

Master Sciences et Techniques CAC Agiq

Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Optimisation du Procédé de la Décoloration de l'Huile de Tournesol par la Méthode des Plans d'Expérience

Présenté par:

Mlle ZAIR Soukaina

Encadré par:

- Pr. BOUAYAD Abdessalam de la FST Fès

- Mlle FARROUDI Fatima de la SIOF

Soutenu Le 23 Juin 2015 devant le jury composé de:

- Pr. BOUAYAD Abdessalam

- Pr. HAOUDI Amal

- Pr. ALILOU EL Houssine

Stage effectué à : société industriel oléique de Fès : SIOF



Remerciement

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire du contrôle de qualité de la société industriel oléique de Fès la SIOF

*J'exprime ma profonde gratitude à mon encadrant, Professeur **BOUAYAD Abdessalam**, pour tous les efforts qu'il a consenti tout au long de l'élaboration de ce modeste travail. Ses encouragements, ses précieux conseils et la confiance qu'il a m'a toujours témoigné m'ont été d'une grande aide.*

*Je tiens à remercier très sincèrement Professeur, **ALILOU EL Houssine** et professeur, **HAOUDI Amal** professeurs a la faculté des sciences et technique de Fès, pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'examiner ce travail et participer à ce jury.*

*Aussi Je tiens à remercier tous les professeurs qui m'ont formé depuis mon entrée à la Faculté des sciences et Techniques de Fès et plus particulièrement **Pr. El MESTAPHA El Hadrami** responsable de la filière CAC Agiq*

***Pr. IHSSANE CHOUAIB** pour ces conseils et ces aide depuis le premier jour au cycle Master CAC AGIQ ainsi que pendant la période de mon stage.*

*Et enfin je remercie tous les membres de SIOF FES et très spécialement **Mlle Fatima EL FARROUDI** pour ces énorme aide et service, et tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'enrichissement de ce rapport qu'il soit l'expression de mes grandes salutations et profond respect.*



Dédicaces

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail à :

A mes chers parents

Saida et Driss

Veillez trouver dans ce travail ma gratitude ma sincère reconnaissance pour vos sacrifices sans limites que vous avez consenti pour mon éducation votre compréhension votre affection débordante Dont vous m'avez toujours entouré. Je vous aime du fond du cœur Qu'Allah vous garde

A mes chers sœurs et frères

L'entente qui nous unit m'a toujours rendu fier de vous que ce travail soit le témoignage de la profonde affection que j'ai pour vous et Allah vous procure tout le bonheur et la réussite dans votre vie familiale et professionnelle.

A mes plus chers personnes au monde : mes honorables amis et membres de famille

Tous les mots de remerciement de reconnaissance et de gratitude ne seront pas suffisants pour vous exprimer ce que j'éprouve pour chaque personne parmi vous

Je vous aime énormément et inconditionnellement.

Et à Tarek Houasli

Nul mot ne saurait capable d'exprimer à sa juste valeur le profond respect, l'amour et la gratitude que je porte envers vous. Rien au monde ne pourrait compenser tout ce que vous avez fait pour moi.

Je saisis cette occasion et je vous dédie mon travail qui traduit ma gratitude et les sincères remerciements pour votre bienveillance.



Abréviations

SIOF : société industrielle oléicole de Fès

S.A : société anonyme

MPE : méthode des plans d'expériences

% TD : pourcentage de la terre décolorante

TT : type de la terre décolorante

TS : temps de séjour

T° : température

U.E : l'Union européenne

CPG : chromatographie en Phase Gazeuse

HPLC : Chromatographie Liquide Haute Performance.

PHED : Polyéthylène Haute Densité



liste des tableaux

❖	Tableau 1 : Gamme de produit de la SIOF.....	10
❖	Tableau 2 : Fiche technique de la SIOF.....	11
❖	Tableau 3 : Composant éliminer a la neutralisation.....	14
❖	Tableau 4 : Composant éliminer au lavage.....	14
❖	Tableau 5 : Composant éliminer pendant le séchage.....	15
❖	Tableau 6 : Composant éliminer pendant la décoloration.....	15
❖	Tableau 7 : Composant éliminer pendant la désodorisation.....	16
❖	Tableau 8 : Composant à éliminer pendant la fortification.....	17
❖	Tableau 9: Composition de l'huile de Tournesol en acides gras.....	28
❖	Tableau 10 : Caractéristique de l'huile séchée.....	29
❖	Tableau 11 : Contrôle de l'acidité de l'huile à décolorer.....	30
❖	Tableau 12 : Domaine expérimental.....	31
❖	Tableau 13: Résultats expérimentaux de l'effet de type de terre PROACTIF et SEPIGEL sur la décoloration d'huile de tournesol.....	34
❖	Tableau 14 : Domaine de l'étude.....	35
❖	Tableau 15 : Matrice d'expériences.....	35
❖	Tableau 16 : Plan d'expérimentation.....	36
❖	Tableau 17 : Coefficients du modèle.....	37
❖	Tableau 18: Analyse de la variance.....	38
❖	Tableau 19 : Essai récapitulatifs	40



liste des figures

liste des figures

Figure 1 : Schéma général du raffinage	18
Figure 2: Souffleuse SIDEL	20
Figure 3 : Remplisseuse SERAC.....	20
Figure 4 : Etiqueteuse KORNES.....	21
Figure 5 : Casseuses SAMOVI.....	21
Figure 6 : Diagramme cause et effet : Ishikawa	27



Sommaire

INTRODUCTION GENERALE.....	6
PRESENTATION ET ACTIVITE DE LA SOCIETE.....	8
1. Introduction de la SIOF	9
2. Identification de l'Entreprise.....	11
3. Raffinage des huiles	13
a- Objectif du raffinage	13
b- Description du processus de raffinage.....	13
4. Conditionnement des huiles	19
5. Contrôles qualité des huiles	22
OPTIMISATION DE LA DECOLORATION DES HUILES	
Introduction.....	24
1. Processus de la décoloration.....	25
2. Les paramètres influençant le processus de décoloration.....	25
a- Description des principaux facteurs influençant le processus de décoloration.....	25
b- Le diagramme de causes et effet	27
c- Les caractéristiques de l'huile de tournesol	28
3. Démarches générales pour la réalisation des expériences de la décoloration au laboratoire.....	30
4. Interprétation des résultats	37
a. Interprétation des résultats du plan.....	38
b. Validation statistique du modèle	38
c. Fonction désirabilité	39
d. Etude récapitulatifs	40
Conclusion	41
CONCLUSION GENERALE.....	43
ANNEXE	45



INTRODUCTION

GENERALE



Dans le cadre de ce projet de fin d'étude, nous avons été appelé à améliorer le raffinage de l'huile de tournesol par l'optimisation des processus de décoloration. Cette optimisation vise à trouver les conditions favorables à la production d'une huile bien décolorée et caractérisée par une transmittance supérieure à 28%.

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles alimentaires des impuretés présentes (pigment, pesticide....), à leur conférer un gout discret et à permettre leur bonne conservation. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes, et la décoloration est une étape importante du processus de raffinage, elle consiste à éliminer les matières colorantes présentes dans les huiles en ajoutant une terre activée.

Nous allons établir l'étude du procédé de la décoloration de l'huile de tournesol par la méthode des plans d'expérience afin de déterminer :

- ❖ Est-ce que vraiment le processus de décoloration peut être optimisé?
- ❖ Est ce qu'on peut déterminer les paramètres optimums ?

Pour le but de garantir une meilleure décoloration ainsi qu'une meilleure qualité organoleptique de l'huile de tournesol



PRESENTATION ET ACTIVITE DE LA SOCIETE



1. Introduction de la SIOF

La SIOF « **société industrielle oléicole de Fès** » est une société à vocation agroalimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserves des olives.

La SIOF dispose de deux sites industriels :

- **Le premier site** est le siège situé à la **zone industrielle de Dokkarat**, il occupe une partie de 12 000 m², assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires. Il dispose de 6 dépôts lui permettant une bonne distribution sur les différents points du royaume : Dépôt CASABLANCA, OUJDA, MARRAKECH, KENITRA, TANGER et Dépôt FES.
La SIOF compte un effectif de 213 personnes permanentes dans les deux unités. La capacité de production de 200 tonnes/jours, se fait 24h/24h et 7j/7j, en 3 équipes.
- **Le deuxième** situé à la **zone industrielle sidi Brahim**, il s'étend sur une superficie de 20 000 m², et il s'occupe de la production de conserves d'olives et de l'extraction d'huile de grignon.

- **Historique de la SIOF**

SIOF est créée en **1961** sous forme d'une société à responsabilité limitée (SARL), c'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 le conserve des olives.

1966 : SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12 000 tonnes/an.

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 (1/2L, 1L, 2L, 5L).

+1977 : cette nouvelle installation a permis de devenir un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits

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.

1980 : afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30 000 tonnes par an.

A partir de 1985 : elle s'est transformée en société anonyme (SA) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

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



2003-2004 : la société a installé deux chaînes de production des bouteilles de PET, Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L 2L et 5L.



• Activités de la SIOF

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

L'ensemble de ses activités s'est développé grâce à une série d'investissement tendant à intégrer au maximum

La production et de diversifier la gamme de ses produits. La SIOF a pour activité aujourd'hui le raffinage des huiles alimentaires, la pression d'olive en continu, l'extraction d'huile de grignon, conserves d'olives.

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

Les quatre catégories d'huiles produites par SIOF sont :

- ✓ SIOF en 1978 à base d'huile de soja raffinée
- ✓ FRIOR en 1992 à base de l'huile de tournesol raffinée
- ✓ MOULAY IDRIS en 1993 à base d'huile d'olive vierge courante
- ✓ ANDALOUSIA en 1996 à base d'huile de grignon d'olive

SIOF subit une forte concurrence sur les différentes zones du Maroc de la part des sociétés oléicoles comme : Lesieur Cristal, Les huileries de Sousse, Savola, Aicha... et détient 10% des parts du marché national des huiles de table.

Actuellement, l'environnement économique international connaît une profonde mutation suite aux différents changements intervenus sur la scène internationale (crise économique, libéralisation des échanges..) confrontant alors la société à une concurrence plus vite.

Tableau 1 : gamme de produit de la SIOF

<u>Catégorie des produits</u>	<u>Marque commerciale</u>	<u>Lancé sur le marché national</u>
Huile de soja raffinée	SIOF	1978
Huile de tournesol raffinée	FRIOR	1992
Huile de grignon d'olive raffinée	-	
Huile d'olive raffinée	-	
Huile d'olive vierge	MY DRIS	1993
Huile de grignon d'olive	ANDALOUSSIA	1996



2. Identification de l'Entreprise

Le tableau ci-dessous illustre la fiche technique de l'entreprise.

Tableau 2 : fiche technique de la SIOF

SOCIETE	SIOF,SA
Site	Dokkarrat
Adresse	29, rue Pictet, zone industrielle Dokkarrat, Fès
Activités	*raffinage des huiles alimentaires *fabrication des emballages *conditionnement des huiles alimentaires
CNSS	1700518
RC	13417
TEL	0535625952
FAX	0535628551
Viabilisation	réseaux d'eau potable, d'électricité, et de téléphone
Superficie totale	8298 m ²
Superficie couverte du locale	6041 m ²
Horaire	
*administration	8h à 12h / 14h30 à 18h30
*raffinerie	06h à 14h / 14h à 20h / 20h à 06h
*conditionnement	06h à 14h / 14h à 22h
Effectif	109 personnes : *79 personnes Usine *30 personnes administration





a- Objectif du raffinage

Les huiles brutes renferment un certain nombre d'impureté indésirable, responsable du goût et des odeurs désagréables. Le but du raffinage est de purifier ces huiles brutes végétales.

En effet, il consiste à éliminer au mieux ces composés nocifs afin d'obtenir la qualité correspondante aux normes en vigueur et de faciliter sa conservation.

Le raffinage chimique comprend une série de traitement ayant pour objectif de purifier l'huile des matières indésirables et d'aboutir à un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ces substances nocives. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes :

- Démucilagination
- Neutralisation
- Lavage et séchage
- Décoloration
- Filtration
- Désodorisation
- Refroidissement

b- Description du processus de raffinage

- Démucilagination

Parmi les impuretés des huiles brutes citant les mucilages qui sont des phospholipides (glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée) ainsi, cette huile brute contient en moyenne des teneurs en phosphore de l'ordre de 200ppm par conséquent cette étape est primordiale afin d'éviter tout problème lors du raffinage à savoir :

- L'oxydation de l'huile (les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation) et dégagement d'une odeur indésirable.
- Les pertes d'huiles au stade du lavage,
- La formation de la mousse au niveau du séchage,
- Le colmatage du filtre.

Le dégommeage consiste à disperser dans l'huile brute, chauffée environ 90°C de 0.1 à 0.3% d'acide phosphorique commercial à 85%, le mélange est ensuite acheminé vers un bac de contact où le mélange reste en contact de 20 à 30 minutes.

- Neutralisation

L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. Donc la neutralisation par la soude caustique élimine les acides gras sous forme de savons appelés « pâtes de neutralisation », qui comprennent outre les savons de mucilage, des colorants et des produits d'oxydation (difficile de s'en débarrasser par décoloration).

Durant ce traitement on prévoit deux types de réactions :



- La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique ajouté pour dégommer les huiles.
- La neutralisation des acides gras libres en formant les savons sodiques :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude. Et par la suite, cet excès peut produire une réaction nuisible, appelée « saponification parasite » durant laquelle les triglycérides se dégradent en glycérol et des savons sodiques :



Les principales phases de la neutralisation sont les suivantes : à la sortie du bac de contact, l'huile démulcinée est mélangée dans un malaxeur avec de la soude caustique de concentration varie entre 16 à 20°Bé, et injectée par une pompe doseuse. Ensuite le mélange est passé dans un séparateur centrifuge qui permet de séparer l'huile neutre de la pâte à savon.

Tableau 3 : composant éliminer a la neutralisation

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
• Neutralisation Alcaline NaOH	- Acide gras libres - Phospholipides résiduels - Matières colorantes réduites	Acidité : 0.03-0.06% Savons : 600 - 1200 ppm

- Lavage et séchage

➤ Lavage :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines(savon et soude en excès) présentes dans l'huile après la neutralisation, ainsi que des traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

Le lavage s'effectue en deux stades avec de l'eau adoucie.

1^{er} lavage :

L'huile neutralisée est chauffé à une température de 90°C, ensuite on y ajoute de l'eau chaude adoucie, à la même température que l'huile(90°C) pour solubiliser les teneurs en savon résiduelles. Cette huile subi un mélange rapide puis une centrifugation à travers un séparateur pour séparer l'huile lavée de l'eau du premier lavage, ainsi que les impuretés entraînées avec elle.

2^{ème} lavage :

On procède de la même façon, le deuxième lavage qui permet d'éliminer les dernières traces du savon ainsi on obtient une huile presque débarrassée du savon et l'eau du deuxième lavage.

Tableau 4 : composant éliminer au lavage

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
Lavage (eau adoucie)	Savon résiduel	Acidité : $\leq 0.08\%$ Savons : ≤ 50 ppm



➤ Séchage



Après le deuxième lavage l'huile contient un taux d'humidité qui n'est pas négligeable, qui doit être réduit pour ne pas gêner les opérations qui suivent, surtout la filtration, durant laquelle un taux d'humidité élevé provoque un colmatage des filtres.

Cette opération est réalisée par un pulvérisateur qui envoie l'huile lavée d'une température de 90°C à grande vitesse dans une cuve de séchage sous vide ce qui provoque l'évaporation de l'eau à des températures n'atteignant pas les 100°C.

La présence de l'humidité dans l'huile augmente son acidité qui se traduit par la dégradation de l'huile.

Tableau 5 : composant éliminer pendant le séchage

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
• Séchage (sous vide)	Humidité	Acidité : $\leq 0.08\%$ Savons : ≤ 50 ppm Humidité : $\leq 0.1\%$

- Décoloration

C'est une phase qui consiste à éliminer les pigments colorés (chlorophylles et carotènes), responsable de la couleur foncée de l'huile brute et que la neutralisation ne les a que partiellement détruits. Cette décoloration est dite aussi blanchiment qui fait appel à des agents adsorbants : terres activées et charbon actif.

L'huile et la terre sont mélangées dans une cuve munie d'un agitateur.

La quantité de la terre activée dépend de la qualité d'huile, elle varie de 0.2 à 1% pour l'huile de tournesol, ensuite le mélange est injecté dans une cuve, appelé décolorateur, ce dernier est constitué de deux compartiments :

- Le compartiment supérieur : est un réchauffeur qui permet d'amener la température du mélange huile-terre à une valeur d'environ 110°C, par la circulation de la vapeur dans un serpentín entourant ce compartiment.
- Le compartiment inférieur : est l'élément responsable de la décoloration proprement dite avec un système de barbotage de la vapeur qui assure un contact parfait entre la terre et l'huile, ce mélange est maintenu à un temps de contact moyen d'environ 20 à 30 min.

L'opération se déroule sous vide afin d'aspirer le reste d'eau, et éviter l'oxydation.

Tableau 6 : composant éliminer pendant la décoloration

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
• Décoloration	Pigments colorés	Acidité : $\leq 0.08\%$ Pas de traces de savon

- Filtration



L'huile décolorée obtenue va être directement acheminée vers les filtres à plaques puis les filtres à poches pour débarrasser l'huile des particules fines et des terres de décoloration.

- Désodorisation

C'est une opération très importante qui a pour but principal l'élimination des substances volatiles et odorantes.

Cette opération consiste à faire passer l'huile filtrée dans un échangeur à plaques, afin d'augmenter sa température à 130°C, ensuite l'huile chauffée est acheminée vers le déshydrater sous vide, cette huile séchée passe dans un deuxième échangeur de chaleur, duquel elle sort à une température de 210°C. la dernière étape permet d'élever la température d'huile à 225°C, puis sa pénétration dans le bac de désodorisation qui est constitué de 5 étages, 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 bassin au deuxième bassin et de la même manière jusqu'au 5^{ème} bassin où l'huile va être récupérer.

La désodorisation permet donc d'éliminer les traces de produits volatils qui donneraient à l'huile un fruité désagréable ou un goût de rance.

Tableau 7 : composant éliminer pendant la désodorisation

<i>Opération</i>	<i>Composants à éliminer</i>	<i>Huile neutralisée</i>
Désodorisation	Substances volatiles.	Acidité : $\leq 0.1\%$ Pas de traces de savon Teneur en phosphore : < 2 ppm

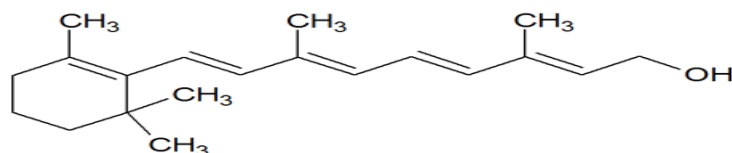
- Fortification

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

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D₃. Ces vitamines ajoutées d'une quantité bien définie par la réglementation, sont d'abord mélangées dans des petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées.

Après l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

Vitamine A



Vitamine D₃

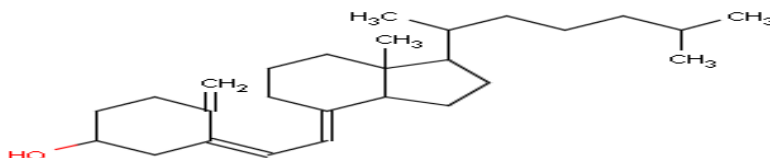


Tableau 8 : composant à éliminer pendant la fortification

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
Fortification	Aucun	Teneur en vitamine : 30-45 UI

Remarque:

Le raffinage de l'huile de tournesol et l'huile de grignon d'olive diffère du raffinage de l'huile de soja par une seule opération de purification qui est le Prédécirage-Décirage qui se déroule après la neutralisation. Les autres opérations restant sont les mêmes.

But Prédécirage-Décirage :

Les huiles de tournesol ou de grignon d'olive contiennent des cires qui sont des esters d'acides gras. A basse température, ces cires confèrent un aspect trouble à l'huile. Il est donc essentiel d'éliminer ces éléments avant l'embouteillage et la commercialisation de l'huile.

Procédé :

L'huile de grignon ou de tournesol après neutralisation passe par :

- Un 1^{er} refroidissement dans un échangeur à plaque huile-huile (l'huile froide sortant du décirage va refroidir l'huile chaude qui vient de neutralisation).
- Un 2^{ème} refroidissement dans un échangeur à plaque huile-eau gelé puis dans un échangeur tubulaire huile-eau gelé jusqu'à 11°C.
- Ensuite, l'huile froide est injectée par une 2^{ème} soude afin de créer plus de savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
- Un 3^{ème} refroidissement dans deux maturateurs avec l'ajout de l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de cristaux pour faciliter la séparation, sachant que l'huile passe d'un maturateur à l'autre dans un circuit plus long pour avoir un temps de séjour.
- L'huile sort à une température de 8°C du deuxième maturateur vers le troisième maturateur (rôle de réservoir) et reste dans ce dernier une durée assurant l'élévation de température de 8 °C jusqu'à 15°C pour passer à La séparation des cires (partie lourde) de l'huile (partie légère) à l'aide de la force centrifugeuse du séparateur auto-déboureur.

Schéma général du raffinage

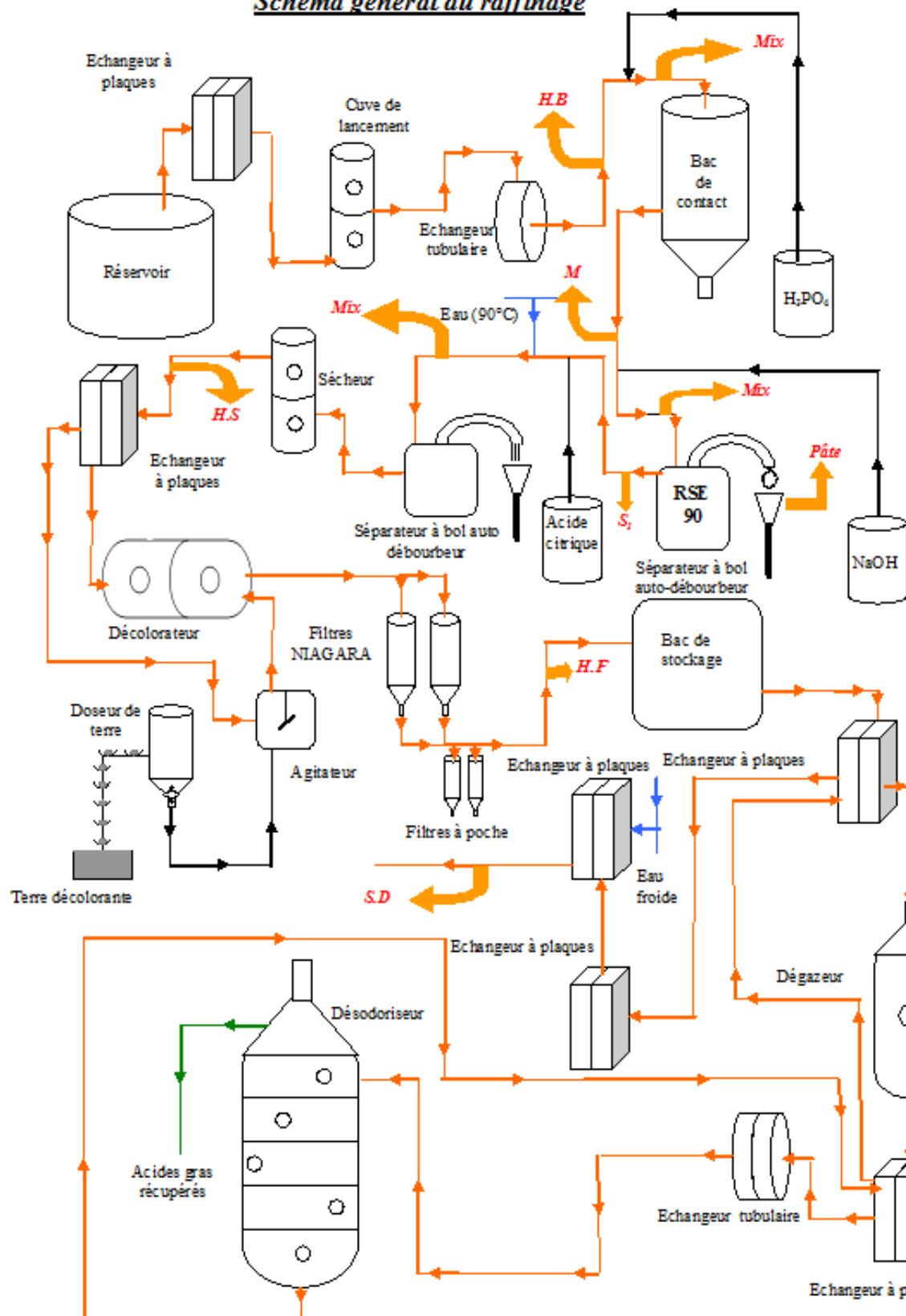


Figure 1 : schéma général du raffinage

- H.B : huile brute.



- M : mélange d'huile brute et d'acide phosphorique.
- Mix : Mixeur
- S₁ : huile sortie du séparateur à bol auto-débourbeur.
- H.S : huile séchée.
- H.F : huile filtrée.
- S.D : huile de la sortie de désodorisation.

- Trajet de l'huile.
- Trajet des produits chimiques de traitement.
- Trajet des eaux.
- Trajet des acides gras récupérés.
- Prélèvements pour les analyses.

4. Conditionnement des huiles

- **Emballage**

C'est la dernière étape de processus de production. Elle 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 fabriqué à partir de plastique en granulés passent par les étapes suivantes :

- Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes pour que la matière devienne molle.
- Un étirage par une tige d'élongation donne à la bouteille la hauteur prévue.
- Le pré soufflage avec une pression de 7bars, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.
- Le soufflage est réalisé à une pression de 40 bars.
- A 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 obtenues, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse.



Figure 2: Souffleuse SIDEL

- **Conditionnement**

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée est remplie dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans des cartons ensuite dans des palettes et se déposent dans le stock des produits finis. Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne 1/2L et 1L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne 2L et 5L PET où le remplissage est volumique.

Les étapes du conditionnement sont décrites comme suite :

 Remplissage et capsulage

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse (SERAC), qui seront par la suite fermées dans la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport appelé convoyeur.



Figure 3 : Remplisseuse SERAC



Etiquetage et datage



Après le remplissage, il vient le rôle de l'étiqueteuse(KORNES) pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C, puis une lyser qui va dater ces derniers.

Une fois les bouteilles sont étiquetées et datées, elles sont dirigées vers l'encaisseuse.



Figure 4 : Etiqueteuse KORNES

Encaissage

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une casseuse nommée SAMOVI, où elles seront remplies dans des cartons qui sont remis par la formeuse, les cartons sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.



Figure 5 : Casseuses SAMOVI



5. Contrôle de qualité des huiles



Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits via plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique et non instrumentale.

Lors de détection d'une non-conformité en réalisant des analyses adéquates au cours du processus, le responsable laboratoire renseigne le responsable production; ce qui fera l'objet d'une intervention corrective. Dont les analyses effectuées au niveau du laboratoire de la SIOF sont les suivantes:

- Analyses physico-chimiques :

- Acidité libre (en acide oléique).
- Alcalinité ou le taux de savon.
- Analyses de la pâte de neutralisation.
- Teneur en eau et matières volatiles.
- Teneur en impuretés insolubles.
- Indice de peroxyde.
- Transmission.
- Dosage du phosphore.
- Excès de soude à la neutralisation.

- Analyses chromatographiques :

- Teneur en cires par CPG.
- Teneur en composition des acides gras par CPG.
- Teneur en stérols par CPG.
- Teneur de la différence entre la composition réelle et théorique des triglycérides à ECN 42 par HPLC.



Optimisation du Procédé de la Décoloration de l'Huile de Tournesolpar la MPE



Introduction

La planification d'expériences est le plan d'organisation des essais expérimentaux dans le but de connaître le comportement du résultat (réponse) à partir de la variation des facteurs choisis. Un bon plan permet une diminution notable du nombre d'essais tout en donnant une bonne précision dans la détermination des résultats. Pour réaliser un bon plan d'expériences, on doit respecter les étapes suivantes.

- **Formalisation du problème** : Pour cela, il est nécessaire de recueillir un maximum d'informations sur le phénomène étudié permettant ainsi de définir les facteurs à faire varier ainsi que leur niveau de variation. En effet, le succès du plan d'expériences dépend d'une bonne connaissance des limites acceptables de variation des facteurs. Pour cela, une série d'essais préliminaires peut être programmée.
- **Choix et construction du plan retenu**
- **Réalisation des essais** : Elle doit se faire en respectant les conditions expérimentales. Les facteurs doivent être bien aux niveaux préconisés. La réponse (le résultat) doit être donnée avec la plus grande précision. En cas de répétitions, les mesures doivent être réalisées de préférence par le même expérimentateur.
- **Traitements statistiques** : calcul des effets de facteurs étudiés et de leurs interactions, modélisation, etc. Le choix du logiciel ainsi que sa maîtrise est très déterminant pour la précision et l'interprétation des résultats statistiques. Le conseil d'un statisticien semble nécessaire.
- **Interprétation des résultats** : L'effet propre de chaque facteur est relativement simple à interpréter mais l'effet interaction est parfois délicat à expliquer car les causes ne sont pas toujours explicites.



1- Procédé de la décoloration

Toutes les huiles sont soumises à une opération de décoloration pendant le traitement. Le but de cette étape n'est pas seulement réduire la couleur de l'huile, mais aussi, enlever ou convertir les produits indésirables des huiles

Pendant ma période de stage, nous avons essayé d'améliorer la qualité d'huile de tournesol et optimiser l'étape de décoloration, en faisant des essais à l'échelle laboratoire, ce dernier nécessite une étude des facteurs influençant le procédé de décoloration d'huile de tournesol, pour cette étude la méthode utilisée est le plan d'expérience.

• Description

Le procédé de décoloration est basé sur le phénomène d'adsorption, et il est influencé par plusieurs paramètres. Il s'agit d'un phénomène qui se traduit par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. Il existe deux types de processus d'adsorption : adsorption physique et adsorption chimique. Le processus de décoloration des huiles alimentaire fait intervenir l'adsorption physique, qui se fait sans modification de la structure moléculaire et est parfaitement réversible (c-à-d que les molécules adsorbées peuvent être facilement résorbés en diminuant la pression ou en augmentant la température).

L'adsorption est une réaction légèrement exothermique, et non instantanée. Les liaisons entre l'adsorbant et le produit coloré est relativement faible. Le pouvoir adsorbant de l'agent décolorant n'est pas sélectif vis-à-vis des pigments, la terre permet également l'élimination de toute trace restante de savon ou de l'eau. Cependant, si la teneur de l'huile en un de ces deux composés est relativement élevée en raison d'un défaut lors de la neutralisation ou de séchage, on assiste à un engagement total de la terre ajoutée dans l'adsorption de ces éléments en laissant de côté les pigments et les substances colorantes.

2- Les paramètres influençant le processus de décoloration de l'huile de tournesol

Sous la tutelle de mon encadrant, j'ai d'abord pris connaissance du procédé de décoloration de l'huile de tournesol en essayant de repérer les paramètres potentiellement influant sur le processus.

Pour ce faire, j'ai tenté de mettre en place une méthode d'analyse du procédé au début de l'étude, qui le diagramme d'Ishikawa (causes et effet) ou j'ai présenté en vrac les différentes origines est possibles d'un dysfonctionnement de décoloration d'une huile alimentaire.

a- Description des principaux facteurs influençant le processus de décoloration

Afin d'améliorer le rendement du processus de décoloration et de filtration des huiles naturelles. Il faut tout d'abord maîtriser les différents paramètres influençant le processus de décoloration :

- ✚ L'agent de décoloration utilisé ;
- ✚ La nature du milieu de décoloration ;
- ✚ Les caractéristiques de l'huile à décolorer ;
- ✚ Le temps de séjour.



- Agent de décoloration

L'agent de décoloration le plus utilisé à SIOF est la terre activée (TONSIL et SEPIGEL) et le charbon actif pour le traitement de l'huile de grignon d'olive.

Les principales caractéristiques de la terre blanche qui influencent le processus de décoloration sont les suivantes :

- ✚ La granulométrie de la terre ;
- ✚ L'acidité ;
- ✚ L'humidité ;
- ✚ La quantité employée.

- Granulométrie de la terre

Lorsque les particules de la terre sont plus grosses, le diamètre moyen des pores augmente ce qui entraîne une diminution des forces de rétention capillaires et une augmentation de la vitesse de filtration. En contrepartie, le pouvoir décolorant de la terre diminue lorsque les dimensions des particules augmentent.

- Acidité de la terre

Le traitement acide effectué sur les terres naturelles a pour effet d'augmenter considérablement la surface spécifique de la terre. Donc l'acidité de la terre est un paramètre très important qui reflète l'immensité de la surface d'absorption de la terre ainsi que son pouvoir décolorant.

- Humidité

L'humidité de la terre a une influence favorable sur le débit de filtration, le gain de temps de filtration et de décoloration. Mais les phénomènes s'inversent lorsqu'on a des teneurs en eau de l'huile importante. En effet, la résistance de la membrane filtrante augmente avec la teneur en eau de l'huile.

Il faut prendre en considération ce facteur dans le choix de la terre. La terre dont le taux d'humidité est inférieur est moins efficace.

- Quantité de la terre décolorante

La quantité de la terre décolorante est un paramètre très déterminant, elle est fonction de la décoloration initiale, de la nature des pigments ainsi que de la présence d'impuretés comme les traces de savon et des produits d'oxydation qui peuvent subsister dans les huiles. Elle doit être assez suffisante afin d'atteindre une transmission convenable.

- Nature du milieu de décoloration

La température et la pression du vide au niveau du décolorateur, constituent des facteurs importants du processus de décoloration :

Température du décolorateur : la décoloration des huiles par les terres activées donne les meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température variante entre 85°C à 115°C. Une augmentation excessive de la température influence, d'une part, sur la structure des colorants parce que l'humidité présente dans la terre est éliminée trop rapidement.

provoquant ainsi un effondrement de la structure réticulaire de la terre ce qui réduit son aire de surface effective avant qu'elle n'ait pu accomplir son travail, d'autre part, la vitesse d'oxydation des huiles est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C.

Les pigments les plus influencés par la chaleur sont des caroténoïdes qui peuvent se transformer en stéréo-isomères par la chaleur. Cette dernière peut provoquer l'auto-oxydation et donner naissance à des nouveaux pigments colorés.

Pression du vide : la décoloration sous vide permet d'éviter les phénomènes d'oxydation qui sont plus intenses que l'huile est agitée. En effet, le vide sert, d'une part, à éliminer de l'air et de l'humidité libre, au cours de la pulvérisation du mélange de la terre avec l'huile, d'autre part, il favorise la dispersion de l'huile sur la terre.

Temps de séjour : il dépend notablement de la cinétique de l'adsorption et de l'agitation ou tout autre dispositif de contact. Il doit être suffisant pour le transfert interne de la quantité maximale des colorants car le transfert externe et l'adsorption sont considérés plus rapides par rapport au transfert interne dans le cas d'un milieu poreux (terre décolorante).

b- Diagramme de causes-effet

Le diagramme des causes et effets est également nommé diagramme d'ISHIKAWA est une représentation graphique simple et efficace de toutes les causes et les effets qu'elles entraînent. L'effet est connu, c'est le dysfonctionnement observé. Chaque groupe de causes (méthode des 5M) correspond à une branche du diagramme.

Comme chaque procédé, la décoloration de l'huile de tournesol est réalisée sous la direction d'une main d'œuvre, en exploitant des matières premières, des moyens et en suivant des méthodes dans un milieu bien déterminé. Tous ces éléments constitutifs peuvent être une source de dysfonctionnement de ce procédé

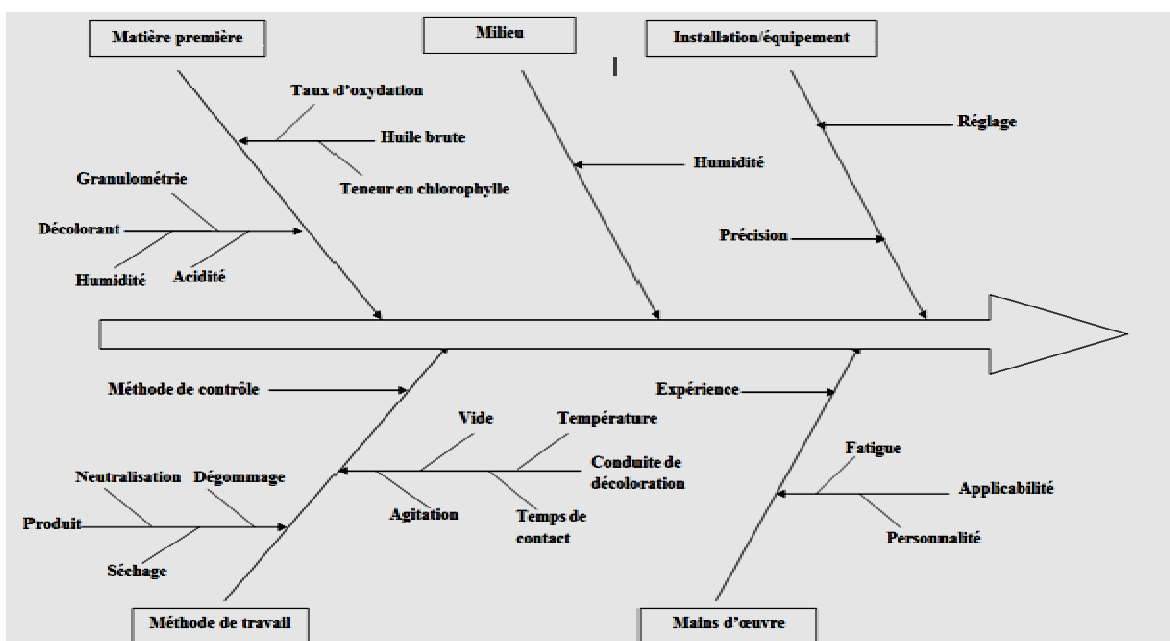


Figure 6 : diagramme cause et effet : Ishikawa



Cette plante est très cultivée pour ses graines Riches en huile alimentaire (environ 40% de leur composition). L'huile de tournesol est extraite des graines soit par broyage ou extraction.

Sa saveur est douce, elle rappelle le goût de la graine de tournesol fraîche. C'est une huile très fluide d'un jaune plus ou moins pâle. Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels et elle est riche en vitamine E (tocophérol). D'une couleur jaune d'or, elle a une légère odeur de noisette. L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et elle se conserve bien longtemps.

L'huile de tournesol est l'huile la plus riche en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-6. On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-3

Tableau 9: composition de l'huile de Tournesol en acides gras

Type de l'huile	Sa composition
L'huile de Tournesol	-65.7% d'acide linoléique (C18:2 $\Delta^{9,12}$ w-6 polyinsaturé). -19,5% d'acide oléique (C18 :1 w-9 mono-insaturé). -5.9% d'acide palmitique (C16 :0 saturé). -4.5% d'acide stéarique (C18 :0 saturé). -4.4% autres (Stérols et Tocophérols)



- ❖ Les caractéristiques de l'huile de tournesol séchée sont très importantes pour réussir l'opération de décoloration :

➤ L'acidité de l'huile

L'acidité de l'huile a une grande influence sur le processus de décoloration de l'huile que sur la filtration. En effet, la décoloration de l'huile est autant plus intense lorsque l'acidité est faible, car les acides gras libres gênent l'adsorption des pigments. Il est donc nécessaire que la teneur en acide oléique d'une huile séchée ne dépasse pas 0.1%.

➤ Le taux de savon

Le savon joue le rôle de poison qui diminue le pouvoir décolorant des terres activées.

Il est donc absolument indispensable de ne décolorer que les huiles séchées présentant un taux de savon inférieur à 50ppm.

➤ Le taux de phosphore

Vue les effets indésirables du phosphore, une huile à décolorer doit avoir une teneur en phosphore inférieur à 5 ppm.

- ❖ La quantité de la terre à utiliser, dépend de la nature de l'huile de départ, d'où la nécessité de déterminer les propriétés de l'huile de tournesol à décolorer.

Les caractéristiques de notre huile avant la décoloration sont les suivantes :

Tableau 10 : caractéristique de l'huile séchée

<u>Nature d'huile</u>	<u>Propriété</u>	<u>%</u>	<u>% transmittance</u>	<u>Taux de savon</u>	<u>Teneur en phosphore</u>
		<u>acidité</u>		<u>(ppm)</u>	<u>(ppm)</u>
Huile de tournesol brute		0.32	----	----	149 ppm
Huile de tournesol séchée		0.08	----	0 ppm	3.16 ppm

Remarque :

On sachant que la terre utilisée est un produit acide donc il peut avoir une augmentation de l'acidité de l'huile après décoloration, pour cette raison j'ai réalisé une étude supplémentaire afin de garantir que la terre ne va pas influencer sur l'acidité de l'huile.

L'acidité de l'huile de tournesol après la décoloration ne doit pas dépassée le 0.1%

Tableau 11 : contrôle de l'acidité de l'huile décolorer



Essai	Acidité	Essai	Acidité
1	0,089 %	9	0,075 %
2	0,09 %	10	0,09 %
3	0,078 %	11	0,086 %
4	0,07 %	12	0,069 %
5	0,09 %	13	0,092 %
6	0,08 %	14	0,084 %
7	0,07 %	15	0,071 %
8	0,08 %	16	0,09 %

Conclusion

L'acidité est un paramètre qui n'a pas été influencé par l'addition de la terre, soit la quantité ou bien le type de terre utilisée
c'est un paramètre qui doit vérifier qu'il est toujours dans les normes si non la raffinerie réalise un circuit fermé pour la diminution de l'acidité de l'huile décoloré

3- Démarches générales pour la réalisation des expériences du procédé de décoloration de l'huile de tournesol au laboratoire

a- Les caractéristique de la problématique au sein de la SIOF

Comme on a déjà cité, le procédé de décoloration est influencé par plusieurs paramètres. Cependant, ces paramètres ne sont pas optimisé et la société a toujours des pertes face à l'ignorance des valeurs optimums des différents paramètres ayant une influence directe sur la décoloration de l'huile de tournesol

Donc le but de mon étude est de déterminer les facteurs influencent la décoloration de l'huile traité ainsi que leurs valeurs optimums

b- Détermination de différents facteurs

D'après l'expertise acquise de la société ont a 4 paramètres qui varie pendant la réalisation de la décoloration des différent types de huile y inclue l'huile de tournesol :

- **L'agent de décoloration utilisé**, on a étudié la quantité de la terre décolorante (agent d'adsorption) ; concernant la granulométrie, l'acidité et l'humidité de la terre, on ne peut pas les étudier, puisque les terres sont déjà importées et ces spécifications sont auparavant déterminées dans le cahier de charges avec le fournisseur.

- **La nature du milieu de décoloration** : le facteur le plus important à ce niveau est la **température**. Pour le vide, on ne peut pas le réalisé au laboratoire, mais l'influence de ce paramètre est très légers sur les résultats obtenus.

- **Le temps de contact** ou temps de séjour.

- **Le type de la terre** : la SIOF réalise la décoloration des huiles par deux types de terre différente : la marque PROACTIVE et la marque SEPIGEL



c- Condition de travail



✚ **Facteur 1** : la température du milieu :

- niveau bas : 80 °C
- niveau haut : 115 °C

✚ **Facteur 2** : le pourcentage de la terre décolorante à ajouter est pourcentage massique par rapport au tonnage des huiles de tournesol :

- niveau bas : 0.2 %
- niveau haut : 1%

✚ **Facteur 3** : le temps de séjour :

- niveau bas : 15 min
- niveau haut : 30 min

✚ **Facteur 4** : type de la terre :

- niveau bas : SEPIGEL
- niveau haut : PROACTIVE

Tableau 12 : Domaine expérimental

	Facteur	Nbre de Niveaux	Niveaux
X1	Temperature	2	80
			115
X2	la Terre	2	0.2
			1
X3	temps de séjour	2	15
			30
X4	type de la Terre	2	Sepigel
			Proactive

d- Choix de la réponse étudié

La réponse choisie est la transmittance qui mesure la coloration d'huile décolorée. La transmittance est d'autant meilleur que sa valeur est plus élevée. On cherchera donc des conditions optimum de décoloration d'huile de tournesol qui conduisent à une forte valeur de cette réponse.

La transmittance de l'huile est en pourcentage par rapport la transmittance de l'eau distillé mesuré par la spectroscopie UV-Visible à une longueur d'onde égale à 420 nm

e- Matériel et réactif

La réalisation de l'étude au sein du laboratoire demande l'utilisation du matériel suivant :

- ✓ Une balance de précision ;
- ✓ Une plaque chauffante avec agitation ;



- ✓ Un bécher de 1000 ml ;
- ✓ Un thermomètre ;
- ✓ Un support de thermomètre ;
- ✓ Barreaux aimantés ;
- ✓ Entonnoirs ;
- ✓ Bouteilles en plastiques ;
- ✓ Papiers filtres ;
- ✓ Chronomètre.

➤ Réactifs

- ✓ Huile dégommée, neutralisée et séchée.
- ✓ Terre active : PROACTIVE et SEPIGEL

f- Méthode



- ✓ Peser 700 g de l'huile neutralisée et séchée ;
- ✓ Porter cette huile à la température voulue, tout en agitant;
- ✓ Ajouter la terre décolorante ;
- ✓ Laisser l'action de la terre pendant un temps bien déterminé ;
- ✓ Filtrer l'huile décolorée ;

g- Choix du plan d'expériences



On va étudier les facteurs qui peuvent avoir un effet sur le phénomène de décoloration de l'huile de tournesol, dans le but d'optimiser cette étape. Et pour le faire on va se baser sur la méthode de la planification d'expériences, et on va utiliser un plan composite centré a

Les plans composites se prêtent bien au déroulement séquentiel d'une étude. La première partie de l'étude est un plan factoriel complet ou fractionnaire complété par des points au centre pour vérifier la validité du modèle (termes du premier degré et termes d'interactions)

Si les tests de validation sont positifs (la réponse mesurée au centre du domaine est statistiquement égale à la réponse calculée au même point), l'étude s'achève le plus souvent, mais s'ils sont négatifs, on entreprend des essais supplémentaires pour établir un modèle du second degré.

h- Choix des facteurs et du domaine de variation

- **Facteurs à retenir**

On a procédé à étudier l'influence des quatre paramètres sur la décoloration d'huile de tournesol pour savoir les paramètres à retenir pendant l'étude du fait que les types de la terre décolorante est un paramètre discontinue.

Donc on ne peut pas l'introduire dans les plans d'expérience de type composite centré pour cette raison on a procédé l'étude par un plan factoriel complet afin de déterminer quel est le type de cette terre qui donne la meilleur décoloration mesuré par la transmittance.

Les résultats obtenus sont illustrés dans le tableau suivant



Tableau 13: Résultats expérimentaux de l'effet de type de terre PROACTIF et SEPIGEL sur la décoloration d'huile de tournesol.

<u>N°</u>	<u>Température</u> <u>(°C)</u>	<u>Quantité de</u> <u>terre ajoutée</u> <u>(%)</u>	<u>Temps de</u> <u>séjour</u> <u>(min)</u>	<u>Type de</u> <u>terre</u>	<u>Transmittance</u> <u>(%)</u>
1	80	02	15	Sepigel	<u>3.01</u>
2	115	0.2	15	Sepigel	<u>3.19</u>
3	80	1	15	Sepigel	<u>4.45</u>
4	115	1	15	Sepigel	<u>9.76</u>
5	80	0.2	30	Sepigel	<u>2.92</u>
6	115	0.2	30	Sepigel	<u>3.12</u>
7	80	1	30	Sepigel	<u>7.81</u>
8	115	1	30	Sepigel	<u>10.02</u>
9	80	0.2	15	Proactive	<u>24.15</u>
10	115	0.2	15	Proactive	<u>26.32</u>
11	80	1	15	Proactive	<u>30.01</u>
12	115	1	15	Proactive	<u>32.11</u>
13	80	0.2	30	Proactive	<u>24.76</u>
14	115	0.2	30	Proactive	<u>26.89</u>
15	80	1	30	Proactive	<u>32.97</u>
16	115	1	30	Proactive	<u>34.50</u>

Interprétation des résultats

L'analyse des résultats expérimentaux présentés au tableau ci-dessus montre que le type de la terre décolorante PROACTIVE donne une meilleur transmittance qui varie entre 24.15 % à 34.50 % par rapport au SEPIGEL qui varie entre 3.01 % à 10.02 %.

Donc, on va poursuivre notre étude par le type de terre décolorante PROACTIVE avec le plan d'expérience composite centré



Les trois facteurs retenus pour cette étude sont :

- ✚ **Facteur 1** : la température du milieu.
- ✚ **Facteur 2** : la quantité de la terre décolorante ajoutée.
- ✚ **Facteur 3** : le temps de séjour.

- **Domaine d'étude**

Les niveaux haut et bas de chaque facteur sont définis comme l'indique le tableau ci-dessous:

Tableau 14 : domaine de l'étude

Symbole	<u>Facteur</u>	<u>Unité</u>	<u>Niveau bas</u>	<u>Centre</u>	<u>Niveau haut</u>	<u>Le pas de variation</u>
X1	Température	°C	80	97.5	115	17.5
X2	Quantité de Terre ajoutée	%	0.2	0.6	1	0.4
X3	Temps de séjour	Min	15	22.5	30	7.5

i- Matrice d'expérience et expérimentation

La matrice d'expérience est représenté par le tableau suivant elle illustre le suivie des différentes expériences réaliser en montrant les valeurs de la réponse

Tableau 15 : Matrice d'expériences

N°Exp	X1	X2	X3
1	-1.00000	-1.00000	-1.00000
2	1.00000	-1.00000	-1.00000
3	-1.00000	1.00000	-1.00000
4	1.00000	1.00000	-1.00000
5	-1.00000	-1.00000	1.00000
6	1.00000	-1.00000	1.00000
7	-1.00000	1.00000	1.00000
8	1.00000	1.00000	1.00000
9	-1.00000	0.00000	0.00000
10	1.00000	0.00000	0.00000
11	0.00000	-1.00000	0.00000
12	0.00000	1.00000	0.00000
13	0.00000	0.00000	-1.00000
14	0.00000	0.00000	1.00000
15	0.00000	0.00000	0.00000
16	0.00000	0.00000	0.00000
17	0.00000	0.00000	0.00000



La matrice d'expérience nous renseigne sur un plan d'expérimentation montré comme suit :

Tableau 16 : plan d'expérimentation

N°Exp	température °C	% Terre	temps de séjour (min)	Transmittance %
1	80.00	0.20	15.00	24.08
2	115.00	0.20	15.00	26.51
3	80.00	1.00	15.00	29.79
4	115.00	1.00	15.00	32.03
5	80.00	0.20	30.00	24.41
6	115.00	0.20	30.00	26.79
7	80.00	1.00	30.00	32.61
8	115.00	1.00	30.00	34.45
9	80.00	0.60	22.50	27.32
10	115.00	0.60	22.50	31.29
11	97.50	0.20	22.50	26.18
12	97.50	1.00	22.50	34.22
13	97.50	0.60	15.00	29.16
14	97.50	0.60	30.00	30.46
15	97.50	0.60	22.50	30.02
16	97.50	0.60	22.50	29.81
17	97.50	0.60	22.50	29.88
Niveau -1	80	15	0.2	
Niveau 0	97.5	22.5	0.6	
Niveau +1	115	30	1	



Le modèle mathématique postulé du plan composite centré donné par le logiciel NERODW est un modèle du second degré montré comme ci-dessous :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

4- Interprétation des résultats

L'interprétation commence par le calcul des coefficients du modèle donné par le logiciel qui sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau 17 : Coefficients du modèle.

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	30.055	0.0457	656.89	< 0.01 ***
b1	1.286	0.0338	38.03	0.0691 ***
b2	3.513	0.0338	103.89	< 0.01 ***
b3	0.715	0.0338	21.15	0.223 **
b1-1	-0.864	0.0653	-13.23	0.566 **
b2-2	0.031	0.0653	0.47	68.5
b3-3	-0.359	0.0653	-5.50	3.15 *
b1-2	-0.091	0.0378	-2.41	13.7
b1-3	-0.056	0.0378	-1.49	27.5
b2-3	0.579	0.0378	15.31	0.424 **

Les coefficients ayant une valeur inférieure à la valeur de la somme des carrés des écarts d'erreurs sont considérés non significatifs

Ces coefficients permettent d'établir le modèle du second degré de cette étude après l'élimination des facteurs non significatifs ou bien les interactions non significatives

Notre modèle est le suivant :

$$Y = 30.055 + 0.0691 X_1 + 0.01 X_2 + 0.223 X_3 + 0.424 X_2X_3 + 0.566 X_1^2 + 3.15 X_3^2$$



a. Interprétation des résultats du plan

• Modélisation mathématique

Le modèle mathématique choisi a priori comporte les coefficients significatifs :

Les 3 paramètres X_1 , X_2 , X_3 (T° , %TD, TS) ont tous une influence sur la décoloration ainsi que l'interaction X_2X_3 ça veut dire l'interaction entre la quantité de terre avec le temps de séjour

Les deux termes quadratiques X_1^2 et X_3^2 sont aussi significatifs

Par contre le terme quadratique X_2^2 vu que la valeur du coefficient b_2^2 est inférieure à la valeur de la variance de l'erreur du modèle.

b. Validation statistique du modèle

Les résultats obtenus pour l'analyse de la variance à partir de l'exécution du plan de composite centré sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 18: Analyse de la variance.

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Regression	152.6023	9	16.9558	1483.0155	< 0.01 ***
Residues	2.0667	7	0.2952		
Validité	2.0438	5	0.4088	35.7520	2.74 *
Erreur	0.0229	2	0.0114		
Total	154.6690	16			

➤ Interprétation

D'après le tableau de l'analyse de la variance, nous pouvons conclure que :

L'ANOVA 1 montre que la régression explique très bien le phénomène étudié avec un degré de confiance de 95%, puisque la variance de la régression ($V_{reg}=16.95$) est supérieure à la variance résiduelle ($V_{Res}=0.2952$) et puisque ($p=0.01 < 0.05$) donc on peut dire que le modèle est bien explicatif pour notre cas.

De même l'ANOVA 2 explique très bien le phénomène étudié avec un degré de confiance de 95%, puisque l'erreur du modèle ($V_{LOF}=0.2952$) est presque proche de l'erreur expérimentale ($V_{PE}=0.4088$) et puisque ($p=2.74 > 0.05$). On peut dire alors que le modèle ne présente pas un défaut d'ajustement et par conséquent, il est bien prédictif.



Les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA 1 et 2) nous montrent clairement que le modèle est globalement explicatif et ne présente pas de défaut d'ajustement. En effet, nous pouvons l'utiliser pour prédire la réponse dans n'importe quel point du domaine expérimental.

c. Fonction désirabilité

La fonction désirabilité est très utile quand il faut trouver le meilleur compromis entre plusieurs réglages. Cette fonction a été proposée par **Derringer et Suich** et elle figure dans de nombreux logiciels de plans d'expériences. Elle est très facile à utiliser et rend de grands services.

- Fonction désirée

La transmittance ou la réponse étudiée à l'étape de la filtration pour l'huile de tournesol doit être comprise entre 28% et 30%

On cherche à trouver le réglage qui permet d'avoir cette valeur pour ne pas tomber dans le gaspillage des ressources ni avoir une huile mal décolorée

- Cordonnée de l'optimum

Coordonnées de l'optimum			
Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X1	0.289500	température	102.57
X2	-0.214000	% terre	0.51
X3	-0.044500	temps de séjour	22.17

D'après la fonction de désirabilité du logiciel NEROWD On peut constater que les valeurs optimales sont :

- La température doit être réglée sur la valeur 105 °C
- Le % terre doit être réglé sur la valeur 0.5 %
- Le temps de séjour doit être stabilisé sur la valeur 22 min

Ces valeurs optimales données par le logiciel montrent qu'on doit avoir une valeur de transmittance avec ces réglages de 29.32 %



d. Etude récapulatifs

Le but de cette étude est de déterminer expérimentalement la valeur de la transmittance par ces réglages prédéfinie

Le tableau ci-dessus montre les résultats des essais obtenus :

Tableau 19 : Essais récapulatifs

Essai	Transmittance	Essai	Transmittance
1	28.95	7	29.79
2	28.90	8	30.02
3	29.31	9	30.14
4	28.72	10	28.68
5	30.12	11	29.02
6	29.51	12	30.21

Ce tableau confirme les résultats obtenues par le logiciel ça veut dire que les valeurs optimums obtenue nous donne une coloration dans les meilleures conditions



Conclusion

Après l'étude du phénomène de la décoloration de l'huile par la Méthode des plans d'expérience on peut conclure que pour avoir une huile de tournesol avec une décoloration optimale, il faut régler les paramètres comme suit :

- ✚ Le pourcentage de la terre décolorante doit être dans le niveau affiché, donc on doit travailler avec un pourcentage égal à **0.5 %** du tonnage de l'huile. Pour pouvoir éliminer les pigments et les impuretés qui fournissent à l'huile sa coloration.
- ✚ Le temps de séjour dans le décolorateur doit être dans le niveau moyen, c'est-à-dire on doit laisser l'huile en contact avec la terre décolorante pendant **22 min**, car il doit avoir un temps suffisant pour le transfert de la quantité maximale des colorants.
- ✚ Il faut alors réaliser la décoloration à une température de **105 °C**, parce qu'une augmentation excessive de la température influence, d'une part, sur la structure des colorants, d'autre part, la vitesse d'oxydation des huiles est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C et les pigments les plus influencés par la chaleur sont des caroténoïdes qui peuvent se transformer en stéréo-isomères par la chaleur, cette dernière peut provoquer l'auto-oxydation et donner naissance à de nouveaux pigments colorés.

En effectuant le procédé de décoloration de l'huile de tournesol avec les nouvelles réglages on peut réduire le coût de revient du produit fini sur plusieurs plans qui sont :

- ✓ **Plan énergétique :** la société effectue la décoloration de l'huile de tournesol à une température égale à **120 °C**, les nouveaux paramètres ont permis de réduire cette température à **105 °C**, ce qui permet à la société d'économiser considérablement l'énergie de chauffage.



- ✓ **Plan des matières premières** : sachant que la société utilise **1.2 %** de la terre décolorante, et que les nouveaux réglages n'exigent que **0.5 %** de la terre décolorante, alors certainement le cout du revient va se réduire, en effet la société produit 180 tonnes d'huiles par 24 Heures et pour effectuer la décoloration de cette quantité, la SIOF consommé **2160 Kg** de la terre, et chaque Kg de la terre cout**5.2DH**, donc la sociétédépense **11 232 DH** par jour alors qu'avec les nouveaux réglages proposées elle peut économiser elle peut économiser jusqu'à **58.33%**de la consommation journalière .

C'est-à-dire elle peut gagner **6 552 DH**chaque jour.

196 560 DHchaque mois et **2 358 720 DH**chaque année



Conclusion Générale



L'analyse de processus de décoloration a été réalisée par le diagramme d'Ishikawa qui nous a permis de repérer l'ensemble des facteurs ayant une influence sur le processus, à savoir le taux de décolorant (pourcentage de la terre décolorante), la température, le temps de séjour et le type de la terre utilisé.

En effet d'après cette étude on a conclu que pour avoir une décoloration maximale et optimum on a besoin de 0.5 % de la terre décolorante proactive et chauffer l'huile sans dépasser 105 °C et garder l'huile de tournesol en contact avec la terre pendant 20 min.

Vue cette détermination et en se basant sur le traitement des résultats expérimentant la société SIOF à commencer de travailler avec ces nouveaux réglages qui ont permet d'obtenir la transmittance recherché au niveau de la raffinerie des huiles de la société.

Le processus de décoloration de l'huile de tournesol est à présent optimiser, on a pu minimiser les pertes au niveau des matières premières et d'énergie thermique.



Annexes

A- METHODE DE TRAVAIL A L'ECHELLE LABORATOIRE

- ✓ Peser 700 g de l'huile neutralisée et séchée dans un bêcher ;
 - ✓ Porter cette huile à la température voulue, sans agitation;
 - ✓ Ajouter le % de la terre décolorante voulue et on laisse sous agitation ;
 - ✓ Laisser l'action de la terre pendant un temps bien déterminé ;
 - ✓ Filtrer l'huile pour récupérer l'huile décolorée ;
 - ✓ Analyser l'huile obtenue par le spectrophotomètre UV-visible.
- ✓ Des essais de décoloration au laboratoire sont recommandés pour déterminer les paramètres appropriés pour des huiles de qualité inconnue. Cette évaluation est exécutée dans un bêcher équipé d'un agitateur et d'un thermomètre de contact. La température désirée est commandée par l'intermédiaire du thermomètre de contact. Après que l'huile soit décolorée, la terre décolorante est séparée par filtration et la couleur comme d'autres paramètres du filtrat sont mesurés. Cette méthode permet au laboratoire de simuler les conditions de décoloration.
- ✓ L'huile décolorée obtenue est homogénéisée et transférée dans une cuvette de quartz de 1cm de longueur. La cuvette est placée dans un spectrophotomètre UV-visible, le côté transparent face au faisceau lumineux. Il est important de toujours manipuler la cellule par les côtés givrés. Le % de transmittance est mesuré grâce à une lampe qui émet une lumière à une longueur d'onde de 420 nm.
- ✓ Le faisceau lumineux passe au travers de l'échantillon. Une partie de cette lumière est absorbée ou déviée par l'échantillon. La quantité de lumière qui réussit à travers l'échantillon est calculée.



I. Contrôle de l'acidité :

1. Définition :

L'acidité de l'huile est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage d'acide oléique.

2. Réactifs :

- Alcool éthylique 95%.
- Phénolphtaléine.
- KOH 0.1N.

3. Mode opératoire :

- Dans un ballon de 250 ml, On met à peu près 100 ml d'alcool.
- On ajoute 2 à 3 gouttes de phénolphtaléine.
- Ensuite, on neutralise cette solution par une solution de KOH 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle.
- Puis, on pèse à peu près 10 g d'huile et on titre par une solution d'hydroxyde de potassium de normalité 0.1 N.

4. Calcul :

$$\%acidité = \frac{TB \times N \times PM}{PE} \times 100$$
$$\%acidité = \frac{TB(ml) \times 0.1 \times 282}{PE \times 1000} \times 100$$
$$\%acidité = \frac{TB(ml) \times 2.82}{PE}$$

Avec :

- TB = tombée de burette.
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de KOH = 0.1 N.
- PM = poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol.



5. Normes :

TABLEAU 2: LES NORMES DE L'ACIDITE DE L'HUILE DE TOURNESOL A QUELQUES ETAPES DU RAFFINAGE.

L'huile de tournesol	Opération effectuée	Normes
	Neutralisation	$\simeq 0.02\%$
	Séchage	0.06-0.1%
	Décoloration	$\simeq 0.1\%$
	Désodorisation	$< 0.06\%$

II. Contrôle des savons :

1. Définition :

C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium, donc c'est la quantité de savons contenue dans la matière grasse.

2. Réactifs :

- Solution acétonique.
- Bleu de bromophénol.
- HCl 0.01N.

3. Mode opératoire :

- Dans un ballon de 250 ml, On introduit 40 ml d'une solution acétonique.
- On ajoute 7 à 8 gouttes de bleu de bromophénol jusqu'à l'apparition d'une coloration jaune.
- On introduit une prise d'essai de 10 g d'huile.
- Ensuite, on titre avec une solution d'acide chloridrique de normalité 0.01 N.

4. Calcul :

$$\text{Taux de savon} = \frac{TB \times N \times PM}{PE}$$



$$\text{Taux de savon} = \frac{TB(l) \times 0.01 \times 304}{PE}$$

$$\text{Taux de savon} = \frac{TB(ml) \times 3040}{PE}$$

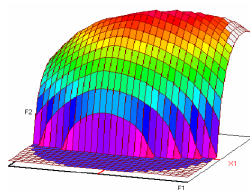
Avec :

- TB = tombée de burette.
- PE = prise d'essai en gramme.
- N = Normalité de HCL = 0.1 N.
- PM = poids moléculaire de l'oléate de sodium = 304 g/mol.

5. Normes :

TABLEAU 3: LES NORMES DU TAUX DE SAVON DE L'HUILE DE TOURNESOL A QUELQUES ETAPES DU RAFFINAGE.

L'huile de tournesol	Opération effectuée	Normes
	Neutralisation	1200-1400 ppm
	Séchage	< 50ppm
	Décoloration	0 ppm
	Désodorisation	0 ppm



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: ZAIR Soukaina

Année Universitaire : 2014/2015

Titre: Optimisation du Procédé de la Décoloration de l'Huile de Tournesol par la MPE

Résumé

Dans ce mémoire de projet de fin d'étude, j'ai exploité la stratégie d'expérience pour étudier le phénomène de la décoloration de l'huile de tournesol au sein de la raffinerie de la SIOF

J'ai optimisé les paramètres clés pour avoir une décoloration optimale. En utilisant un plan composite centré à deux niveaux (bas et haut) et trois facteurs (%TD, TS, et T°).

J'ai déterminé les effets de chaque facteur influant et ses interactions. Les résultats obtenus nous ont permis d'avoir une transmittance optimale de l'huile de tournesol avoisinant les 30 % et en même temps de minimiser les pertes au niveau des matières premières et de l'énergie thermique, et par conséquent, des économies considérables relatives aux charges de la production

Mots clés : Raffinage des huiles, la décoloration, les plans d'expérience, ANOVA, fonction désirabilité.