



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Suivi du procédé de raffinage et étude de décoloration de l'huile de grignon

Présenté par :

◆ M. Azzeddine SAHBI

Encadré par :

- ◆ Mme Fatiha BOUSSELAMI (SIOF)
- ◆ Pr. H.TOUZANI (FST Fes)

Soutenu Le 17 Juin 2011 devant le jury composé de:

- Pr. H.TOUZANI (FST Fes)
- Pr. S.CHKROUNE (FST Fes)
- Pr. E.H.ALILOU (FST Fes)

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2010 / 2011



REMERCIEMENT

Je tiens à exprimer ma gratitude à tous les gens qui ont sacré de leur temps et de leur énergie afin de faciliter le déroulement de mon stage.

🌀 La direction de **SIOF** dans la personne de son Président Directeur Générale **Mr. Khalil Lahbabi** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon stage dans une prestigieuse unité industrielle

🌀 **Mme. hanane touzani** mon encadrant et professeur à la **Faculté des Sciences et Techniques de Fès** pour son soutien et ses conseils.

🌀 **Mr. Errafik** Responsable Production à la société SIOF.

🌀 **Mme Fatiha** Responsable du Laboratoire de la société SIOF, pour son accueil chaleureux, ses conseils judicieux et son support permanent.

Mes remerciements vont également à tous ceux qui ont participé de près ou de loin au bon déroulement de ce stage.

Sommaire

Introduction

Chapitre1 : Présentation de Siof

I.	Aperçu sur Siof	7
II.	Présentation de l'huile élaborée par Siof	8
	1. Huile d'olives	8
	2. Huile de Soja.....	8
	3. Huile de Guignon.....	9
	4. Huile de Tournesol.....	9

Chapitre2 : Le procédé industriel du raffinage des huiles brutes

I.	Raffinage	11
II.	Les étapes du raffinage chimique d'huile.....	12
	1. Démucilagination	12
	2. Neutralisation.....	13
	3. Lavage.....	14
	4. Séchage.....	15
	5. Filtration.....	16
	6. Désodorisation.....	17
	7. Fortification.....	19

Chapitre3 : Analyse Effectuée au sein du laboratoire de Siof

I.	Introduction	
	1. Contrôle de l'acide.....	21
	2. Trace de savon.....	22
	3. Dosage du phosphore.....	23
	4. Humidité de l'huile.....	23
	5. Analyse des eaux adoucies.....	24
	6. Détermination de l'excès en soude.....	24
	7. Analyse de la pate.....	25

Chapitre 4 : Etude du procédé de la decolorisation de l'huile de guignon

I.	Définition.....	27
II.	Description des principaux facteurs influençant le processus.....	27
III.	Milieu d'étude.....	28
	1. Paramètres de production.....	28
	2. Mode opérationnel.....	28
	a. Matériels	28
	b. Réactifs.....	28
	c. Méthodes	29
	d. Les résultats des paramètres étudiés en fonction de la transmittance	29
	Conclusion.....	30

Conclusion générale

Annexes

Introduction :

La formation professionnelle vise à faire acquérir aux stagiaires des connaissances et des expériences en vue de les préparer à l'emploi avec compétence, responsabilité et qualité.

Pour mettre en valeur la formation reçue, il est primordial d'effectuer un stage au sein d'une entreprise afin d'amener l'étudiant à se confronter à des situations réelles, et d'élargir sa formation dans le domaine pratique, et d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

Mon stage était une occasion exceptionnelle qui m'a permis d'étudier de l'intérieur le fonctionnement de la société SIOF avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelle. C'était aussi une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.

Les huiles d'origine végétale représentent pratiquement la moitié des corps gras utilisés dans le monde. De la graine à l'huile raffinée, les technologies d'obtention et de transformation des huiles doivent garantir parfaitement la qualité et fournir en final un produit répondant à des spécifications très rigoureuses, ces technologies ont évolué pour répondre à cette problématique.

Ce rapport contient deux volets :

- dans le premier volet nous avons suivi le procédé du raffinage avec ces différentes étapes, et appris quelques notions sur les différentes analyses effectuées au sein du laboratoire
- Le deuxième volet consiste à étudier le processus de décoloration de l'huile de grignon, et identifier les différents facteurs qui influent sur cette étape dans le but de l'améliorer.

Chapitre 1

Présentation de la SIOF

I. Aperçu sur SIOF :

La **SIOF** «Société Industrielle Oléicole de Fès » est considérée parmi les sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

Au départ (1961), l'activité de la société était simplement la pression des olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve des olives.

En 1966, **SIOF** a pu installer une raffinerie d'huile de table (tournesol, soja, colza, coton...), avec une capacité de 12000 tonnes/an.

En 1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a réalisé une installation de raffinage plus perfectionnée d'une capacité de 30000 tonnes/an.

Actuellement, La **SIOF** dispose de trois sites industriels :

- Le 1^{er} se situe à la zone industrielle *Sidi Brahim*, assurant la trituration des olives, la production de conserve d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- Le 2^{ème} site se situe à la zone industrielle de *Dokkarat*, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaire.
- Le 3^{ème} site est une ferme localisée dans les régions d'Ain Taoujdate dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

Avec un capital qui atteint 30.000.000dhs «dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI (9associés) », la **SIOF** produit une large gamme d'huiles qui lui permet de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles comme **LESIEURE** **CRISTEL** «première sur les marchés des huileries au Maroc»

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

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

II. Présentation des huiles élaborées par la SIOF

1. Huile d'olive :

Composition de cette huile

- 14 % d'acides gras saturés ;
- 74 % d'acides gras mono insaturés (acide oléique) ;
- 8 % d'acides gras polyinsaturés ;
- Riche en vitamines A, D, E et K et provitamine A (carotène) ;
- Les composés mineurs s'agitent de phénols, stérols et sels minéraux ...

2. Huile de soja :



Cette huile est extraite de la fève de soja, une plante originaire d'Asie.

Composition de cette huile

- 14 % de gras saturés ;
- 23 % de gras mono insaturés ;
- 58 % de gras polyinsaturés (acide linoléique et α -linoléique) ;
- Bonne source d'oméga-3 et d'oméga-6.

3. 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.

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

La matière grasse des grignons est très riche en acides gras notamment C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques.

4. L'huile de tournesol :

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



Composition de cette huile

- 10 % d'acides gras saturés (acide palmitique et stéarique) ;
- 20 % d'acides gras mono insaturés (acide oléique) ;
- 66 % d'acides gras polyinsaturés (acide linoléique) ;
- Riche en tocophérol (vitamine E);
- Des stérols (β -sitostérol) ;
- Bonne source d'oméga-6.

Chapitre 2

Le procédé industriel du

*raffinage des huiles
brutes*

I. Raffinage :

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible et à obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes, en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

Les huiles brutes sont importées de plusieurs pays à citer ; le Canada, le Brésil, l'Argentine et l'Espagne, puis sont stockés dans le **COSTOMA** (compagnie de stockage marocaine) qui distribue aux divers huilières du Maroc.

Cette distribution se fait inégalement pour les différentes sociétés, et cela selon le pourcentage précisé par l'état : **SIOF** bénéficie d'environ 21 % du total de cette opération alors que le premier concurrent **LESIEUR CRISTEL** touche le plus grand pourcentage qui est de 75 %.

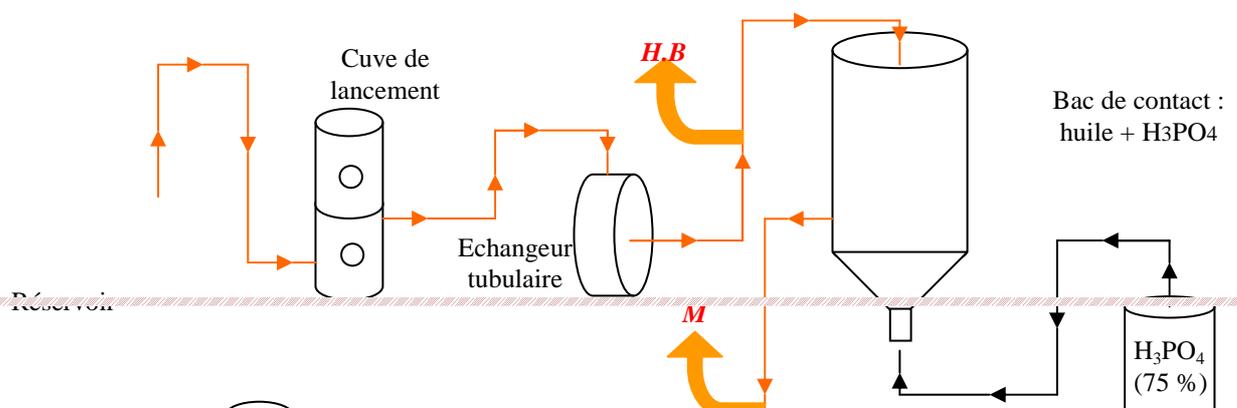
Le raffinage effectué au niveau de **SIOF** est un raffinage chimique qui se fait selon les opérations élémentaires suivantes :

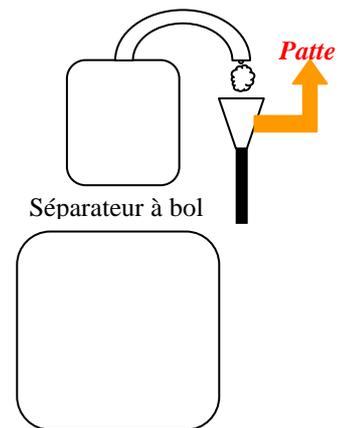
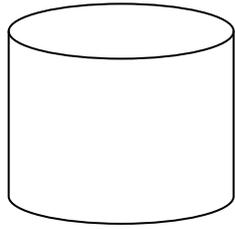
Opération	Composés éliminés ou réduites en quantités
Démucilagination	<ul style="list-style-type: none">• Composés hydratables tel que les phospholipides
Neutralisation alcaline	<ul style="list-style-type: none">• Acides gras libres• Phospholipides résiduels• Matières colorantes (réduites)
Séchage	Humidité (réduite)
Décoloration	<ul style="list-style-type: none">• Agents colorants : chlorophylle, caroténoïdes• Agents toxiques
Désodorisation	<ul style="list-style-type: none">• Acides gras libres• Tocophérols (réduits)• Résidus de pesticides et mycotoxines

Au niveau de cette société, deux lignes de production séparées l'une de l'autre sont à distinguer :

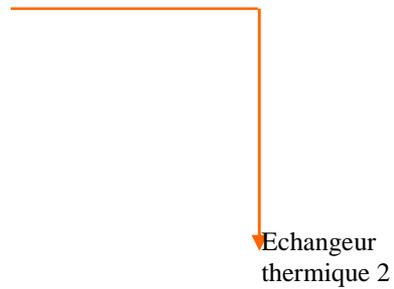
- La 1^{ère} ligne est réservée au raffinage des huiles de *tournesol* et celle de *grignon*.
- La 2^{ème} ligne est réservée à l'huile brute de *soja*.

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



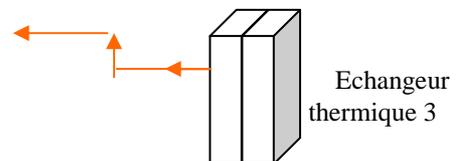


Agitateur



Acides gras
récupérés

Echangeur
thermique 4



- H.B : huile brute.
- M : mélange d'huile brute et d'acide phosphorique.
- Mix : mélange d'huile brute, d'acide phosphorique et de soude. L'analyse de ce mélange nous renseigne sur l'excès de NaOH.
- S₁ : huile sortie du séparateur à bol auto-débordeur.
- 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 acides gras récupérés.
-  Prélèvements pour les analyses.

II. Les étapes du raffinage chimique d'huile :

1. Démucilagination :

Démucilagination (ou dégomme) : elle permet de débarrasser les huiles brutes des mucilages qui sont des phospholipides (glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée), les lécithines, les pigments ... la présence de ces substances dans l'huile entraîne un certain nombre d'inconvénients :

- 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.
- Ces substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation, désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.
- Les composés phosphorés en présence d'eau forment des précipités dits mucilages qui ne sont pas admis dans une huile livrée à la consommation.



Conduite de

démucilagination :

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

- L'huile de soja reçoit un appoint de 2 à 3 % d'eau dans les maturateurs pour gonfler les phospholipides hydratables et pour qu'elles soient faciles à les séparer.
- L'huile est filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les substances grossières.
- 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 de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact.
- L'opération se poursuit par injection de l'acide phosphorique commercial à 75 % par une pompe doseuse à raison de 1 à 3 % (une concentration de l'acide supérieur à la norme peut provoquer une coloration très foncée et l'altération de la qualité de l'huile). L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur pour la dispersion d'acide dans l'huile, avant de le refoulé vers le bac de contact pendant 15 à 20 min (temps de séjours) pour la séparation des phospholipides non hydratables.

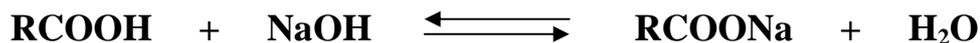
2. Neutralisation :

Les graines destinées à la production de l'huile raffinée sont très souvent de qualité inférieure, elles ont un taux élevé d'acides gras libres (2 à 10% selon la graine oléagineuse et les conditions de stockage, et aussi d'hydrolyse enzymatiques).

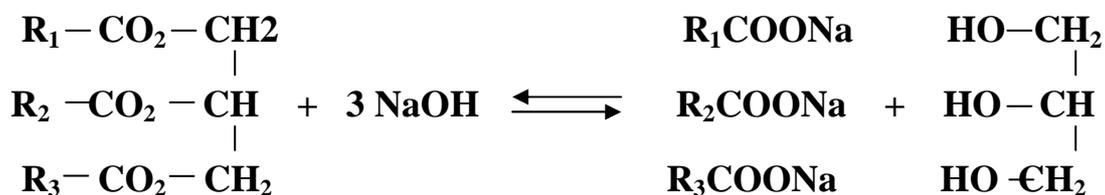


Principe :

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 :



C'est une réaction équilibrée, ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation du savon, on ajoute une quantité bien déterminée de soude (suivant l'huile), et qui, si elle est mal dosée peut donner la saponification des triglycérides, dite saponification parasite qui est totalement nuisible, ce qui va diminuer le rendement suivant la réaction de saponification :



Conduite de

neutralisation :

- A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile provenant du bac de contact : **16 à 18 baume** (débit = 80 L / h) pour l'huile de **soja** et **20 baume** pour l'huile de **grignon** et de **tournesol**.
- Le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débordeur (RSA 150) destiné à séparer les pâtes de neutralisation.

3. Lavage :

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile sortante du séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides, et d'autres impuretés.

❖ Conduite de lavage :

- L'huile neutralisée du *soja* reçoit l'eau chaude (90°C) du lavage à 10 % introduite par une pompe doseuse dans une centrifugeuse auto-débordeuse (RSA60), le mélange riche en savon est brassé lentement dans un conducteur pendant 1 à 3 min sans risque d'émulsion.

- L'huile sortante du 1^{er} lavage reçoit à nouveau 5 % d'eau et d'acide citrique 30 % dans un séparateur manuellement débordeur (OSM8004), ce qui facilite l'élimination des savons, après elle passe dans un mélangeur rapide. Le mélange est séparé par centrifugation.

Pour les huiles de **grignon** et du **tournesol**, après neutralisation, on les refroidit dans un échangeur1 huile – huile (*huile froid qui sort de décirage, va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation*), et aussi un échangeur huile - eau jusqu'à 11°C

- L'huile refroidit, est injectée par NaOH (2^{ème} soude) 15-16 degré baumé pour créer plus de savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
- L'huile est conduite vers les maturateurs où on peut ajouter l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de graines pour qu'elles soient faciles à éliminer, sachant que l'huile passe d'un maturateur à l'autre dans un circuit plus long dans le but d'avoir un temps de séjours.
- Dès le 3^{ème} maturateur l'huile est pompée vers un échangeur huile – eau à 25°C qui va augmenter la température d'huile un peu près de 15-16°C en évitant la rupture des cires cristallisées.
- A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur RSA150 on va séparer les cires (partie lourde) de l'huile (partie légère).
- L'huile décirée est chauffée par l'échangeur1 **huile – huile** (*huile chaude qui sort de neutralisation va chauffée l'huile froide qui sort de décirage*) et aussi par échangeur huile - vapeur jusqu'à 90°C, et le lavage se poursuit comme pour le **soja**.

❖ Remarque :

- Le **décirage** ou la **winterisation** a pour but d'éliminer des huiles de tournesol des fractions qui, en devenant solides à température ambiante, provoquent la formation d'un trouble ou d'un dépôt.
- Pour l'huile de **soja** le lavage est effectué dans deux séparateurs (RSA150 et OSM8004) et pour l'huile de **grignon** et de **tournesol** le lavage s'effectue dans un seul séparateur : OSM8004.
- Le lavage est utilisé en deux stades, l'eau utilisée est adoucie pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphates de calcium. L'eau de lavage doit être le plus chaud possible (environ 90°C) et représente 10 à 15 % de l'huile traitée.

4. Séchage :

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration car la présence des traces de l'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

La technique de séchage est simple : l'huile neutralisée, sortant du lavage à une température de 90°C, est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide.

5. Décoloration :

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

❖ Conduite de décoloration :

- 80 % de l'huile se dirige directement vers le décolorateur.
- 20 % d'huile se dirige vers un mélangeur de la terre.

Le mélange entre l'huile et la terre est assurée dans une petite cuve munie d'un agitateur. Une courte durée de contact est suffisante pour avoir un bon mélange.

L'opération se fait à une température de 114°C, une agitation efficace favorise le contact et permet de limiter le temps de réaction à une demi-heure. L'opération s'effectue toujours sous vide léger de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de terre.

❖ Remarque :

Pour l'huile de *grignon*, on ajoute une quantité du charbon actif car il est plus efficace.

6. Filtration :

La séparation de l'huile et la terre usée s'effectue par filtration. La filtration s'effectue à travers un milieu poreux constitué par une toile métallique filtrante, ce qui permet le passage de l'huile seulement.

❖ Procédé :

Au sein de la société SIOF, on utilise des filtres à plaques appelés NIAGRA. Deux filtres sont disponibles et s'alternent sur la réalisation de l'opération. Quand l'huile passe dans un filtre, l'autre est en attente.

Le gâteau se dépose sur les plaques et la pression de circulation de l'huile augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur de 4 à 4.5 bars. A ce moment, la vanne d'admission de l'huile dans ce filtre se ferme, tandis que celle de l'autre filtre qui était en attente s'ouvre et prend la relève. Un manomètre situé en haut de chaque filtre donne la pression d'admission d'huile.

Les plaques permettent la filtration de leurs deux cotés. Ils envoient ensuite l'huile par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques et sort du filtre.

Le 1^{er} filtre chargé en terre décolorante doit être débarrassé de son gâteau. On envois donc la vapeur pour la sécher, mais il reste toujours collé sur les plaques. Après séchage, on envois de l'air comprimé sur l'axe portant les plaques afin de réaliser une vibration qui va faire tomber la terre qui sera réceptionnée dans un bassin, puis envoyée avec les déchets.

Une cuve mise à la sortie du filtre, à un niveau relativement plus élevé que celui du dernier. Son rôle est simplement d'assurer un niveau de remplissage élevé dans le filtre.

Après filtration sur plaques, et pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou matière en suspension, on la fait passer dans un des deux filtres à poches, fonctionnant alternativement (de la même façon que ceux à plaques) et qui sont nettoyés manuellement une fois par mois si les conditions de production à l'amant sont normales.

7. Désodorisation :

Les huiles décolorées présentent généralement un goût et une odeur désagréable produite par les acides gras libres volatils et les substances aromatiques.

Ces composés volatils possèdent des fonctions cétones et aldéhydes, provenant de la décomposition de peroxyde au cours des traitements effectués pendant le raffinage, ce défaut est accentué également par l'utilisation des terres activées conférents à ces huiles un goût terreux très caractéristique.

❖ Substances sapides et odorantes :

Ce sont des substances difficiles à identifier, non seulement parce qu'elles sont présentes dans l'huile en concentration très faible, mais également parce qu'elles sont très fragiles. Ce sont des corps possédant des fonctions aldéhydes et cétones qui proviennent de la décomposition des peroxydes instables, et aussi les acides gras libres, tocophérols réduits, résidus de pesticides et mycotoxines.

❖ Fonctionnement et conditions de marche :

La marche continue de l'installation exige l'alimentation permanente en :

- Huile décolorée exempte de toutes impuretés.
- Vapeur saturée sèche et désaérée.
- Eau de refroidissement pour la production du vide et le refroidissement de l'huile.

❖ Conduit de désodorisation :

- **Préchauffage, désaération et chauffage d'huile :** L'huile décolorée venant du réservoir est pompée vers l'échangeur à plaque où elle sera préchauffée par une huile déjà désodorisée à 140°C. Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur qui va aspirer l'humidité et les gaz sous l'effet de vide, après l'huile est réchauffée dans un échangeur à plaque avec l'huile désodorisée à 170°C puis par un échangeur tubulaire huile - vapeur jusqu'à 190°C. Finalement elle s'écoule dans le réchauffeur d'huile qui assure son chauffage par le fluide thermique de la chaudière est l'huile minérale à 210-220°C.

- **Désodorisation d'huile** : L'huile réchauffée est remplis dans le désodoriseur (désodoriseur de Bernardini) où elle reste assez de temps pour éliminer les odeurs et les saveurs indésirables, ce désodoriseur est de forme cylindrique verticale constitué de 5 compartiments chacun d'eux comprends un système d'injection de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide et soumise à une haute température variante entre 220 et 260°C.
- **Refroidissement d'huile** : L'huile est alors déchargée de la colonne de désodoriseur vers les deux échangeurs vus précédemment pour le refroidissement d'huile (huile d'entrer va refroidir l'huile de sortis) puis par un échangeur huile – eau pour la refroidir a une température <50°C.
- **Polissage d'huile** : Cette phase du processus est indispensable pour donner une huile fine brillante. Ce filtrage permet d'éliminer les dernières traces de terre décolorante ayant échappé aux filtres NIAGARA. Pour cela la société dispose de deux filtres à poches qui assurent cette opération.
- **Condensation des acides gras** : Les vapeurs venante du désodoriseur contiennent en plus de la vapeur d'eau, des acides gras, des substances odoriférantes et les insaponifiables sont condensée dans un réservoir des acides gras puis elles sont pompée vers un échangeur acide gras – eau qui va refroidit ces AG, et à l'aide d'un circuit fermé ces acides gras froid vont pulvériser sur les AG chauds sortants du désodoriseur (condensation des acide gras chaud).

❖ Remarque :

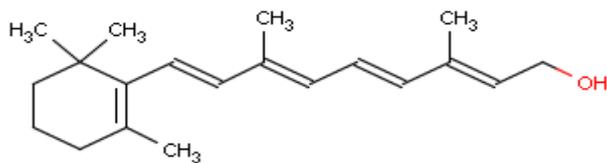
S'il est normal d'éliminer les acides gras libres existants, il n'est pas normal de former d'autres puisque la température de désodoriseur est trop élevée, il peut y avoir hydrolysés les triglycérides et par conséquent une perte supplémentaire de rendement de l'huile. On peut avoir également des pertes dues à la modification des la structure des triglycérides sous l'influence de la chaleur. Les acides gras insaturés peuvent en effet se polymériser et forme des croutes dans l'appareil, donc on ne peut pas augmenter la température sans raison valable.

8. Fortification :

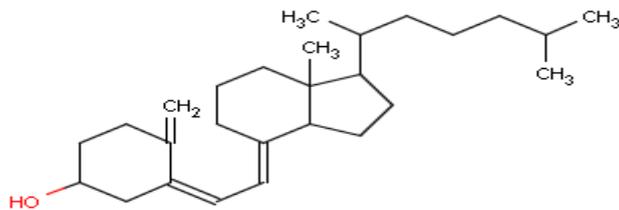
La malnutrition due aux carences en micro nutriments surtout les vitamines A et D₃ affecte profondément l'état nutritionnel, la santé et le développement d'une proportion importante de la population marocaine. Ainsi plusieurs efforts sont faits pour se dépasser de ce problème, la solution la plus connue c'est la fortification des produits alimentaires (huile, margarine...etc.) par ces deux vitamines.

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

Vitamine A :



Vitamine D₃ :



Chapitre 3

**Notion des différents
Analyses effectuées au sein de laboratoire de SIOF**

I. Introduction :

Le rôle de laboratoire dans l'usine, intervient à tous les niveaux depuis la réception des huiles brutes jusqu'à l'obtention d'une huile raffinée, par des analyses effectuées soit sur demande dans le cas d'un phénomène anormal, soit dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité de raffinage pour améliorer les conduites de l'opération.

1. Contrôle de l'acidité :

Définition :

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

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 d'acide oléique (282 g / mol).
- PE : masse de la prise en essai

Tableau-1- : Normes d'acidité

Huile traitée	Normes en %
Huile d'olive vierge	≤ 0,2
Huile d'olive raffinée	≤ 0,3
Huile de grignon d'olive raffinée	≤ 0,3

2. Traces de savon :

Définition :

Le test est effectué sur l'huile neutralisée, lavée, séchée, et désodorisée. Ce contrôle permet de déterminer la quantité de savon exprimée en milligramme d'oléate de sodium présent dans un kilogramme de matière grasse.

Cette relation permet de calculer les traces de savon par ppm :

$$T_{\text{savon}} (\text{ppm}) = \frac{V \times N \times M \times 1000}{PE}$$

- V : volume d'HCl versé.
- N : normalité de HCl (0,01 N).
- M : masse molaire d'oléate de sodium (304 g /mol).
- PE : prise d'échantillon en gramme.
- Ppm : partie par million.

Tableau-2- : Norme de trace de savon

Huile traitée	Normes en <i>ppm</i>
Huile neutralisée	≤ 1400
Huile lavée	$50 \leq T \leq 100$
Huile séchée	≤ 50
Huile désodorisée	0

3. Dosage du phosphore :

Définition :

Cette analyse a pour but de déterminer la teneur totale en phosphore contenue dans les huiles. Une partie du phosphore se trouve dans les huiles sous forme d'ester d'acide phosphorique (phospholipides)

4. Humidité de l'huile :

Définition :

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné dans un temps suffisant et à une température suffisante pour éliminer l'eau et les matières volatiles par vaporisation.

Le pourcentage d'humidité du corps gras est donné par la formule :

$$\text{Hum \%} = \frac{m - (M' - M) * 100}{m}$$

- m : la masse de la prise d'essai.
- M : la masse du cristalliseur vide.
- M' : la masse du cristalliseur remplie.
- M' - M : la masse de la matière grasse après chauffage.

Tableau-3- :Norme d'humidité

Huile traitée	Normes en %
Huile d'olive vierge	≤0,2
Huile d'olive raffinée	≤0,1
Huile de grignon d'olive raffinée	≤0,1

5. Analyse des eaux adoucies :

Définition :

La dureté de l'eau est principalement causée par la présence d'ions Calcium (Ca²⁺), Magnésium (Mg²⁺) et Bicarbonate (HCO₃⁻) dans l'eau.

Une eau dure peut poser des problèmes d'entartrage des appareils et des canalisations d'eau chaude. Il est possible de réduire la dureté de l'eau de tour et de la chaudière en l'adoucissant par un système de résines échangeuses d'ions.

Tableau-4- : Norme de dureté d'eau

L'eau analysée	Normes en °F
L'eau de chaudière	≤ 8
L'eau de tour	≤ 14

6. Détermination de l'excès en soude :

Définition :

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

Le pourcentage d'excès de soude est exprimé par le volume d'huile brute ajoutée :

$$E_{NaOH} = n \times 5 \%$$

n : nombre de fois d'ajout de 5 ml d'huile brute

7. Analyse de la pâte :

Définition :

Cette manipulation a pour but de déterminer la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

Le pourcentage de la matière grasse est déterminé par la relation suivante :

- m' : masse du ballon vide.
- m : masse du ballon remplie de matière grasse.
- P : prise d'essai.

$$MG \% = \frac{m - m'}{P} \times 100$$

L'acidité est déterminée par titrage avec KOH 1N

Tableau-5- : Normes d'acidité et % de MG de la pate

Acidité (%)	Pourcentage de matière grasse (%)
≥60	$30 \leq MG \leq 40$

Chapitre 4

Étude du procédé de décoloration de l'huile de grignon

Objectif :

Sous l'exigence d'un client espagnol, SIOF essaye d'améliorer la coloration de l'huile de grignon. Mon travail de projet de fin d'étude consiste à aider et à participer aux travaux de laboratoire dans le but d'arriver à un degré de transmittance satisfaisant.

I. Définition :

Le procédé de décoloration est basé sur le phénomène d'adsorption, et il est influencé par plusieurs paramètres. Il existe deux types de processus d'adsorption : adsorption physique ou physisorption et adsorption chimique ou chimisorption. Le processus de décoloration des huiles alimentaire fait intervenir l'adsorption physique.

Dans la décoloration des huiles l'agent le plus utilisé c'est la terre décolorante et le charbon actif.

II. les principaux facteur influençant le processus de décoloration :

Les différents paramètres influençant le processus de décoloration sont :

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

Les principales caractéristiques de la terre et du charbon actif qui influencent le processus de décoloration sont les suivantes :

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

III. Milieu d'étude :

1. Paramètre de production :

- ❖ le pourcentage de la terre décolorante à ajouter dans l'huile de grignon ;
– De 2 % à 3%
- ❖ le pourcentage du charbon actif à ajouter dans l'huile de grignon ;
– 20 %
- ❖ le temps de séjour :
– 20min à 25min
- ❖ la température du milieu :
– 115°C

2. Mode opérationnel :

a-Matériels :

- ✓ Une balance de précision ;
- ✓ Une plaque chauffante avec agitation;
- ✓ Ballons tricol;
- ✓ Un thermomètre de 150°C ;
- ✓ Un support du thermomètre ;
- ✓ Barreaux aimantes ;
- ✓ Entonnoirs ;
- ✓ Bouteilles en plastiques ;
- ✓ Papiers filtres ;
- ✓ Chronomètre.

b-Réactifs :

- ✓ Huile neutralisée et séchée ;
- ✓ Terre décolorante ;
- ✓ Charbon actif

c-Méthode :

- ✓ Peser 100g de l'huile neutralisée et séchée ;
- ✓ Porter cette huile a la température voulue, tout en agitant ;
- ✓ Ajouter la terre décolorante, et le charbon actif ;
- ✓ Laisser l'action de la terre et du charbon pendant un temps bien déterminé (temps de séjour) ;
- ✓ Filtrer l'huile décolorée ;
- ✓ Mesurer la transmittance de l'huile;

d- Les résultats des paramètre étudié en fonction de la transmittance :

N°Exp	% Terre décolorante	% charbon actif	Temp s (min)	Temp ération (°C)	Transmittance (%)
1	3	1	25	115	8,3
2	2	5	30	115	3,85
3	2	0	20	115	3,61
4	2	20	30	115	7,7
5	2	10	30	115	5,2
6	2,5	0,8	20	120	7,2
7	2,2	0,4	20	120	5,2
8	1,5	0,5	20	120	3,12
9	3	1	20	120	8,4
10	3	20	20	120	22,7
11	1,8	0,2	20	120	3,5

12	3	10	20	120	18,6
13	2	5	20	120	17,4
14	3,5	0,7	20	115	7,5

Tableau - 7 -

Remarque :

Si la teneur de l'eau et de savon est élevée, on assiste à un engagement total de la terre à l'adsorption de ces deux éléments en laissant de côté les pigments et les autres substances décolorantes (adsorption non sélective).

Pour tous essais : - la teneur de l'eau $\leq 0,3\%$.
- le taux de savon ≤ 50 Ppm.

Interprétation :

L'analyse des résultats en fonction de la transmittance nous conduit à dire que les optimums à employer, pour décolorer une huile de grignon sont les suivantes :

- La quantité de la terre est : 3%
- Charbon actif : 20%
- La température : 115°C
- Le temps du contact : 20min

Le temps de séjour et le facteur qui doit être maîtriser le plus dans le processus de décoloration. En effet un temps de contact qui dépasse les tolérances peut entrainer une augmentation de la teneur en chlorophylle, puisque ce phénomène d'adsorption est réversible ; la terre décolorante après un certain temps commence à libérer les pigments préalablement adsorbés.

Conclusion :

Comme on a déjà cité le procédé de décoloration est influencé par plusieurs paramètres :

Pour l'agent de décolorations utilisé, on a étudié La quantité de l'agent d'adsorption (la terre décolorante et le charbon actif) ; Concernant la granulométrie, l'acidité, et l'humidité de la terre, on ne peut pas les étudier, puisque les terres sont déjà importé, et ces spécification sont auparavant déterminées dans le cahier de charges avec le fournisseur (états unis d'Amérique) .

□ Pour la nature du milieu de décoloration, la température et la pression du vide constituent des facteurs déterminant du processus de décoloration, malheureusement pour le vide nous l'avons pas au laboratoire.

Après décoloration, l'huile de grignon semble présenter une couleur verdâtre à aspect turbide indiquant la présence de cire, alors l'amélioration de la qualité de l'huile passe par l'identification et le traitement de dysfonctionnement aussi bien au niveau du processus de décoloration que celui du décirage.

Conclusion générale :

La société industrielle oléique de Fès est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles. C'est dans ce cadre que SIOF est appelée d'une part, à développer ses procédés de production sur le plan qualitatif, d'autre part d'améliorer sa capacité de satisfaire les besoins des consommateurs.

Pour aboutir à cette fin, plusieurs démarches ont été entreprises, à savoir l'installation d'un équipement sophistiqué et l'application d'une bonne gestion des ressources disponibles tant humaines que matérielles.

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

Enfin, ce stage m'a été très fructueux, il m'a permis de confronter mes acquis théoriques à la réalité pratique du monde de l'entreprise, et aussi de consolider mes connaissances sur le registre de l'industrie des huiles par une pratique quotidienne, en faisant face aux multiples difficultés et imprévus.

Bien que mon stage n'a duré qu'un mois et demi, je considère que cette expérience a été très formatrice et bénéfique sur tous les niveaux.