



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

Le raffinage discontinu de l'huile de grignon

Présenté par :

◆ **OUKILI Achraf**

Encadré par :

◆ **Mme. BOUSSALAMI Fatiha (La Siof)**

◆ **Pr. SKALLI Mohammed khalid (FST)**

Soutenu Le 14 Juin 2012 devant le jury composé de:

- **Pr. SKALLI Mohammed Khalid**

- **Pr. KANDRI RODI Youssef**

- **Pr. BOUAYAD Abdelwahed**

Stage effectué à La SIOF

Année Universitaire 2011 / 2012

Sommaire	
Introduction.....	1
 <i>Chapitre I : Présentation de La Société Industrielle Oléicole De Fès (SIOF)</i>	
I. 1 - Historique	3
I. 2 - Activité de la société	3
I. 3 - Les produits fabriqués par la S.I.O.F	4
I. 4 - Organigramme de la SIOF	5
 <i>Chapitre II : Raffinage des Huiles</i>	
II .1 - La nature des huiles traitées par la SIOF.....	7
II .1.1 - L'huile d'olive.....	7
II .1 .2 - L'huile de soja.....	7
II .1 .3 - L'huile de grignon.....	7
II .1 .4 - L'huile de tournesol.....	8
II .2 - Principe du raffinage	8
II .3 - Etapes du raffinage	10
II .3.1 - Démucilagination	10
II .3.2 Neutralisation	11
II .3. 3 - Le lavage	12
II .3.4 - Le séchage	13
II .3.5 - La décoloration	14
II .3.6 - La filtration	15
II .3.7-La désodorisation	16
II .3.8- La fortification	16
 <i>Chapitre III : Le contrôle de la qualité dans le laboratoire de la SIOF</i>	
III.1- Introduction	18
III.2- Analyse d'acidité	18
III.3 - Dosage du savon	19
III.4 - Analyse de la pâte	19
III.5- Contrôle d'humidité	21
III.6- Transmission	21
 <i>Chapitre IV : Le raffinage discontinu de l'huile de grignon</i>	
IV.1 -Raffinage discontinu	23
IV .2- Principe	23
IV .3-Le calcul de la soude.....	23
IV. 4-Le mode opératoire utilisé dans la méthode de décantation	24
IV. 4.1-Matériels	24
IV. 4.2 -Réactifs	25
IV. 4.3 - Mode opératoire	25
IV. 4.3 Expressions des résultats	26
IV. 4.4 Interprétation des résultats	29
Conclusion	30
Annexe	31
Lexique	33

Introduction

Le secteur des industries agroalimentaires est un des piliers de l'économie marocaine, avec un chiffre d'affaires de plus de 60 milliards de dirhams. Sa participation dans le PIB est de 4,4 %. Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de ce secteur. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Parmi ces produits, l'huile de soja, d'olive et de grignon qui nécessitent un raffinage pour obtenir une huile prête à la consommation humaine. Ce traitement doit garantir au consommateur une huile de qualité, ayant un bon goût, résistante à l'oxydation, adaptée à l'emploi désiré et débarrassée de ses substances toxiques ou nocives.

Toutes ces raisons m'ont poussé à effectuer mon stage de perfectionnement dans une entreprise de renommée telle que les Huileries de SIOF (société industrielle oléicole de Fès).

L'objectif du stage est de compléter ma formation théorique par des applications pratiques, il permet donc de passer du monde étudiant au monde professionnel, d'acquérir de nouvelles techniques du procédé du raffinage des huiles alimentaires, de compléter mes connaissances concernant les différentes analyses du contrôle de qualité effectuées sur les huiles, de développer l'esprit de responsabilité et l'initiation.

J'ai classé mon rapport en quatre chapitres, le premier chapitre concerne la présentation de la SIOF, le deuxième chapitre décrit le raffinage des huiles alimentaires de la SIOF, Le troisième chapitre présente les différentes analyses du contrôle de qualité, le quatrième chapitre portera sur le raffinage discontinu de l'huile de grignon.

Chapitre I

Présentation de La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF)

I. 1 - Historique :

Créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilité limitée SARL, la SIOF (Société Industrielle Oléicole de Fès) 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 d'huile de grignon et la conserve des olives.

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

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

En 1978, le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts aux différentes régions du royaume, à l'installation d'un nouveau système de décirage (élimination des cires) et de nouveaux matériaux de remplissage, et surtout au suivi permanent du marché au niveau de la qualité du produit, du prix de vente et de la concurrence.

A partir de 1985 elle s'est transformée en une société anonyme <<S.A >>, avec un capital de 30.000.000 DH, dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

1993 : la mise en place d'une raffinerie de l'huile brute à base de soja.

En 1994, recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise.

En 2002-2003, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication de PET (polyéthylène téréphtalate). Pour le conditionnement des huiles en format 1/ 2L, 2L et 5L. Dans le souci d'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.

I. 2 – Activité de la société :

La société industrielle oléicole de Fès SIOF est une parmi les sociétés les plus performantes à l'échelle nationale ; c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire, plus exactement dans le domaine de l'extraction, le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La SIOF dispose de quatre sites industriels :

- Le premier se situe à la zone industrielle sidi Brahim, s'occupe de la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignon.
- Le deuxième se situe à la zone industrielle de Dokkarrat, assurant le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le troisième site nommé Domaine ELHAMD : situé à TAWJTAT, il s'occupe de l'extraction de l'huile de grignon.
- Le dernier site est LMAASSRA ou SIOF2, qui a pour activité la trituration des olives.

I. 3 - Les produits fabriqués par la S.I.O.F :

La SIOF produit une large gamme de produits qui lui permettent de toucher une large partie des consommateurs sur le marché marocain.

Elle traite 4 types d'huile brutes qui sont extraits à partir de : Soja, d'Olive, de Tournesol et de Grignon.

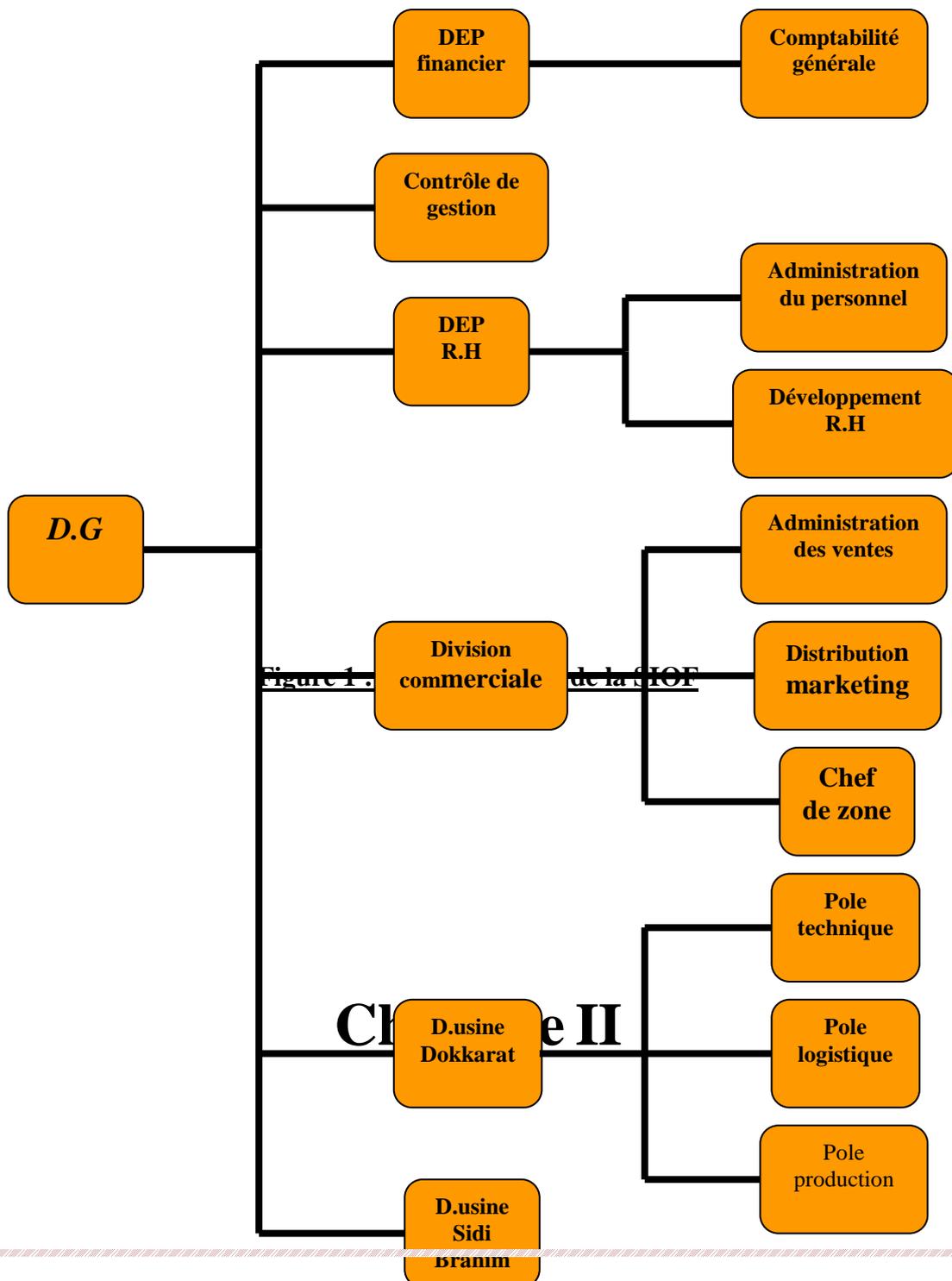
Les quatre catégories d'huiles produites par la SIOF sont :

- ✓ « SIOF » : huile de table raffinée à base de soja.
- ✓ « FRIOR » : huile de tournesol raffiné.

- ✓ « MOULAY IDRISSE » : huile d'olive vierge courante.
- ✓ « ANDALOUSSIA » : huile de grignon raffiné.

I. 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 :



Raffinage des Huiles

II .1 - La nature des huiles traitées par la SIOF :

II .1.1 - L'huile d'olive

Simple et délicate, la fabrication de l'huile d'olive nécessite le passage par plusieurs étapes : de la cueillette du fruit, à la production d'huile, en passant par le lavage, le broyage et le malaxage, le pressurage, la décantation et le stockage. L'huile d'olive ainsi produite doit alors être conservée à l'abri de l'air et de la lumière.

L'huile d'olive est composée d'environ 99% de matières grasses .Le 1% restant constitue les composés mineurs, il s'agit des alcools, des stérols et des phénols. Elle est très riche en vitamines (A, B, K et E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

II .1 .2 - L'huile de soja

Cette huile est extraite de la fève de soja, une plante originaire d'Asie, elle est caractérisée par une couleur jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en vitamine E.

L'huile de soja s'emploie surtout à froid dans la cuisine C'est une excellente huile de table, bonne source d'oméga-3 et d'oméga-6 et ayant la composition générale suivante :

- 14 % des acides gras saturés
- 23 % des acides gras mono insaturés
- 58 % d'acides gras polyinsaturés

II .1 .3 - L'huile de grignon

Les grignons sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Les grignons sont les résidus solides résultant de l'extraction d'huile, alors que les résidus liquides sont dénommés margines.

Les grignons sont séchés, broyés et traités par des solvants.

II .1 .4 - L'huile de tournesol

Cette huile se prête à tous les usages car elle renferme des acides gras essentiels, elle est riche en vitamine E. D'une couleur jaune d'or, elle a une légère odeur de noisette.

L'huile de tournesol supporte parfaitement la chaleur et se conserve bien et longtemps.

II .2 - Principe du raffinage:

Le raffinage est une opération qui consiste à éliminer les substances indésirables qui peuvent nuire à la qualité de l'huile de point de vue aspect organoleptique et oxydabilité, c'est la seule capable d'éliminer toutes les contaminations apportées par la matière brute.

Le raffinage des corps gras est une technologie récente qui n'a été progressivement mise en œuvre que depuis un siècle. Depuis les origines, les hommes ont utilisé les corps gras dans l'état où ils se trouvaient après extraction des matières végétales oléagineuses (fruits, graines et fèves). La qualité du produit obtenu dépendait autant de la matière première traitée que de la méthode d'extraction utilisée.

L'activité principale de la *SIOF* est le raffinage des huiles brutes reçues de *COSTOMA* (compagnie de stockage marocaine) qui distribue l'huile brute venant de plusieurs pays à citer Canada, Brésil et Argentine, aux divers huilière du Maroc.

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

Dès leur arrivée, les huiles sont stockées dans des réservoirs en acier avec une capacité très importante. Les fonds de ses réservoirs sont coniques pour permettre une vidange totale et éviter l'accumulation des sédiments. L'homogénéisation du contenu est obtenue par des agitateurs. Les tuyauteries de liaison sont conçues de telle façon qu'il n'y ait pas de possibilité de mélange lorsque l'unité traite plusieurs qualités différentes.

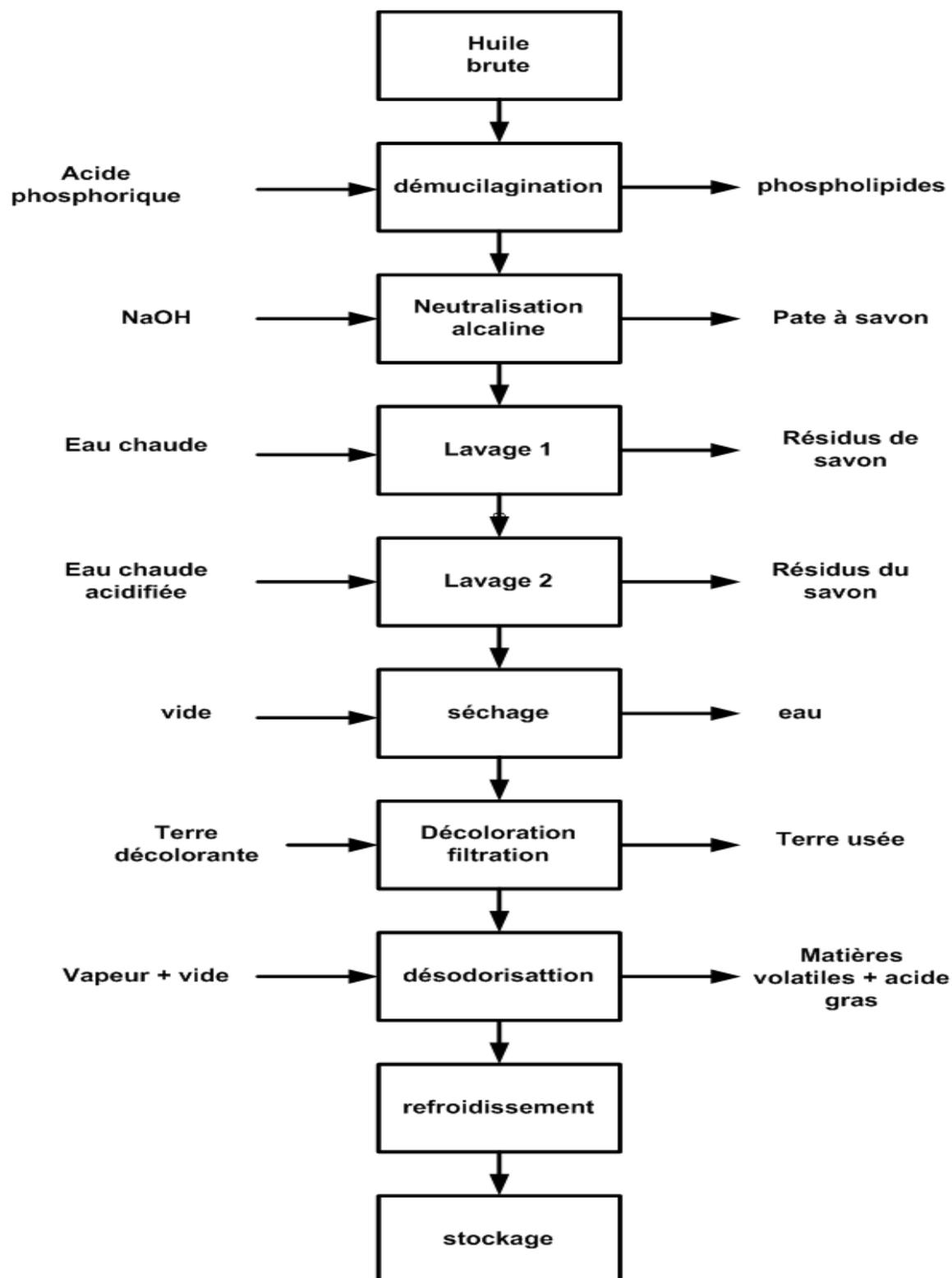


Figure 2 : Les étapes générales du raffinage chimique de l'huile brute

II .3 - Etapes du raffinage:

II .3.1 - Démucilagination

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute, les phospholipides, les lécithines, les gommes..., L'ensemble de ces produits est souvent désignés sous le nom de Gommes

provenant des enveloppes de la graine. la présence de ces substances dans l'huile peut provoquer plusieurs inconvénient :

- De nombreux essais ont montré qu'une huile mal raffinée (mal débarrassée de ces phospholipides) s'acidifie, s'oxyde et prend plus rapidement un goût désagréable.
- Ces substances sont souvent liées à des métaux catalyseurs d'oxydation, désactivant les terres décolorantes et colmatant rapidement les filtres.
- Les composés phosphorés en présence d'eau forment des précipités dits mucilages qui ne sont pas admis dans une huile livrée à la consommation.
- Ces phospholipides peuvent provoquer des émulsions.

Le procédé de cette étape est le suivant il est schématisé par la Figure 3 :

L'huile brute traverse un échangeur à plaques qui élève sa température aux environs de 75-90°C, en utilisant comme fluide chauffant la vapeur d'eau, l'acide phosphorique commercial 0.1 à 0.3% est injecté par une pompe doseuse avec un débit qui dépend de la teneur des phospholipides dans l'huile. Le mélange de l'huile et de l'acide passent alors dans un mélangeur rapide (6000tr/min) puis dans un mélangeur lent à axe vertical (bac de contact), assurant un temps de contact d'au moins 15-20 minutes pour qu'il y est conditionnement des mucilages (gonflement), le mélange est ensuite envoyé à l'étape de neutralisation.

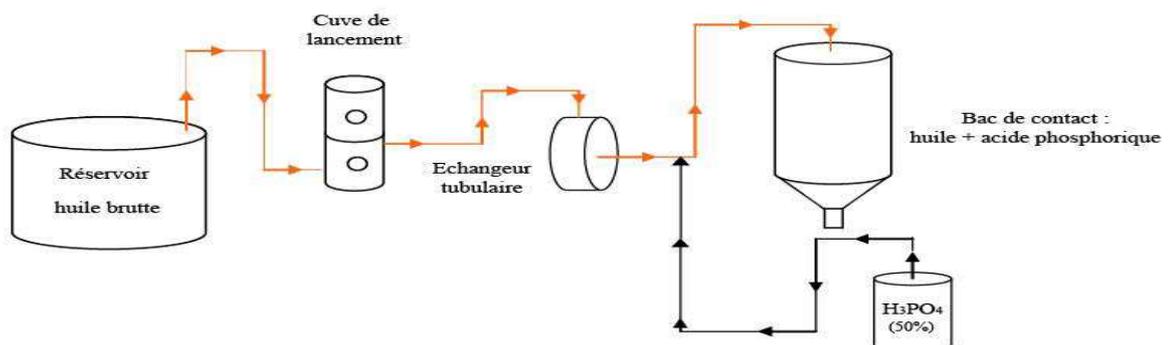


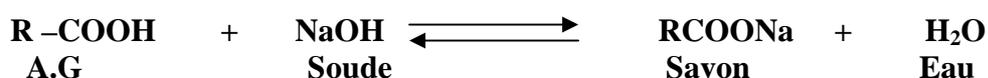
Figure 3 : la procédure de déémucilagination

II .3.2 Neutralisation

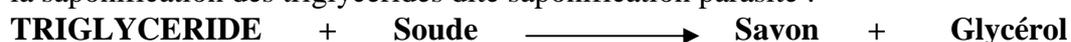
Après la déémucilagination, L'huile contient toujours des acides gras libres qu'il faut éliminer. Ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation.

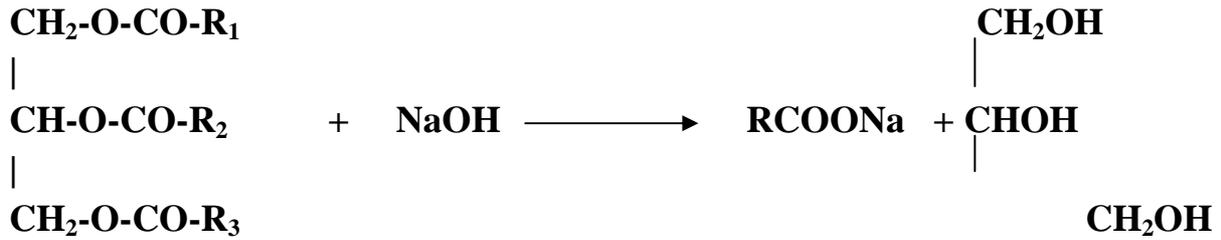
La neutralisation à la soude est très intéressante car elle élimine aussi les pigments colorés et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors du stockage.

La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément pâtes de neutralisation ou soap stocks. 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 de 5% à 10%, si elle est mal dosée peut donner la saponification des triglycérides dite saponification parasite :





A la sortie du bac de contact de l'unité de démulcination, l'huile est mélangée dans un malaxeur avec la soude caustique injectée par une pompe doseuse avec un débit qui dépend de l'acidité de l'huile brute (jusqu'à 140 l/h pour le soja) pour parfaire la réaction de neutralisation, puis dans un 1^{er} séparateur.

Le mélange est divisé en deux phases :

- Phase lourde : pâte de neutralisation.
- Phase légère : huile neutre.

A la sortie de l'étape de neutralisation, l'huile neutralisée doit avoir les caractéristiques suivantes :

Acidité : inférieure à 0.04 %.

Traces de savons : 1000 à 1200 ppm.

huile démulcinée

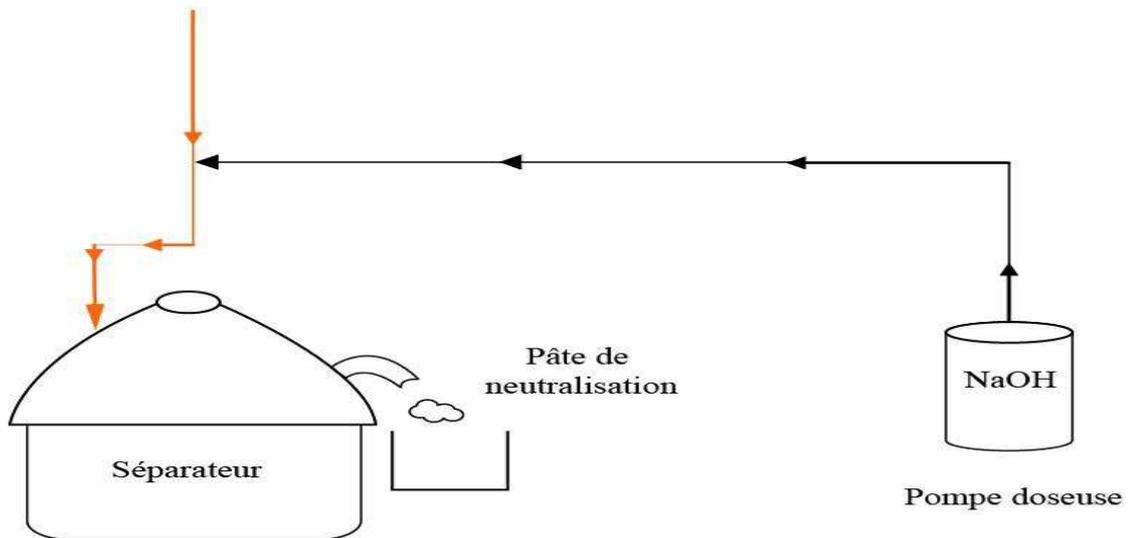


Figure 4 : procédure de neutralisation

II .3. 3 - Le lavage

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de

métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne démucilagination. Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de n'être pas éliminée.

Le procédé de l'étape de lavage est le suivant :

L'huile neutralisée du *soja* provenant du séparateur reçoit une eau acidifiée avec l'acide citrique, passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation.

L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.

Les eaux de lavages contiennent encore de l'huile qu'on récupère par décantation (environ 1 à 3 % de matière grasse).

Ici, Il est important de noter que les huiles de grignon subissent un lavage peu différent. Après la neutralisation, on les refroidit dans un premier échangeur huile – huile (huile froide qui sort de décirage va refroidir l'huile chaude qui sort de neutralisation) et aussi dans un second échangeur huile - eau jusqu'à 11°C.

- L'huile est conduite vers un premier maturateur où on peut ajouter l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de graines pour faciliter leur élimination. Après l'huile passe d'un second maturateur à un troisième dans un circuit plus long pour garantir un temps de séjour plus long.
- Dès le 3ème maturateur l'huile est pompée vers un échangeur huile – eau à 25°C qui va augmenter la température d'huile à 15-16°C tout en évitant la rupture des cires cristallisées.
- A l'aide de la force centrifugeuse du séparateur on va éliminer les cires (partie lourde) d'huile (partie légère).
- L'huile décirée est chauffée par l'échangeur 1 huile – huile (*huile chaude qui sort de neutralisation va chauffer l'huile froide qui sort de décirage*) et aussi par échangeur huile - vapeur jusqu'à 90°C, et le lavage se poursuit comme le soja.

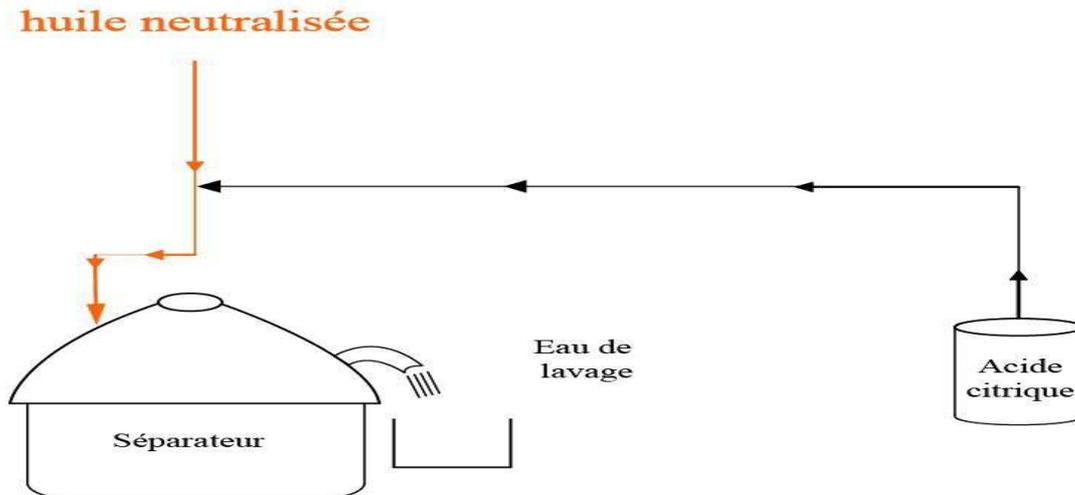


Figure 5 : l'étape du lavage

II .3.4 - Le séchage

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

La technique de séchage est simple : l'huile neutralisée sortant du lavage à une température de 90°C est pulvérisée dans une tour verticale maintenue sous vide de à une pression de 0,6 à 0,8 Bar.

A la sortie du sécheur on doit avoir :

- Une acidité inférieure à 0,04%.
- Une humidité inférieure à 0,1% (qui était à l'entrée du sécheur entre 0,5 et 0,7 %).
- Des traces du savon inférieure à 50 ppm.
- Un pourcentage en mucilages ne dépassant pas 10 ppm.

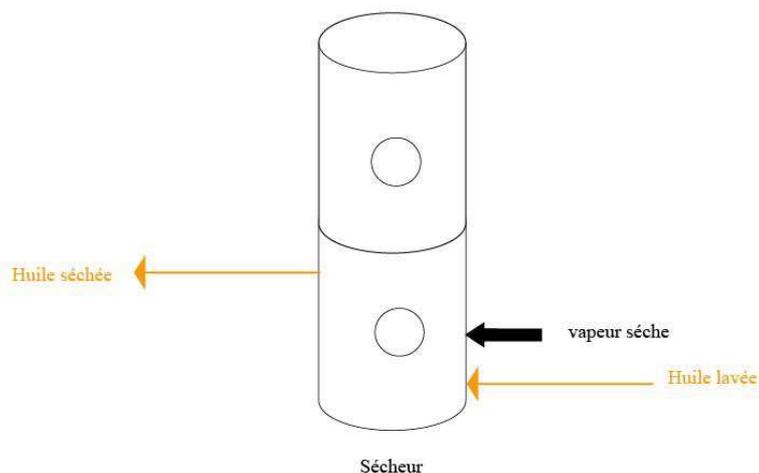


Figure 6 : l'étape de Séchage

II. 3.5 - La décoloration

Après le séchage, l'huile passe à la décoloration qui vise à éliminer les peroxydes, les produits secondaires d'oxydation et essentiellement les pigments colorés (les chlorophylles et les carotènes). Elle fait intervenir le phénomène d'adsorption sur des terres décolorantes, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances.

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

L'opération se fait à une température de 120°C et une pression de 1,5bar pendant 15min. Une agitation efficace favorise le contact. L'opération s'effectue toujours sous vide léger de façon à empêcher l'oxydation qui est favorisée par la dispersion d'huile sur les particules de terre.

Pour l'huile de *grignon*, la décoloration se fait sur le charbon actif au lieu de la terre le charbon actif peut éliminer les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) qui peuvent être présents en quantités non négligeables dans certaines huiles végétales.

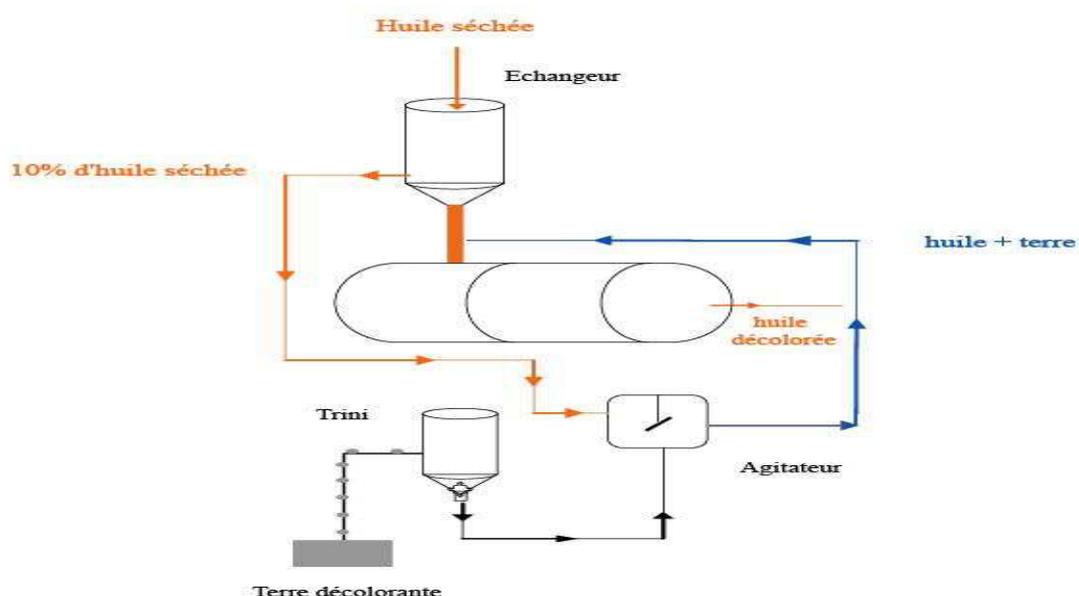


Figure 7 : l'étape de Décoloration

II .3.6 - La filtration

L'huile qui sort de la décoloration passe à la filtration, c'est une opération qui consiste à débarrasser l'huile des particules fines et des terres de décoloration, elle se fait à l'aide de deux filtres de capacité de 6 tonnes chacun, les surfaces filtrantes des plaques sont constituées de toiles métalliques. La figure 8 représente l'un de ces filtres.

Le premier filtre une fois chargé en terre décolorante doit être débarrassé. Alors on envoie de la vapeur chaude pour la sécher, après séchage, on envoie de l'air comprimé sur

l'axe portant les plaques afin de réaliser une vibration qui va faire tomber la terre qui sera réceptionnée dans un bassin à travers un vice transporteur, puis envoyé vers les déchets. L'huile est ensuite filtrée dans des filtres-presses (papier cellulosique) pour enlever les dernières traces de terre ainsi que toutes impuretés avant d'être renvoyée à l'unité de désodorisation.

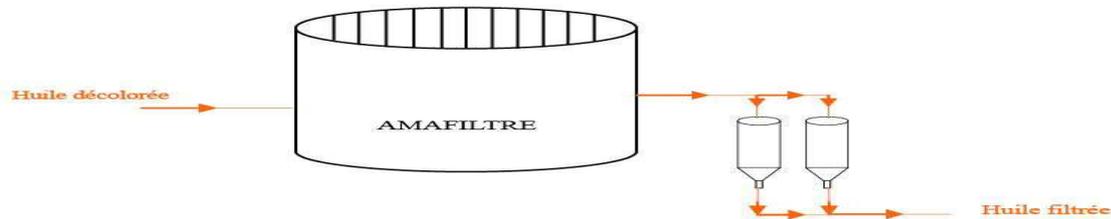


Figure 8 : Filtre pour l'élimination de la terre décolorante

II .3.7-La désodorisation

Dernière étape du raffinage, son but principal est l'élimination des substances sapides et odorantes telles que : les aldéhydes, les cétones les hydrocarbures, peroxydes (substance provenant de l'oxydation de l'huile), ainsi que certains pigments contenus dans les huiles et ceci pour conférer à l'huile les qualités requises pour la consommation. La désodorisation s'effectue par distillation par l'injection de la vapeur sèche dans l'huile sous vide poussée à haute température, il s'agit d'un entrainement à la vapeur des substances plus volatiles que l'huile.

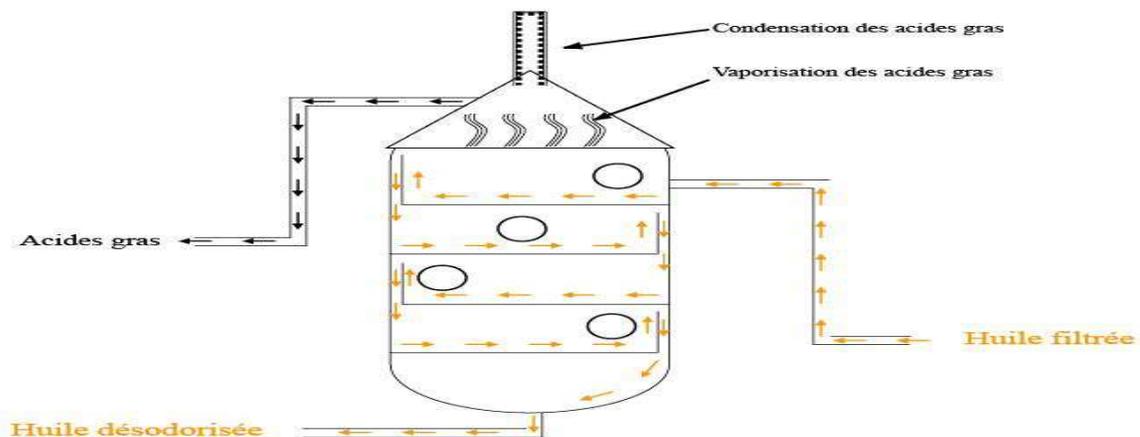


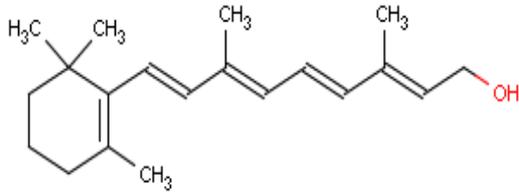
Figure 9 : étape de la désodorisation

II .3.8- La fortification

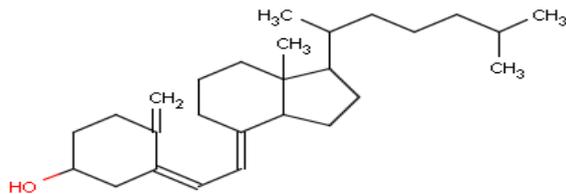
La fortification des aliments est définie comme tout traitement ayant pour but essentiel d'élever la teneur en principes nutritifs de ces aliments au dessus de la valeur considérée comme normale. La fortification des aliments avec la vitamine A et D₃ est une stratégie très efficace pour lutter contre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

Vitamine A :

Vitamine D3 :



Teneur en vitamine A=3000UI/100g d'huile



Teneur en vitamine D₃=300UI/100gd'huile

NB : L'huile de grignon ne subit pas le traitement de la fortification.

Chapitre III

Le contrôle de la qualité dans le laboratoire de la SIOF

III.1- Introduction :

Les contrôleurs du laboratoire en coordination avec les conducteurs de la chaîne de production veillent à ce que des normes soient respectées. C'est pourquoi, des contrôles sont effectués par les analystes du laboratoire qui avertissent les conducteurs de la chaîne de production de tout non conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

Les analyses effectuées au laboratoire sur les huiles sont les suivantes :

- Acidité
- Taux de savon
- Analyse de la pate
- Contrôle d'humidité
- Transmission

III.2- Analyse d'acidité :

L'Acidité est la quantité d'acides gras exprimée conventuellement en acide oléique (en gramme) présente dans 100 g de matière grasse.

L'analyse se fait de la façon suivante :

- On met à peu près 100 ml d'alcool distillée (éthanol) dans une fiole de 250 ml comme solvant.
- On ajoute 2à 3 gouttes du phénophtaléine comme indicateur spécifique.
- On neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH de 0,1 N (coloration rose).
- On pèse la quantité d'huile nécessaire au dosage :
 - 5g pur l'huile brute.
 - Plus que 10 g pour l'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée, et désodorisée, On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre par KOH 0,1 N le mélange huile et l'alcool neutralisé jusqu'à la zone de virage ce qui signifie que tous les acides gras (acide oléique) sont neutralisés.

Donc l'acidité est calculée par la formule suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{N \times V \times 282 \times 100}{PE \times 1000}$$

Où

- V : Volume de KOH versé en (ml).
- N : Normalité de KOH (0,1 N).
- M : Masse molaire d'acide oléique (282 g / mol).
- PE : Masse de la prise en essai (g).

III.3 - Dosage du savon :

Le dosage du savon est exprimé en oléate de sodium présent dans 1kg de la matière grasse, pour savoir si on a une perte d'huile, il est effectué de la façon suivante :

- On verse 40 ml de l'acétone à 3 % (préparé par l'ajout de 3ml de l'eau distillée sur 97 ml d'acétone) dans un ballon de 250 ml bien rincée par le solvant de titrage acétone.
- On ajoute 7 gouttes du bleu de Bromophénol comme indicateur coloré (coloration jaune).
- On pèse environ 10g de l'échantillon dans le ballon puis on agite et on obtient une coloration verte.

- On titre par une solution cétonique d'HCl 0,01N puisque les savons ont un caractère basique jusqu'au virage au jaune de l'indicateur ce qui signifie que tous les savons sont neutralisés.

La formule suivante permet de calculer le taux du savon en ppm :

$$\text{Taux de savon} = (V \times N \times 1000 \times 304) / PE$$

Où

- V : Volume d'HCl versé par (ml)
- N : Normalité de HCl (0,01 N).
- M : Masse molaire d'oléate de sodium (304 g/mol).
- PE : Prise d'échantillon en (g).

III.4 - Analyse de la pâte :

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

L'analyse se fait de la façon suivante :

- On pèse 10g de la pâte dans un ballon.
- On ajoute 30ml de dioxane pur comme solvant, 7ml d'acide sulfurique, 7ml de l'eau distillée et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur coloré.
- On met le ballon dans un chauffe à ballon 50°C, jusqu'au virage de l'indicateur au marron (formation de matières grasses).
- On verse le contenu du ballon dans une ampoule à décanter et on ajoute 25 ml de l'hexane extra pure.
- On sépare les 2 phases et on rince la phase inférieure (aqueuse) par 25 ml de l'hexane dans une autre ampoule on sépare les deux phases (on rejoint la phase supérieure (organique) à la première phase supérieure) et l'autre on l'élimine.
- On lave 2 fois la phase supérieure qui contient la matière grasse par l'eau chaude.
- On prend un nouveau ballon taré et on filtre la phase organique sur papier filtre spécifique contenant du sulfate de sodium anhydre qui va jouer le rôle de déshydratant et on ajoute à peu près 150 ml d'hexane.

- On chauffe le ballon à l'aide d'un soxlet et un réfrigérant jusqu'à ce que la couleur jaune de l'huile au niveau du papier filtre disparaît et l'élimination de l'hexane.
- On met le ballon dans l'étuve 103 °C, pendant 15min puis dans le dessiccateur et on prend sa masse m.
- On pèse la quantité de la matière grasse.
- L'acidité est déterminée par titrage avec KOH 1N jusqu'au virage à la rose pale.
- Le pourcentage de la matière grasse est déterminé par la formule suivante :

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

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

✓ L'acidité de la pate est déterminée par titrage avec KOH 1.

Normes :

<u>Acidité (%)</u>	<u>Pourcentage de matière grasse (%)</u>
<u>≥ 60</u>	<u>30 ≤ MG ≤ 40</u>

III.5 - Contrôle d'humidité :

L'humidité est déterminé par une perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant dans un étuve réglée de 103°C (jusqu'à poids constant).

- Soit m la masse d'un cristalliseur vide.
 - ml, la masse du cristalliseur contenant une quantité de l'échantillon à analyser.
 - Le cristalliseur est placé à l'étuve, réglée à 103°C pour éliminer l'eau.
 - Après une heure de séchage à l'étuve, on refroidi dans un dessiccateur et on pèse.m2 est la masse obtenue.
- ✓ La teneur en eau (humidité) exprimée en pourcentage massique de l'échantillon est :

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100$$

III.6 - Transmission :

C'est un paramètre qui nous permet de déterminer l'intensité de la couleur d'une huile, parce que pour un même type d'huile on peut avoir plusieurs couleurs qui dépendent de la quantité de terre décolorante utilisée à l'étape de décoloration.

Cette mesure est effectuée par spectroscopie. On fixe la longueur d'onde du spectrophotomètre à 420 nm, On fait une première mesure sur de l'eau distillée (étalonnage), puis on fait une mesure sur l'huile à analyser. Une huile destinée à la consommation est moins claire et doit avoir une transmission de 50 % à 60 %.

Chapitre IV

Le raffinage discontinu de l'huile de grignon

IV.1 - Raffinage discontinu :

Le but du raffinage discontinu de l'huile de grignon est de diminuer l'acidité de l'huile brute par décantation et obtenir une bonne séparation entre la pâte de neutralisation et l'huile a fin d'utiliser cette dernière dans le procédé de raffinage comme étant une huile brute de soja.

IV .2- Principe :

à l'échelle laboratoire le raffinage discontinu se déroule dans des conditions de température constante (80,90°C). De nombreux essais ont été effectués sur plusieurs échantillons d'huile brute pour déduire la température correspondante au meilleur rendement.

Acidité de la pate de neutralisation élevée

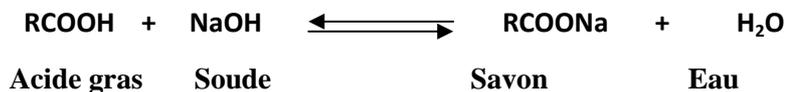
Une faible perte d'huile

Meilleur rendement

IV .3- Le calcul de la soude :

- La quantité de la soude nécessaire pour la neutralisation des acides gras libres :

On a:



Exemple d'huile brute d'acidité 20% :

On a: $n(\text{NaOH}) = n(\text{RCOOH})$
 $m(\text{NaOH}) = [m(\text{acide oléique}) / M(\text{acide oléique})] * M(\text{NaOH})$
 $m(\text{acide oléique}) = (\text{acidité} * \text{débit}) / 100$

On a : $20 - 2 = 18\%$

Et on a une prise d'essai de 200 g donc : $m(\text{acide oléique}) = 18 * 200 / 100 = 36 \text{ g}$

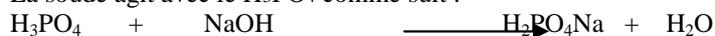
Et donc : $m(\text{NaOH}) = (40 / 282) * 36 = 5,10 \text{ g}$

Or on veut avoir un excès de soude de 5% donc la masse de soude sera dans ce cas :

$$m(\text{NaOH}) = (105 * 5,10) / 100 = 5.355\text{g}$$

- La quantité de soude nécessaire pour la neutralisation de l'acide phosphorique :

La soude agit avec le H_3PO_4 comme suit :



En suite:



On a donc : $n(\text{H}_3\text{PO}_4) / 2 = n(\text{NaOH})$

Ce qui donne : $m(\text{NaOH}) = [M(\text{NaOH})] * [m(\text{H}_3\text{PO}_4)] / 2 * M(\text{H}_3\text{PO}_4)$

Avec : $m(\text{H}_3\text{PO}_4) = 156\text{g}$; $M(\text{H}_3\text{PO}_4) = 98\text{ g/mol}$; $M(\text{NaOH}) = 40\text{ g/mol}$

Donc : $m(\text{NaOH}) = 40 * (156 / 98) = 31.836\text{ g}$

- La masse de soude nécessaire est :

$$m(\text{NaOH}) = 31.836\text{ g} + 5.355\text{g} \\ = 37.171\text{g}$$

-On a la masse volumique de la soude égale masse (NaOH) / volume (NaOH)

La masse volumique de NaOH est définie d'après la table des masses volumiques, puisque la concentration de la soude est de 34 Baumé :

Donc : $\rho = 361.7\text{ g/l}$

$$\text{Donc } V(\text{NaOH}) = m(\text{NaOH}) / \rho_{(\text{NaOH})} \\ = 37.171 / 361,7 \\ = 0,102\text{ L} = \underline{102\text{ ml}}$$

IV. 4-Le mode opératoire utilisé dans la méthode de décantation :

IV. 4.1-Matériels

- Un bécher de 500 ml
- Plaque chauffante
- Thermomètre
- Pipettes de (2, 10 ,15 ml)
- Micropipette
- Barreau magnétique
- Ampoule à décanter

IV. 4.2 -Réactifs

- L'acide phosphorique
- La soude caustique NaOH 34 Baumé
- Huile brute de grignon

IV. 4.3 - Mode opératoire

- On prend un bécher de 500 ml dont on pèse 200g d'huile brute de grignon.
- On pose le bécher sur une plaque chauffante et on laisse l'échantillon chauffé jusqu'au 90°C (la température est contrôlée à l'aide du thermomètre).

Remarque : Les savons formés par la neutralisation des acides gras libres de l'huile brute contiennent pour l'essentiel, des phospholipides et de l'huile brute entraînée, ils sont traités à l'acide, ce qui provoque la transformation des savons en acides gras. Pour que la réaction soit la plus rapide et la plus complète possible, elle est conduite à 90°C.

- Après, on verse à l'aide d'une pipette un volume de 0.1 ml d'acide phosphorique tout en agitant pendant 20 – 25 minutes. Ainsi il faut bien veiller à maintenir une température constante.
- Ensuite, on verse à l'aide d'une pipette le volume de la soude (34 Baumé) qu'on a déjà calculé par la méthode déjà expliqué tout en agitant à une T cte.
- La pate de neutralisation se forme et on observe la formation de deux phases séparées (l'huile et la pate dessus).
- On fait un dosage de l'acidité de l'huile neutralisé afin de vérifier la diminution de l'acidité d'huile brute vers 2 %.

- On verse le mélange (huile et pâte) dans une ampoule à décanter et on note le temps de décantation.
- à la fin de la décantation, on effectue le dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation par la méthode citée dans le chapitre précédent.
- On refait la manipulation avec des divers échantillons et avec des températures différentes.

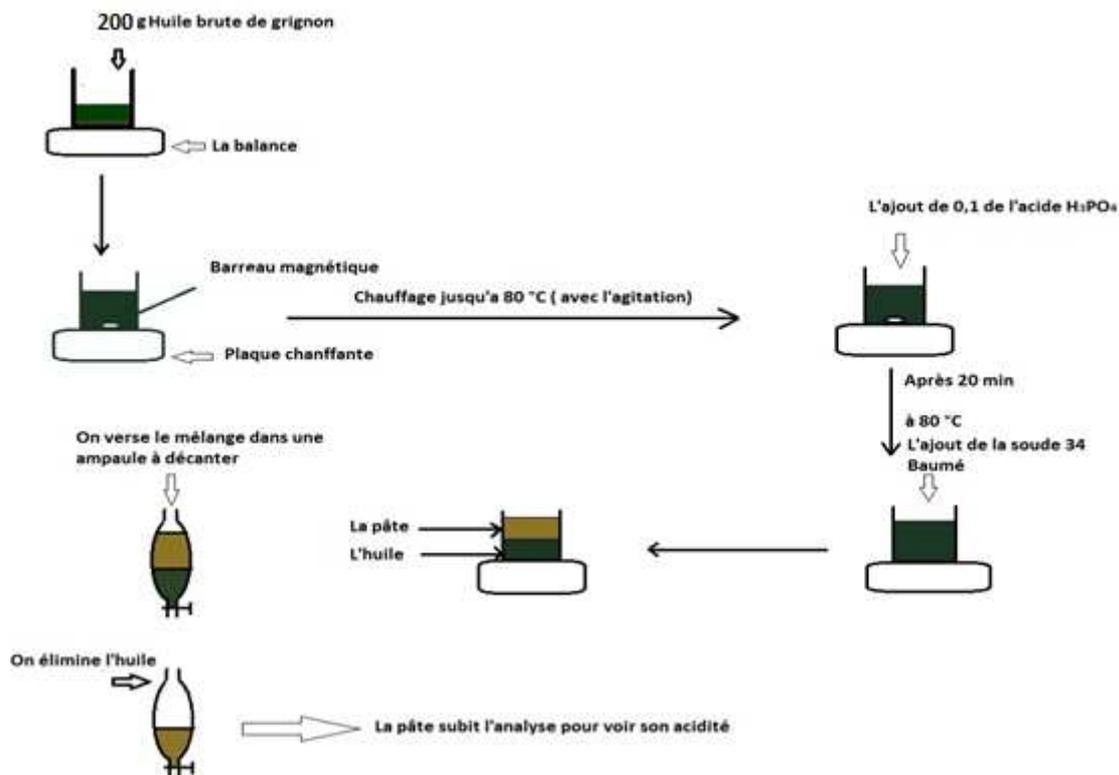


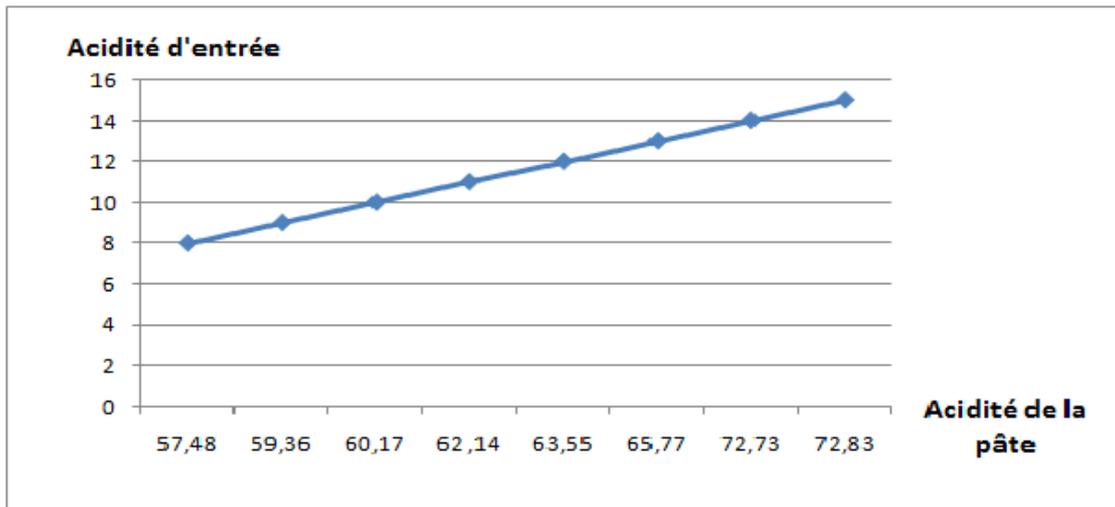
Figure 10 : Le Procédé du raffinage discontinu

IV. 4.3 Expressions des résultats

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
8	2,16	57,48
9	2,11	59,36
10	2,56	60,17
11	2,14	62 ,14
12	2,72	63,55
13	2,30	65,77

14	2,14	72,73
15	2,50	72,83

Tableau 1 : les résultats du raffinage discontinu à T=80°C

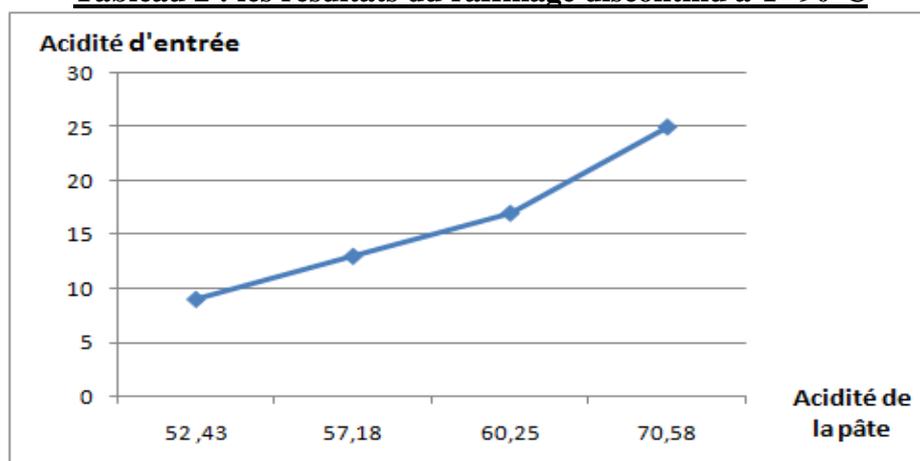


Courbe 1 : Le pourcentage de L'acidité de la pâte en fonction d'acidité d'entrée à 80°C

Pour le raffinage discontinu

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
9	2,14	52,43
13	2,11	57,18
17	2,01	60,25
25	2,36	70,58

Tableau 2 : les résultats du raffinage discontinu à T=90°C

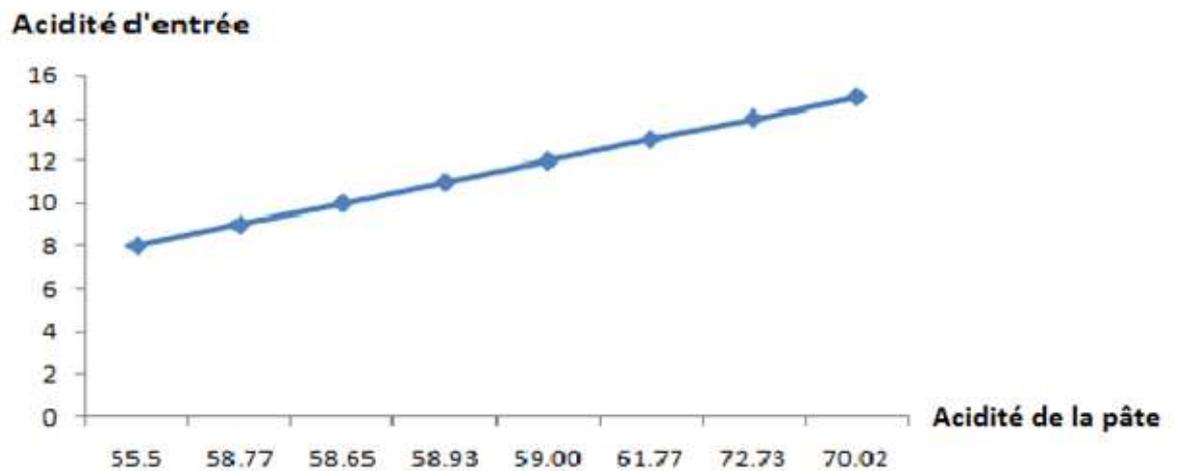


Courbe 2 : Le pourcentage d'acidité de la pâte en fonction d'acidité d'entrée à 90°C

Pour le raffinage discontinu

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
8	2.16	55.5
9	2.11	58.77
10	2.03	58.65
11	2.72	58.93
12	2.30	59.00
13	2.10	61.77
14	2.42	72.73
15	2.23	70.02

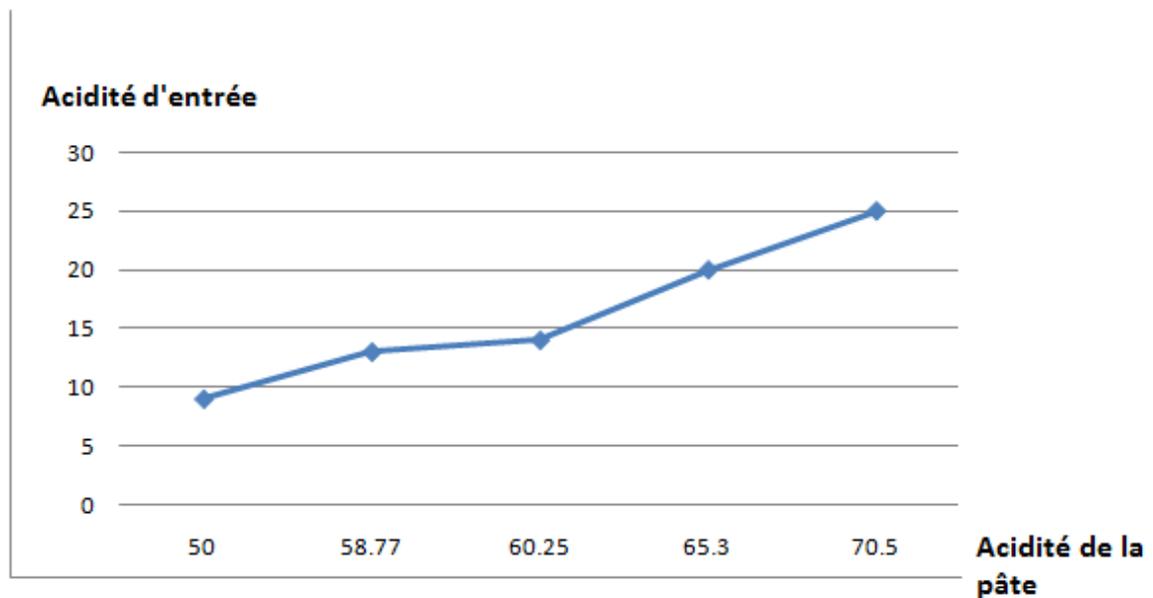
Tableau 3 : représentant les résultats du raffinage continue à 80°C



Courbe 3 : Le pourcentage d'acidité de la pâte en fonction d'acidité d'entrée à 80°C à pour le raffinage continu

Acidité D'entrée	Acidité de sortie	Acidité Pâte
9	2.14	50
13	2.11	58.77
14	2.01	60.25
20	2.72	65.3
25	2.30	70.5

Tableau 4 : représentant les résultats du raffinage continu à 90°C



Courbe 4: L'acidité de la pâte en fonction d'acidité d'entrée à 90°C à pour le raffinage continu

IV. 4.4 Interprétation des résultats

On a effectué de nombreux essais sur plusieurs échantillons d'huile brute avec deux températures différentes (80°C et 90°C). Les résultats trouvés nous ont permis de constater que le rendement obtenu de la pâte de neutralisation croit en fonction de l'acidité de l'huile brute, cela est pour les deux températures.

Nous avons constaté qu'il n'y a pas une grande différence au niveau des résultats entre les 2 méthodes.

Nous n'avons pas arrivé à avoir un bon rendement et des acidités de la pâte > 90%, Ce qui implique que la méthode n'est pas très efficace.

Conclusion

Le stage reste sans doute le meilleur moyen de concrétiser nos connaissances théoriques, il est également la seule voie qui nous permet de nous familiariser avec le domaine professionnel en nous donnant l'opportunité de connaître les perspectives de la carrière et les rouages du métier qu'on a choisi pour notre avenir.

Ce thème à la SIOF m'a permis de mieux maîtriser les analyses effectuées sur les acides gras (les huiles), de poursuivre le procédé du raffinage des huiles alimentaires, J'ai eu l'occasion d'essayer et d'étudier le raffinage discontinu pour améliorer le rendement de huile de grignon.

ANNEXE

Emballage et conditionnement

Emballage :

Cette étape qui vient sceller les efforts apportés à la fabrication de l'huile et garantir son niveau qualitatif dans le temps.

Les bouteilles et bidons utilisés pour le conditionnement, ainsi que les anses sont fabriqués au sein de la société à partir de préforme et de matière plastique.

Fabrication des bouteilles et des bidons :

Les préformes sont conduites vers la machine de fabrication par un élévateur en escalier, à l'entrée de la machine, les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes à infrarouge qui fixent les préformes et les fait tourner tout au long du four et cela pour leur donner une forme souple et facile à se déformer.

À la sortie du four, des pinces attrapent la tête de chaque préforme et la conduisent vers des moules munis d'une tige d'élongation qui entre dans la préforme pour lui donner la hauteur prévue. Les préformes subissent ensuite un pré-soufflage avec une pression de 7bars, pour les préparer à subir une haute pression (40bars) lors du soufflage.

À la fin, les bouteilles sortent du moule, subissent un dégazage à l'air libre et une fois soufflées, elles seront acheminées par un convoyeur vers la remplisseuse.

Le conducteur de cette machine (souffleuse) dispose d'un poste de commande pour donner des consignes et rectifier les paramètres d'utilisation comme la pression et la température et le débit.

Fabrication des anses :

La fabrication des anses débute par un mélange des matières plastiques le PET (polyéthylène, colorant) à des proportions bien déterminées, à la sortie du mélangeur le tout est envoyé dans un four pour fondre le plastique à une température supérieure à 200°C. Ensuite, la fonte est injectée avec un piston dans le moule et à la fin les anses seront démoulées par un système d'éjection.

Conditionnement :

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

- Une ligne ½ L dont laquelle le remplissage se fait d'une façon manuelle.
- Une ligne 2L où le remplissage est volumique.

Le conditionnement est effectué selon les étapes suivantes :

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 dirigées vers l'élément de transport (le convoyeur).

L'étiquetage et codage :

Pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C. Une fois les bouteilles et les bidons étiquetés, ils seront datés et dirigés vers l'encaisseuse.

L'encaissage :

Après l'étiquetage, les bouteilles et les bidons sont dirigés 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.

LEXIQUE

- ✓ **S.I.O.F** : Société industrielle oléicole de Fès.
- ✓ **P.I.B** : Produit intérieur brut.
- ✓ **S.A.R.L** : Société à responsabilité limitée.
- ✓ **S.A** : Société anonyme.
- ✓ **COSTOMA** : Compagnie de stockage marocaine.
- ✓ **HAP** : Hydrocarbures aromatiques polycycliques.
- ✓ **PIB** : Produit intérieur brut.