

Licence science et techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Vérification des instruments volumétriques du laboratoire

Présenté par :

- DOKKAR Karima

Encadré par :

- Mme. TOUZANI Hanae (FST FES)
- Mme. EL FARROUDI Fatima (SIOF)

Soutenu le 05 Juillet 2021 devant le jury composé de :

- Pr TOUZANI Hanae
- Pr ALILOU EL Houssine
- Pr MELIANI Abdesslam

Remerciements :

Je voudrais dans un premier temps exprimer toute ma profonde reconnaissance, à mon encadrante **Mme TOUZANI Hanae**, professeure à sidi Mohamed ben Abdellah faculté des sciences et techniques pour sa patience, l'aide et les conseils durant cette formation.

Je tiens à remercier également mon encadrante de stage **Mme EL FARROUDI Fatima** pour avoir accepté de m'encadrer et de me diriger, et pour m'avoir permis de bénéficier de ses conseils éclairés tout au long du développement de mon travail.

J'adresse mes remerciements à tout le personnel du laboratoire d'analyse de la SIOF, les techniciens et les ouvriers qui n'ont épargné aucun effort pour nous porter l'aide et aussi pour leurs conseils.

Mes chaleureux remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu pour la poursuite de nos études.

Enfin, on remercie tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce travail.

Sommaire :

Introduction	1
Chapitre I : Présentation de l'entreprise	2
1. Historique	2
2. Présentation	2
3. Huiles fabriquées par la SIOF	3
4. Organigramme	5
Chapitre II : Raffinage et conditionnement	5
I. Raffinage.....	5
1. Généralité	5
2. Etapes de raffinage	6
2.1. Démucilagination	6
2.2. Neutralisation	6
2.3. Décirage	7
2.4. Lavage	8
2.5. Séchage	9
2.6. Décoloration	9
2.7. Filtration	10
2.8. Désodorisation	10
2.9.Fortification	11
II. Conditionnement	12
1. Définition	12
2. Description les étapes du conditionnement	12
III. Les analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF	13
1. Contrôle de l'acidité	13
2. Contrôle de savons	14
3. Dosage de phosphore	15
4. Contrôle de la transmittance	16
5. Humidité	17
6. Teste d'impuretés	18
7. Indice de peroxyde	19
8. Analyse de la pâte de neutralisation	20

Chapitre III : Vérification des instruments de mesure du laboratoire.....	21
1. Introduction	21
1.1. Objet et domaine d'application	22
1.2. Principe	22
1.3. Etalonnage d'un volume	22
1.4. Ajustement du ménisque	23
1.5. Formules et équations de calcul	23
2. Instruments de type In	24
2.1. Définition	24
2.2. Objet	24
2.3. Principe	24
2.4. Réalisation des mesures	25
2.5. Calcul de l'erreur	26
2.6. Evaluation de l'incertitude	27
2.7. Vérification	28
3. Instruments de type Ex	29
3.1. Définition	29
3.2. Principe	29
3.3. Réalisation des mesures	30
3.4. Calcul de l'erreur	30
3.5. Evaluation de l'incertitude	30
3.6. Vérification	31
Conclusion	32

Liste d'abréviations

- **E** : Errer sur le volume
- **EMT** : Erreur maximale toléré
- **h_A** : Humidité relative de l'air
- **H₃PO₄** Acide phosphorique
- **KOH** : Hydroxyde de potassium
- **P_A** : Pression atmosphérique
- **ppm** : Partie par million
- **t_w** : Température de l'eau
- **U** : incertitude élargie
- **V_n** : Volume nominal
- **V₂₀** : Le volume de l'eau à la température de référence 20°C

Liste des tableaux

Tableau I : Fiole 1	26
Tableau II : Eprouvette 1	26
Tableau III : Erreur sur le volume pour les fioles	26
Tableau IV : Erreur sur le volume pour les éprouvettes :	27
Tableau V : Evaluation des fioles jaugées :	28
Tableau VI : Evaluation des éprouvettes :	29
Tableau VII : Pipette 1 :	30
Tableau VIII : Burette 1 :	30
Tableau IX : Erreur sur le volume, pipettes et burettes :	30
Tableau X : Evaluation des pipettes et burettes :	31

Références bibliographiques

- NF EN ISO 10540-1
- NM 08.5.010
- NM ISO 662
- NM ISO 663
- NM ISO 3960
- ISO 384
- ISO 385/1
- ISO 385/2
- ISO 385/3
- ISO 648
- ISO 835/1
- ISO 835/2
- ISO 835/3
- ISO 835/4
- ISO 1042
- www.google.com

Introduction :

Les huiles végétales représentent un élément fondamental dans notre alimentation, on les consomme fréquemment soit par voie direct huile raffinée ou vierge, soit par voie indirect dans différents produits de l'industrie agroalimentaire.

80% de production mondiale des huiles sont utilisées pour l'alimentation humaine comme huile de cuisine, la margarine. Ces huiles sont majoritairement extraites de 4 plantes soja, tournesol, colza et palme les reste provient de coton des noix et des olives.

En parallèle, les huiles brutes obtenus de ces plantes contiennent d'impuretés indésirable, qui sont responsables du gout et de l'odeur désagréables et aussi de sa mauvaise conservation, d'où on fait appel au procédé de raffinage qui comprend une série de traitement pour l'obtention d'une huile raffinée et prêt à consommer.

Le laboratoire joue un rôle très important dans l'évaluation de la qualité de l'huile, cette dernière est assurée en analysant des échantillons chaque jour et à chaque stade de raffinage, tout ça en utilisant des instruments différents pour chaque analyse.

Les instruments de mesure avec lesquels on réalise toute analyse du laboratoire doivent être vérifiées et conformes pour que les résultats soient le plus exact possible, en respectant les différentes normes internationales et locales, afin de s'assurer de produire des huiles de bonne qualité.

Mon stage a concerné d'une part, a suivi le processus de raffinage et conditionnement des huiles fabriquées par la SIOF, d'autre part la vérification des instruments du laboratoire d'analyses. Notre rapport est subdivisé en trois chapitres selon le plan suivant :

- La première partie concerne la présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique.
- La deuxième partie consistera à décrire le processus de production au sein de la société SIOF.
- La dernière partie portera sur la confirmation métrologique d'instruments volumétriques du laboratoire.

Chapitre I : Présentation de l'entreprise :

1. Historique :

- 1961 : Création de la société industrielle oléicole de Fès (SIOF par la famille Lahbabi avec la trituration d'olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve d'olive
- 1966 : La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- 1972 : La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- 1982 : Modernisation de l'unité de raffinage
- 1986 : Développement de la SIOF : SIOF s'étend sur la Totalité du royaume chérifien
 - a. L'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Oujda, Casablanca, Oued Zem et Meknès.
 - b. Lancement de la première campagne publicitaire.
- 1995 : La construction de la première usine d'extraction d'huile de grignon.
- 1996 : Après la libéralisation au Maroc, la SIOF a modernisé l'unité de conserve d'olive et augmenté la capacité d'extraction d'huile de grignon.
- 2003 : La SIOF a modernisé toutes ses lignes de conditionnement suite à l'interdiction du PVC.
- 2007 : Création de la filiale Domaine El Hamed : une plantation de 220 hectares d'olivier et une unité d'extraction d'huile.

2. Présentation :

La SIOF société industrielle oléique de Fès est une société anonyme à vocation agroalimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La SIOF dispose de trois sites industriels :

- Le premier est situé à la zone industrielle Sidi Brahim, assurant la trituration des olives, la production des conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons
- Le deuxième est situé à la zone industrielle Dokkarat, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires
- Le troisième site est une ferme localisée dans les régions d'Ain Taoujtate assurant l'extraction d'huile de grignon.

3. Huiles fabriquées par la SIOF :

La SIOF raffine, conditionne et commercialise une large gamme des huiles appréciés des consommateurs marocains et internationaux

	Nom d'huile	La date de lancer sur le marché national
	SIOF Huile de table raffinée à Base de soja	1966
	FRIOR Huile de Tournesol Raffinée	1992
	MOLAY IDRIS Huile d'olive vierge Courante	1993
	ANDALOUSSIA Huile de grignon et D'olive raffinée	1996

Figure I : Produits fabriquées par la SIOF

L'huile de soja SIOF :

L'huile de soja est une huile 100 % végétaux, riche en acides gras essentiels et a faible teneur en cholestérol. En raison de sa teneur élevée en acide linoléique, c'est une excellente huile comestible. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient.

L'huile de Tournesol FRIOR :

Elle est composée à 98% de triesters d'acides gras, le reste étant représenté par des stérols et des tocophérols. La composition en acides gras de l'huile de tournesol classique (riche en acide linoléique de type oméga 6) en fait une huile qui supporte la cuisson. Elle de bonne qualité nutritionnelle à condition de veiller à bien équilibrer l'ensemble des acides gras de l'alimentation en général. Ces dernières années, se développe également un type de tournesol qui contient de 60 % à 80 % d'acide oléique.

L'huile d'olive « MOULAY IDRIS » :

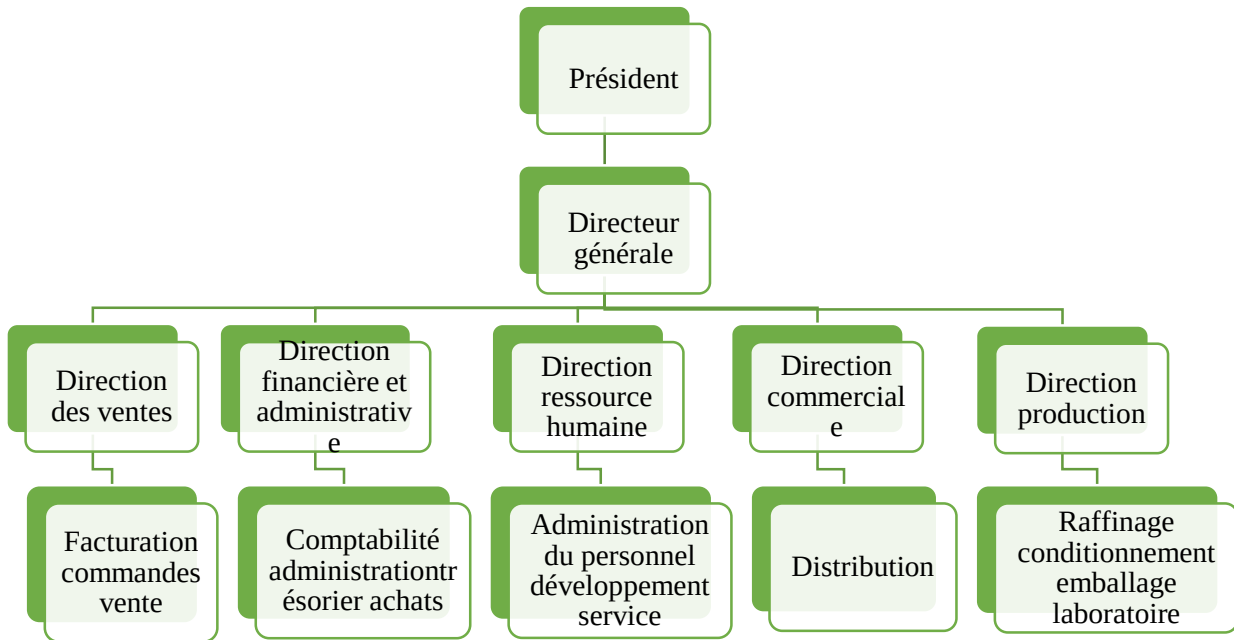
L'huile d'olive contient un grand nombre de composés structurellement hétérogènes. Les principaux composants sont les triacylglycérols, une petite quantité d'acides gras libres, les monos et les diacylglycérols. Elle contient également près de 250 composés mineurs qui lui confèrent ses qualités organoleptiques et nutritionnelles (alcools, stérols et phénols). D'autre part, les composés mineurs ont un effet significatif sur la stabilité de l'huile pendant le stockage. Elle est riche en vitamine « A, B, K et E » et en sels minéraux.

L'huile de grignon « ANDALOUSIA » :

Une fois l'huile d'olive extraite, il en résulte un sous-produit, le grignon, qui forme la plus grande partie de la matière sèche de l'olive (pulpe, peau, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, proportion qui dépend du système utilisé. Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite de grignon. La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96 % du total des acides gras. Les grignons sont très vulnérables à l'oxygène atmosphérique responsable de l'altération des propriétés organoleptiques.

4. Organigramme de la SIOF

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



Chapitre II : Raffinage et conditionnement

I. Raffinage :

1. Généralité sur le procédé du raffinage :

Le raffinage est une série de traitement de purification effectuée le plus souvent en continu et son but c'est débarrasser les huiles brutes des impuretés diverses qu'elles contiennent après l'extraction mécanique ou par solvant de cette huile, parmi ses métaux généraux à éliminer on trouve : les acides gras libres, phospholipides, mucilages, produits d'oxydation, savons trop prononcées, odeurs, pigments ...

Tous ces composés peuvent être toxique ou nuisible à la qualité nutritionnelle, organoleptique et à la conservation du produit. Alors le raffinage permet d'obtenir conjointement une standardisation de la qualité marchande et organoleptique avec l'obtention des huiles neutres, non peroxydées, peu colorées et désodorisées, sans modification de la composition globale des corps gras.

2. Les étapes de raffinage :

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

2.1. Démucilagination :

Procédé :

Au niveau de la SIOF, l'opération de dégomme se fait comme suit :

L'huile brute venant du bac de stockage est complétée par 2 à 3% d'eau dans des maturateurs, l'agent de durcissement (l'eau) gonfle les phospholipides hydratables pour qu'ils soient faciles à les séparer. Puis elle passe par un échangeur à plaques, elle préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée chaude, avant de la refouler à la cuve de lancement.

Ensuite, l'huile est filtrée dans un filtre à double corps contenant chacun d'eux un tamis pour éliminer les substances grossières, puis dans un échangeur à spirale l'huile est chauffée à 85 - 90°C avec de la vapeur des eaux venant de la chaudière, cette opération permet de diminuer la viscosité de l'huile qui va être pompée vers le bac de contact.

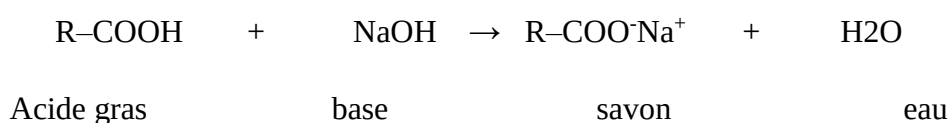
Après cela, l'opération se poursuit par l'injection de l'acide phosphorique commercial à 75% par une pompe doseuse. L'huile et l'acide phosphorique sont ensuite agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange homogène, puis transférer vers le bac de contact dans lequel le mélange va séjourner pendant 15 à 20 minutes, ce temps est suffisant pour gonfler les mucilages, afin d'obtenir une bonne séparation.

2.2. Neutralisation :

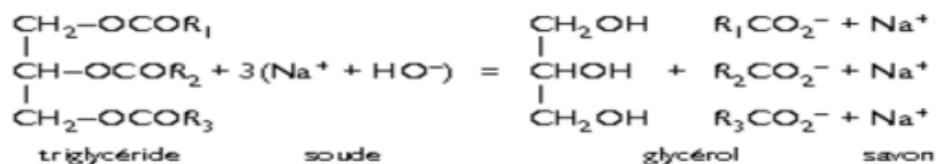
Principe :

Cette opération vise essentiellement à neutraliser à la fois : l'acide phosphorique et les acides gras indésirables sous forme de savons appelés pâte 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, si elle est mal dosée peut donner la saponification des triglycérides dite saponification parasite :



Procédé :

Au niveau de la société SIOF la neutralisation se fait comme suit :

- ✓ A l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile sortante du bac de contact (le débit de la soude à injecter à l'huile est déterminé par le calcul).
- ✓ Pour éliminer tout risque de saponification parasite le mélange d'huile et de soude passe dans un mixeur à grande vitesse avant d'être envoyé vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur destiné à séparer la pâte de neutralisation (phase lourde) de l'huile (phase légère).

2.3. Décirage :

But :

Huile de grignon d'olives ou de tournesol contiennent des cires « ester d'acide gras » et qui confèrent un aspect trouble de l'huile à base températures. Donc, il est essentiel d'éliminer ces éléments avant la mise en bouteilles.

Procédé :

L'huile de grignon ou de tournesol neutralisée passe par les étapes suivantes :

Un 1er refroidissement dans un échangeur 1 huile-huile (l'huile froide sortant du décirage va refroidir l'huile chaude qui vient de neutralisation).

Un 2ème refroidissement dans un échangeur huile-eau jusqu'à 11°C.

Ensuite, l'huile froide est injectée par une 2ème soude 15-16 degré baumé afin de créer plus de savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.

Un 3ème refroidissement dans trois maturateurs avec l'ajout de l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de cristaux pour faciliter la séparation, sachant que l'huile passe d'un maturateur à l'autre dans un circuit plus long pour avoir un temps de séjour.

L'huile sort à une température de 8°C du 3ème maturateur et passe dans un échangeur thermique huile-eau à 25°C pour augmenter la température de l'huile à 15-16°C.

La séparation des cires (partie lourde) de l'huile (partie légère) se fait à l'aide de la force centrifugeuse du séparateur RSA150.

Remarque :

Le raffinage de l'huile de tournesol et l'huile de grignon d'olive diffère du raffinage de l'huile de soja par cette opération de purification, après les autres opérations sont les mêmes.

2.4. Lavage :

But :

Le lavage de l'huile de soja « huile de neutralisation » ou les huiles qui viennent du décirage (L'huile de grignon d'olives et de tournesol), vise à éliminer les substances alcalines « soude en excès et savons », ainsi que les dernières traces de phospholipides et autres impuretés.

Pour éviter l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphate de calcium, on utilise une eau adoucie dans des adoucisseurs.

Procédé :

L'huile décirée « l'huile de grignon et de tournesol » est chauffée par échangeurs 1 huile huile (l'huile froide qui sort du décirage est chauffé par l'huile de neutralisation chaude), aussi à l'aide d'un échangeur huile-vapeur à spirale « 90°C » qui viennent de la chaudière, après le lavage le procédé se poursuit comme celui du soja. L'huile du soja reçoit 10% d'eau acidifiée chaude à 90°C avec l'acide nitrique 20% à raison 5%, puis, le mélange passe dans un mixeur, ensuite subit une centrifugation pour séparer l'eau de l'huile lavée dans un séparateur auto-débordeur.

Remarque :

- ✓ L'eau du lavage doit être la plus chaude possible (environ 90°C).
- ✓ Pour l'huile de soja le lavage effectue en deux séparateurs et l'huile de grignon et de tournesol le lavage s'effectue dans un seul séparateur.

- ✓ L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

2.5. Séchage :

But :

L'élimination de l'humidité présente dans huile lavée est le but de cette opération, car l'humidité réduira l'activité de la terre décolorante dans l'étape de décoloration et provoquera également un colmatage rapide des filtres dans l'étape de filtration, surtout en présence de savons.

Procédé :

L'huile lavée à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide dite sécheur.

2.6. Décoloration :

But :

Le but de cette opération est d'éliminer les pigments colorés « chlorophylle et carotène » et Les peroxydes que la neutralisation n'a que partiellement détruit. Par intervention du phénomène d'adsorption sur des terres décolorantes et du charbon actif.

Procédé :

Après le séchage, l'huile est séparée en deux conduites :

- 90% de l'huile séchée passe directement vers un échangeur à spiral pour chauffée à une température de 100°C, ensuite vers le décolorateur.
- 10% de l'huile passe vers un mélangeur de la terre (10% de charbon actif + 0.08% de terre), il faut un temps de contact de 20 min pour avoir un bon mélange, puis le mélange rejoint les 90% de l'huile dans le décolorateur.
- Pour empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion de l'huile sur les particules de la terre) l'opération se fait à une température de 112°C et un vide de 60 mmHg.

Une agitation efficace assure un bon contact entre la terre et l'huile, aussi elle empêche les dépôts au fond du décolorateur et limiter le temps de réaction à 30 min.

2.7 Filtration :

But :

Cette étape a pour but de séparer l'huile de terre usée à travers un milieu poreux constitué de la toile filtrante, l'opération se fait dans des filtres à plaques, le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre ce qui permet le passage de l'huile seule à travers le filtre.

Procédé :

Au niveau de la SIOF, elle utilise des NIAGRA « filtre à plaques ».

La réalisation de l'opération se fait par deux filtres qui se s'alternent entre eux, par la suite l'huile est envoyée par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques, après l'huile sort du filtre et pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre où des matières en suspension, on la fait passer par deux filtres à poche, fonctionnant alternativement et qui sont nettoyés manuellement. Ensuite l'huile filtrée est stockée dans un réservoir.

Remarque :

Quand le filtre est chargé en terre usée, le gâteau se dépose sur les plaques et la filtration devient difficile, donc il doit être débarrassé de son gâteau. Pour cela, on envoie de la vapeur chaude pour le sécher, puis on envoie de l'air comprimé pour créer une vibration des plaques qui vont faire tomber le gâteau séché qui sera envoyé dans un bassin puis vers les déchets.

2.8 Désodorisation :

But :

Le but de cette opération est d'éliminer les substances volatiles comme les cétones et les aldéhydes qui proviennent de la décomposition des peroxydes instables, responsables à une odeur et saveur désagréables à l'huile, aussi que les acides gras libres encore présentes dont certains sont sensibles à l'oxydation et d'éliminer d'autres produits (tocophérol, stérols, hydrocarbures ...)

Procédé :

L'huile décolorée venant du réservoir de stockage est pompée vers un filtre puis vers un échangeur à plaque 1 où elle sera préchauffée à 140°C par l'huile déjà désodorisée. Ensuite elle est transférée vers un dégazeur pour subir une désaération et élimination des traces d'eau sous l'effet du vide. Après l'huile passée par un échangeur 2 où elle sera chauffée par l'huile désodorisée, puis elle passe par un échangeur tubulaire « huile – vapeur à 190°C ». Ensuite, l'huile s'écoule dans un réchauffeur d'huile qui permet son chauffage à 210 – 220°C par le fluide thermique de la chaudière.

L'huile chauffée entre dans le désodoriseur de forme cylindrique verticale et qui comporte 5 étages pour débarrasser les composés odoriférants volatils, suivi d'une injection de la vapeur sèche en chaque étage sauf le premier, elle est considérée comme un réservoir. L'opération se fait sous vide et a une température qui varie entre 220 et 260°C.

L'huile désodorisée coule du dernier compartiment du désodoriseur vers un filtre pour filtrer les impuretés formées sous l'effet de haute température, après elle passe par deux échangeurs à plaque pour baisser sa température, ensuite elle se refroidit par passage dans un échangeur à plaque « huile désodorisée – huile brute à 25°C », enfin l'huile passe par un 2 - - ème échangeur à spiral où le refroidissement se fait par l'eau, elle sort avec une température inférieure à 50°C.

Finalement, l'huile se dirige vers les filtres de sécurité qui permettent d'éliminer les dernières traces de terre usée ayant échappé aux filtres NIAGRA pour produire une huile fine et brillante. Cette dernière opération est appelée : polissage de l'huile.

Remarque :

Les vapeurs qui viennent du désodoriseur contiennent, des substances odoriférantes, des acides gras, et les insaponifiables sont condensées dans un réservoir des acides gras et elles sont pompées vers un échangeur (acides gras – eau froide) pour les refroidir.

2.9 Fortification :**Principe :**

La fortification des aliments est un 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 les vitamines A et D3 est une stratégie très efficace pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines.

Procédé :

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D3. Ces vitamines (une quantité bien définie et précise par la réglementation) sont d'abord mélangées dans de petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées. A la fin l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azoté pour éviter l'oxydation.

Spécificité du produit :

Après tout ce long de procédé du raffinage le produit doit avoir ces critères suivants :

- ✓ Teneur en phosphate inférieur à 5 ppm.
- ✓ Acidité inférieure à 0,1%.
- ✓ Taux de savon égal à 0 ppm
- ✓ Teneur en vitamine D=3000UI/100g d'huile.
- ✓ Teneur en vitamine A = 3000 UI/100g d'huile.
- ✓ Absence d'humidité car c'est un agent de lipolyse.
- ✓ Absence de fer et de cuivre car ce sont des catalyseurs d'oxydation
- ✓ Absence de chlorophylle et de carotène car ce sont des agents de photo oxydation.
- ✓ Absence d'odeur indésirable et de flaveur.

II. Conditionnement :

1. Définition :

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

- Une ligne 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.

2. Description les étapes de conditionnement :

• Remplissage et capsulage :

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

- **L'étiquetage et codage :**

Après vient le rôle de l'étiqueteuse pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C. Une fois étiquetées, elles seront datées et dirigées vers l'encaisseuse.

- **L'encaissage :**

Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseuse 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.

III. Les analyses effectuées au sein du laboratoire de la SIOF :

Les analyses effectuées au laboratoire de la société SIOF ont pour rôle de garantir la qualité des huiles produites en faisant des contrôles qui se basent sur des techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale :

- Contrôle de l'acidité de l'huile.
- Contrôle de savons.
- Dosage de phosphore.
- Contrôle de la transmittance
- L'humidité.
- Test d'impuretés.
- L'indice de peroxyde.
- Analyse de la pâte de neutralisation

1. Contrôle de l'acidité de l'huile :

Définition :

L'acidité est peut-être définie comme étant la quantité d'acide gras libre exprimé en pourcentage d'acide oléique.

Réactifs :

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

Mode opératoire :

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

Calcul :

$$\% \text{Acidité} = \frac{\text{TB(ml)} \times 2.82}{\text{PE}}$$

Avec :

- **TB** : tombée de burette de KOH.
- **PE** : prise d'essai en gramme.

Norme : huile de soja

Opération effectuée	Norme
Neutralisation	≈ 0.02%
Séchage	0.06 – 0.1%
Décoloration	≈ 0.1%
Désodorisation	< 0.06%

2. Contrôle de savon :**Définition :**

C'est la détermination de la quantité de savon dans les huiles raffinées en mg d'oléate de sodium dans un Kg de matière grasse.

Réactifs :

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

Mode opératoire :

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

Calcul :

Avec :

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

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

Norme : huile de soja

Opération effectuée	Norme
Neutralisation	1200 – 1400 ppm
Séchage	< 50 ppm
Décoloration	0 ppm
Désodorisation	0 ppm

3. Dosage de phosphore :

But :

Cette analyse permet de déterminer la quantité la teneur en phosphore des huiles et des graisses, qui se trouvent généralement sous forme d'esters de l'acide phosphorique.

Appareillage et réactifs :

- Bec à gaz.
- Creuset en silice.
- Four à moufle réglé à 700 °C.

- Spectromètre visible.
- Oxyde de magnésium.

Mode opératoire :

Première étape :

- Introduire dans un creuset en silice une prise d'essai de 10 g d'huile
- Rajouter une pincée d'oxyde de magnésium
- Brûler d'abord l'huile jusqu'à calcination totale, puis introduire le creuset dans un four jusqu'à obtenir des cendres blanches
- Puis, verser 10 ml d'acide nitrique (10%) au creuset Chauffer pendant 5 min
- Transvaser le contenu du creuset dans une fiole de 100 ml, à travers un papier
- Compléter le volume avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge

Deuxième étape :

- Prélever 10 ml de la solution obtenue
- Rajouter 10 ml de réactif nitro-vanado-molybdique puis homogénéiser l'échantillon.
- Préparer un essai à blanc contenant 10 ml de réactif + 10 ml d'eau distillée
- La détermination du phosphore se fait à l'aide d'un spectrophotomètre avec une longueur d'onde de 420 nm par rapport à un essai à blanc.

Calcul :

La concentration de phosphore en mg par Kg d'huile est :

$$P = \frac{m_1 \times V}{10 \times m}$$

Avec :

m₁: le nombre de ug de phosphore contenu dans

La fiole 10ml de solution

V : volume dans la fiole

m : la masse de la prise d'essai en mg

4. Contrôle de la transmittance :

But :

Le but de ce contrôle est de s'assurer que la couleur de l'huile repend aux normes à l'aide d'un spectromètre.

Mode opératoire :

- Après la mise à zéro du spectromètre (étalonnage) par de l'eau distillée, la coloration doit être 100 ou 99.99 % pour avoir un bon étalonnage
- On procède à la lecture de la transmittance à 420 nm par l'échantillon mis dans une cuve en quartz.

Calcul :

$$\%coloration = transmittance + 30$$

5. L'humidité :

Définition :

C'est une méthode de détermination par séchage en utilisant une étuve, de la teneur en eau et en matières volatiles des corps gras d'origine animale et végétale.

Le principe de cette méthode c'est le chauffage d'une prise d'essai à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ jusqu'à l'élimination complète de l'eau et des matières volatiles, et détermination de la perte de masse.

Appareillage :

- ❖ Dessiccateur
- ❖ Bala
- ❖ Etuve réglée à 103°C .

Mode opératoire :

- On tare un petit cristalliseur, ensuite on pèse 10 g d'échantillon d'huile
- On met le cristalliseur dans une étuve réglée à 103°C pendant deux heures.
- Puis, on met le cristalliseur dans le dessiccateur contenant le sulfate de sodium pendant 5 min afin d'éliminer les dernières traces d'eau
- On répète l'opération de chauffage et de refroidissement dans le dessiccateur en pesant à chaque fois le cristalliseur jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives ne dépasse pas 0.002 g.

Calcul

$$\%humidité = \frac{PE - (m_1 - m)}{PE} \times 100$$

- **PE** : prise d'essai
- **m** : Cristalliseur vide
- **m₁** : Masse de cristalliseur + échantillon à analyser après étuvage.

Normes :

	Normes
Huile d'olive raffinée	Inférieure à 0.1%
Huile de grignon d'olive	Inférieure à 0.1%

6. Test d'impuretés :

But :

Déterminer la teneur en matière insolubles « impuretés », elles comprennent les hydrates de carbone, les matières minérales, les matières azotées, les savons de calcium... qui sont insolubles dans l'hexane.

Mode opératoire :

- Rincer le papier filtre avec de l'hexane puis séché dans l'étuve et laissé refroidir dans le dessiccateur qui va le conserver contre l'humidité avant de le tarer dans un cristalliseur
- On place 20 g de l'échantillon dans un erlenmeyer, auquel on ajoute 150 ml d'hexane. Le tout est agité pendant quelques minutes. Ensuite, le mélange est laissé au repos pendant 30 minutes à une température avoisinante 20°C
- Puis le mélange est filtré par un papier filtre préalablement taré, et rincer avec l'hexane afin d'éliminer la totalité de la matière grasse
- Après filtration, le papier filtre est séché à l'air libre, puis à l'étuve pour se débarrasser de la totalité du solvant
- On le laisse refroidir dans le dessiccateur puis on le pèse.

Calcul :

La teneur en impuretés insolubles est exprimée en pourcentage massique par la relation suivante :

$$\% \text{Impuretés} = \frac{(m_0 - m)}{PE} \times 100$$

- **m₀**: la masse de papier + impuretés
- **m** : la masse de papier filtre
- **PE** : prise d'essai

7. Indice de peroxyde :

Définition :

En présence d'oxygène, il se produit le phénomène de rancissement lors du stockage qui est dû à l'oxydation des acides gras insaturés en peroxydes. Ces peroxydes par la suite se décomposent en aldéhydes, dérivés carbonyles, hydro-cétones et divers composés oxygénés.

Réactifs :

- Chloroforme privé d'oxygène
- Acide acétique privé d'oxygène
- Iodure de potassium
- Thiosulfate de sodium 0.02N
- Empois d'amidon se prépare par mélange 1 gramme d'amidon dans 100ml d'eau

Mode opératoire :

- Prendre une prise d'essai de 1 à 2 g d'huile dans un flacon.
- Ajouter 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium saturé.
- Boucher le flacon, agiter pendant une minute et abandonner 5 min à l'abri de la lumière.
- Ajouter environ 75 ml de l'eau distillée.
- Titrer l'iode libéré par une solution de thiosulfate en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon récemment préparée.
- Effectuer parallèlement et simultanément de la même façon un essai à blanc.

Calcul :

$$\text{indice de peroxyde} = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 1000}{PE}$$

Avec :

- **N** : Normalité de thiosulfate.
- **PE** : La masse de la prise d'essai en g.
- **V₀** : Le volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.
- **V₁** : Le volume de thiosulfate de sodium pour la prise d'essai.

8. Analyse de la pâte de neutralisation :

But :

Cette analyse a pour but de déterminer la quantité de graisse éliminée et l'acidité de la pâte.

Réactifs :

- Alcool neutralisé en présence de phénolphtaléine.
- KOH 1N.
- Hexane.
- Orange de méthyle.
- l'acide sulfurique.
- Dioxane pur.

Mode opératoire :

- On met environ 10 g de la pâte dans un ballon, On ajoute 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'eau distillée, 7 ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle.
- On chauffe le mélange jusqu'au virage de la coloration vers le marron, puis le mélange est transvasé dans une ampoule à décanter où il y a séparation des deux phases.
- La phase aqueuse est lavée trois fois avec 25 ml d'hexane.
- La phase contenant la matière grasse est lavée trois fois avec l'eau chaude, puis filtrée sur papier filtre contenant le sulfate de sodium afin d'éliminer les traces d'eau existantes.
- Le mélange (hexane – matière grasse) est mis dans un rota-vapeur pour éliminer l'hexane par une distillation sous vide.
- L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103 °C pendant 15 min puis refroidit dans un dessiccateur.

- On pèse la quantité de la matière grasse, on ajoute 100 ml d'alcool neutralisé en présence de phénolphthaléine puis on titre avec KOH « 1N » jusqu'à virage au rose pâle afin de déterminer l'acidité de l'huile.

Calcul :

$$\%M. \text{grasse} = \frac{(m - m_0)}{PE} * 100$$

$$\%Acidité = \frac{V * 2.82}{PE}$$

Avec :

- **m₀** : La masse du ballon vide.
- **m** : La masse du ballon remplie de la matière grasse.
- **PE** : Prise d'essai.
- **V** : Volume de KOH versé (ml)

Normes :

	Normes
%Acidité	≥ 60%
% matière grasse	Entre 30 – 40%

Chapitre III : vérification des instruments du laboratoire

1. Introduction :

L'utilisation d'instruments volumétriques nécessite leur raccordement aux normes nationaux. Notre chapitre a pour but d'éclairer l'utilisateur sur les moyens à mettre en œuvre pour réaliser la vérification d'instruments volumétriques. Au niveau de la SIOF on recommande de réaliser la vérification des instruments du laboratoire au moins deux fois par an, pour garantir l'exactitude des résultats

1.1. Objet et domaine d'application :

La présente norme internationale donne des méthodes pour vérifier des verreries volumétriques afin d'obtenir la meilleure précision lors d'utilisation, les modes opératoires internationaux spécifique à chaque article permet de déterminer la capacité de chaque article.

Ces modes opératoires sont applicables aux articles de petites capacités, généralement comprises entre 0,1 et 2000 ml. Il s'agit notamment aux pipettes volumétriques à un trait non graduées, les pipettes graduées et les pipettes à dilution totalement ou partiellement graduées, les burettes, les fioles jaugées, les éprouvettes graduées. Cette procédure n'est pas recommandée pour vérifier les articles de capacités inférieures à 0,1 ml tels que, les équipements microchimiques.

1.2. Principe :

Le mode opératoire général est basé sur la détermination du volume d'eau à une température t_w , contenu dans l'instrument ou délivré par celui-ci en connaissant la masse d'eau mesurée dans des conditions d'environnement définies.

Elle comporte les étapes suivantes :

- ✓ Réalisation des mesures.
- ✓ Calcul de l'erreur.
- ✓ Détermination de l'incertitude de mesure.
- ✓ Vérification

1.3. Etalonnage d'un volume :

✓ Personnel :

Le personnel doit être qualifié pour utiliser la balance et la verrerie.

✓ Consignes :

Pour réduire les échanges thermiques, il est demandé de manipuler les récipients avec des moyens de préhension adaptés « gangs, pince ... »

✓ Grandeurs influences :

Les facteurs influant sont les suivantes :

- ❖ La masse volumique de l'air.

- ❖ La masse volumique de l'eau.
- ❖ La balance « La masse volumique des poids ».
- ❖ Le coefficient de dilatation de l'instrument à vérifier.

✓ **Conditions d'environnement :**

- ❖ Le changement de température t_A dans la salle d'essais ne dépasse pas 1°C/h.
- ❖ La pression atmosphérique p_A doit être comprise entre 900 et 1100 hPa.
- ❖ Pour limiter les phénomènes électriques statiques, il est recommandé que l'humidité relative h_A soit supérieure 55%.

✓ **Moyens d'étalonnage :**

Les moyens utilisés pour réaliser les mesures sont vérifiés et étalonnés pour assurer leurs traçabilités aux résultats d'être recordés aux étalons nationaux.

1.4. Ajustement de ménisque :

La plupart des verreries volumétriques utilisent le principe de lecture ou l'ajustement de ménisque par rapport une ligne ou une échelle de références.

Pour une bonne lecture il faut :

- ✓ Ajuster le ménisque de manière à ce que le plan horizontal passant par le bord supérieur du trait repère soit tangent au ménisque en son point le plus bas, la visée étant faite dans le même plan.
- ✓ L'éclairage devrait être prévu pour que le contour du ménisque distinct « apparaisse noir ». Pour cette raison, il doit être observé devant un fond blanc pour éviter la lumière parasite

1.5. Formules et équation de calcul :

Pour calculer le volume d'eau V_{20} on utilise cette formule :

$$V_{20} = (I_L - I_E) \left(\frac{1}{\rho_w - \rho_A} \right) \left(1 - \frac{\rho_A}{\rho_B} \right) (1 - \gamma(t - 20))$$

Avec :

- I_E : La masse de récipient vide, en gramme.
- I_L : La masse de récipient rempli d'eau, en gramme.

- ρ_A : est la masse volumique de l'air, en g/ml.
- ρ_B : est la masse volumique des poids de la balance.
- ρ_w : est la masse volumique de l'eau à $t=22^\circ\text{C}$, en g/ml.
- γ : est le coefficient de dilatation volumique de la matière dont la verrerie à vérifier est fabriquée, en degrés Celsius à la puissance moins un.
- t : est la température de l'eau utilisée pour la vérification, en $^\circ\text{C}$.

Pour calculer le volume moyen :

$$\bar{V} = \frac{1}{n} \sum V_{i\ 20}$$

Avec :

- n : est le nombre de mesures ;
- V_{i20} : est le volume mesuré individuel

2. Instruments de type In :

2.1. Définition :

Les lettres In indiquent que l'instrument est construit pour contenir la capacité indiquée.

Exemple : fioles jaugées

2.2. Objet :

La présente instruction décrit la démarche à suivre pour vérifier le bon fonctionnement et pour estimer l'exactitude des volumes contenus dans la verrerie In utilisée au niveau du laboratoire interne de la société SIOF.

2.3. Principe :

Le principe repose sur la méthode gravimétrique qui consiste à peser l'eau pure contenue dans la verrerie à vérifier et de relier cette masse au volume en tenant compte de la masse volumique relative à la température de l'eau déterminée à l'aide d'un thermomètre.

- **Matériels et réactifs :**

- Thermomètre
- Balance
- tuve
- Fiole / Eprouvette

- Eau distillée
- Acétone

- **Protocole :**

- Noter les conditions environnantes (t_A , p_A , h_A) au plus près du plateau de la balance.
- Noter la température de l'eau pure t_W .
- Rincer la fiole jaugée/ l'éprouvette plusieurs fois avant son utilisation. Il est absolument nécessaire d'utiliser une verrerie bien propre et séchée.
- Peser la fiole jaugée/éprouvette avec le bouchon. Noter la masse I_E .
- Remplir avec de l'eau distillée la fiole jaugée/éprouvette. Ajuster le ménisque de liquide au trait de jauge.
- Essuyer l'eau restant sur la paroi de la partie cylindrique au-dessus du trait de jauge.
- Pour éviter des pertes par évaporation, placer le bouchon sur la fiole jaugée et peser. Noter la masse I_L .

Recommencer 3 fois l'ensemble de ces opérations.

Remarque :

Penser à sécher la verrerie entre les différentes pesées après l'avoir rincée avec l'acétone.

2.4. Réalisation des mesures :

Les conditions sont :

- $t_A = 23^\circ\text{C}$
- $p_A = 1020$
- $h_A = 60\%$
- $t_W = 22^\circ\text{C}$

Ceci équivalent que :

- $\rho_A = 1.2 \text{ kg/m}^3$
- $\rho_B = 8000 \text{ Kg/m}^3$
- $\rho_W = 0.997768 \text{ g/ml}$
- $\gamma = 9.9 \times 10^{-6}$ (verre borosilicaté)

Fioles jaugées :

La confirmation est réalisée sur 10 fioles jaugées et 5 éprouvettes :

Exemple de réalisation des mesures sur une fiole¹ et une éprouvette¹ de 10 ml :

Tableau I : Fiole 1

	I_E	I_L	V₂₀	$\bar{V}$	V_n
Essaie 1	13.73	23.69	9.99	9.981	10ml
Essaie 2	13.72	23.66	9.975		
Essaie 3	13.73	23.68	9.98		

• **Eprouvettes :**

Tableau II : Eprouvette 1

	I_E	I_L	V₂₀	$\bar{V}$	V_n
Essaie 1	45.3	55.247	9.98	9.978	10 ml
Essaie 2	45.3	55.24	9.97		
Essaie 3	45.3	55.25	9.985		

2.5. Calcul de l'erreur :

L'erreur sur le volume d'eau à la température de référence (20 °C) est calculée ainsi :

$$E = |V_n - \bar{V}|$$

Avec :

- **E** : est l'erreur du volume.
- **V_n** : est le volume nominal.
- **$\bar{V}$** : est la moyenne du volume d'eau pure rapporté à 20 °C.

Tableau III : Erreur sur le volume pour les fioles

	V_n En ml	$\bar{V}$ En ml	Erreur sur le volume
Fiole 1	10	9.981	0.019
Fiole 2	50	49.945	0.055
Fiole 3	50	49.937	0.063
Fiole 4	100	99.943	0.057
Fiole 5	100	99.952	0.048
Fiole 6	100	99.948	0.052
Fiole 7	250	249.87	0.153
Fiole 8	250	249.84	0.16
Fiole 9	500	499.83	0.17
Fiole 10	500	499.81	0.19

Tableau IV : Erreur sur le volume pour les éprouvettes :

	V_n En ml	$\bar{V}$ En ml	Erreur sur le volume
Eprouvette 1	10	9.978	0.022
Eprouvette 2	50	49.948	0.052
Eprouvette 3	50	49.961	0.039
Eprouvette 4	100	99.955	0.045
Eprouvette 5	100	99.953	0.047

2.6 Evaluation de l'incertitude :

Tolérances paramétriques avec l'erreur volumétrique correspondante :

Paramètre	Tolérance paramétrique	Erreur volumétrique
Température de l'eau	$\pm 0.5^{\circ}\text{C}$	$\pm 10^{-4}$
Pression atmosphérique	$\pm 8 \text{ mbar}$	$\pm 10^{-5}$
Température de l'air	$\pm 2.5^{\circ}\text{C}$	$\pm 10^{-5}$
Humidité relative	$\pm 10\%$	$\pm 10^{-6}$
Masse volumique Des poids	$\pm 0.6 \text{ g/ml}$	$\pm 10^{-5}$

La plus grande source d'erreur expérimentale liée à la détermination du volume est dans l'ajustement de ménisque, lequel dépendra du soin de l'opérateur et il est relié à la section transversale de tube où se trouve le ménisque. Le tableau suivant donne quelques valeurs :

Erreur dans la position Du ménisque	Diamètres types de colonne		
	5 mm	10 mm	20 mm
0.5 mm	$\pm 10^{-5}$ ml	$\pm 3.9 \cdot 10^{-5}$ ml	$\pm 1.57 \cdot 10^{-4}$ ml
1 mm	$\pm 2 \cdot 10^{-5}$ ml	$\pm 7.8 \cdot 10^{-5}$ ml	$\pm 3.14 \cdot 10^{-4}$ ml
2 mm	$\pm 3.9 \cdot 10^{-5}$ ml	$\pm 1.57 \cdot 10^{-4}$ ml	$\pm 6.28 \cdot 10^{-4}$ ml

Principe de la vérification :

Comme il n'est pas possible de tenir compte de l'erreur sur le volume délivré par l'instrument, le principe de la vérification est le suivant :

- Quand la valeur de l'erreur sur le volume obtenue plus l'incertitude élargie est inférieure ou égale à l'EMT alors, l'instrument est déclaré conforme.
- Dans le cas contraire, l'instrument est déclaré non conforme.
 - ✓ $E + U \leq \text{EMT} \Rightarrow \text{instrument conforme}$
 - ✓ $E + U \geq \text{EMT} \Rightarrow \text{instrument non conforme}$

2.7 Vérification :

Tableau V : *Evaluation des fioles jaugées :*

	E+U	EMT	Evaluation
Fiole 1	0.019	0.01	Non conforme
Fiole 2	0.0552	0.06	Conforme
Fiole 3	0.0632	0.06	Non conforme
Fiole 4	0.0573	0.05	Non conforme
Fiole 5	0.0483	0.05	Conforme
Fiole 6	0.0523	0.05	Non conforme
Fiole 7	0.154	0.15	Non conforme
Fiole 8	0.161	0.15	Non conforme
Fiole 9	0.171	0.15	Non conforme
Fiole 10	0.191	0.25	Conforme

Tableau VI : Evaluation des éprouvettes :

	E+U	EMT	Evaluation
Eprouvette 1	0.02203	0.01	Non conforme
Eprouvette 2	0.05205	0.05	Non conforme
Eprouvette 3	0.03905	0.05	Conforme
Eprouvette 4	0.04517	0.05	Conforme
Eprouvette 5	0.04717	0.05	Conforme

3. Instruments de type Ex :

3.1. Définition :

Les lettres Ex indiquent que l'instrument est construit pour délivrer la capacité indiquée.
Exemple : burettes

3.2. Principe :

Le principe repose sur la méthode gravimétrique qui consiste à peser l'eau pure délivrée par la verrerie à vérifier et de relier cette masse au volume en tenant compte de la masse volumique relative à la température de l'eau déterminée à l'aide d'un thermomètre.

- **Matériels et réactifs :**

- Thermomètre
- Balance
- Etuve
- Pipettes/burettes
- Acétone

- **Protocole :**

- ❖ Rincer la Pipette/burette plusieurs fois avant son utilisation avec de l'eau distillée.
- ❖ Effectuer la tare de la balance avec la fiole et le bouchon qui recueillera le liquide mesuré. Noter la masse I_E
- ❖ A l'aide de la propipette, remplir par aspiration à quelque millimètre au-dessus du trait de jauge avec de l'eau distillée.
- ❖ Mesurer à l'aide du thermomètre la température de l'eau.

❖ Noter la masse I_L .

3.3. Réalisation des mesures :

La confirmation des instruments de type Ex est réalisée sur 3 pipettes et 2 burettes :

Exemple de réalisation des mesures pour les pipettes :

Tableau VII : Pipette 1 :

	I_E	I_L	V_{20}	$\bar{V}$	V_n
Essaie 1	13.73	18.67	4.96	4.959	5 ml
Essaie 2	13.73	18.667	4.954		
Essaie 3	13.72	18.66	4.963		

Tableau VIII : Burette 1 :

	I_E	I_L	V_{20}	$\bar{V}$	V_n
Essaie 1	41.29	66.18	24.975	24.965	25 ml
Essaie 2	41.28	66.16	24.957		
Essaie 3	41.28	66.162	24.963		

3.4. Calcul de l'erreur :

Tableau IX: Erreur sur le volume, pipettes et burettes :

	$\bar{V}$	V_n	E
Pipette 1	4.959 ml	5 ml	0.041
Pipette 2	4.948 ml	5 ml	0.052
Pipette 3	24.935	25 ml	0.065
Burette 1	24.965ml	25 ml	0.035
Burette 2	24.967 ml	25 ml	0.033

3.5. Evaluation de l'incertitude :

Les expériences sont réalisées dans les mêmes conditions, donc la même incertitude de mesure la seule différence sera porter sur la lecture du ménisque.

3.6→Vérification :

Tableau X : Evaluation des pipettes et burettes :

	E + U	EMT	Evaluation
Pipette 1	0.04102	0.03	Non conforme
Pipette 2	0.05202	0.03	Non conforme
Pipette 3	0.06509	0.06	Non conforme
Burette 1	0.03517	0.05	Conforme
Burette 2	0.03317	0.05	Conforme

CONCLUSION :

Le stage est un parcours très sollicité, avant de commencer officiellement notre carrière professionnelle, du fait qu'il donne un aperçu sur la manière dont se déroule le travail pour éviter toute crainte ou ambiguïté sur la pratique de la professionnelle des futurs professionnels.

Mon stage était une occasion exceptionnelle qui m'a permis de comprendre :

- ❖ Le procédé de raffinage des huiles : d'olive, de tournesol, de grignon et de soja.
- ❖ Les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale effectuées au laboratoire SIOF.
- ❖ Compris parfaitement le travail de mon sujet sous le thème, **vérification des instruments volumétriques au sein du laboratoire SIOF.**

Les résultats trouvés montrent que, la majorité des instruments du laboratoire ne respectent pas les spécifications fonctionnelles garanties par le fabricant. Ceci dû à un ensemble de contraintes :

- Le temps est insuffisant, l'horaire de stage était 4h par semaine à cause de la pandémie de CORONA VIRUS.
- Manque de quelques matériels pour aboutir à un résultat plus précis, absence d'un thermomètre, baromètre et hygromètre, ainsi une propipette qui ne capte pas bien l'eau.