



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Suivi de la teneur en vitamines A et D3 dans
l'huile de table.**

Présenté par :

◆ **KOURIK Az-eddine**

Encadré par :

◆ **Mme Fatiha Bousellami (SIOF)**

◆ **Pr. Mohammed EL ASRI (FST)**

Soutenu Le Juin 2017 devant le jury composé de :

- **Pr. Ahmed BOULAHNA**

- **Pr. Abdeslam MELIANI**

- **Pr. Mohammed EL ASRI**

Stage effectué à SIOF

Année Universitaire 2016 / 2017

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES

☒ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

🌐 Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>

☎ Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14

SOMMAIRE

<i>Remerciements</i>	1
<i>Dédicace</i>	2
<i>Introduction</i>	3
<i>CHAPITRE 1 : Présentation de la SIOF</i>	4
I. Présentation :	4
II. Historique :	4
III. Produits de la SIOF :.....	5
<i>CHAPITRE 2 : Procédé de raffinage d'huile brute ; Conditionnement</i>	6
I. RAFFINAGE :.....	6
1) Introduction :	6
2) Schéma de production :	7
II. Procédé de raffinage :	9
1) Filtration :	9
2) Démucilagination :	9
3) Neutralisation :	9
4) Lavage :	10
5) Séchage :	11
6) Décoloration :	11
7) Filtration :	12
8) Désodorisation :	12
9) Fortification :	13
III. Conditionnement :	14
1) Définition :	14
2) Description des étapes de conditionnement :	14
a) Soufflage :	14
b) Remplissage et capsulage :	14

c) L'étiquetage et datage :.....	15
d) L'encaissage :.....	15
IV. Analyses effectuées au laboratoire :.....	15
<i>Chapitre 3 : Le suivi de la teneur des vitamines A et D3 dans l'huile de table.</i>	
	16
I. Introduction :.....	16
II. Vitamine A et D3 :.....	16
1) Vitamine A :.....	16
2) Vitamine D3 :.....	17
III. Schéma de procédé de fortification de l'huile raffinée :.....	19
IV. Spécifications des équipements de fortification :.....	20
V. Procédure des calculs :.....	20
VI. La vérification de la concentration de vitamine ajouté à l'huile raffiné :.....	22
1) Calcule de la quantité d'huile raffiné vitaminé :.....	22
2) Calcule de la quantité de vitamine ajouté :.....	22
3) Le calcul fait par les techniciens de laboratoire :.....	23
a) 1 ^{ere} méthode :.....	23
b) Seconde méthode :.....	23
VII. Le suivi de la teneur en vitamine A et D3 dans l'huile raffiné vitaminée :.....	24
<i>Conclusion</i>	25

Remerciements

Je tiens à exprimer ma gratitude à toute les personnes qui ont consacré de leur temps et de leur énergie afin de faciliter le déroulement de mon stage, à savoir :

Pr. EL ASRI Mohammed pour avoir consacré du temps à l'encadrement et à l'enrichissement de ce travail. Pour son soutien et ses conseils.

Le Pr. Ahemd BOULAHNA et le Pr. Abdeslam MELIANI, qui me font l'honneur d'être membre du jury.

Mme Fatiha boussellami Responsable de la production de la SIOF, pour son accueil chaleureux, ses conseils judicieux et son support permanent.

Tout le personnel de l'unité, de l'unité raffinage, et du laboratoire, pour avoir eu l'amabilité de répondre à mes questions.

Enfin j'adresse l'expression de mes reconnaissances à toute personne que j'ai pu rencontrer au cours de ce stage et qui a contribué d'une manière ou d'une autre, de près ou de loin à l'élaboration de ce document.

Dédicace

Nous dédions ce travail à ... ?

A DIEU

Nous commençons par rendre grâce à Dieu et à sa bonté pour la patience, la compétence et le courage qu'il nous a donné pour arriver à ce stade.

A ma très chère mère

Affable, honorable, aimable : vous représentez pour nous le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et L'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de nous encourager et De prier pour nous.

A la mémoire de mon Père

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, L'estime, le dévouement et le respect que nous avons toujours eu Pour vous.

A toutes mes sœurs et frère.

A mes amis (es) pour leur soutien.

A tous mes enseignants avec mes profondes considérations.

A tout le personnel de la SIOF.

Introduction

L'huile de table est extraite à partir des plantes oléagineuses, comme le colza, le Soja, le noyau de palme ou le tournesol et l'olive.

La malnutrition est due aux carences en micronutriments surtout les vitamines A et D₃. C'est pour cela que le **Ministère de la Santé du public marocain** a adopté depuis l'année 2000, un programme national de fortification des aliments de base qui représente le moyen le plus viable pour lutter contre les troubles dus aux carences en micronutriments.

SIOF est l'une des entreprises concernées par ce programme. Elle a mis en place une unité de fortification dans l'usine. La teneur en vitamine A et D₃ est règlementée leur teneur est ainsi :

- A : 30 UI/g
- D₃ : 3 UI/g

Dans la société SIOF l'ajout de ces vitamines se fait à l'aide d'une pompe doseuse. Afin de mieux maîtriser la teneur en ces vitamines dans l'huile de Soja. Un suivi de cette pompe est recommandé pour s'assurer de sa fiabilité.

L'objectif de mon travail dans le cadre de ce projet de fin d'étude est le suivi chronologique de l'ajout de ces deux vitamines, par le contrôle du débit de cette pompe.

CHAPITRE 1 :

Présentation de la SIOF

I. Présentation :

Depuis plus de 50 ans, la SIOF offre à ses consommateurs nationaux et internationaux une large gamme de produits du secteur oléicole. A la recherche constante d'amélioration, la SIOF investit dans la recherche et développement et s'engage à respecter les standards de qualité internationaux. La trituration des olives, l'extraction d'huile de grignon, le raffinage des huiles alimentaires, le conditionnement d'huile de table, d'huile d'olive et d'huile de tournesol et la conserverie des olives et des câpres représentent le cœur d'activité de l'entreprise. Grâce à ses nombreuses marques fortes et appréciées des marocains, la SIOF contribue au bien être de millions de consommateurs.

Inscrite dans une démarche continue d'amélioration et de progrès, la SIOF a obtenu la certification HACCP pour son haut niveau d'exigence en matière de sécurité des denrées alimentaires.

Entreprise responsable et citoyenne, la SIOF s'est inscrite dans une démarche de développement durable et a fait des 3 P (People, Planet, Profit) un axe stratégique de développement. Respect et protection de l'environnement, politique d'innovation et d'amélioration de son système de production, écoute et suivi de ses clients, la SIOF met tout en œuvre pour être un acteur majeur du secteur des huiles et des olives en accord avec son temps.

Au fil des années, grâce à une gestion moderne et à un management innovant, SIOF a su imposer ses marques. En conciliant son savoir-faire et son investissement aussi bien dans les infrastructures que dans le capital humain, la SIOF occupe aujourd'hui une place de choix sur le marché des oléagineux.

II. Historique :

La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) est une société anonyme à vocation agroalimentaire, plus précisément dans les domaines de l'extraction, le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

Crée en **1961** sous forme d'une Société à Responsabilité Limitée (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation familiale qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

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

En **1966**, SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 1200 tonnes par an.

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

En **1977**, et grâce à cette nouvelle installation, la société est devenue un complexe important pour le capsulage et l'étiquetage des produits.

En **1978**, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au lancement de la première campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du Royaume, le recrutement des représentants et surtout l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) avec deux matériaux de remplissage. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de haute qualité.

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

A partir de **1985**, elle s'est transformée en une société anonyme S.A avec un capital de 30 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

En **1993**, l'entreprise a mis en place une raffinerie d'huile brute à base de soja.

En **2002-2003**, la société a installé deux chaînes de production pour le conditionnement des huiles en format 0,5L, 1L, 2L et 5 L.

Dans le souci de vouloir être continuellement dans la course des nouvelles techniques, SIOF choisit rigoureusement ses moyens humains et matériels et pousse toujours plus loin à l'innovation et la qualité de ses produits.

III. Produits de la SIOF :

- ✓ **SIOF** : huile de table raffinée à base de soja.
- ✓ **Moulay Idriss** : huile d'olive vierge courante.
- ✓ **Andaloussia** : huile de grignon d'olive.
- ✓ **Frior** : huile de friture, 100% tournesol.

CHAPITRE 2 :

Procédé de raffinage d'huile brute ; Conditionnement

I. RAFFINAGE :

1) Introduction :

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation.

Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que pesticides, glycosides) mais également les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques.

Il s'agit de fournir, d'une part au consommateur une huile raffinée répondant à ses attentes et d'autre part, de garantir à l'utilisateur une huile alimentaire dont les spécifications sont conformes à un cahier des charges précis et complet.

Le raffinage est défini par la réglementation nationale : il a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires.

Le raffinage comprend une série de traitements 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 de l'huile de soja passe par plusieurs étapes :

- Filtration
- Démucilagination
- Neutralisation
- Lavage
- Séchage
- Décoloration
- Filtration
- Désodorisation
- Refroidissement
- Fortification

2) Schéma de production :

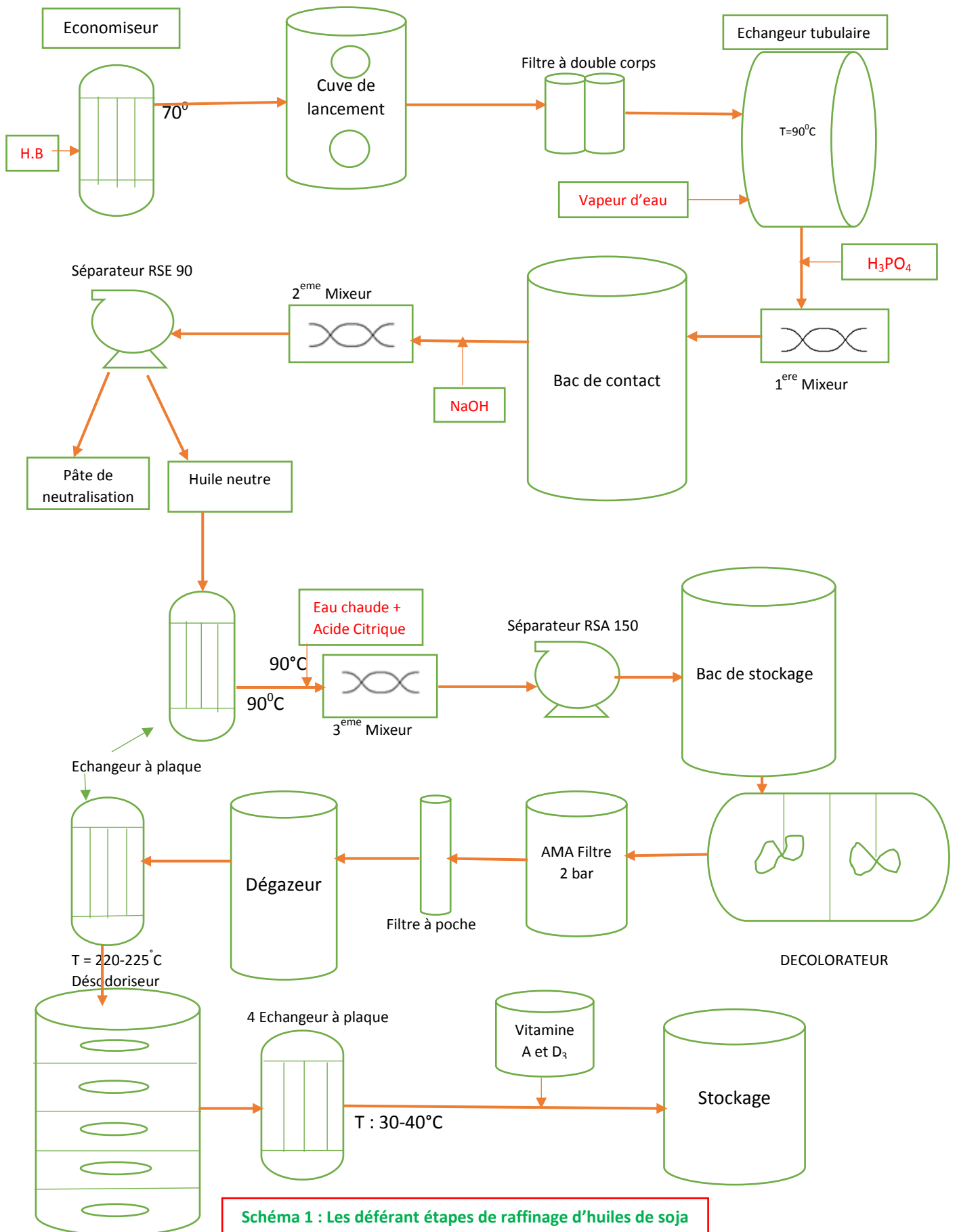


Schéma 1 : Les déferant étapes de raffinage d'huiles de soja

Ce schéma est un schéma qui simplifie tous le procédé de raffinage et les tout étapes suivie.

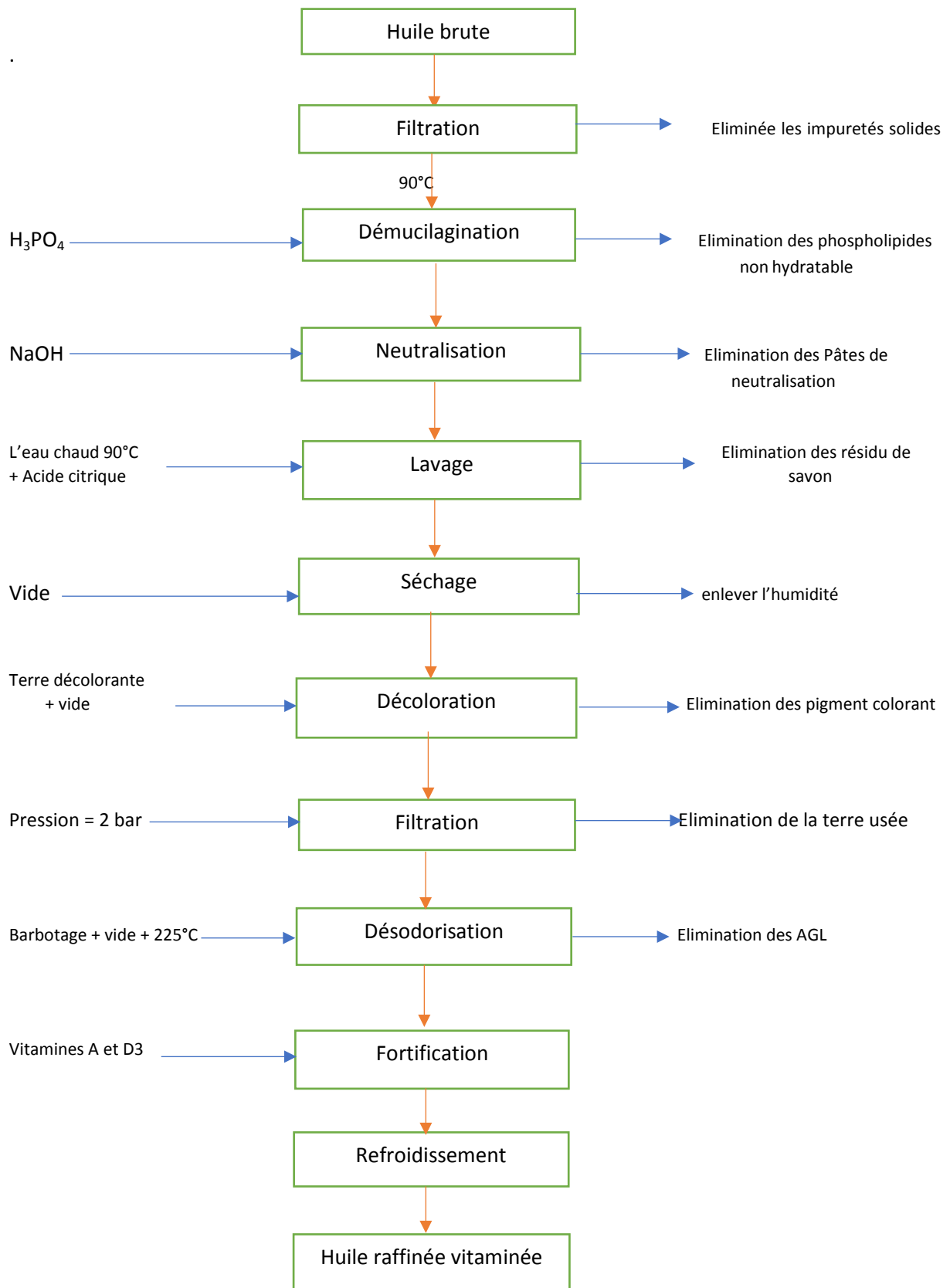


Schéma 2 : Schéma simplifié de Procédé de raffinage d'huile de Soja.

II. Procédé de raffinage :

1) Filtration :

Après un chauffage d'huile à 70°C par un échangeur thermique appelé Economiseur par un contact de surface de l'huile brute et l'huile de sortie de désodoriseur, l'huile brute rentre dans une cuve de lancement et il va pomper dans deux filtres à double corps. Le but de cette filtration est éliminé les impuretés solides.

2) Démucilagination :

La démucilagination est la première étape du raffinage de l'huile, elle permet de débarrasser les huiles brutes des substances dites mucilages qui sont des phospholipides non hydratables, les lécithines, les complexes sucrés et dégradation des minéraux (Fe, Cu) et diminution des pigments colorantes (carotènes /chlorophylles).

Si les phospholipides présentent dans l'huile ils provoquent des émulsions, désactive la terre décolorante, ce qui provoque un colmatage rapide des filtres.

L'huile brute sera chauffée à 90°C à l'aide d'un échangeur tubulaire avec de la vapeur d'eau venant de la chaudière, ce chauffage a pour but de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact, et aussi pour accélérer les réactions chimiques.

Dans cette opération, à l'aide d'un mixeur, on mélange l'huile brute à 90°C avec l'acide phosphorique (H_3PO_4), pour obtenir un mélange intime, le mélange va rentrer dans un réacteur appelé bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 15 à 20 minutes, ce temps de séjour est suffisant pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation.

Remarque :

- La quantité de l'acide phosphorique ajoutée dépend de la teneur de l'huile en phospholipides.
- Si on a un excès de H_3PO_4 , on a la présence de Phosphore qui influence dans le désodoriseur, le phosphore provoque le colmatage des filtres, formation d'une couche isolante dans l'échangeur 40 bar.

3) Neutralisation :

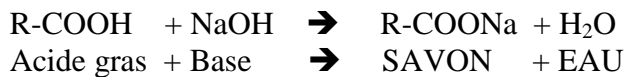
Les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans les huiles à raffiner. L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. Elle se fait à l'aide de soude caustique et est suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage, le procédé de neutralisation est effectué comme suit :

Dans cette opération, à l'aide d'un mixeur, on mélange l'huile avec la soude caustique. Le but de cette opération est d'effectuer la saponification d'huile, c'est l'élimination d'acides gras libres par transformation en savons, ainsi que divers composés résiduels (phospholipides, composés de nature protéique, ...)

Le procédé génère des pâtes de neutralisation et des eaux de lavage qu'il faut prétraiter avant rejet. La quantité de soude à employer est calculée à partir de l'acidité de l'huile exprimée le plus souvent en acidité oléique ou palmitique.

Les réactions qui ont lieu lors de ce processus sont :

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



Après, l'huile est envoyée vers le séparateur (bol-auto-débordeur RSA150) pour séparer la pâte de l'huile et récupérer l'huile neutre.

A la sortie de séparateur ont prélevé des échantillons pour vérifier l'acidité et le taux de savon :

*Acidité (g/100g) : 0.02 – 0.06

* Savons (ppm) : 800 – 1400

4) Lavage :

Le but de cette opération est d'éliminer les substances alcalines (savons et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de neutralisation, les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

L'huile neutre à 90°C va se mélanger avec l'eau chaude à 90°C et une solution de l'acide citrique à l'aide d'un mixeur, après le mélange sera séparer avec un séparateur pour éliminer les résidus de savon, ensuite le mélange passe dans deux séparateurs pour augmenter l'efficacité de lavage d'huile.

Remarque :

- L'acide citrique détartre, nettoie et dissout, il est utilisé également comme additif alimentaire (E330), un acidifiant pour soude, et un régulateur de pH.
- Il est également considéré comme agent de conservation.
- L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

Les Séparateurs



5) Séchage :

L'huile lavée, qui est à une température de 86C°, passe à travers des conduites et pulvérisée dans la section puis évacuée dans le séchoir continu sous vide, ce qui permet le contrôle de la teneur en humidité de l'huile lavée ; moins de 1% mais le plus souvent elle sort à une teneur de 0.05% d'humidité pour être stocker dans des citernes.

6) Décoloration :

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.

Le but principal de cette opération est d'éliminer les pigments colorés (chlorophylle, carotène) contenus dans l'huile. La décoloration fait intervenir un agent d'adsorption, c'est la terre décolorante. La décoloration permet également l'élimination parfaite certain nombre d'impuretés indésirables (des dernières traces de métaux et de savons...).

L'huile séchée est devisé en deux parties :

- 80% est de l'huile séchée est réchauffée par un échangeur pour atteindre une température de 110C°.
- L'autre partie de 20% est dirigée vers un mélangeur de la terre décolorante.

Ensuite le tout est mélangé est envoyé vers le décolorateur, l'huile chauffée vers 110-115°C est agitée, sous vide (car l'humidité dans l'air désactive la terre décolorant, et empêcher l'oxydation) ; le temps de contact terre / huile est de l'ordre de 30 minutes ; après traitement, l'huile est refroidie et filtrée.

Si l'eau et le savon restante dans l'huile avec une quantité important, 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).



DECOLOAREUR

7) Filtration :

Après que la terre décolorante ait capturé sélectivement les impuretés, elle doit être retirée de l'huile.

Le but de la filtration est d'enlèvement de la terre décolorante usée.

Elle est effectuée par l'intermédiaire de deux filtres à plaques (AMA Filtre), l'un permet la filtration l'autre qui est en arrêt a un rôle de secours (pour ne pas tomber en panne)

Après on fait une filtration de sécurité par des filtre à poches pour éliminer les traces de terre usée.



-AMA FILTRE



-FILTRE A POCHE

8) Désodorisation :

Cette étape constitue en général l'étape finale du raffinage, c'est une distillation d'huile, elle est pour but d'éliminer les Acides gras libre qui sont sensibles à l'oxydation, les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones, qui donnent une odeur et une saveur désagréable à l'huile.

Dans cette étape on élimine aussi les résidus de pesticides et de mycotoxines éventuellement présents ; au terme de cette étape, l'huile présente un goût neutre.

- L'huile filtrée est pompée vers un échangeur à plaque où elle est préchauffée par échange thermique avec l'huile de sortie du désodoriseur jusqu'à une température de 140 °C.
- Elle est ensuite envoyée vers un dégazeur où elle va subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide.
- Puis l'huile passe par un autre échangeur à plaque où elle sera chauffée par l'huile désodorisée.
- Après elle passe par un autre échangeur (huile –vapeur) jusqu'à une température de 190 °C.

- Ensuite l'huile s'écoule dans un réchauffeur d'huile qui permet son chauffage à 210-225 °C par le fluide thermique de la chaudière.
- Après, l'huile réchauffée entre dans le désodoriseur comportant 5 étages, pour éliminer les composés odoriférants volatils (Acides gras libres), elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5ème de bas du désodoriseur considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue).
- L'opération se fait sous vide et à une haute température 220-225 °C.
- L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour éliminer les impuretés qui sont formés sous l'effet de haute température, puis elle passe par un échangeur à plaque afin de baisser sa température ensuite l'huile passe par un échangeur où le refroidissement est assuré par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50 °C.

Condensation des acides gras :

Les vapeurs venant du désodoriseur contiennent en plus de la vapeur d'eau, des acides gras, des substances odoriférantes et des insaponifiables. Ces gaz doivent être refroidis de façon à condenser les acides gras et d'obtenir ainsi, à la sortie du condenseur barométrique, une eau avec un taux de matière grasse considérable. Les acides gras liquides sont récoltés au fond du séparateur pour être repris par la pompe et refoulés.

9) Fortification :

But :

Le but de la fortification des huiles de table est d'enrichir l'huile par les vitamines A et D₃.

C'est un point critique (CCP), D'après les consignes du SIOF et aussi le dossier élaboré par le ministère de la santé la concentration des vitamines doit être égale à 33 (UI/g), et l'intervalle de tolérance [30, 40] (UI/g).

Procédé :

Dans un bac de 500Kg on mélange un bidon de 5Kg de vitamine avec 475Kg d'huile de soja raffiné, donc on a un mélange huile-vitamine.

Après, à l'aide d'une pompe doseuse le mélange huile-vitamine va se mélanger avec l'huile de soja raffiné, un mélangeur statique va garantir la mixtion, finalement on a un huile raffinée enrichie en vitamine A et D₃.

BAC DE VITAMINES



III. Conditionnement :

1) Définition :

C'est la mise sous emballage des huiles afin d'assurer leur conservation et leur transfert depuis le lieu de fabrication jusqu'aux consommateurs. Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne ½ L / 1 L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne 2L / 5L PET où le remplissage est volumique.

La SIOF équipé de différentes machines conçues en France en Allemagne et en Italie ; elles consistent à la fabrication de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffiné.

Le conditionnement est l'un des étapes les plus importantes dans la SIOF ; il assure plusieurs fonctions comme la préservation, la qualité et l'identification.

L'évaluation de la conformité dans cette étape implique un processus qui sert à démontrer que le produit, le service, ou le système répond aux exigences d'une norme, dont les principales formes d'évaluation de la conformité sont les analyses et le contrôle de qualité.

L'évaluation apporte un certain nombre d'avantages :

- Pour les consommateurs et les autres parties prenantes, un gain de confiance supplémentaire
- Pour l'entreprise un atout concurrentiel
- Pour les organismes de réglementation, un moyen de s'assurer que les dispositions en matière de santé, de sécurité et d'environnement sont respectées.

2) Description des étapes de conditionnement :

a) Soufflage :

Les bidons en PET 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 moule.
- Le pré soufflage avec une pression de 7 bars, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.
- Le soufflage est réalisé à une pression de 40 bar.
- A l'aide du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale à la bouteille

b) 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 (le convoyeur).









c) L'étiquetage et datage :

Après, 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.

d) L'encaissage :

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une casseuses (SAMOVI) où ils seront remplis 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.

IV. Analyses effectuées au laboratoire :

-  Dosage de l'acidité de l'huile.
-  Dosage de taux de savon.
-  Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation.
-  Dosage du titre hydrométrique de l'eau.
-  Dosage du phosphore.
-  Détermination de l'indice de peroxyde.
-  Humidité et matière volatile dans l'huile.
-  Excès de soude.

Chapitre 3 :

Suivi de la teneur des vitamines A et D₃ dans l'huile de table.

I. Introduction :

A la société SIOF, l'étape de la fortification en vitamine A et D₃ est un point critique qui nécessite un contrôle chaque quatre heures et parfois plus.

Mon travail dans le cadre de ce projet de fin d'étude consiste à contrôler au niveau de la pompe doseuse la teneur des vitamines A et D₃ dans l'huile de table.

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. Les concentrations des vitamines A et D₃ à indiquer sur l'étiquetage sont, respectivement de 30 UI/g et 3 UI/g.

II. Vitamine A et D₃ :

1) Vitamine A :

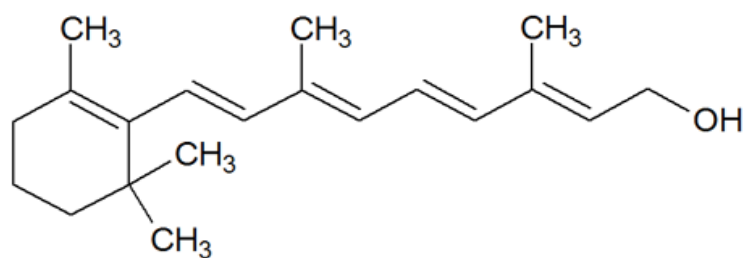


Figure 1 : Structure générale du Vitamine A

Vitamine liposoluble, la vitamine A se présente, dans l'organisme, sous la forme de rétinol (C₂₀H₃₀O), de rétinal (C₂₀H₂₈O), d'acide rétinoïque (C₂₀H₂₈O₂) ou de palmitate de rétinyle (C₃₆H₆₀O₂). C'est dans la rétine qu'on l'a isolée la première fois, d'où le nom de « rétinol ».

Sources alimentaires de vitamine A :

La vitamine A ne se trouve généralement dans les produits d'origine animale : foie, viande, poisson, lait entier, beurre, œufs, fromages, etc.

Rôles dans l'organisme :

- La vitamine A est indispensable à la vision, impliquée dans le déclenchement de l'influx nerveux vers les nerfs optiques.
- Elle est essentielle à la croissance, puisqu'elle intervient dans la différenciation cellulaire.
- Elle stimule aussi le renouvellement des cellules et est, à ce titre, importante pour la peau et l'ensemble des muqueuses.
- Elle contribue au fonctionnement du système immunitaire.

Carence en vitamine A :

Depuis quelque temps, les experts s'inquiètent des possibilités d'hypervitaminose A. Certains des signes d'une hypervitaminose A et ceux d'une carence sont semblables (Maux de tête chroniques, Douleurs abdominales, musculaires et articulaires, Dessèchement de la peau, des muqueuses et des yeux, Nausées, Diarrhée, Ostéoporose.)

Les besoins quotidiens en vitamine A :

Pour un adulte sont estimés à 2 400 UI (femme, femme enceinte exceptée) ou à 3 400 UI (homme) soit de 0,7 à 1 mg environ.

Une unité internationale de vitamine A correspond à 0,3 µg de rétinol. Le rétinol est considéré l'unité de base, le rétinol-équivalent, ce qui permet de comparer l'activité vitaminique des différents dérivés de la vitamine A.

2) Vitamine D3 :

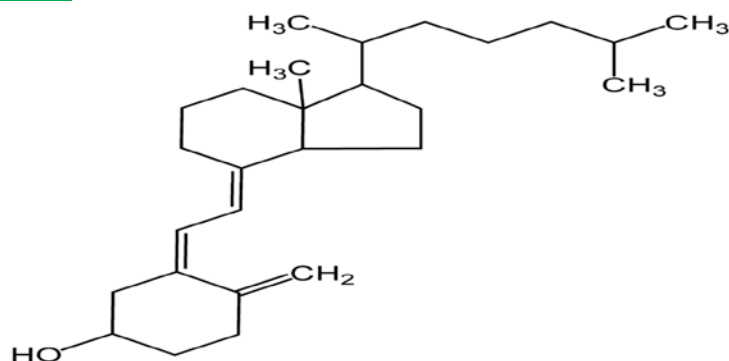


Figure 2 : Structure général du Vitamine D₃

La vitamine D₃ est une vitamine liposoluble, elle est connue par cholécalciférol (C₂₇H₄₄O), Chez l'homme elle existe sous deux formes : D₂ (ergocalciférol) produite les végétaux ou D₃ (cholécalciférol) d'origine animale.

Les meilleures sources de vitamine D₃:

- La principale source de vitamine D₃ est la lumière du soleil
- Les poissons de mer gras, le jaune d'œuf, les produits laitiers, le soja et ses dérivés, la viande

Rôle de vitamine D₃:

- La vitamine D₃ est indispensable pour Système immunitaire, ossature, dentition, musculature.
- La vitamine D₃ est indispensable à l'absorption du calcium nécessaire à la formation des os et des dents.

Carence en vitamine D₃:

Les situations de carence sont souvent en rapport avec une exposition insuffisante au soleil. Entraîne une faible absorption du calcium et un ramollissement des os.

III. Schéma de procédé de fortification de l'huile raffinée :

Nous représentons sur la figure du schéma ci-dessous l'étape de fortification. En effet c'est à cette étape du procédé que l'on ajoute les deux vitamines A et D₃.

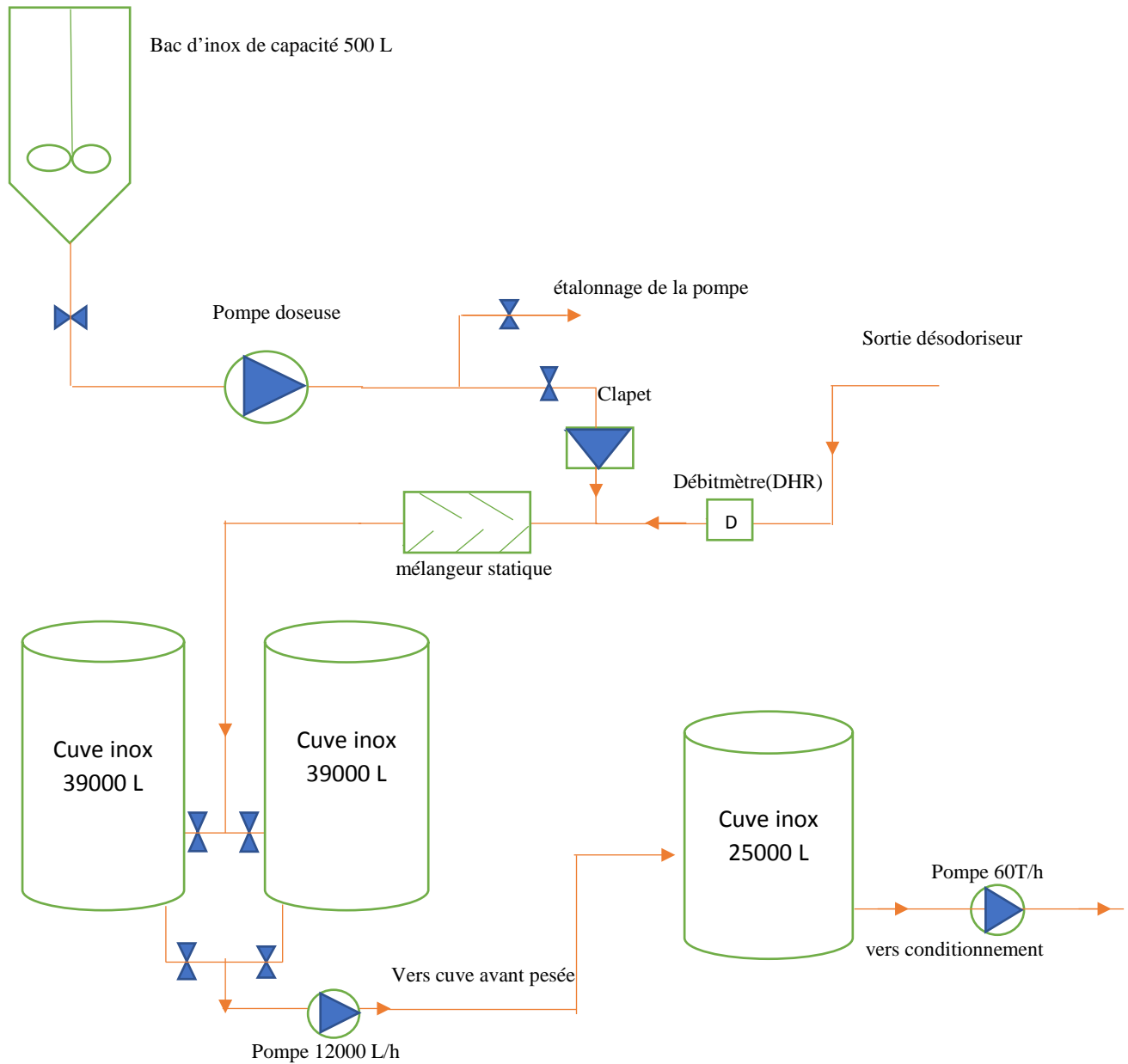


Schéma 3 : Le procédé de fortification de l'huile raffinée.

IV. Spécifications des équipements de fortification :

Le circuit d'enrichissement de l'huile de table comprend le matériel suivant :

- Un réfrigérateur capable de stoker l'équivalent de deux mois de consommation en prémix vitaminé.
- Deux bacs agités en inox, de capacité 500 litres chacun, pour la préparation du prémix vitaminé.
- Une pompe doseuse en inox à débit réglé de 0 à 50 l/h avec une précision de 1%
- Un clapet d'injection de la préparation de prémix vitamine.
- Un mélangeur statique entièrement en inox.
- Deux cuves agitées en inox, de capacité 39000 litres, pour compléter et assurer un mélange intime entre l'huile et la vitamine A, D₃.
- Une pompe mono anti-émulsion pour le transfert de l'huile.
- Une cuve en inox, de capacité 25000 litres, montée sur une balance pour la comptabilité matière de l'huile fortifiée.
- Une pompe grande débit pour le transfert de l'huile fortifiée vers l'atelier de conditionnement.

V. Procédure des calculs :

Ces procédures doivent conduire à un niveau de fortification identique à celui présent sur l'emballage commercial égales à 45 UI/g.

Calculs

- 1- Quantité UI introduite dans A Kg prémix : $A \times 10^6 \times 10^3$ (UI)
- 2- Masse de mélange (A+B) Kg
- 3- Concentration en UI/g du mélange :

$$\frac{A \times 10^6 \times 10^3 \text{ (UI)}}{(A+B) 10^3 \text{ g}} = \frac{A \times 10^6 \text{ UI/g}}{A+B} = \frac{10^6}{F_d} \quad \text{Avec } F_d = \frac{A+B}{A} : \text{facteur de dilution.}$$

- 4- Bilan par heure :

$$\text{Entrée : } (D_P \times 10^3 \times \frac{10^6}{F_d}) \text{ UI}$$

$$\text{Cuve 39 000 litre par heure : Débit massique total : } D_{HF} = D_P + D_{HR}$$

$$(D_{HR} + D_P) \times 10^3 \times 45 \text{ UI}$$

$$(D_{HR} + D_P) \times 10^3 \times 45 = (D_P \times 10^3 \times \frac{10^6}{F_d}) \quad \rightarrow \quad \frac{D_{HR} + D_P}{D_P} = \frac{10^6}{45 \times F_d}$$

$$\text{Si : } D_{HR} = 6250 \text{ Kg/h}$$

$$D_P ? \text{ et } F_d ?$$

$$A + B = 475$$

$$\text{Soit : } \frac{D_{HR}}{D_P} = \frac{10^6}{45F_d} - 1 \quad \rightarrow \quad D_P = \frac{D_{HR}}{\left(\frac{10^6}{45F_d} - 1\right)}$$

$$\text{Si : } A = 5 \text{ Kg}$$

$$F_d = \frac{475}{5} = 95 \quad \rightarrow \quad D_P = \frac{6250}{\frac{10^6}{45 \times 95} - 1} = 26,8 \text{ Kg/h}$$

5- Calcul de X(UI/g) :

$$\text{Si } D_{HR}=6000 \text{ Kg/h} \quad \text{et} \quad D_P=26,8 \text{ Kg/h} \quad \text{et} \quad F_d = 95$$

$$\frac{D_{HR}}{D_P} + 1 = \frac{10^6}{X \times 95} \quad \rightarrow \quad X = \frac{10^6}{\left(\frac{D_{HR}}{D_P} + 1\right) \times 95} = \frac{10^6}{\left(\frac{6000}{26,8} + 1\right) \times 95} = 46,8 \text{ UI/g}$$

$$X = 46,8 \text{ UI/g}$$

$$\text{Si } D_{HR} = 6400 \quad \rightarrow \quad X = 43,9 \text{ UI/g}$$

Un bac de mélange prémix contient 475 Kg, ce qui permet un fonctionnement de 17,7 heures (avec $D_P=26,8 \text{ Kg/h}$)

P_1 : Débit de vitamine (Kg/h).

Q : Débit d'huile raffiné (Kg/h).

q : Quantité de vitamine ajouté (UI/g).

A : La Masse de Vitamine (Kg).

B : La Masse d'huile (Kg).

A+B : La Masse de mélange (Kg).

F_d : Facteur de dilution.

D_{HF} : Débit d'huile raffiné vitaminé.

D_P : Débit de la pompe doseuse (Kg/h).

D_{HR} : Débit d'huile raffiné (Kg/h).

X(UI/g) : La concentration de vitamine dans l'huile Raffiné Vitaminé.

L'entreprise SIOF effectue l'étape de fortification en se basant sur le tableau 1 suivant qui représente la variation du débit de la pompe en fonction du débit d'huile raffinée :

Débit de l'huile Raffiné T/h	Graduation de la pompe	P1(Kg) : Débit de la pompe doseuse en 10 min	P1(Kg) : Débit de la pompe doseuse en 4h	q : la quantité de vitamine en (UI/g) de l'huile
4	18	1,9	45,71	30
4,25	19	2,02	46,57	30
4,5	20	2,14	51,43	30
4,75	22	2,26	54,29	30
5	23	2,38	57,14	30
5,25	24	2,5	60	30
5,5	25	2,62	62,86	30
5,75	26	2,74	65,71	30
6	28	2,86	68,57	30
6,25	29	2,98	71,43	30
6,5	31	3,09	74,29	30
6,75	32	3,21	77,11	30
7	33	3,33	80	30
7,25	34	3,45	82,86	30
7,5	35	3,57	85,71	30
7,75	36	3,69	88,57	30
8	38	3,81	91,43	30

Tableau 1 : variation du débit de la pompe doseuse en fonction du débit de l'huile raffinée.

VI. La vérification de la concentration de vitamine ajouté à l'huile raffiné :

Le calcul de la concentration en vitamine A et D₃ dans l'huile raffinée vitaminée se fait encours et après la production.

La détermination de la quantité d'huile raffinée vitaminée et la quantité des vitamines ajoutés se fait par un simple calcul. On détermine par la suite le pourcentage qui doit être entre 2,85 et 4,27.

1) Calcule de la quantité d'huile raffiné vitaminé :

A l'aide d'une graduation, mise à l'extérieur de la citerne, on note la longueur L(m) de la quantité d'huile produit. Après on utilise la formule suivante pour déterminé la quantité d'huile raffiné vitaminé :

$$\text{Quantité d'huile raffiné vitaminé (Kg)} = [(L + 0,47) - 0,2] \times 6430 + 643$$

2) Calcule de la quantité de vitamine ajouté :

A l'aide d'une graduation, mise à l'extérieur de bac de vitamine, on note directement le poids de la quantité de vitamine ajoutée en Kg.

Donc, nous pouvons déterminer le pourcentage de vitamine dans l'huile raffinée vitaminée.

$$\% = \frac{\text{Quantité de vitamine ajouté (Kg)} \times 10^3}{\text{Quantité d'huile raffiné vitaminé (Kg)}}$$

Si la teneur en ces vitamines est élevée, on a surdose. Pour corriger cette anomalie on procède comme suit :

Nous mélangerons deux bacs de stockages. L'un est considéré comme surdosé avec l'autre moins dosé en ces vitamines, jusqu'à obtention d'une dose conforme à la réglementation en vigueur ($2,85 < \text{dose} (\%) < 4,27$).

3) Le calcul fait par les techniciens de laboratoire :

Il y a deux méthodes de calcul, une dans l'atelier et l'autre dans laboratoire.

a) 1^{ere} méthode :

Le principe de ce calcul est de déterminer le débit de vitamine (P_1) et le débit de l'huile raffiner (Q) et d'utiliser la formule suivante pour calculer la concentration :

$$q \text{ (UI/Kg)} = \frac{63 \times P_1 \times 10^3}{Q}$$

On prend un bidon vide fermé et on le pèse (m_1), après on ouvre le clapet de la sortie de vitamine pendant 10 minutes et on pèse le bidon (m), après on détermine le poids net ($m - m_1$) de vitamine pompée, et on détermine le débit horaire.

P_1 est la quantité d'huile obtenue dans 10 minutes, Q est le débit horaire de l'huile raffiné. q doit être entre 30UI/g et 40UI/g

Pour déterminer le pourcentage on a la formule suivant : $\% = \frac{P_1 \times 10^3}{Q}$

Dans ce cas, P_1 est le débit horaire de vitamine, Q est le débit horaire de l'huile raffinée. le pourcentage doit être entre 4,27 et 2,85.

Théoriquement : le débit de la pompe doseuse de vitamine A et D3 théorique est calculé en utilisant la relation suivante : Débit de vitamine (Kg/h) = $0,476 \times$ débit d'huile raffinée(T/h).

Le débit de l'huile raffinée est mesuré par un débitmètre numérique.

b) Seconde méthode :

- *Analyse de la concentration en vitamine A du prémix commercial (à chaque réception) :*

Après prise de la température du prémix commercial dans un bain marie réglé à 60°C , on pèse 0,016g à l'aide d'une seringue. On complète à 200 ml avec l'hexane. De cette dernière solution, on prélève 1 ml dans une fiole jaugé de 10 ml et on complète à volume avec l'hexane.

La densité optique (DO) est déterminée à 325 nm. La concentration en vitamine A du prémix commercial est donnée par l'équation suivante :

$$\text{UI/g} = \frac{DO \times 524,9 \times 1000 \times 200 \times 10}{52200 \times 0,55 \times 0,016}$$

Un certificat de garantie sera demandé au fournisseur de prémix commercial, à chaque réception. Les résultats d'analyse seront consignés dans le registre « prémix commercial ».

une comptabilité sera tenue en parallèle pour monter les quantités utilisées de prémix commercial en fonction des tonnages d'huile enrichie produits.

- *Analyses de la concentration en vitamine A de l'huile enrichie :*

Les analyses externes seront effectuées en prestation de service, auprès du LOARC de Casablanca. La fréquence de ces analyses externes est de 4 échantillons/mois, durant les 3 premiers mois. Au-delà, cette fréquence sera réduite à un échantillon/mois.

Un échantillon aléatoire d'huile fortifiée sera prélevé journalièrement. Cet échantillon, à conserver pendant une durée de 3 mois, sera mis à disposition des agents chargés du contrôle.

La société procédera périodiquement à la collecte d'échantillons d'huile fortifiée mise sur le marché pour s'assurer de la bonne rétention de la vitamine A. la concentration de cette vitamine dans l'huile enrichie ne doit pas descendre, pendant toute la période de sa mise en vente. En dessous de 21 UI/g ; et ce conformément au dossier technique élaboré par le ministre de la santé. L'indice de peroxyde de l'huile enrichie doit rester inférieur à 10 meq O₂/Kg.

VII. Le suivi de la teneur en vitamine A et D3 dans l'huile raffiné vitaminée :

Nous avons suivi le contrôle du débit de la pompe doseuse (utilisée pour l'ajout en continue de la vitamine A et D₃). Nous regroupons dans le tableau 2 suivant le suivi des débits de cette pompe pour la période (24 avril, 26 mai).

Q : Débit d'huile raffiné Kg/h	P ₁ : Poids net de vitamine (kg) dans 10 min	P ₁ : Poids net de vitamine (kg) dans 1h	Graduation de la pompe	La concentration de vitamine dans l'huile raffiné vitaminé (q)	Le pourcentage de vitamine dans l'huile raffiné vitaminé
6400	2,69	16,14	26	26,48	2,52 %
7050	2,65	15,91	26	23,68	2,26%
6880	2,66	15,98	26	24,36	2,32%
6850	2,64	15,84	26	24,28	2,31%
6900	2,68	16,08	26	24,46	2,32%
6800	3,78	22,69	35	35,02	3,33%
6980	3,71	22,26	34	33,48	3,19%
7180	2,94	17,63	28	25,79	2,45%
7040	2,98	17,88	28	26,66	2,54%
6200	2,81	16,86	28	28,55	2,71%
6800	3,83	22,86	30	35,5	3,36%
6950	3,78	22,68	30	34,26	3,26%

Tableau 2 : Suivi de la variation du débit de la pompe doseuse en fonction du débit de l'huile raffiné.

Nous constatons clairement que pendant plusieurs jours les teneurs en vitamines obtenues sont inférieure à celles exigées par la réglementation. Le procédé de l'ajout par pompe doseuse n'est certainement pas maîtrisé.

Cependant, l'entreprise procède à des corrections par l'ajout des quantités manquantes, pour livrer des huiles conforme à les règlement marocaine.

Conclusion

Le stage que j'ai effectué au sein de la SIOF pendant les 7 semaines ma donnée l'occasion pour me familiariser le procédé de raffinage des huiles alimentaires. Aussi c'était une occasion pour enrichir mes expériences professionnelles, mes connaissances, mes compétences.

Au cours de suivi de la teneur en vitamines A et D₃ au niveau de la pompe doseuse, nous avons constaté de grands problèmes.

En effet cet pompe ne permet pas l'ajout de ces deux vitamines en quantité exigée par le règlement marocaine.

Dans l'entreprise ont toujours recourt à des corrections.

Nous recommandons à la société SIOF de faire des modifications au niveau de la pompe afin d'avoir un procédé stable et maitrisé au cours du temps, l'évitant aussi tout ajout correctif.