L'eau de premier lavage est ajoutée par une pompe doseuse pour la mélanger avec l'huile dans un mixeur. Le mélange d'huile et d'eau est séparé par une centrifugeuse autodebourbeur.

L'huile est additionnée à nouveau avec l'eau acidifiée par l'acide citrique (0.03%). Et le mélange est ensuite séparé par centrifugation.

2-4 Séchage

Le séchage sert à réduire l'humidité de l'huile (0.5 à 0.7%) à moins de 0.08%, car la présence des traces d'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

La technique de séchage est simple : L'huile sortante de lavage (90°C) est pulvérisée dans un tour verticale maintenue sous vide à une pression de 60mmHg.

2-5 Décoloration

Après le séchage, l'huile passe à la décoloration qui n'est pas un critère de qualité, mais 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 des terres décolorantes du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances.

L'huile séchée se sépare en deux :

- Une première partie de 10% de l'huile séchée est acheminée vers un bac dans lequel on ajoute de la terre décolorante.
- La deuxième 90% d'huile restée est chauffée par un échangeur thermique à plaque (100°C) et rejoint l'autre 10% d'huile. Ensuite le mélange passe dans un décolorateur composé de 2 compartiments dans lesquels la vapeur (110°C) circule dans un serpentin avec un agitateur qui augmente la surface de contact

- **Remarque :**

Pour l'huile de grignon, la décoloration se fait par du charbon actif car il est plus efficace.

2-6 Filtration

L'huile qui sort de la décoloration passe à la filtration. Cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

Au sein de la SIOF, l'huile sortante du décolorateur doit être débarrassée de la terre qu'elle contient en suspension, pour cela, l'huile passe tout d'abord dans un gros filtre à plaque, puis dans deux autres filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matière en suspension. L'huile est ensuite stockée dans un réservoir

2-7 Désodorisation

La désodorisation produit une huile à saveur neutre qui ne transmet pas d'odeur. Spécifique aux aliments. Ce procédé éliminé aussi les restes de substances (acide gras) susceptibles de faire rancir l'huile, ce qui prolonge sa durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Les huiles neutralisées et décolorées obtenus présentent une odeur et un goût particulier de part leur origine et aussi en raison des traitements effectués pendant le raffinage. Le but de cette étape est donc d'effectuer un entraînement des produits odoriférants (aldéhydes, cétones...) en même temps que les acides gras volatils sans altérer les triglycérides. Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevée avec injection de vapeur.

Après la filtration, l'huile arrive avec une température de 70°C elle passe dans une série d'échangeurs pour que sa température soit atteigne 240°C. Puis l'huile est acheminée vers le désodoriseur (figure) où on injecte de la vapeur sèche dans l'huile qui est maintenue sous vide. Il s'agit donc d'un entrainement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile.

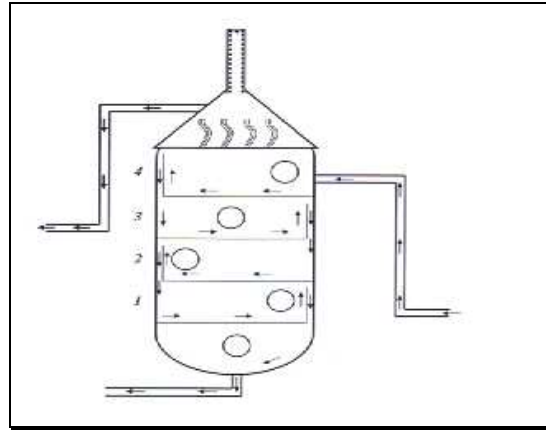


Figure 6 : Désodoriseur

2-8 Fortification

La désodorisation produit une huile à saveur neutre qui ne transmet pas d'odeur. Spécifique aux aliments. Ce procédé élimine aussi les restes de substances (acide gras) susceptible de faire rancir l'huile. Ce qui prolonge sa durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Après sa désodorisation à l'aide d'une pompe doseuse, la SIOF enrichie ses huiles de la vitamine A et D₃. Ces vitamines sont d'abord mélangées dans de petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injecter, à la fin l'huile raffinée est pesée, puis stockée dans des citernes sous azote pour éviter l'oxydation.

3. Conditionnement et emballage

Le conditionnement constitue la dernière étape du processus de production, où l'huile raffinée se remplit dans des bouteilles et / ou bidons qui s'emballent dans les cartons ensuite dans des palettes et se déposent dans le stock des produits finis.

La SIOF dispose de deux lignes pour la fabrication des bouteilles du PET à partir de préformes et leurs remplissage et emballage dans des caisses de carton :

- Une ligne 1/2L et 1L PET
- Une ligne 2L et 5L PE et PET (PE : Polyéthylène ; PET : Polyéthylène téréphtalate).

L'ensemble des opérations permettant la mise en bouteilles, l'étiquetage et l'emballage de l'huile s'appelle conditionnement. La société est équipée de différentes machines françaises et italiennes [1].

L'enchaînement de ces opérations (figure 11) [10] à partir du remplissage des bouteilles jusqu'à la mise en carton en stock des caisses peut être représenté par la figure suivante :

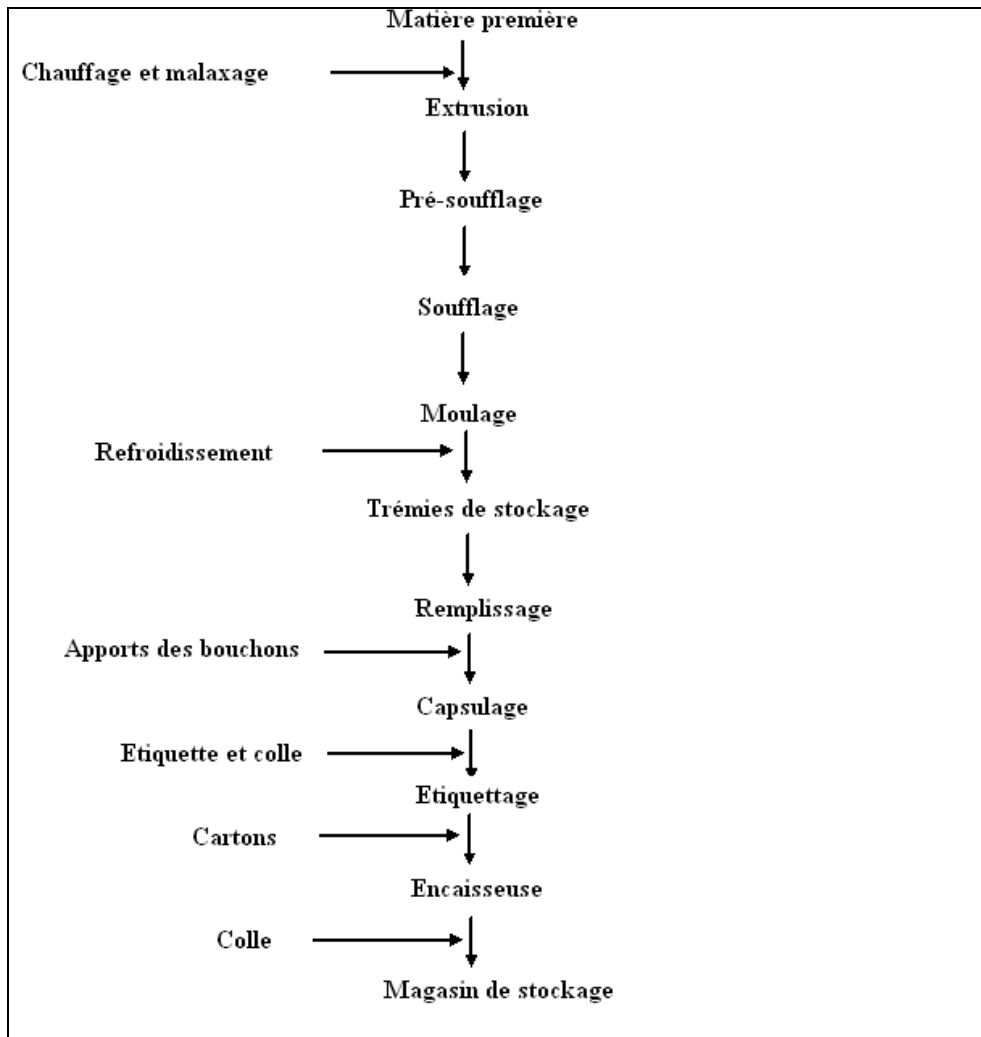


Figure 11 : Procédure d’emballage et de conditionnement

Remarque :

Le soufflage est une première étape qui contient plusieurs sous étapes:

- **Chauffage :** Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes à IR pour que la matière devienne moulable.
- **Étirage :** Un étirage par une tige d’élongation qui donne à la bouteille la hauteur prévue.
- **Présoufflage :** Le présoufflage avec une pression de 7 bars, s’effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.
- **Soufflage :** Le soufflage à une pression de 40 bars.
- **Dégazage :** À l’aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l’air qui donne la forme finale à la bouteille.

Une fois les bouteilles soufflées sont obtenus ils sont acheminés par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse [1].

4. Analyses effectuées au sein de la SIOF

Le rôle du laboratoire de la SIOF, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée, la société a le souci permanent de fournir une bonne huile à une large clientèle, c'est pour cela qu'elle effectue toutes sortes d'analyses visant à garantir ses produits, soit sur demande dans le cas d'un phénomène anormal, soit dans un intervalle de temps régulier (deux fois par jour) afin de suivre la qualité du raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

Les principales analyses effectuées au laboratoire de la SIOF sont les suivantes:

Echantillon	Analyses
Huile brute (B)	Acidité, taux d'impuretés
Huile déémucilaginée (M)	Acidité
Huile neutralisée (S1)	Taux de savon, acidité, excès de soude
Pâte de neutralisation	Acidité
Huile séchée (HS)	Taux de savon, acidité, taux de phosphore
Huile filtrée (F)	Acidité
Entrée de désodoriseur (ED)	Acidité, savon
Sortie de désodoriseur (SD)	Acidité, savon, transmission
Conditionnement	Acidité, taux de phosphore, indice de peroxyde
Eau de chaudière	La dureté totale
Maturateur	Acidité, taux de savon

Chapitre III

*L'impact de température de
la soude au niveau de la
neutralisation sur le
rendement de l'huile grignon
d'olive*

I. L'objectif :

L'objectif du raffinage chimique, est de produire de l'huile raffinée avec une qualité acceptable avec une perte minimale de matière ou un rendement maximal dans le procédé de raffinage.

Pour cela, il faut utiliser un excès minimal de soude caustique, qui permet d'obtenir une qualité acceptable de l'huile et de réduire au minimum la saponification de l'huile neutre. Par conséquent, le contrôle du processus de raffinage de l'huile est important pour minimiser les pertes en matières.

1- Les principaux facteurs influençant sur le processus de séparation de la pâte aux huiles de grignon d'olive.

- ❖ La température de la soude utilisée.
- ❖ La concentration de la soude en degré Baumé (°Bé).
- ❖ La quantité de la soude qu'il faut ajouter.
- ❖ La température de l'huile située entre 85-90°C.

2- Principales caractéristiques de l'huile de grignon d'olive.

	Huile de grignons d'olive brute	huile de grignons d'olive raffinée	Huile de grignons d'olive
Odeur et saveur		Acceptable	Bonne
Couleur		Claire jaune à jaune brun	Claire jaune à vert
Aspect à 20°C pendant 24h		Limpide	Limpide
Acidité libre % m /m exprimée en oléique	Non limitée	≤ 0,3	≤ 1,0
L'indice de peroxyde		≤ 5	≤15

Teneur en eau et en matières volatiles % m/m	$\leq 1,5$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
Teneur en impuretés insolubles dans		$\leq 0,05$	$\leq 0,05$

II. Expérimentation

Mon travail est divisé en deux étapes :

- La 1^{ère} est basée sur le phénomène de neutralisation. Dans cette étape on consiste à éliminer les acides gras libre par la soude caustique.
- La 2^{ème} étape où la formation des savons, et consiste à séparer la pâte de neutralisation aux l'huile.

J'ai travaillé avec deux concentration (34 et 38°Bé) en fonction de température, depuis 15°C jusqu'à 80°C.

1- Méthode :

a- préparation de la pâte :

★ Définition :

Dans cette étape qui est caractérisée par la formation des savons à partir de la réaction de neutralisation est une réaction chimique transformant un ester en un ion carboxylate et un alcool. Il s'agit en fait de l'hydrolyse en milieu basique d'un ester.

★ Le mode opératoire :

- On introduit 200g de l'huile brute dans un bécher, on laisse l'huile chauffé jusqu'à atteindre une température environ 85°C, on ajoute la quantité nécessaire de la soude avec une température choisie, puis on laisse le mélange agiter jusqu'à l'apparition de deux phase (huile neutralisée et la pâte).
- on laisse le mélange pour la filtration.

b- Acidité de l'huile neutralisation :

★ Définition :

C'est la quantité d'acides gras libre exprimée en acide oléique présente dans 100g de matière grasse (le degré d'acidité).

★ Le mode opératoire :

- met dans un ballon 100ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénophtaléine.
- On neutralise l'alcool par KOH (0.1 N) => coloration rose.
- On ajoute une quantité d'huile à analyser (huile brute, huile neutre).
- On agite un peu et en obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0.1N) => coloration marron.

L'acidité est calculée par :

$$\text{Acidité} = \frac{N \times V \times 282 \times 100}{PE \times 1000} = \frac{V \times 2,82}{PE} (\%)$$

- V : volume de KOH versé en L.
- N : normalité de KOH (0,1 N).
- M : masse molaire s'acide oléique (282 g / mol).
- PE : masse de la prise en essai.

➤ L'acidité de l'huile de grignon d'olive neutralisé doit être ≤ 2 %.

c- L'acidité de la pâte de neutralisation :

★ Définition :

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

★ Le mode opératoire :

On introduit environ 10 g de la pate dans un ballon, on ajoute 40 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 chauffer 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 organique 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 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 détermine l'acidité de la pate en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pale.

- Acidité de la pate doivent être ≥ 60 %.

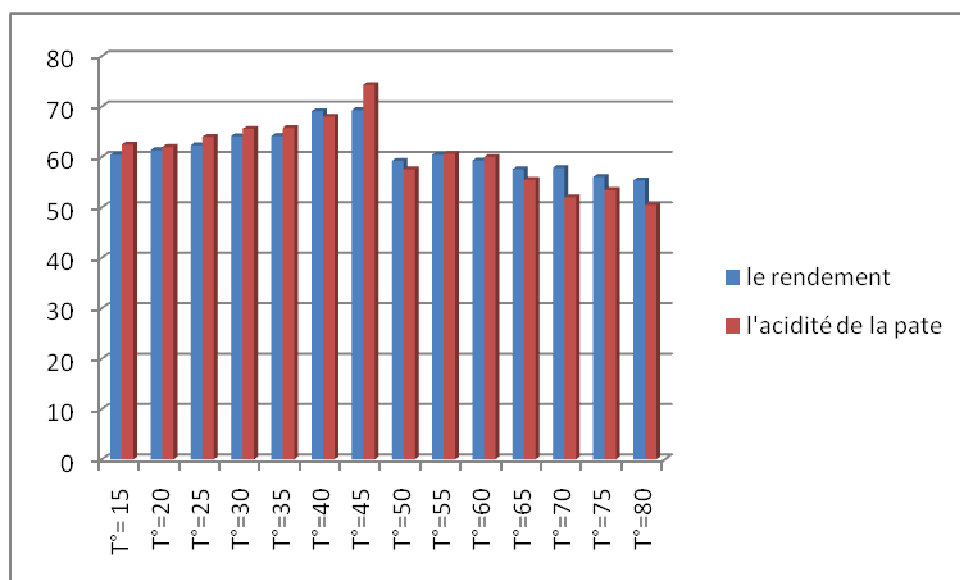
2- Résultats :

- **Pour la concentration : 38 Bé**

Température de la soude (°C)	l'acidité de l'huile neutre	l'acidité de la pate	la masse de matière grasse	le rendement (%)
15	2,5	62,5	120,93	60,47
20	2,4	62	122,73	61,37
25	2,2	64	124,74	62,37
30	1,99	65,6	128,29	64,15

35	1,9	65,8	128,34	64,17
40	1,88	68	138,2	69,10
45	1,82	74,3	138,59	69,30
50	2,4	57,55	118,48	59,24
55	2,16	60,64	120,93	60,47
60	2,35	53,43	118,64	59,32
65	2,57	55,5	115,2	57,60
70	2,55	52	115,69	57,85
75	2,77	52,41	112,1	56,05
80	2,6	50,46	110,73	55,37
la masse initiale = 200g				

Tableau 1 : Représente la variation de l'acidité et le rendement en fonction de la température de la soude.



Observation :

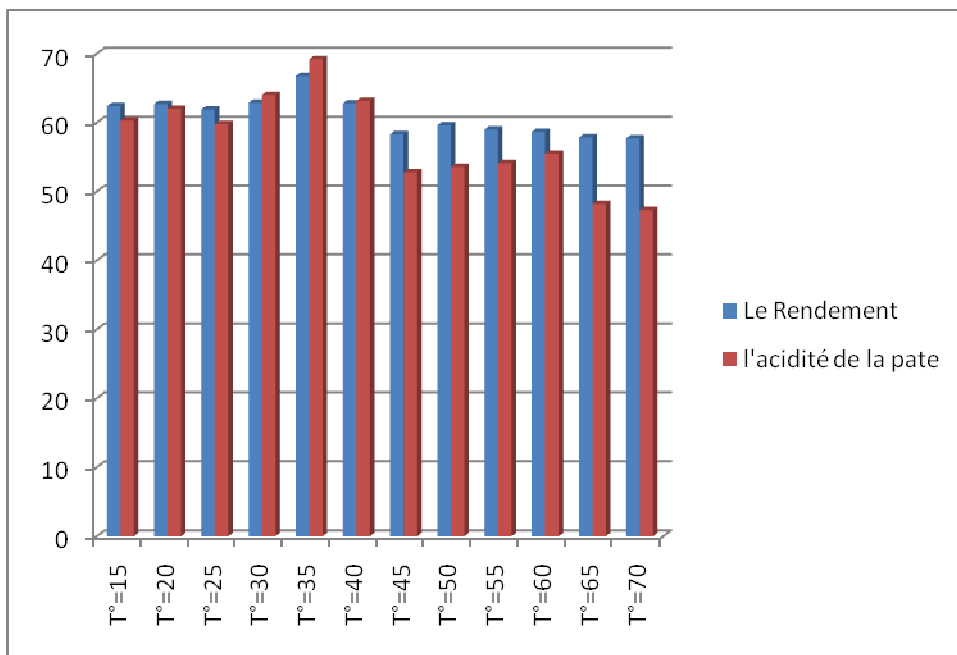
D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte et le rendement augmentent avec la température jusqu'à 45°C après ils diminuent, donc on peut dire que la bonne séparation s'effectue à 45°C où le rendement et l'acidité de la pâte sont les plus élevés.

➤ Pour la concentration : **34°Bé**

Température de la soude (°C)	l'acidité de l'huile neutre	l'acidité de la pâte	la masse de matière grasse	le rendement (%)
15	2,3	60,13	124,76	62,38
20	2,25	62	125,38	62,69
25	2,18	59,8	123,8	61,90
30	2,21	64	125,71	62,86
35	1,93	69,2	133,52	66,76
40	1,9	63,16	125,57	62,79

45	2,4	52,78	116,64	58,32
50	2,3	53,59	119,04	59,52
55	2,26	54,13	118,03	59,02
60	2,19	55,5	117,27	58,64
65	2,45	48,19	115,7	57,85
70	2,69	47,3	115,4	57,70

Tableau 2 : Représente la variation de l'acidité de la pâte et le rendement en fonction de la température pour 34°Bé.



Observation :

D'après les résultats obtenus on observe que l'acidité de la pâte et le rendement augmentent avec la température jusqu'à 35°C après ils diminuent, donc on peut dire que la bonne séparation s'effectue à 35°C où l'acidité de la pâte et le rendement sont plus élevés.

3- Interprétation

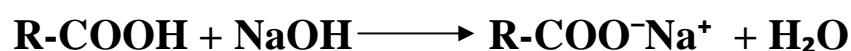
★ **Pour la concentration de 34°Bé :**

D'après les l'histogramme de (34°Bé) on remarque que :

- Le rendement en huile neutre augmente en fonction de la température de la soude, jusqu'à la température de 35°C avec un rendement maximum.
- En suite, lorsque la température de la solution de NaOH dépasse le 35°C, on remarque que le rendement en huile neutre diminue.

On peut expliquer ceci par :

- La première phase, (entre 15 et 35°) il y a neutralisation des A.G libres par NaOH.



La deuxième phase (entre 35_ 70°c) en plus de la réaction de neutralisation des A.G.L il y a hydrolyse de triglycérides constituants majoritaire de l'huile (98%), ce qui montre une diminution du rendement.

★ **Pour la concentration de 38°Bé :**

Les même remarques et explication faites pour le NaOH 34°Bé sont valables pour le NaOH 38° bé.

Mais en peut remarque que, la solution de NaOH (38 Bé) est plus intéressante que NaOH (34 Bé) on a un rendement de l'huile neutre est meilleur que celui de NaOH (34°Bé).

Conclusion

Durant notre période de stage au sein d'unité de laboratoire. On a pu établir de bonnes relations et de belles rencontres avec différentes catégories de personnel de la SIOF.

On a pu mettre en considération de belles et prestigieuses valeurs telles que : la conscience professionnelle, le respect d'abord de soi-même et ensuite des autres, responsabilité, la concertation, collaboration, l'assiduité, l'esprit d'équipe et de recherche, tous ça avec une grande facilité d'intégration dont l'humeur et la sincérité ne font qu'un.

Ce stage nous a permis :

- Identifier l'importance de la qualité dans le domaine agroalimentaire.
- Avoir un esprit d'analyse de qualité.

D'autre part le sujet que j'ai choisi m'a permis de confronter à des situations réelles et c'était une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe et de participer aux travaux de laboratoire à l'évolution de la société.