



Projet de fin d'études

Licence Sciences & Techniques
«BioProcédés, Hygiène & sécurité alimentaire»

Contrôle de qualité au cours du raffinage de l'huile d'olive aux conserves de Aicha à Meknès (LCMA) u sein du

Présenté par : Taiaa Oumayma

Encadré par : Pr. EL Farricha Omar (FST)

Mr. Lakhdar Ahmed (LCMA)

Soutenu le : 06/06/17.

Devant le jury composé de :

- Mr Lakhdar Ahmed (LCMA)
- Pr EL Farricha Omar.
- Pr Chadli Nour Eddine.

Année universitaire: 2016/2017

Remerciement

Ce travail a été réalisé au laboratoire des analyses de contrôle de qualité au sein d'entreprise de conserves de AICHA à Meknès.

Au terme de ce travail je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et mon profond respect à Mr. Mardochee DEVICO Directeur de la société « les conserves de Meknès-Aicha » de m'avoir donné l'occasion d'effectuer mon stage de fin d'études dans une société telle Aicha qu'a une bonne réputation dans le domaine agroalimentaire.

Je tiens aussi à exprimer mon sincère remerciement à Mme. Rafaki Fatima Directrice de laboratoire des analyses et de contrôle de qualité pour son sympathie et sa compréhension aussi pour son aide, pour que mon stage se déroule dans des bonnes conditions.

Je voudrais exprimer aussi ma sincère reconnaissance à mon encadrant de stage Mr. Lakhdar pour son soutien, sa disponibilité et pour ses précieux conseils.

J'adresse mes chaleureux remerciements à Mr. El Farricha Omar qui m'a accompagné durant toute cette expérience professionnelle pour son soutien et qui me fait l'honneur d'accepter d'examiner mon travail.

J'adresse mes chaleureux remerciements aux membres du jury d'avoir accepté de juger ce travail.

C'est avec un très grand plaisir que je remercie infiniment les techniciens de laboratoire des analyses et de contrôles de qualité pour leur précieux conseils, leur encouragements, et leur gentillesse, ils ont été toujours à mes cotés.

Sommaire

Introduction générale.....	7
I/ Présentation de l'entreprise.....	8
1/Historique :.....	8
2/Coordonnées d'entreprise :	8
3/N ⁰ de CNSS :.....	8
4/Capital Social :.....	8
5/N ⁰ de Patente :.....	9
6/La Forme Juridique :	9
7/Effectif du Personnel :.....	9
8/activité de « LCMA » :.....	9
8-1/Confiture	9
8-2/Tomates :.....	9
8-3/Condiments:.....	9
8-4/Olives :.....	9
8-5/Huile :	9
9/Organigramme de LCM:.....	10
II/Procédé de Raffinage.....	11
II-1/Introduction :	11
II-1-1/Définition :	11
II-2/C'est quoi un raffinage?	11
II-2-1/Définition:.....	11
II-3/Diagramme de Raffinage :	13
II-4/ Opérations unitaires :	15
II-4-1/La Démucilagination (étape particulière pour l'huile de soja et de grignon) :.....	15
II-4-1-1/Pour quoi éliminer les phospholipides ?.....	15
II-4-2-1/But :	16
II-4-3-1/But :	16
II-4-4/Séchage :.....	17
II-4-4-1/But :	17
II-4-5/Décoloration :	17
II-4-5-1/But :	17
II-4-6/Désodorisation :	17
II-4-6-1/But :	17
II-4-7/Fortification :	18
II-4-7-1/But :	18
II-5-1/Stockage :.....	18

II-5-2/Conditionnement.....	18
II-5-2-1/Soufflage	19
II-5-2-2/Etiquetage :	20
II-6/Analyses de laboratoire :	21
III/Contrôle de qualité de l'huile d'olive au cours du raffinage.....	22
III-1-1/Analyses physiques :	22
III-1-1-1/Détermination de la couleur :	22
III-1-1-2/Détermination de la teneur en impureté :	23
III-1-2/Analyses chimiques :	24
III-1-2-1/Détermination de l'acidité :	24
III-1-2-2/Détermination des traces de savon :	25
III-1-2-3/Détermination de l'indice de peroxyde :	26
III-1-3/Détermination des pertes en huile :	27
III-1-3-1/Analyse des pates de neutralisation :	27
III-1-3-2/Analyse des eaux de lavage :	28
III-2/Résultats et Discussion :	28
III-2-1/Suivi de l'acidité en fonction des étapes :	28
III-2-2/Suivi de la teneur en traces de savon en fonction des étapes.	30
III-2-3/Suivi de l'humidité et des impuretés en fonction des étapes.....	31
III-2-4/Suivi du taux de phosphore :	32
III-2-5/Suivi de la teneur en indice de peroxyde :	33
III-2-6/Suivi des pertes d'huile :	33
IV/Conclusion :	35

Abréviations :

- **CNSS** : Caisse nationale de sécurité sociale.
- **LCM** : Les conserves de Meknès.
- **LCMA** : Les conserves de Meknès « AICHA ».
- **m(g) ou M (g/mol)** : masse en gramme ou Masse en gramme par mole de sodium.
- **meq/kg** : milliéquivalent par kilogramme.
- **MG** : Matière grasse.
- **mmHg** : millimètre de mercure.
- **Ppm** : Partie par million.
- **S.A** : Société anonyme
- **S1** : Séparateur 1.
- **S2** : Séparateur 2.
- **S3** : Séparateur 3.

Liste des tableaux :

Tableau 1: les analyses effectuees lors du procede de raffinage.....	21
tableau 2: resultats d'acidite en fonction des etapes de raffinage.....	29
tableau 3: resultats de la teneur en traces de savon en fonction des etapes.....	30
tableau 4: resultats de l'humidite et des impuretes en fonction des etapes.....	31
tableau 5:resultats du taux de phosphore en fonction des etapes.....	32
tableau 6: resultats d'indice de peroxyde en fonction des etapes.....	33
tableau 7: resultats d'acidite des pates et les pertes en matiere grasse dans les eaux.....	34

Liste des figures :

Figure 1:schéma de la ligne de demucilagination.....	16
figure 2:schéma de neutralisation continue à la soude.....	16
figure 3:schéma d'un desodorisateur.....	18
figure 4:schéma du principe de soufflage.....	19
figure 5:schéma du principe de fonctionnement d'une remplisseuse automatique.....	20
figure 6:schéma du principe de fonctionnement d'une capssuleuse automatique.....	20

Introduction générale

Dans l'intervalle de l'économie marocaine, le secteur agroalimentaire est une composante importante de l'activité industrielle. En effet, il contribue à hauteur d'un tiers du PIB industriel.

Particulièrement dynamique, l'industrie de la transformation alimentaire au Maroc est l'une des principales industries du pays. Il s'agit d'un domaine stratégique capable de répondre aux besoins de la population. Toutefois ce dernier est désormais poussé par une Concurrence très féroce qui demande une amélioration des processus de fabrication.

Cependant l'industrie agroalimentaire, devant l'amélioration ou la création d'un nouveau produit, accorde ces dernières années une place importante à l'organisation des essais expérimentaux.

La démarche traditionnelle pas à pas était basée sur le savoir-faire et le bon sens de l'expérimentateur, cela engendrait de nombreux essais et un temps considérable pour atteindre parfois des résultats difficilement interprétables. Les exigences du client sur le plan qualité et goût d'une part et la course des entreprises vers des réductions des coûts de développement d'autre part, nécessitent l'utilisation d'une approche scientifiquement rigoureuse : un « plan d'expériences » appelé aussi une « stratégie d'expériences ».

Ainsi une entreprise agroalimentaire, par exemple Les Conserves de Aicha, doit réaliser plusieurs mélanges en variant les composants ou tout simplement leur dosage pour obtenir un produit qui répond à certaines caractéristiques organoleptiques tels : l'odeur, saveur, couleur.etc.

L'objectif de mon projet est d'effectuer un contrôle de qualité de l'huile d'olive au cours du raffinage chimique au sein de la société L.C.M (Les conserves de Meknès) et dont la méthodologie se passe par deux phases : en premier lieu, l'identification des différents paramètres qui agissent sur la suivie des étapes de raffinage et en deuxième lieu, est d'effectuer les différentes analyses physico-chimiques lors des étapes de neutralisation, décoloration et désodorisation.

I/ Présentation de l'entreprise

1/Historique :

Les conserves de Meknès « LCM » est une compagnie considérée parmi les plus anciennes et les plus performantes sociétés à l'échelle nationale qu'il s'agisse de la section des matières premières, de l'introduction de nouvelles technologies ou l'adaptation de ses produits à l'évolution des consommateurs.

Depuis sa création en 1929 sous le nom de Paul Cibut, LCM a fondé sa réputation d'excellence autour du label « AICHA » avant d'étendre son savoir faire au concentré de tomates, aux confitures, à l'huile d'olive et plus récemment aux huiles raffinées et sauces.

En 1962 la famille Davicó a racheté cette société artisanale, et ce fut la date qui marqua le début d'une nouvelle ère puisque le dirigeant a réussi à ériger cette petite société au niveau industriel en modernisant son processus de production.

L'usine est agrandie et la production diversifiée pour mieux répondre aux besoins locaux avec notamment les confitures et le concentré de tomates Aicha.

Aujourd'hui, l'usine couvre une surface de 70000m² dont 35000 couverts et emploie de 300 à 400 salariés.

2/Coordonnées d'entreprise :

LES CONSERVES DE MEKNES : LCM-AICHA B.P.217

*Quartier industriel –Ain Sloughi Meknès. Tél : 0535 50 17 90 – Fax : 0535 50 16
42.Email :aicha@aicha.com-www.aicha.com Télégramme AICHA MEKNES-
I.F.N⁰04100627.*

3/N⁰de CNSS :

CNSS N⁰170.3075

4/Capital Social :

96.000.000DH

5/N⁰ de Patente :

Patente N⁰ 17307131

6/La Forme Juridique :

LCM est une société anonyme (S.A), dans laquelle la totalité des actionnaires appartient à la famille Davicó.

7/Effectif du Personnel :

Effectif variable de 300 à 400 salariés selon les saisons.

8/Activités de « LCMA » :

8-1/Confitures

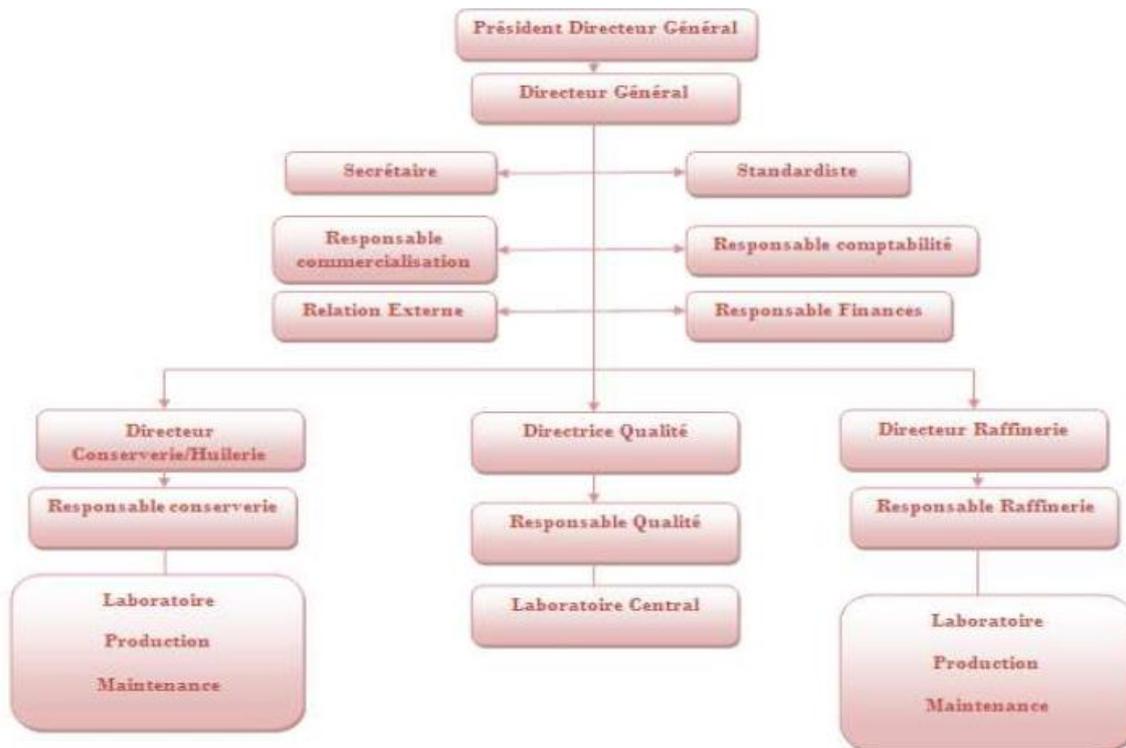
8-2/Tomates

8-3/Condiments

8-4/Olives

8-5/Huile

9//Organigramme de LCM:

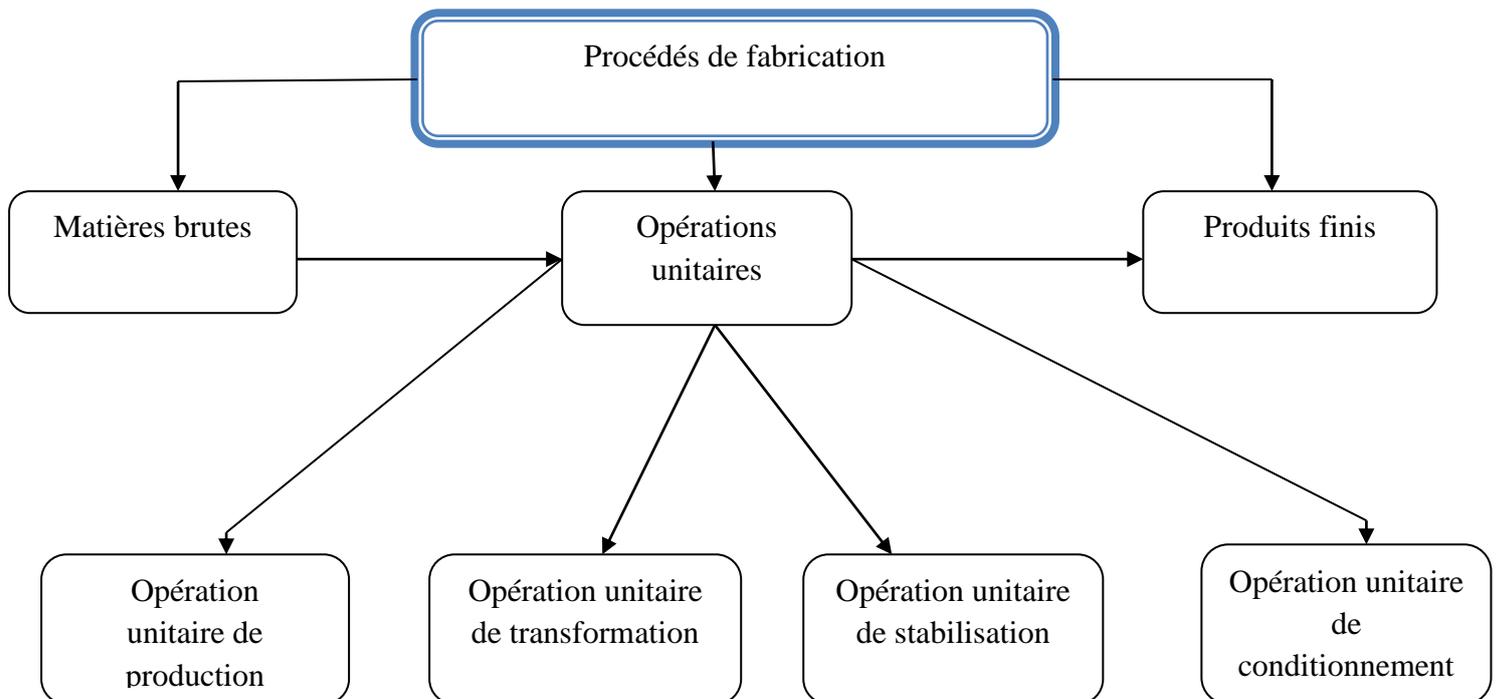


II/Procédé de Raffinage.

1. II-1/Introduction :

1-1/Définition :

La chaîne de fabrication ou de production est l'ensemble des opérations de fabrication nécessaire, à la réalisation d'un produit manufacturé sur des matières premières (Matière brute) jusqu'à la mise sur le marché (Produit fini ou commercial).



II-2/C'est quoi un raffinage?

2-1/Définition:

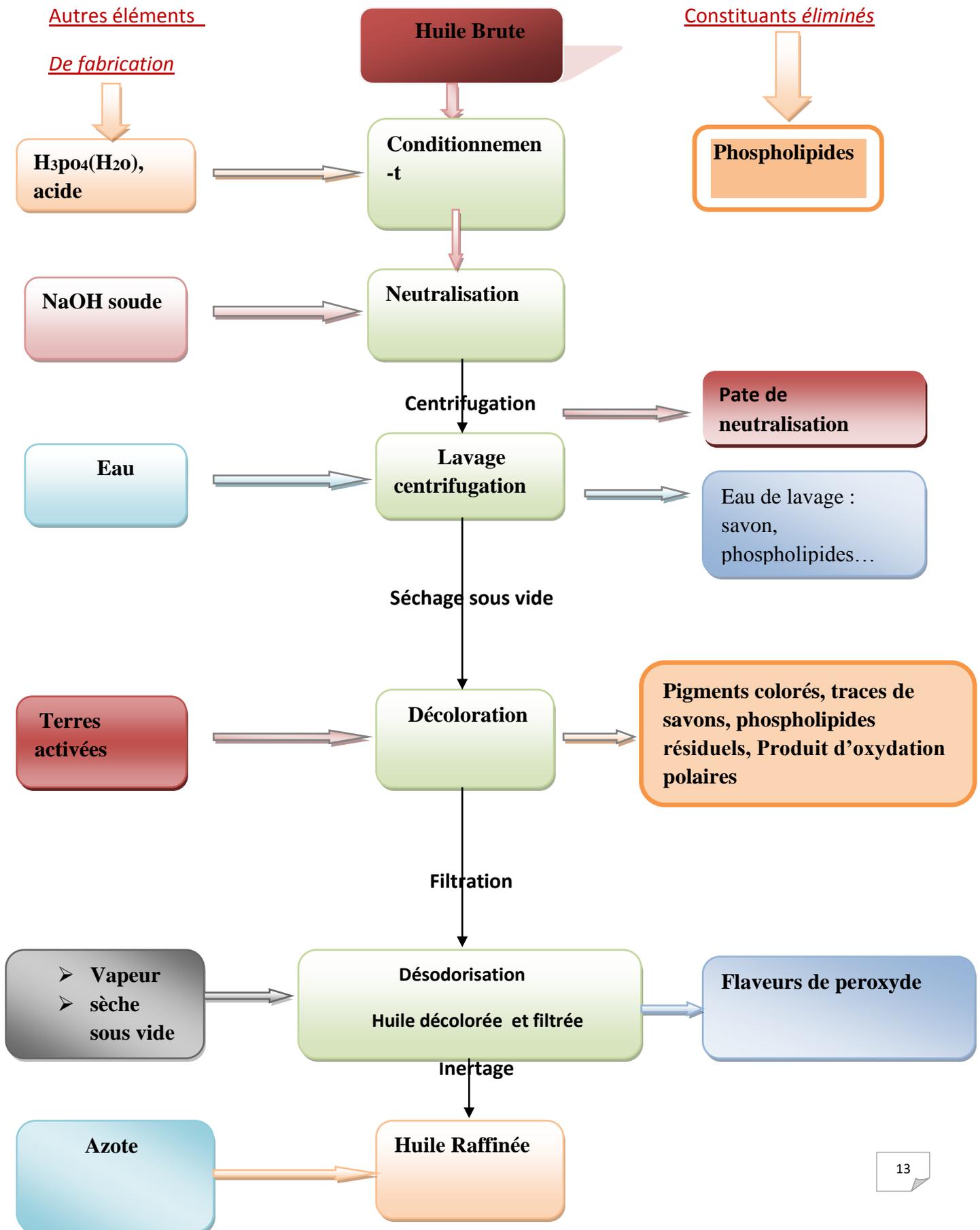
Le raffinage est une technologie relativement récente, est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropre à la consommation.

L'huile contient des éléments désirables et utiles (vitamines, insaponifiable...) et d'autres indésirables comme (cires, peroxyde, acides gras libres..).

2-2/But:

En effet le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques: (Gout, Odeur neutre, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes; cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques...) qui sont nuisibles à leur qualité.

II-3/Diagramme de Raffinage :



- **Matière première :**

C'est l'élément le plus important dans une chaîne de fabrication qui subit plusieurs transformations au cours de la chaîne pour donner à la fin un produit fini et prêt à la commercialisation au consommateur.

- **Constituants de la matière brute (huile d'olive) :**

L'huile d'olive brute est constituée des éléments qui sont primaires tels que les triglycérides et d'autres qui sont secondaires tels que : les mono-di-acétylglycérols, acides gras, phosphatines, glycolipides, colorants (β -carotène...), alcool (stérols...) Et les vitamines (A, D) ainsi des substances étrangères font partie de l'huile d'olive qui sont des composés métalliques, mycotoxines, hydrocarbures (Hexane, Hydrocarbure aromatique polycyclique) et des produits phytosanitaires.

- **Composition de l'huile d'olive raffinée :**

L'huile d'olive compose généralement de 98 % de triglycérides (l'huile proprement dite) La grosse majorité des AG des huiles végétales sont estérifiés, et 2 % de substances diverses qui lui donnent sa couleur, sa saveur, son acidité ou sa douceur et son aptitude à la conservation. Parmi les autres composants on cite :

- ✚ Les vitamines, Les principales sont les vitamines E, K, D et A.
- ✚ L'huile d'olive contient de nombreux alcools (stérols, méthyle-stérols, ...) mais en très petite quantités.
- ☛ En ayant un produit pur vous devriez trouver entre 93-97 pour l'indice d'iode de l'huile d'olive.

- **Intérêt de consommation de l'huile d'olive raffinée:**

De plus, l'huile d'olive contient des antioxydants, ainsi que d'autres nutriments anti-inflammatoires, qui permettent de réduire les niveaux élevés de mauvais cholestérol, de combattre les radicaux libres et de prévenir le vieillissement prématuré de la peau.

Quelques bienfaits de l'huile d'olive :

- ✚ Elle prévient la dégénération mentale, elle a des propriétés anti-cancer.
- ✚ Elle régule le cholestérol, elle diminue la pression artérielle.

II-4/ Opérations unitaires :

Cette partie comprend les différentes opérations réalisées au cours du raffinage et les analyses physico-chimiques réalisées à chaque étape de production.

Le raffinage est un processus qui se base sur trois grandes lignes :

- Neutralisation.
- Décoloration.
- Désodorisation.

II-4-1/La Démucilagination (étape particulière pour l'huile de soja et de grignon) :

Est la première opération du procédé de raffinage, cette étape consiste à éliminer de l'huile brute toutes les substances dites mucilages qui sont des phospholipides, protéines, lécithines et autres impuretés contenues dans l'huile brute.

Cette opération est réalisée que sur des huiles de soja, tournesol qui sont riches en phospholipide puisque leur extraction se fait par un solvant hexane.

II-4-1-1/Pour quoi éliminer les phospholipides ?

La présence des phospholipides dans les huiles présentent plusieurs inconvénients tels que :

- ✓ Les formes phosphorés forment de précipités dits des mucilages en présence d'eau (une telle huile n'est pas acceptable pour la commercialisation aux consommateurs).
- ✓ Une huile mal débarrassée de phospholipides s'acidifie, s'oxyde facilement et l'huile prend un goût désagréable.
- ✓ Désactivation des terres décolorantes.

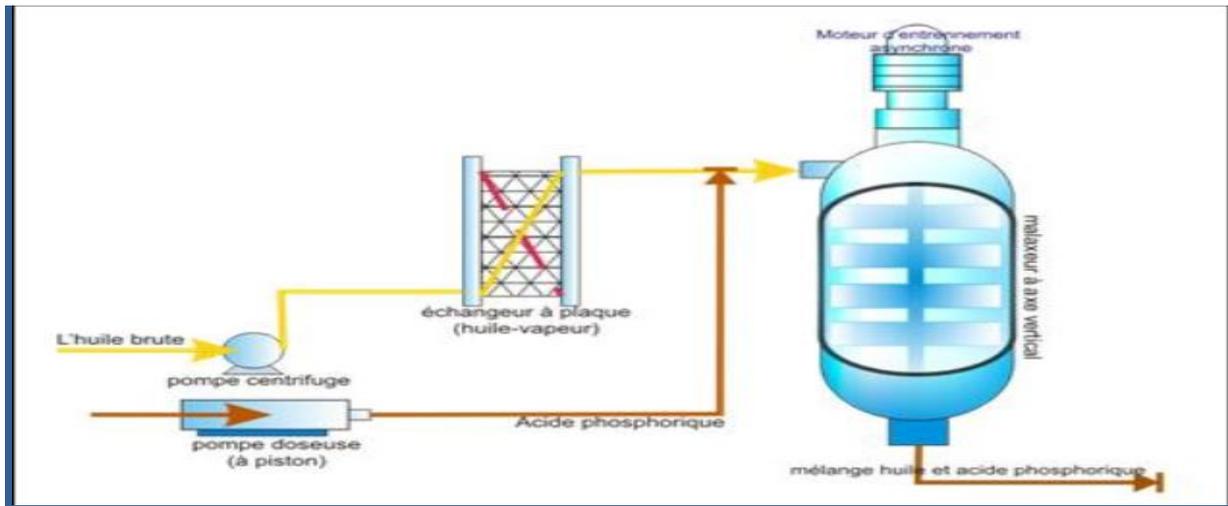


Figure 2: Schéma de la ligne de Démucilagination.

II-4-2/Neutralisation :

II-4-2-1/But :

Cette étape est la plus importante dans le procédé de raffinage qui consiste à éliminer les acides gras par la soude (NaOH) sous forme des savons qui sont appelées aussi pates de neutralisation qui comprennent outre les savons de sodium et la soude ,du sel ,de phosphate ,de l'eau ,de mucilages ,des produits d'oxydations et des contaminants divers, etc.

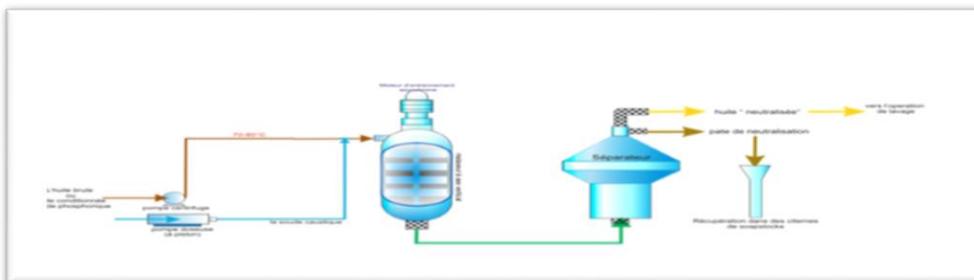


Figure 3: Schéma de neutralisation continue à la soude.

II-4-3/Lavage :

II-4-3-1/But :

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (Savon et Soude) présentes dans l'huile sortante de séparateur de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute subi une bonne

préparation si non elle produit des émulsions importantes et une partie de savon risque de ne pas être éliminé.

II-4-4/Séchage :

II-4-4-1/But :

Cette étape consiste à éliminer l'humidité présente dans l'huile lavée car la présence des traces d'eau diminue l'activité de la terre décolorante et provoque le colmatage rapide des filtres.

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

II-4-5/Décoloration :

II-4-5-1/But :

Cette étape consiste à éliminer les substances colorées (**carotènes et chlorophylles**) que l'huile contient encore, et que la neutralisation n'a que partiellement détruit.

Elle permet aussi de débarrasser de différents composés indésirables et contaminants éventuels tels que les composés d'oxydations, les traces métalliques, et celles des phospholipides, des savons, etc.

II-4-6/Filtration :

II-4-6-1/But :

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

II-4-7/Désodorisation :

II-4-7-1/But :

La désodorisation, comme son nom l'indique, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer aussi

d'autres produits (stérols...). Cette étape de désodorisation prolonge la durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevée avec injection de vapeur.

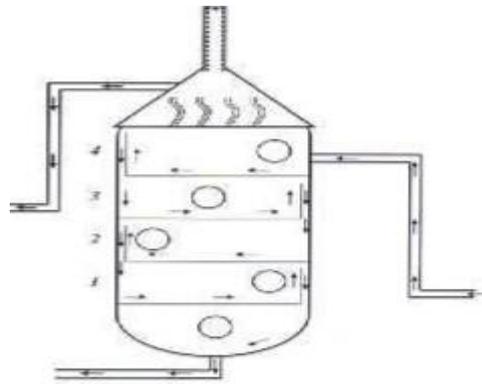


Figure 4: Schéma d'un Désodorisateur.

II-4-8/Fortification :

II-4-8-1/But :

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

II-5/Produit fini :

II-5-1/Stockage :

Le stockage des huiles raffinées se fait particulièrement dans des cuves en inox équipées d'un système d'injection d'azote. Cette injection se fait d'une manière périodique, elle protège l'huile raffinée d'oxydation par la création d'une couche empêchant la pénétration et le contact de l'air aux huiles.

II-5-2/Conditionnement :

Le conditionnement de l'huile raffinée se fait dans des bouteilles de différents formats et calibres de 1l à 5l, des bouteilles faites d'une matière de plastique Polyéthylène

téréphtalique, une matière transparente qui laisse passer la lumière, en mettant en évidence, la clarté et le bon couleur de l'huile raffinée.

Le conditionnement de l'huile raffinée au sein de LCM « Aicha » se fait d'une manière semi automatique. C'est un système qui comprend 5 étapes qui sot les suivants :

- ☛ Soufflage.
- ☛ Remplissage.
- ☛ Capsulage.
- ☛ L'étiquetage.
- ☛ Mise en carton.

II-5-2-1/Soufflage:

Avant de commencer à la mise en carton, une machine automatique qui assure l'étape de soufflage et qui fabrique ces bouteilles.

Son principe est simple, une pièce faite d'une matière en plastique appelée préforme subit une déformation forcée d'une élévation de température pour prendre une nouvelle forme celle d'une forme de bouteille d'huile.

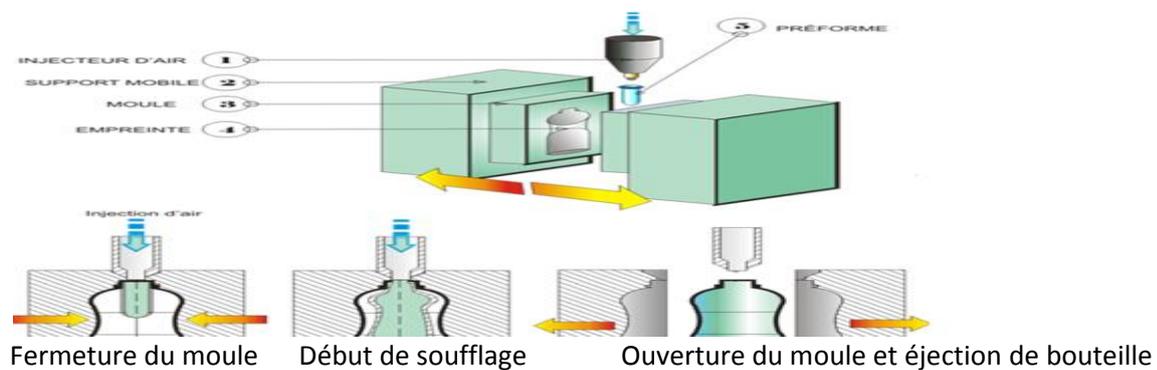


Figure 5: Schéma du principe de Soufflage

II-5-2-2/Remplissage :

Le remplissage se fait à l'aide d'une remplisseuse automatique.

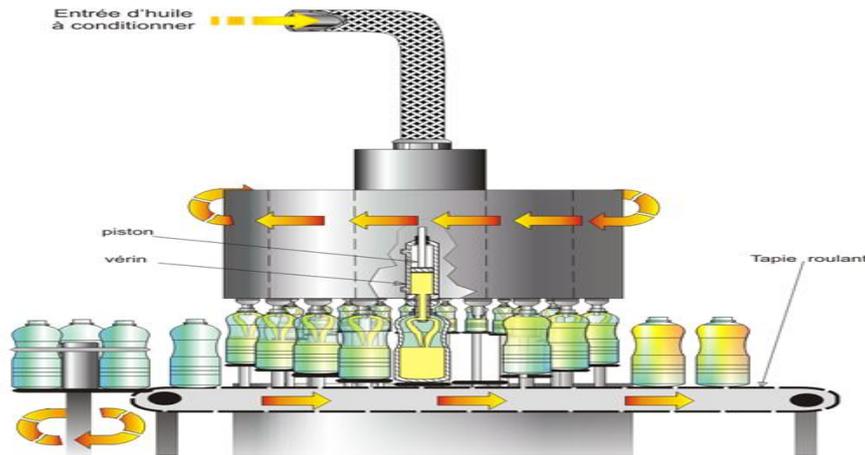


Figure 6: Schéma du principe de fonctionnement d'une remplisseuse automatique.

II- 5-2-3/Capsulage

Le capsulage est l'opération qui se fait après le remplissage des bouteilles, à l'aide d'une capsuleuse automatique, qui produit des bouteilles bien fermées par des bouchons de plastique

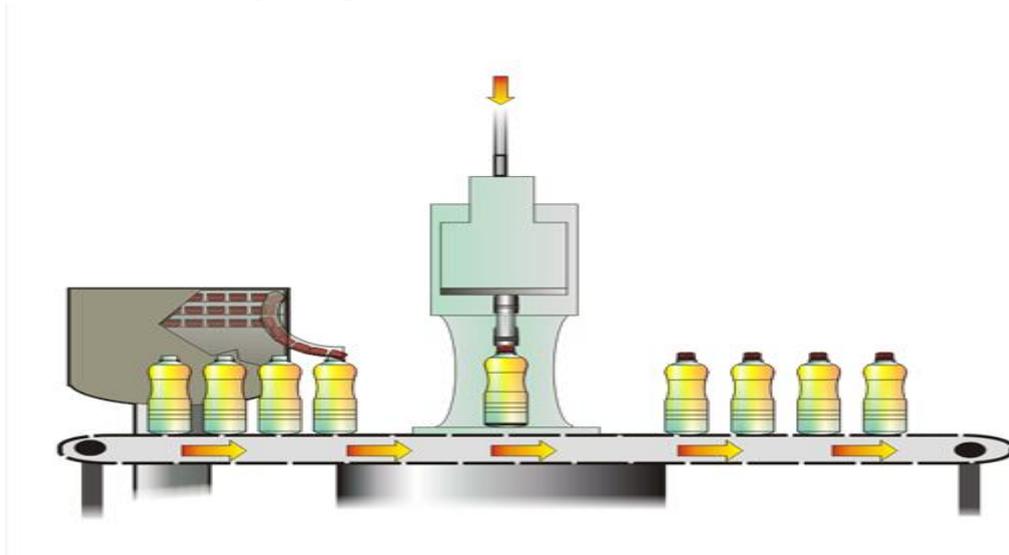


Figure 7 : Schéma du principe de fonctionnement d'une capsuleuse automatique.

II-5-2-4/Étiquetage :

Opération consiste à coller les étiquettes sur les bouteilles à l'aide d'une étiqueteuse automatique.

II-5-2-5/Mise en carton :

Les bouteilles sont mises en carton avant qu'elles soient stockées dans les entrepôts de stockage du produit fini.

II-6/Analyses de laboratoire :

Au sein de laboratoire de contrôle de qualité, il y a plusieurs analyses physico-chimiques qui sont effectuées au cours de chaque opération unitaire de la ligne de production de l'huile raffinée et qui sont les suivants :

<u>Opérations unitaires</u>	<u>Analyses</u>
Démucilagination	Conformité de la teneur en phosphore par spectrophotométrie.
Neutralisation	Détermination : Acidité(%), Excès de la soude.
Lavage	Acidité, Traces de savons et Humidité.
Décirage	Acidité, traces de savon, teneur en phosphore et la teneur en cires.
Décoloration	Acidité, teneur en peroxyde et détermination en teneur de chlorophylles et β carotène.
Désodorisation	Acidité, indice de peroxyde, couleur, Humidité, traces de savon et la teneur en phosphore.

Tableau 1: Les Analyses effectuées lors du procédé de raffinage.

III/Contrôle de qualité de l'huile d'olive au cours du raffinage.

III-1/Analyses physico-chimiques effectuées :

III-1-1/Analyses physiques :

III-1-1-1/Détermination de la couleur :

+ Principe :

La détermination de la couleur se fait par un colorimètre constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue suite à la superposition de ces verres colorés.

+ Mode opératoire :

Après la mise à zéro du colorimètre par de l'eau distillée procéder à une lecture de la transmittance à 420 nm pour l'échantillon

Les normes admises sont :

+ Expression des résultats :

Huile d'olive doit être à environ de = 80%

III-1-1-2/Détermination de la teneur en eau (Humidité) :

+ Principe :

C'est la perte en masse subite par l'échantillon après chauffage à une température élevée, exprimée en pourcentage de masse. Il consiste à provoquer le départ d'eau par chauffage d'une quantité connue de l'huile jusqu'à élimination complète de l'eau.

+ Mode opératoire :

+On pèse ($m_1=20g$) d'huile à analyser dans un bécher, qui a été bien séché et refroidi dans un dessiccateur puis pesé (m_0).

+Mettre le bécher dans l'étuve pendant une heure.

+Après refroidissement dans un dessiccateur, peser le bécher (m_2).

+ Expression des résultats :

$$H\% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0}$$

- **H%** : Taux d'humidité en pourcentage.
- **m₀** : Masse en gramme, du bécher vide.
- **m₁** : Masse en gramme, du bécher et de la prise d'essai avant chauffage.
- **m₂** : Masse en gramme, du bécher et de la prise d'essai après chauffage.

III-1-1-3/Détermination de la teneur en impureté :

+ Principe :

Traitement d'une prise d'essai par un excès d'éther de pétrole, puis filtration de la solution obtenue.

Lavage du filtre et des résidus par le même solvant, séchage à 103°C ± 2°C.

+ Mode opératoire :

- +Sécher la vase et le papier filtre dans l'étuve à 103°C.
- +Laisser refroidir dans le dessiccateur.
- +Peser la vase en verre contenant le papier filtre à 0.001g près (**m₁**).
- +Peser 20g d'huile dans une fiole **M**.
- +Ajouter 200ml de n-Hexane ou d'éther de pétrole.
- +Boucher, agiter et laisser reposer à une température de 20°C pendant 30min.
- +Mettre le filtre dans le vase en verre à sécher dans l'étuve à 103°C.
- +Laisser refroidir dans le dessiccateur.
- +Effectuer la pesée (**m₂**).
- +Répéter les opérations de séchage, de refroidissement et pesage jusqu'à poids constant.

+ Expression des résultats :

La teneur en impuretés insolubles, exprimée en pourcentage en masse est :

$$\% = \frac{m_2 - m_1}{M} \times 100$$

M : masse en gramme de la prise d'essai.

m_1 : masse en gramme de la boîte de pétri et du papier filtre.

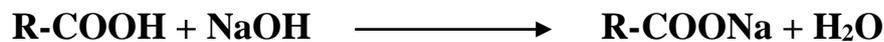
m_2 : m_1 + le contenu des résidus secs après séchage.

III-1-2/Analyses chimiques :

III-1-2-1/Détermination de l'acidité :

Principe :

L'acidité est le degré ou me pourcentage d'acide gras libre, son principe est basé sur la mise en solution d'une quantité connue de matière grasse dans l'éthanol chaud, puis titrage des acides gras libres présents par une solution aqueuse d'hydroxyde de sodium ou potassium en présence d'un indicateur coloré phénolphtaléine.



Mode opératoire :

- + Dans un erlenmyer on prépare 75 ml d'alcool neutralisé (éthanol et quelques gouttes de phénolphtaléine neutralisé par une solution d'hydroxyde de sodium jusqu'à apparition d'une coloration rose).
- + Ajouter 10g de l'huile à analyser et chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution de l'huile.
- + Titrer en agitant avec une solution d'hydroxyde de sodium à 0.1N jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante.

Expression des résultats :

$$\text{L'acidité} : \frac{N \times V \times M}{10 \times m} \times 100\%$$

V : nombre de ml utilisé de KOH.

N : Normalité de KOH = 0.1N.

m : masse en gramme de la prise d'essai = 10g.

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol

III-1-2-2/Détermination des traces de savon :

Principe :

Titration volumétrique dans l'acétone à 2% d'eau par l'acide chlorhydrique en présence de bleu de bromophénol comme indicateur coloré.

Mode opératoire :

+ Dans une éprouvette de 50ml, on verse 48.5ml d'acétone et on remplit avec de l'eau.

+ On verse la solution dans un ballon à fond plat et on additionne quelques gouttes de bleu de bromophénol et on neutralise avec une goutte de NaOH 0.1N.

+ En absence de savon la solution est colorée en jaune, et s'il y a présence des savons la solution est colorée en vert ou en bleu, donc ce cas on doit titrer avec HCL acétonique jusqu'à coloration jaune.

+ On pèse 20g de l'huile dans le même ballon.

+ On agite et on verse la solution dans une ampoule à décanter afin que le mélange se sépare en 2 phases : la phase supérieure est de couleur verte et la deuxième inférieure est de couleur jaune.

+ On récupère la phase verte et titrer avec l'acide chlorhydrique HCL 0.1N jusqu'au virage au jaune d'indicateur.

Expression des résultats :

Les résultats des savons sont exprimés en unité de ppm :

$$\text{Les savons} = \frac{N \times V \times 304}{M}$$

V : volume en ml de l'acide 0.01N nécessaire.

M : masse en g de la prise d'essai.

N: normalité de HCL=0.01N.

III-1-2-3/Détermination de l'indice de peroxyde :

Principe :

Traitement d'une prise d'essai en solution dans un mélange d'acide acétique et d'isooctane, par une solution d'iodure de potassium, Déterminer visuellement l'iode libéré par les peroxydes à l'aide d'un indicateur à l'amidon et d'une solution étalon de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire :

- + On pèse $m = 5\text{g}$ de l'huile dans un ballon à fond plat.
- + On ajoute 12 ml de chloroforme pure et 18 ml d'acide acétique puis 1 ml de solution d'iodure de potassium (1 ml d'eau distillée et 0.5 ml d'iodure de potassium).
- + On bouche le ballon, et on agite durant 1min et on le laisse encore 1min à l'abri de la lumière puis on ajoute 75 ml de l'eau distillée.
- + En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur, on titre (V) l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0.01N.

Essai à blanc :

Parallèlement à la détermination sur l'échantillon, on effectue un essai à blanc sans corps gras, si le volume V_0 versé de thiosulfate 0.01N excède 0.1ml, de nouveaux réactifs doivent être préparés.

Expression des résultats :

-  Les résultats sont donnés en meq d'oxygène / kg de l'huile.

$$I_p = \frac{(V - V_0) \times 1000 \times N}{m}$$

V : Volume versé de la solution de thiosulfate de sodium en ml pour la détermination.

V₀ : volume versé de la solution de thiosulfate de sodium en ml pour l'essai à blanc.

N : normalité de la solution de thiosulfate sodium.

m : la masse de la prise d'essai en g.

III-1-3/Détermination des pertes en huile :

III-1-3-1/Analyse des pâtes de neutralisation :

Principe :

Le dosage de l'acidité de la matière grasse des stocks permet toutefois de se faire une idée. La méthode consiste à acidifier les pâtes de neutralisation immédiatement à la sortie de la centrifugeuse à l'aide d'un acide fort : par réaction de Berthollet les savons se retransforment en acides gras. Si les pertes étaient nulles, les acides gras formés devraient avoir une acidité de près de 100 %. Or il n'en est rien du fait que la phase grasse surnageant contient aussi des phospholipides et de l'huile neutre entraîné.

Mode opératoire :

- + Emulsionner 7 à 8 g de pâte dans 100 ml d'eau bouillante.
- + Ajouter 3 à 5 gouttes d'hélianthine.
- + Ajouter 2 à 5 ml d'acide chlorhydrique en excès.
- + Chauffer jusqu'à décomposition complète des savons.
- + Laisser refroidir et traverser dans une ampoule à décanter.
- + Extraire par 125 ml d'hexane ou d'éther de pétrole puis par trois fois 25 ml.
- + Evaporer le solvant après filtration (s'il contient des impuretés).
- + Sécher et peser le corps gras total.

Expression des résultats :

$$\% \text{ MGT} = \frac{(P2 - P1)}{PE}$$

Avec :

P2= ballon + MGT.

P1= ballon vide.

PE= masse de la prise d'essai.

III-1-3-2/Analyse des eaux de lavage :

+ Principe :

Les eaux des lavages (surtout celles du premier) entraînent une quantité notable d'huile neutre. Des échantillons d'eau de lavage doivent être prélevés régulièrement pour un contrôle visuel de la quantité de matière grasse entraînée (après décantation naturelle, ou mieux, après centrifugation).

+ Mode opératoire :

- + Verser un volume d'eau de lavage, dans une éprouvette de 100 ml ;
- +Ajouter quelques gouttes d'acide sulfurique qui favorise la séparation des deux phases et casse les émulsions.
- +Lire les volumes de chaque phase.

+ Expression des résultats :

$$\text{Perte en MG(\%)} = V(\text{total}) \times \text{VMG} \times 100$$

Perte en MG(%) : pertes en matière grasse en pourcentage.

V (total) : volume en ml d'eau de lavage.

VMG : volume en ml de matière grasse.

III-2/Résultats et Discussion :

III-2-1/Suivi de l'acidité en fonction des étapes :

Le suivi de l'acidité a été effectué entre le 18-04-17 et le 22-04-17.

Le résultat d'acidité a été pris pour la journée de 20-04-17 où les valeurs ont été précises par rapport aux autres journées.

Les résultats du test d'acidité sont regroupés dans le **tableau 2** au dessous :

Tableau 2: Résultats d'acidité en fonction des étapes de raffinage.

<u>Etapes des paramètres</u>	<u>Huile brute</u>	<u>Mélangeur</u>	<u>Séparateur (S3)</u>	<u>Décoloration</u>	<u>Désodorisation</u>
<u>Acidité%</u>	17	-	0.07	0.14	0.05
<u>Normes%</u>	>3.3	-	<0.1	<0.2	<0.1

A/Lecture des résultats :

- ☛ **Huile brute** : Le pourcentage de l'acidité dans l'huile brute atteint 17%, il dépasse la norme (3.3%).
- ☛ **Séparateur(S3)** : L'acidité de l'huile à ce niveau est de 0.07% inférieure à la norme (<0.1%).
- ☛ **Décoloration** : L'acidité de l'huile diminue à une valeur de 0.057% qui est inférieure à la norme (<0.1).
- ☛ **Désodorisation** : L'acidité diminue jusqu'à 0.05%, un pourcentage qui ne dépasse pas la norme (<0.1).

B/Discussion :

- Les résultats d'acidité de l'huile d'olive obtenus dans le tableau 2 précédent, montre que l'acidité diminue de 17 % pour l'huile brute jusqu'à 0.07 % pour l'huile neutralisée sortante de séparateur S3, sont des valeurs conformes à la norme d'entreprise (**LCM**), (> 3.3% pour l'huile brute et 0.07 % pour l'huile neutralisée).
- Ces valeurs témoignent que les opérations unitaires aient un bon déroulement au cours du raffinage, et surtout l'opération de neutralisation qu'a neutralisé une grande quantité d'acides gras libres.
- Au niveau de la décoloration, on observe que l'acidité de l'huile décolorée a passé de 0.07% à 0.14% en ne dépassant pas la norme (<0.2). Cette augmentation peut être expliquée par le fait que l'huile contient encore des traces de savon qui réagissent avec la terre décolorante en libérant des acides gras.

- Pour l'huile désodorisée, la diminution de l'acidité à 0.05% est due à la volatilisation des acides gras libres restants dans l'huile sous l'effet de la température 240°C et le vide.

III-2-2/Suivi de la teneur en traces de savon en fonction des étapes.

Les résultats des traces de savon regroupés dans le tableau 3 sont été pris pendant les journées de 25-04-17, 26-04-17 et 27-04-17.

Tableau 3: Résultats de la teneur en traces de savon en fonction des étapes de raffinage.

<u>Journées</u>	<u>Mélangeur</u>	<u>Séparateur(S3)</u>	<u>Décoloration</u>	<u>Désodorisation</u>
<u>25-04-17</u>	-	43.4 ppm	00 ppm	00 ppm
<u>26-04-17</u>	-	250.00 ppm	16 ppm	00 ppm
<u>27-04-17</u>	-	400.00 ppm	20.4 ppm	00 ppm
<u>Normes (ppm)</u>	-	<100 ppm	00 ppm	00 ppm

A/Lecture des résultats :

- **Mélangeur** : L'huile est dépourvue des traces de savon.
- **Séparateur** : Présence des traces de savons en faible quantité pendant la journée de 25-04-17 et en grande quantité durant les deux jours de 26-04-17 et 27-04-17.
- **Décoloration** : Absence des traces de savon 00 ppm en 25-04-17 et apparition des faibles quantités des traces de savons en 26-04-17 et 27-04-17.
- **Désodorisation** : Absence total des traces de savons pendant les trois jours.

B/Discussion :

- la présence des traces de savon au niveau de la neutralisation est liée à la réaction de saponification à la soude des acides gras libres de l'huile démulcinée à l'acide.
- Au niveau de séparateur, la présence des traces de savons sont toujours présents dans l'huile mais à faible quantité 43.4 ppm pour la journée de 25-04-17, valeur inférieure à la norme (<100 ppm).

- Cette faible quantité de traces de savon est due au déplacement de la zone de séparation à la phase lourde et qu'il y a un risque de perte de l'huile dans la pâte.
- L'absence des traces de savons (00 ppm) au niveau de l'huile décolorée est due à l'adsorption sur la terre décolorante.
- On note que la teneur en traces de savons en grandes quantités 250 ppm pour le 26-04-17 et 400ppm pour 27-04-17 sont plus supérieures à la norme (<100 ppm) qui peut s'expliquer par un problème de réglage au niveau de séparateur, et l'apparition des faibles quantités des traces de savons dans l'huile décolorée peut être due à une mauvaise séparation après neutralisation, et probablement due à un colmatage des filtres.

III-2-3/Suivi de l'humidité et des impuretés en fonction des étapes.

Les résultats d'humidité sont regroupés dans le tableau 4 ci-dessous :

Tableau 4: Résultats de l'humidité et des impuretés en fonction des étapes de raffinage.

<u>Etapes des paramètres</u>	<u>Huile brute</u>	<u>Mélangeur</u>	<u>Séparateur</u>	<u>Décoloration</u>	<u>Désodorisation</u>
<u>Humidité%</u>	0.025%	-	-	-	-
<u>Norme%</u>	0.08%	0.1%	<0.5%	00%	00%
<u>Impuretés%</u>	0.05%	-	-	-	-
<u>Norme%</u>	0.5%	-	-	00%	00%

A/Lecture des résultats :

✓ **Humidité :**

☛ **Huile brute :** On note une faible teneur en eau dans l'huile brute 0.025% inférieure à la norme (0.08%).

☛ **Mélangeur, Séparateur(S3), Décoloration, Désodorisation :** Absence des traces de H₂O dans l'huile sortante de chaque opération unitaire.

✓ **Impuretés :**

☛ **Huile brute :** Une faible quantité de 0.05% des impuretés, valeur conforme à la norme (0.5%).

☛ **Mélangeur, Séparateur(S3), Décoloration, Désodorisation :** 0% des impuretés.

B/Discussion :

D'après les résultats représentés dans le tableau 6 au dessus, l'absence de(s) :

- L'humidité dans la décoloration montre les bonnes conditions de déroulement d'opération de séchage de l'huile avant de passer à la décoloration, ainsi que l'absence de l'humidité dans l'huile désodorisée peut être retenue par la terre décolorante et absorbé par le vide durant la désodorisation.
- Impuretés dans l'huile décolorée est attaché à l'efficacité des filtres.

III-2-4/Suivi du taux de phosphore :

L'objectif de dosage du taux de phosphore permet de suivre le déroulement et l'efficacité de l'étape de démuléination, car la présence des phosphores dans cette étape reflète sur le déroulement des autres étapes de raffinage.

Les résultats du taux du phosphore représentés dans le **tableau5** ci-dessous, sont été pris pendant la journée de 02-05-17 et 04-05-17.

Tableau 5:Résultats du taux de phosphore en fonction des étapes de raffinage.

<u>Etapes.</u> <u>Journées.</u>	<u>Huile</u> <u>brute</u>	<u>Mélangeur</u>	<u>Séparateur(S3)</u>	<u>Décoloration</u>	<u>Désodorisation</u>
<u>02-05-17</u>	-	-	-	00 ppm	-
<u>04-05-17</u>	-	-	-	6 ppm	-
<u>Norme</u> <u>(ppm)</u>	-	-	<15 ppm	<5 ppm	-

Résultats et discussion :

- **02-05-17** : Absence des traces de phosphore dans l'huile décolorée, ce qui répond à la norme d'entreprise (<5 ppm).

- **04-05-17 :** Il est noté dans cette journée une quantité de phosphore 6 ppm supérieure à la norme (<5 ppm), cette valeur serait lié à une mauvaise séparation des pates de neutralisation de l'huile d'olive.

III-2-5/Suivi de la teneur en indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est une mesure qui permet de déterminer la quantité de peroxyde présente dans une matière grasse.

Les résultats d'indice de peroxyde qui sont regroupés dans le **tableau 6** sont été pris pendant la journée de 05-05-17.

Tableau 6: Résultats d'indice de peroxyde en fonction des étapes de raffinage.

<u>Etapes.</u> <u>Paramètres.</u>	<u>Huile</u> <u>brute</u>	<u>Mélangeur</u>	<u>Séparateur(S3)</u>	<u>Décoloration</u>	<u>Désodorisation</u>
<u>Indice de</u> <u>peroxyde</u> <u>(meq</u> <u>d'O₂/kg)</u>	6 meq/kg	-	-	-	00
<u>Norme</u>	20 meq/kg	-	-	-	1 meq/kg

Résultats et discussion :

- Le taux de peroxyde dans l'huile brute est de 6meq/kg, inférieur à la norme (20 meq / kg). Ce taux diminue au cours du raffinage pour arriver à 0 meq/kg d'huile après désodorisation.
- Cette diminution du taux de peroxyde peut être du à la décomposition des peroxyde qui sont éliminés en grande quantité lors de la désodorisation.

III-2-6/Suivi des pertes d'huile :

Les résultats regroupés dans le **tableau 7** représentés au dessous, sont été pris pendant les Journées de : 05-05-17,08-05-17,10-05-17 et 12-05-17.

Tableau 7: Résultats d'acidité des pâtes et les pertes en matière grasse dans les eaux.

<u>Journée.</u>	<u>05-05-17</u>	<u>08-05-17</u>	<u>10-05-17</u>	<u>12-05-17</u>	<u>Norme</u>
<u>Analyse.</u>					
<u>Perte en matière grasse dans les eaux(%)</u>	0.28	0.2	0.13	0.1	≤0.3
<u>Acidité des pâtes(%)</u>	63.42%	56%	77.4%	79.91%	>60%

A/Lecture des résultats :

- ☛ Durant les quatre jours des analyses des pertes en matières grasses dans les eaux, on a noté des résultats (0.28, 0.2, 0.13, 0.1) qui sont conformes à la norme (≤0.3).
- ☛ En ce qui concerne les résultats d'acidité des pâtes, presque toutes les valeurs trouvés (63.42%, 56% ,77.4% ,79.91%) respectent la norme, juste celle de 56% qu'a été inférieure à la norme (>60%).

B/Discussion :

D'après le tableau 9, on note qu'il n'y a pas eu beaucoup de pertes d'huile dans les pâtes de neutralisation, sauf pour la journée de 08-05-17 où l'acidité des pâtes semble basse, atteint 56% inférieure à la norme (>60%), selon les techniciens de laboratoire dans ce cas il faut agir sur certains paramètres (Ajout d'acide, concentration de la soude...).

Pour les pertes d'huile dans les eaux de lavage, on remarque qu'ils ne sont pas des pertes importantes, mais ceci néglige pas qu'elles sont envoyés vers des florentins afin de récupérer la faible quantité d'huile.

IV/Conclusion :

Durant mon stage je me suis vite rendue compte que deux mois n'étaient pas du tout suffisante pour mener à bien une analyse complète de l'activité de raffinage des huileries du « AICHA » en vue de l'optimiser. Nous avons donc essayé de faire de notre mieux en accordant le plus d'intérêt aux étapes que nous avons estimés déterminantes.

Et comme conclusion finale nous nous permettons de donner quelques recommandations fruits de nos observations et de notre analyse de la chaîne de production :

✓ **Démucilagination acide :**

- ☛ Augmenter le volume de H₃PO₄ ajouté à des valeurs comprises entre 1,2 et 2 %.
- ☛ Redimensionner le bac de contact.
- ☛ Pour un débit de 18 t/h et pour un temps de contact minimal de 20 min, il faut un bac de 7 m³ environ.
- ☛ Pour garder le même bac et pour un temps de contact minimal de 20 min, il faut diminuer le débit jusqu'à 16 tonnes par heure.

✓ **Neutralisation :**

- ☛ Utiliser une soude à 20 °Be est amplement suffisant.
- ☛ L'excès de soude doit être de 15 à 20 %.
- ☛ La contre-pression de la centrifugeuse doit être comprise entre 2,2 et 2,4 bars.

✓ **Lavage :**

- ☛ Essayer de diminuer le débit d'eau de lavage à 12% pour les 2 lavages.
- ☛ Utiliser le carbonate de sodium mélangé avec l'eau de lavage.
- ☛ Réviser les deux séparateurs.

Bibliographie.

- ❖ **Registre des modes opératoires-Laboratoire de contrôle de qualité-« AICHA ».**
- ❖ **PFE-Traitement des nuisances olfactives issues de l'étape de désodorisation des huiles végétales-Institut agronomique et vétérinaire-JANATI NASSIM.**

Webographie:

- ❖ **<https://www.google.com/#q=constituants+de+huile+brute>.**
- ❖ **<http://www.azaquar.com/doc/raffinage-de-huile-brute>.**
- ❖ **www.aicha.com.**
- ❖ **<http://forums.futura-sciences.com/biologie/445731-huile-dolive.html>.**
- ❖ **<http://www.oleiculteur.com/huile.html>.**

