

Abréviations

LCM	: les conserves de Meknès
S.A	: société anonyme
SCAL	: Soft Column Alpha Laval
MPE	: méthode des plans d'expériences
% TD	: pourcentage de la terre décolorante
% CA	: pourcentage du charbon actif
TS	: temps de séjour
T	: température
U.E	: l'Union européenne

Liste des tableaux

Tableau 1 : gamme des confitures classiques	6
Tableau 2 : gamme des confitures light	6
Tableau 3 : gamme de concentré de tomates	7
Tableau 4 : gamme des sauces préparées	7
Tableau 5 : gamme des sauces Pizza.....	8
Tableau 6 : gamme des sauces tajines.....	8
Tableau 7 : gamme des artichauts et truffes.....	9
Tableau 8 : gamme des Condiments	9
Tableau 9 : gamme des olives	10
Tableau 10 : gamme des huiles	11
Tableau 11 : Composition en acides gras des huiles d'olive (%).....	15
Tableau 12 : Les normes respectées par la société pour chaque analyse	16
Tableau 13 : Domaine expérimental	36
Tableau 14 : Matrice d'expériences	37
Tableau 15 : Plan d'expérimentation	38
Tableau 16 : les résultats du plan d'expérimentation.....	39
Tableau 17 : Estimations et statistiques des coefficients	40

Liste des figures

Figure 1 : plan de la société	12
Figure 2 : Organigramme de la société	12
Figure 3 : schémas de la ligne de conditionnement acide phosphorique	18
Figure 4 : schémas de la ligne de neutralisation continue à la soude.....	20
Figure 5 : schémas du séparateur centrifuge à assiettes	21
Figure 6 : schémas de la ligne du lavage.....	23
Figure 7 : schémas de la ligne de la décoloration	25
Figure 8 : schémas de la ligne de la désodorisation	27
Figure 9 : schémas d'une souffleuse automatique	29
Figure 10 : schémas d'une remplisseuse automatique	29
Figure 11 : schémas d'une capsuleuse automatique	30
Figure 12 : diagramme d'Ishikawa	34
Figure 13 : représentation graphique des effets de la réponse « transmittance ».....	41
Figure 14 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_2$	42
Figure 15 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_3$	42
Figure 16 : représentation graphique d'interaction $X_2 * X_3$	43
Figure 17 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_4$	44
Figure 18 : représentation graphique d'interaction $X_2 * X_4$	45
Figure 19 : représentation graphique d'interaction $X_3 * X_4$	45
Figure 20 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_2 * X_3$	46
Figure 21 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_2 * X_4$	46
Figure 22 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_3 * X_4$	47
Figure 23 : représentation graphique d'interaction $X_1 * X_3 * X_4$	47
Figure 24 : Graphe de la fonction de désirabilité.....	49
Figure 25 : Fonction désirabilité unilatérale gauche	50
Figure 26 : menu de la fonction désirabilité.....	50
Figure 27 : recherche de l'optimum (coordonnées de l'optimum)	51
Figure 28 : représentation graphique de la surface de réponse	51
Figure 29 : facteurs fixés.....	52
Figure 30 : représentation graphique de la surface de réponse	52

Sommaire

Introduction	1
Présentation de l'entreprise.....	3
1 Historique.....	4
2 Coordonnées d'entreprise	4
3 N° de CNSS	4
4 N° de Patente	4
5 Capital Social	4
6 La forme juridique.....	4
7 Effectif du personnel.....	5
8 Gamme de produit.....	5
9 Infrastructures	11
10 Organigrammes.....	12
Chaîne de fabrication	13
1 Introduction	14
2 Matières premières.....	14
3 Opérations élémentaires	16
3.1 Démucilagination ou Dégommage	17
3.2 Neutralisation	19
3.3 Lavage	21
3.4 Décoloration	24
3.5 Désodorisation.....	26
3.6 Produits finis	28

3.7	Synthèse.....	31
	Optimisation du procédé de décoloration de l'huile d'olive par la MPE.....	30
1	Principe de la méthode de la planification d'expériences.....	33
2	Optimisation du procédé de décoloration de l'huile d'olive	33
2.1	Description de l'étude	33
2.2	Les facteurs influençant le processus de décoloration	34
2.3	Choix du plan d'expériences.....	36
2.4	Expérimentation	37
2.5	Les résultats du plan.....	39
2.6	Interprétation des résultats du plan.....	39
3	Conclusion de l'étude.....	48
3.1	Résultats techniques.....	48
3.2	Résultats économiques.....	48
4	Fonction désirabilité	49
	conclusion	53
	Références bibliographiques	55

Introduction

Introduction

L'importance socio-économique du secteur de l'olive devient de plus en plus grande lorsque l'on considère qu'il existe approximativement 2.000.000 d'entreprises relatives à l'olive au sein de l'Union Européenne (U.E), que la production d'huile d'olive de l'U.E représente 80% de la production mondiale et que le secteur propose 750 000 postes à temps complet.

L'Espagne occupe approximativement 35% de la production mondiale et 44% de la production de l'U.E, il est le principal producteur d'huile d'olive, suivi par l'Italie (460000 Tm), la Grèce (280 000 Tm), la Tunisie, la Turquie et le Maroc.

Cependant l'industrie agroalimentaire, devant l'amélioration ou la création d'un nouveau produit, accorde ces dernières années une place importante à l'organisation des essais expérimentaux. La démarche traditionnelle pas à pas était basée sur le savoir-faire et le bon sens de l'expérimentateur. Cela engendrait de nombreux essais et un temps considérable pour atteindre parfois des résultats difficilement interprétables. Les exigences du client sur le plan qualité et goût d'une part et la course des entreprises vers des réductions des coûts de développement d'autre part, nécessitent l'utilisation d'une approche scientifiquement rigoureuse : un « plan d'expériences » appelé aussi une « stratégie d'expériences ».

Ainsi, une industrie agro-alimentaire, par exemple Les Conserves de Meknès, doit réaliser plusieurs mélanges en variant les composants ou en variant tout simplement leur dosage pour obtenir un produit qui répond à certaines caractéristiques organoleptiques exigées comme : l'odeur, saveur, couleurs, etc. Les interrogations que se pose le responsable d'un projet peuvent être résumées en trois questions pertinentes :

- ✓ quels sont les composants à étudier soupçonnés de pouvoir changer le résultat pour atteindre le mélange répondant aux caractéristiques attendues du produit ?
- ✓ quelles sont les proportions de ces composants à mettre dans ce mélange ?
- ✓ combien d'essais doivent être réalisés pour avoir la réponse attendue ?

L'objectif du plan d'expériences est de répondre à ces questions en proposant des méthodes mathématiques permettant d'organiser un nombre réduit d'essais expérimentaux dont les résultats sont exploitables.

Dans ce travail, nous avons exploité cette stratégie d'expériences pour étudier le phénomène de la décoloration de l'huile d'olive au sein de la raffinerie des conserves de Meknès, le but de cette étude est d'optimiser les paramètres clés pour répondre aux exigences sollicitées par les clients.

*Présentation de
l'entreprise*

1 Historique

La marque Aïcha, créée en 1929, destinait la majorité de sa production à l'export vers les marchés américains et européens, avec des produits-phares comme le truffe blanche, les fruits au sirop et les légumes en conserves et ce jusqu'en 1962. à partir de cette date, l'unité de conserves a connu une nouvelle impulsion suite à une restructuration et la décision d'investir le marché local est prise.

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

Aujourd'hui, l'usine couvre une surface de 70000 m² dont 35000 couverts et emploie de 300 à 400 salariés (1).

2 Coordonnées d'entreprise

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

Quartier industriel – Ain Sloughi Meknès

Tél.035 50 17 90 – Fax 035 50 16 42

Email : aicha@aicha.com – www.aicha.com.

Télégramme AÏCHA MEKNES – I.F. N° 04100627 (1)

3 N° de CNSS

CNSS N°: 170.3075 (2)

4 N° de Patente

Patente N° 17307131 (2)

5 Capital Social

96.000.000 DH

6 La forme juridique

LCM est une société anonyme (S.A), dans laquelle la totalité des actionnaires appartiennent à la famille Dévico (2).

7 Effectif du personnel

Effectif variable de 300 à 400 salariés selon les saisons.

8 Gamme de produit (1)

8.1 Confitures



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Abricot	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Fraise	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Orange	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Figue	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Pêche	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g

Prune	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Crème d'ipomée	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Pomme	21 cl	250 g	400 g
	37 cl	430 g	650 g
	72 cl	860 g	1 226 g
	4/4	1 000 g	1 095 g
Coing	21 cl	250 g	400 g
	21 cl	250 g	400 g
	21 cl	250 g	400 g
Cerise	21 cl	250 g	400 g
	21 cl	250 g	400 g
Cerise au sirop	21 cl	250 g	400 g
Framboise	21 cl	250 g	400 g
	21 cl	250 g	400 g
Cassis	21 cl	250 g	400 g
Groseille	21 cl	250 g	400 g
Myrtille	21 cl	250 g	400 g

Tableau 1 : gamme des confitures classiques



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Abricot	21 cl	225 g	375 g
	37 cl	400 g	618 g
Fraise	21 cl	225 g	375 g
	37	400 g	618 g
Orange	21 cl	225 g	375 g
	37 cl	400 g	618 g

Tableau 2 : gamme des confitures light

8.2 Concentré de tomates

- ✓ Concentré de tomates



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Concentré de Tomates	1/12	70 g	90 g
	1/6	140 g	168 g
	4/4	880 g	971 g
	3/1	2 750 g	3 780 g
	5/1	4 600 g	4 965 g
	106 ml	105 g	216 g
	21 cl	210 g	351 g
	37 cl	370 g	583 g
	72 cl	730 g	1 093 g

Tableau 3 : gamme de concentré de tomates

- ✓ Sauces tomates préparées



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Sauce à la Provençale	21 cl	195 g	336 g
	37 cl	350 g	563 g
Sauce à la Napolitaine	21 cl	195 g	336 g
	37 cl	350 g	563 g
Sauce aux Olives	21 cl	195 g	336 g
	37 cl	350 g	563 g
Sauce aux Cèpes	21 cl	195 g	336 g
	37 cl	350 g	563 g

Tableau 4 : gamme des sauces préparées

✓ Sauces Pizza



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Sauce Pizza	37 cl	360 g	573 g
	4/4	850 g	941 g
	5/1	4 100 g	4 465 g

Tableau 5 : gamme des sauces Pizza

8.3 Sauces tajines



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Sauce pour Tajine de Viande	37 cl	350 g	564 g
	72 cl	690 g	1 053 g
Sauce pour Tajine de Poulet	37 cl	350 g	564 g
	72 cl	690 g	1 053 g
Sauce pour Tajine de Poisson	37 cl	350 g	564 g
	72 cl	690 g	1 053 g
Sauce pour Tajine aux Raisins Secs	37 cl	350 g	564 g
	72 cl	690 g	1 053 g

Tableau 6 : gamme des sauces tajines

8.4 Artichauts et truffes



Produit	Format	Poids net	Poids net égoutté	Poids brut
Fonds d'artichauts	1/2	400 g	210 g	458 g
Champignons terfess	4/4	850 g	430 g	941 g

Tableau 7 : gamme des artichauts et truffes

8.5 Condiments



Produits	Format	Poids net	Poids net égoutté	Poids brut
Câprons pour apéritif	37 cl	360 g	170 g	580 g
Câpres surfines	21 cl	205 g	125 g	355 g
Citrons beldis	37 cl	370 g	200 g	590 g
Piments forts pili pili	37 cl	370 g	180 g	583 g

Tableau 8 : gamme des Condiments

8.6 Olives



Produit	Format	Poids net	Poids net égoutté	Poids brut
Olives vertes entières	37 cl	360 g	200 g	580 g
Olives vertes dénoyautées	37 cl	350 g	160 g	570 g
Olives vertes cassées aux herbes	37 cl	370 g	220 g	590 g
Olives vertes cassées à l'ail	37 cl	370 g	220 g	590 g
Olives vertes cassées piquantes	37 cl	370 g	220 g	590 g
Olives noires façon grecque	37 cl	230 g	-	450 g
Olives violettes pour tajine	72 cl	710 g	400 g	1 060 g

Tableau 9 : gamme des olives

8.7 Les huiles



Produit	Format	Poids net	Poids brut
Huile de table	1/2 L	460 g	493 g
	1 L	920 g	954 g
	1 L	920 g	954 g
	2 L	1 840 g	1 895 g
	3 L	2 760 g	2 869 g
	5 L	4 600 g	4 709 g
Huile de tournesol	1/2 L	460 g	493 g
	1 L	920 g	954 g
	1 L	920 g	954 g
	2 L	1 840 g	1 895 g
	3 L	2 760 g	2 869 g
	5 L	4 600 g	4 709 g
Huile d'olive vierge extra	1 L Verre	912 g	1 344 g
	1 L Pet	912 g	946 g
	1 L Pet	912 g	946 g
Huile d'olive vierge courante	1/2 L	456 g	489 g
	1/2 L	456 g	489 g
	1L	912 g	946 g
	1L	912 g	946 g
	2L	824 g	1 879 g
	3L	736 g	2 845 g
	5L	560 g	4 669 g
Huile d'argan vierge	25 cl	226 g	503 g

Tableau 10 : gamme des huiles

9 Infrastructures

L'usine couvre une surface de 70.000 m² dont 35.000 couverts.

En 2000, « Les Conserves de Meknès Aïcha » a investi dans une nouvelle activité : le raffinage des huiles végétales. Pour cela, l'entreprise s'est dotée d'une des raffineries les plus modernes au monde. Véritable structure-pilote entièrement automatisée conçue et installée par le constructeur suédois Alpha Laval, sa technologie exclusive et innovante SCAL permet de préserver les qualités organoleptiques du produit mieux que tous les autres procédés industriels existants.(2)



Figure 1 : plan de la société

10 Organigrammes

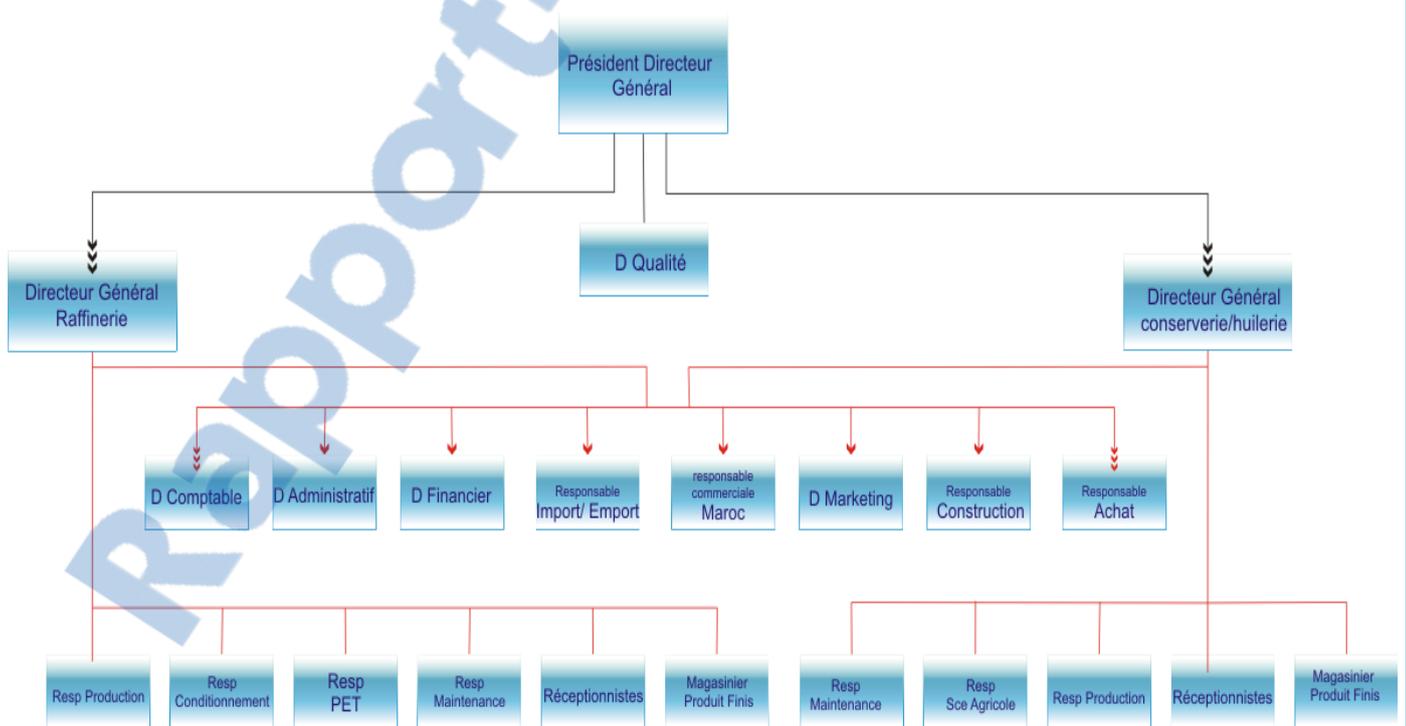


Figure 2 : Organigramme de la société

Chaîne de fabrication

1 Introduction

1.1 Définition

La chaîne de fabrication ou le procédé de fabrication, est un ensemble d'opération unitaire réalisée sur la matière première (matière brute) pour la transformer à un autre produit (fini ou commercial).

Cette définition fait apparaître trois axes importants : matière première, opérations unitaires et produits finis. C'est pourquoi, on a choisi ce plan qui tient compte de chaque aspect.

1.2 Pourquoi raffiner ?

Le raffinage est une technologie relativement récente qui n'a été progressivement mise en jeu que depuis un siècle environ. Avant, les corps gras d'origine végétale ou animale étaient utilisés directement après extraction. Il est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...).

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes. (7)

2 Matières premières

La matière première l'un des éléments le plus important, dans ce réseau de chaîne de fabrication et dont la composition chimique et physique est le base pour comprendre les opérations élémentaires à la suite.

Les Conserves de Meknès-Aïcha raffine des huiles brutes de : Soja, tournesol, d'olive (acidité supérieur à 3,3%), et de l'huile de grignon d'olives. Mais dans la suite on va détailler tous ce qui concerne le raffinage de l'huile d'olive car le sujet du stage traite ce type de l'huile.

2.1 Constituants d'une graisse ou huile brute

✓ Constituants naturellement présents dans les matières premières :

- Constituants majeurs : Triacylglycérols.
- Constituants mineurs :
 - Mono-, diacylglycérols.
 - Acides gras.
 - Phosphatides.
 - Glycolipides.
 - Colorants : carotènes, chlorophylles et ses dérivés, gossypol.
 - Tocophérols (vitamine E) et tocotriénols.
 - Alcools : aliphatiques, stérols, terpènes.
 - Vitamines A et D.

- Hydrocarbures : aliphatiques saturés ou insaturés d'origine terpénique.
 - Cérides.
 - Esters.
 - Sucres libres
 - Fragements de protéines : composés soufrés ou azotés.
 - Enzymes.
- ✓ **Substances d'origine externe (contaminants) :**
- Composés métalliques.
 - Mycotoxines (aflatoxines).
 - Hydrocarbures : hexane, hydrocarbures aromatiques polycycliques.
 - Produits phytosanitaires (pesticides) (3).

2.2 Fiche technique d'huile d'olive

L'huile d'olive est composée d'environ **99 % de matières grasses**. Le 1 % restant constitue les composés mineurs ; il s'agit essentiellement (par ordre d'importance) : du squalène, des alcools triterpéniques, des stérols, des phénols, et des dérivés du tocophérol.

Acide gras	Dénomination	Moyenne centrée	Premier quartile ²	Troisième quartile ²
C16:0	Acide palmitique	11,8	10,9	12,7
C16:1 ω 9	Acide hypogéique ³	0,12	0,11	0,14
C16:1 ω 7	Acide palmitoléique	0,81	0,62	1,08
C17:0	Acide margarique ⁴	0,08	0,05	0,12
C17:1 ω 8	Acide margaroléique ⁴	0,15	0,10	0,25
C18:0	Acide stéarique	2,2	1,9	2,7
C18:1 ω 9	Acide oléique	72,6	68,9	75,1
C18:1 ω 7	Acide cis-vaccénique ³	2,3	2,0	2,7
C18:2 ω 6	Acide linoléique	7,9	6,5	10,1
C18:3 ω 3	Acide linoléinique	0,65	0,60	0,70
C20:0	Acide arachidique	0,37	0,34	0,42
C20:1 ω 9	Acide gondoïque	0,28	0,25	0,31
C22:0	Acide béhénique	0,11	0,10	0,12
C24:0	Acide lignocérique	0,05	0,04	0,05
Acides gras saturés		14,8	14,0	15,6
Acides gras monoinsaturés		76,6	73,4	79,1
Acides gras polyinsaturés		8,6	7,2	10,8

Tableau 11 : Composition en acides gras des huiles d'olive (%)

2.3 Analyses laboratoires : analyses de réception

Le laboratoire de la raffinerie piloté par un laboratoire central assure à la réception de l'huile brute des analyses de pureté.

Le laboratoire assure en permanence lors de la production des analyses de qualités, pour vérifier l'efficacité de chaque opération élémentaire faite. (*Ces analyses sont signalées à la fin de chaque opération*) (4).

Préparation de l'échantillon pour l'essai	NM08.5.018
Détermination de l'acidité	NM .08.5.001
Détermination de l'eau et matières volatiles	ISO 662
Détermination de l'indice de peroxyde	NM.08.5.005
Détermination de la densité	NM.08.5.020
Détermination de la teneur en impuretés	ISO663
Détermination de la teneur en phosphore	NM.08.5.016
Détermination de la teneur en Insaponifiable	ISO 3596-1 et 2
Absorbance Spécifique au rayonnement UV	COI/T.20/DOC.N19
Détermination de la teneur en savon	NM.08.5.021
Mesure de degré de concentration	NM.08.2.002
Détermination de l'indice de saponification	NM.08.5.003
Détermination de l'indice d'iode	NM.08.5.009
Détermination de la teneur en cires	NGDC-1988
Teneur en matières grasses dans les savons	NF V03-905
Détection des huiles minérales	Para 2.611 page 247

Tableau 12 : Les normes respectées par la société pour chaque analyse

3 Opérations élémentaires

Cette partie contient : les opérations élémentaire ou unitaire du raffinage chimique, et les analyses chimiques réalisées à chaque étape de production.

Le raffinage chimique de l'huile d'olive comprend, en générale, trois opérations élémentaires : la neutralisation, la décoloration, et la désodorisation.

3.1 Démucilagination ou Dégommage (Exclusivement pour les huiles de Soja et de Tournesol)

3.1.1 But

Cette opération consiste à éliminer de l'huile brute les phospholipides, les protéines et d'autres substances colloïdales qui sont dissoutes ou en suspension par cristallisation.

3.1.2 Pourquoi cette opération ?

La présence de phospholipides dans les huiles brutes entraîne un certain nombre d'inconvénients :

- ✓ Les composés phosphorés forment des précipités dits de **mucilages** en présence d'eau. (une telle huile n'est pas acceptable pour la vente).
- ✓ Une huile mal débarrassée de ces gommes s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable.
- ✓ Les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation.
- ✓ Les composées phosphorées ont des propriétés tensioactives. Il peut se former une émulsion au lavage qui mène à des pertes anormales.
- ✓ L'huile mousse au séchage (avec des pertes dans les circuits de vide).
- ✓ Désactivation des terres décolorantes.
- ✓ Colmatage rapide des filtres.
- ✓ Inhibition de la décoloration thermique lors de la désodorisation.

Tous les inconvénients mentionnés ci-dessus montrent bien qu'une bonne élimination des gommes est importante pour que les autres étapes du raffinage se déroulent normalement. En effet, cette opération est réalisée que sur des huiles de soja et de tournesol à cause de leur teneur en phospholipides (supérieur à 10ppm). Ces huiles sont normalement riches en phospholipides puisque leur extraction a été faite par un solvant (hexane) (5).

3.1.3 Principe

L'opération se fait en deux étapes :

D'abord, l'huile brute subit une hydratation, c'est-à-dire, l'ajout de l'eau ou de la vapeur qui conduit à la formation des gommes sous forme de flocons enferment 30% à 35% de triacylglycérols, donc l'élimination des phospholipides entraîne une perte en huile. A cause de cette faible efficacité d'eau, l'eau est échangée par **l'acide phosphorique** ou par **l'acide citrique**.

Ensuite, une opération de décantation accélérée par une centrifugeuse est réalisée, pour séparer ces flocons qui contiennent les phospholipides aux huiles.

L'unité du raffinage dans Les Conserveries de Meknès utilise de l'acide phosphorique vu sa non agressivité vis-à-vis la santé du consommateur, avec un pourcentage d'environ 1‰ c'est-à-dire 1 kg de H_3PO_4 ($d = 1,676$ à $25^\circ C$) pour une tonne d'huile.

L'opération de centrifugation n'est appliquée qu'après l'opération de la **neutralisation**, dans laquelle les phospholipides se trouvent éliminés dans la pâte de neutralisation.

L'acide phosphorique à un double rôle, il permet aussi de former des complexes avec les traces métalliques contenues dans les huiles, qui sont par la suite éliminés dans la pâte de neutralisation ou dans les eaux de lavages.

3.1.4 Description de la ligne de la démulcination

L'huile stockée dans des tanks balançoires, d'abord, traverse à un débit de 5000 l/h un échangeur à plaques qui augmente sa température aux environs de 70 à 80°C. Ensuite, une pompe doseuse injecte de l'acide phosphorique à raison de 1‰, dans une conduite bien isolé en fibres de verre. Finalement, l'huile est acheminée vers un mixeur rapide à axe vertical, avant qu'elle soit envoyée à l'opération de la neutralisation, qui se termine par une séparation centrifugeuse à l'aide d'un séparateur (S_1).

L'opération de démulcination est chevauchée par l'opération de neutralisation puisque qu'à partir de la décantation accélérée par le séparateur centrifuge que cette opération pris sa fin par une élimination des phospholipides.

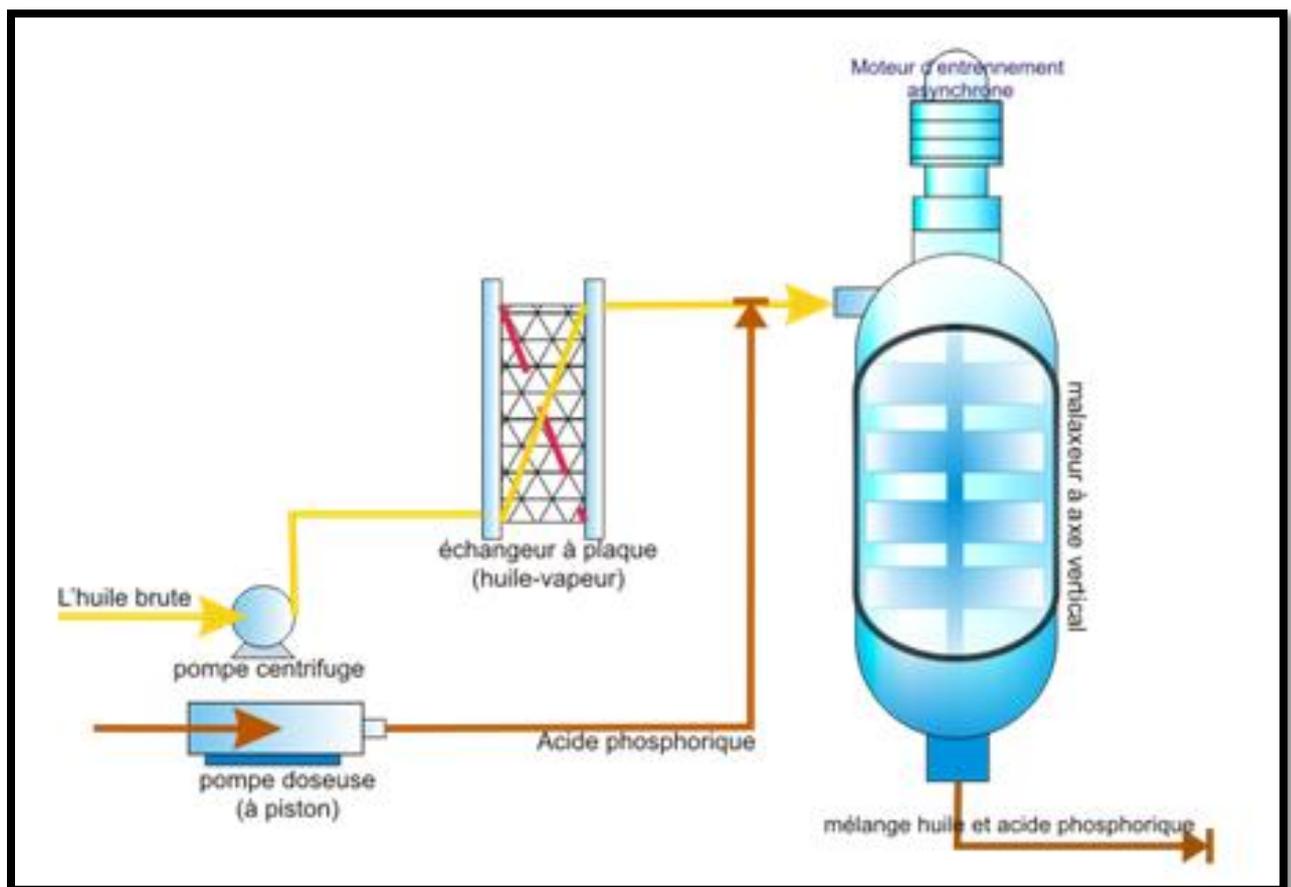


Figure 3 : schémas de la ligne de conditionnement acide phosphorique

3.1.5 Analyses laboratoires

Le laboratoire d'analyses chimiques aux sien de la raffinerie assure le suivie de la production, dans le but de stabiliser et d'optimiser en quantité et en qualité la chaîne de fabrication. Doté de matériel à la pointe de technologie, le laboratoire permet en plus des analyses de pureté, qu'il fait à chaque réception de matière première (voir la partie antérieure), de faire des analyses de qualité.

Pour vérifier l'action de l'acide phosphorique, le laboratoire fait des analyses de conformité de la teneur en phosphore par spectrophotométrie (absorbance à 460 nm), selon la norme marocaine NM 08.5.016, qui signale qu'il doit être inférieure ou égale à 10 ppm. L'échantillonnage se fait à la sortie de la décoloration, à chaque 8h.

3.2 Neutralisation

3.2.1 But

Cette opération consiste à éliminer les acides gras libres sous forme des savons appelés **pâtes de neutralisation** ou **soapstocks**.

3.2.2 Pourquoi cette opération ?

Toutes les huiles contiennent des acides gras libres, il s'agit d'un indicateur fiable de la qualité de l'huile puisque la teneur de ces acides gras libres dépend de plusieurs facteurs :

- ✓ La nature de l'huile,
- ✓ L'origine de l'huile,
- ✓ Les conditions de récolte,
- ✓ Les techniques de triturations ou d'extraction,
- ✓ La durée de stockage.

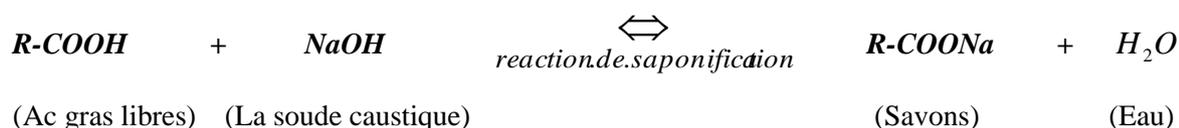
La teneur des acides gras libres dans l'huile s'exprime normalement en pourcentage d'acide oléique.

La formation des acides gras se fait en deux manières : soit par une hydrolyse enzymatique des triacylglycérols dans les matières premières, soit par une hydrolyse chimique après extraction ou pendant le stockage.

Les acides gras libres sont des catalyseurs des réactions d'oxydations et d'hydrolyse, et par conséquent il est intéressant de les éliminer à cette étape de fabrications.

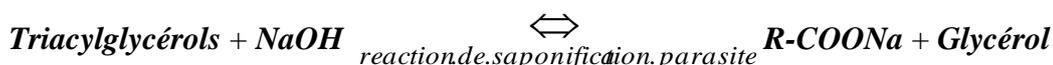
3.2.3 Principe

Le principe de cette opération est basé sur la réaction de saponification, il s'agit de l'ajout de la soude caustique dans l'huile pour saponifier toutes les acides gras libres y présents, selon la réaction chimique suivant :



Cette réaction produit des sels sous forme de savons, et qu'il est nécessaire de les éliminer, car ils sont de puissants émulsifiants et contiennent des phospholipides ainsi diverses impuretés contaminants. C'est pourquoi, l'huile après ajout de la soude est envoyée à un séparateur centrifuge (voir antérieurement la partie moyens matériaux et appareillage) à deux phases solide et liquide.

Pour une neutralisation complète, il est nécessaire de travailler avec un excès de soude (5 à 10%), ce qui peut entraîner des pertes importantes par saponifications parasite de triacylglycérols :



C'est pourquoi, le temps de contact ou de séjour dans le malaxeur représente un facteur d'intervention important pour empêcher toute réaction parasite.

En plus, de son rôle principal, la soude à un effet décolorant, elle permet de détruire un grand nombre de pigments et composé coloré d'origine oxydative.

3.2.4 Description de la ligne de la neutralisation

L'huile sortant du malaxeur de la démulcination (où le conditionnement acide phosphorique a eu lieu) est acheminée vers un autre malaxeur où se fait l'ajout de la soude.

Après l'étape du malaxage le mélange est envoyé directement vers un séparateur centrifuge dit (*S I*), où l'étape de séparation se réalise en continue.

Le but de cette étape est de séparer la pâte de neutralisation de l'huile, grâce à la force centrifuge et qui donne lieu à deux phases, une phase solide (**pâte de neutralisation**) projetée à la périphérie et une phase liquide moins dense (**l'huile**) réceptionnée par la partie supérieure du séparateur. A la fin de cette opération les savons sont récupérés et envoyés dans une cuve, quant à l'huile est acheminé vers l'opération suivante.

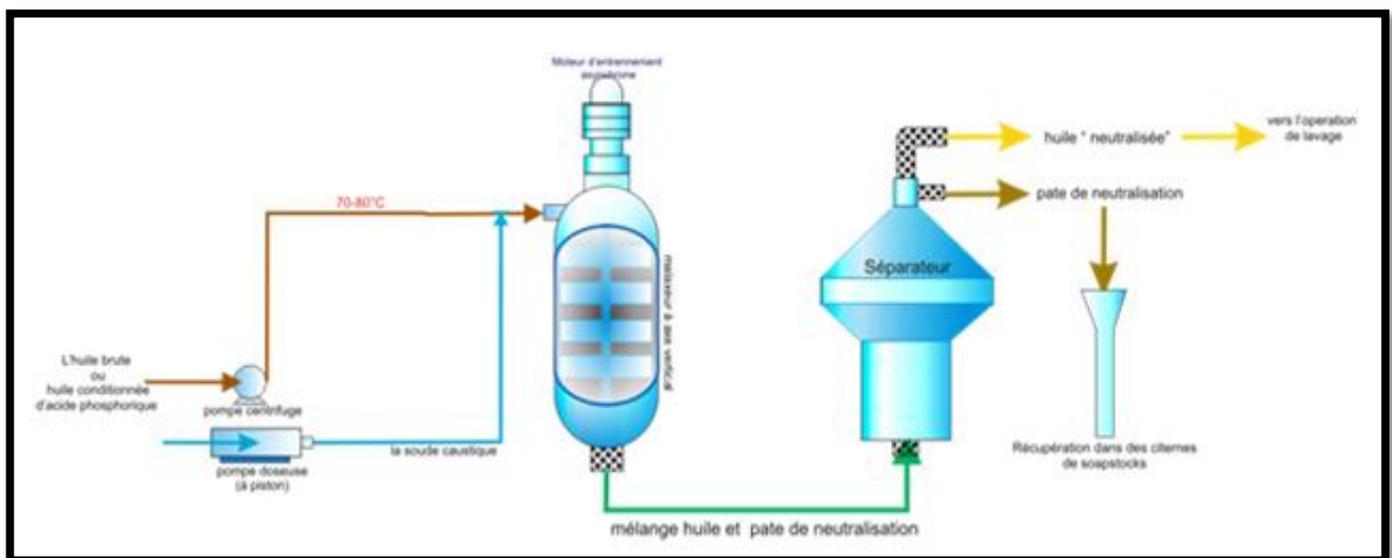


Figure 4 : schémas de la ligne de neutralisation continue à la soude

3.2.5 Analyses laboratoires

Au cours de cette opération, le laboratoire est sensé de faire des analyses de :

- Détermination de l'acidité (dosage des acides gras libres dans l'huile à la sortie) à chaque 2h, et échantillonnage au niveau de la sortie du séparateur 1 ou à la fin du lavage.
- Déterminations de l'excès de la soude (échantillonnage se fait à la sortie du 2^{ème} Malaxeur).

3.2.6 Principe de fonctionnement d'un séparateur centrifuge à assiettes

Le principe de fonctionnement comme il est déjà signalé dans la partie « description de la ligne », est basé sur l'effet de la force centrifuge, qui sous l'action de cette force les parties les plus denses appelées liquide lourd sont projetées à la périphérie, alors que les parties les moins denses appelées liquide léger sont récupérées dans la partie supérieure du séparateur.

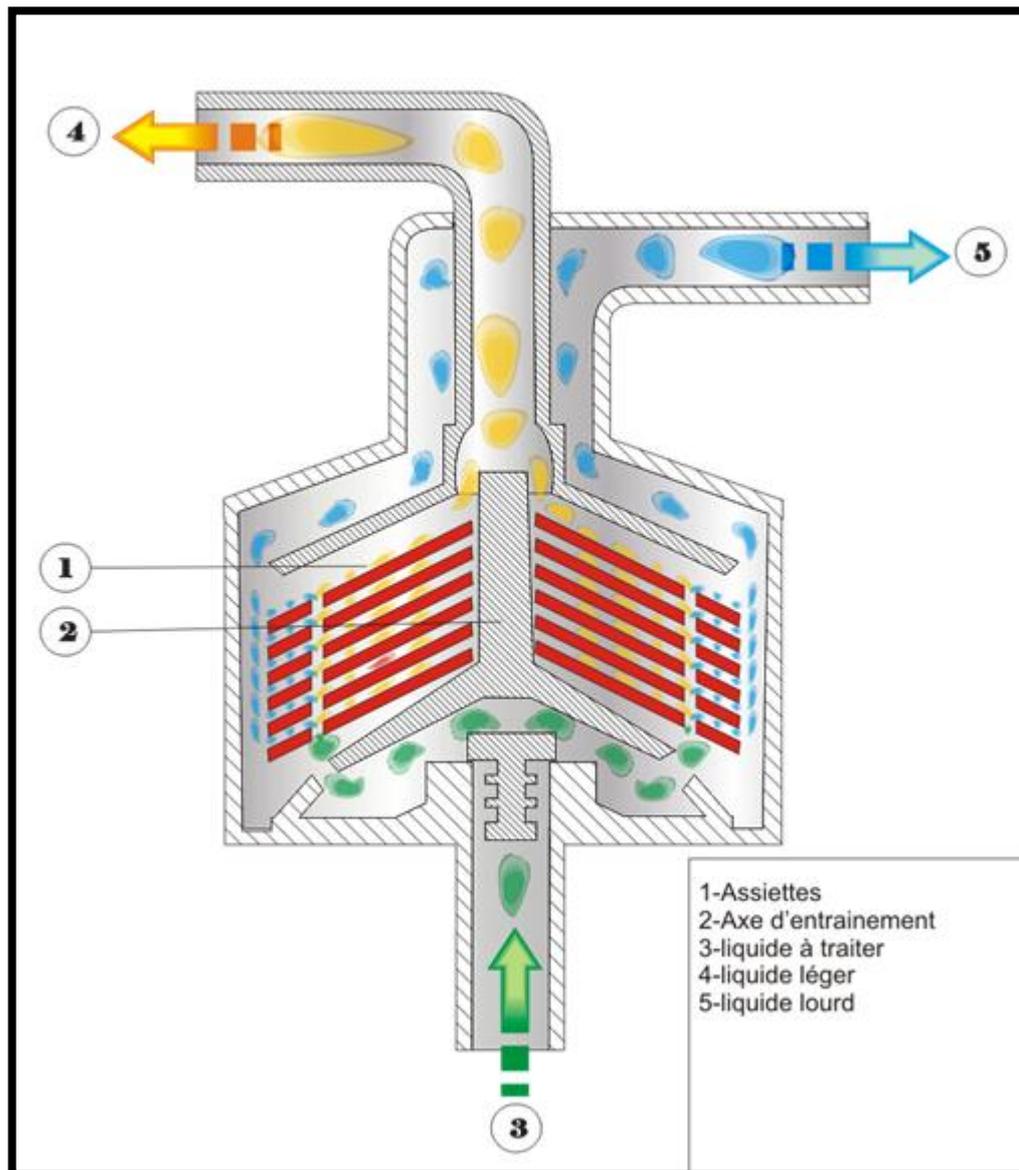


Figure 5 : schémas du séparateur centrifuge à assiettes

3.3 Lavage

3.3.1 But

Cette opération permet d'éliminer les savons et la soude en excès qui sont encore présents dans l'huile sortant de la centrifugeuse (**séparateur S_1**), ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

3.3.2 Pourquoi cette opération ?

Les raisons de cette opération sont multiples :

- ✓ Concernant l'élimination des savons et la soude en excès, cette étape représente une purification qu'elle fallait faire pour trois raisons :
 - **Premièrement**, parce que ses savons sont des produit d'une réaction de neutralisation, ce dernier qui a comme but de neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile, et non pour produire des savons.

- **Deuxièmement**, au niveau de la décoloration, la présence des grandes teneurs des savons dans l'huile rend l'opération très médiocre, car les terres décolorantes sont riches en protons H^+ , ce qui produit de leurs contact avec les savons des acides gras libres, ce qui augmente l'acidité de l'huile et perturbe l'opération de la décoloration.
 - **Troisièmement**, parce que l'excès de la soude peut contribuer à des effets négatifs en termes de qualité et à des pertes en matières et en énergies non souhaitées, à cause de la réaction de saponification parasite, par son effet de dégradation des triacylglycérols.
- ✓ Concernant l'élimination des dernières traces de métaux et de phospholipides, ils étaient déjà signalés dans la partie du dégomme ou de la démulcination.

3.3.3 Principe

Le principe est réalisé en deux étapes :

- ✓ D'abord, l'huile contenant encore des traces de savons et de la soude en excès subie une hydratation, c'est-à-dire, l'ajout de l'eau qui par son caractère bipolaire arrive à attirer ces sels (**les savons et la soude**), et à les emprisonner. Et comme ça, les sels se trouvent dissoutes dans l'eau de lavage.
- ✓ Ensuite, une opération de décantation accélérée par une centrifugeuse est réalisée, pour séparer l'eau de lavage (**phase liquide lourd**) qui contient bien sûr ces sels, de l'huile (**phase liquide léger**).

3.3.4 Description de la ligne du lavage

L'opération de lavage se fait en deux étapes pour des raisons physiques liées au coefficient de partage. Seules les huiles de tournesol et de grignon d'olives qui subit un seul lavage après avoir subir l'opération de décirage.

L'huile est chauffée à une température aux environs de 90 - 95°C puis elle est mélangée avec de l'eau adoucie et décalcifiée (traitement des eaux de lavage) dans un malaxeur, le mélange récupéré est envoyé au séparateur S_2 en premier lavage.

Le deuxième lavage c'est la même chose, seulement le séparateur est S_3 .

A cette étape, l'huile est appelée **Huile Neutralisée** et elle est prêt à subir l'opération de la décoloration.

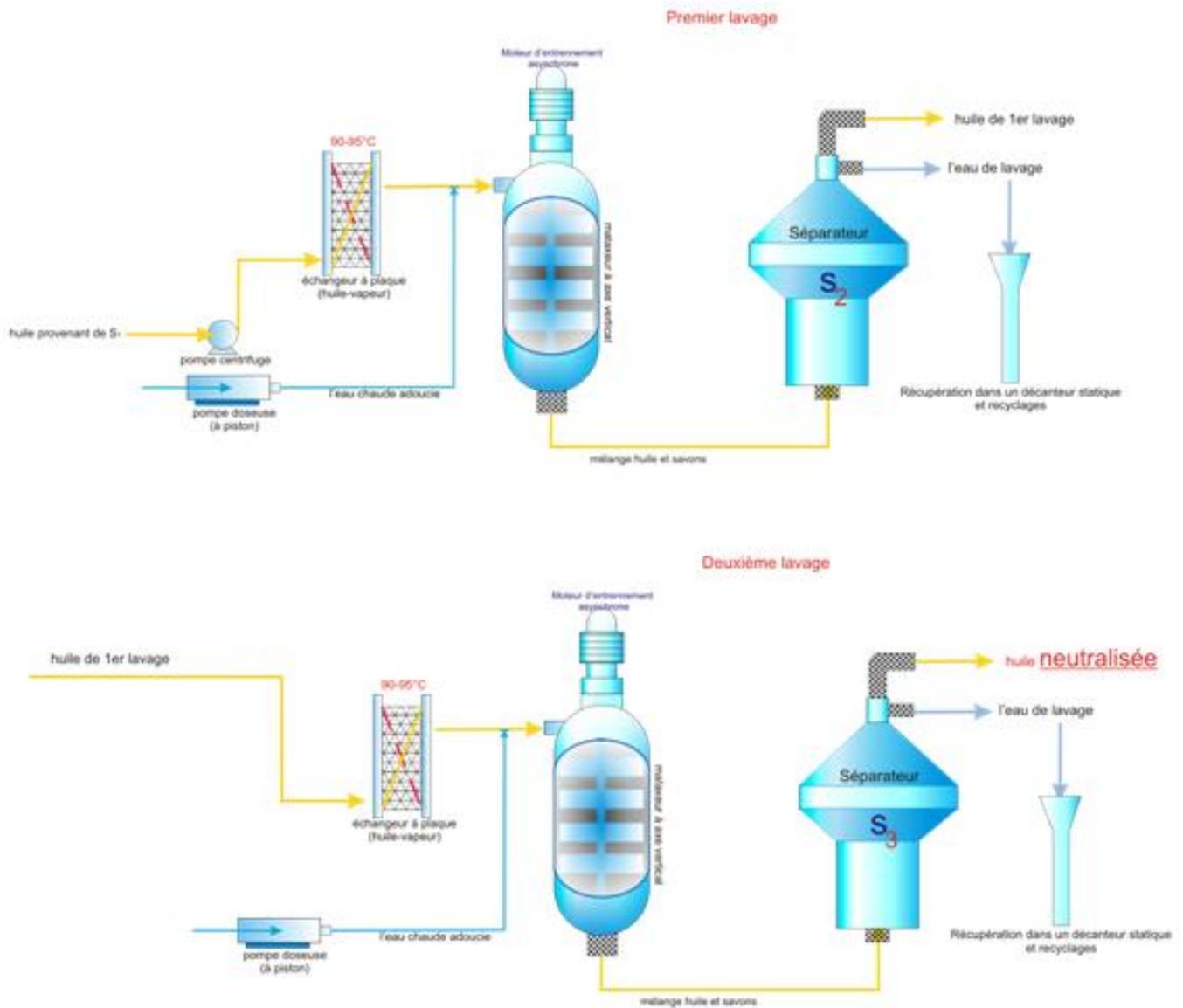


Figure 6 : schémas de la ligne du lavage

3.3.5 Analyses laboratoires

A la fin de l'opération des deux lavages, le laboratoire fait des analyses pour vérifier l'efficacité de l'opération.

Pour cette raison, l'huile neutralisée subie les analyses suivants :

- ✓ Analyses d'acidité à une fréquence de 2 heures.
- ✓ Analyses de détermination de la teneur en phosphore.
- ✓ Analyses de détermination des traces de savons.

Les résultats de ces analyses doivent être conformes aux normes de qualité.

3.4 Décoloration

3.4.1 But

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés ; les β carotènes, les chlorophylles et tous corps étrangers présents dans l'huile.

3.4.2 Pourquoi cette opération ?

Après l'opération de la neutralisation certaines huiles ont des couleurs foncées, ces couleurs ne sont pas acceptables pour la plupart des applications.

Les pigments colorés sont des catalyseurs des réactions d'oxydations (indice de peroxyde), c'est pourquoi l'intérêt de les éliminer.

Pour réduire cette couleur l'huile est soumise à l'étape de la décoloration.

3.4.3 Principe

Le principe de cette opération fait intervenir un phénomène physique : une adsorption de ces pigments sur des terres décolorantes et sur de la silice spéciale.

Autant les substances dissoutes que celles qui sont dispersées dans l'huile peuvent se lier à la surface des adsorbants. La liaison entre le produit coloré et l'absorbant est relativement faible (6).

3.4.4 Description de la ligne de décoloration

La décoloration suit plusieurs étapes :

Chauffage de l'huile neutralisée : L'huile neutralisée est chauffée à une température d'environ 100 à 110°C dans un échangeur à plaque.

Mélange de l'huile chaude avec les terres décolorantes dans un réacteur : L'huile chauffée se trouve dispersé sur les terres décolorantes à l'intérieur du réacteur grâce à un système de pulvérisation. Le réacteur est équipé d'un thermo compresseur qui permet de créer le vide (pression <150mbar), dans ces conditions de pression et de température l'huile est séchée, c'est-à-dire, son humidité se réduit, car la présence de l'eau avec la terre provoque un colmatage rapide des filtres.

Aussi, ce vide protège l'huile de l'oxydation car ses molécules se trouvent dispersé sur les terres et en contact direct avec l'air.

Les terres décolorantes ajoutées provenant d'une trémie située en dessus de réacteur, et équipée d'un système de dosage automatisé, qui grâce à un système mécanique de vibration, les terres sont ajoutées en pourcentage, en fonction du débit de l'huile à décolorer.

Pour augmenter le temps de séjour du mélange huile/terres, des encoches sont installés, jouant le rôle d'une barrière qui affaiblit la vitesse de passage, et par la suite l'augmentation du temps de séjour de l'huile.

Les différentes marques de terres décolorantes utilisées à la raffinerie :

- ✓ TONSIL Blanc (importée de la Germanie) : c'est de la terre acidifiée.
- ✓ TONSIL Noir (importée de la Germanie) : c'est du TONSIL Blanc avec 10% de charbon actif.

Les différentes marques de charbon actif utilisé dans la décoloration :

- ✓ DARCO : c'est du charbon actif acidifié, elle permet d'avoir une huile très claire.
- ✓ NORIT : (importée de l'USA Texas) c'est du charbon actif ; elle permet de se débarrasser des benzo-pyranes qui sont des hydrocarbures aromatiques.

Adjuvant de filtration : Il permet la création du gâteau filtrant, pour empêcher les terres décolorantes de passer dans l'huile filtrée. L'adjuvant empêche que les terres absorbantes des pigments de se coller entre elles, et de former le gâteau filtrant, et en même temps, l'adjuvant réduit la résistance du gâteau filtrant en augmentant sa porosité.

Filtration de l'huile : Le mélange provenant du réacteur est envoyé pour la filtration, il s'agit de deux filtres à bougies fonctionnant en alternance qui séparent l'huile des terres décolorantes, qui ainsi contiennent les pigments de coloration. Après la première filtration sur filtre à bougies, l'huile est filtrée à nouveau sur des filtres de sécurité (filtre à poches), pour se débarrasser des particules restées, même de petites tailles.

Après que l'huile passe dans toutes ces opérations de décoloration, l'huile est ainsi nommée : **Huile Décolorée**.

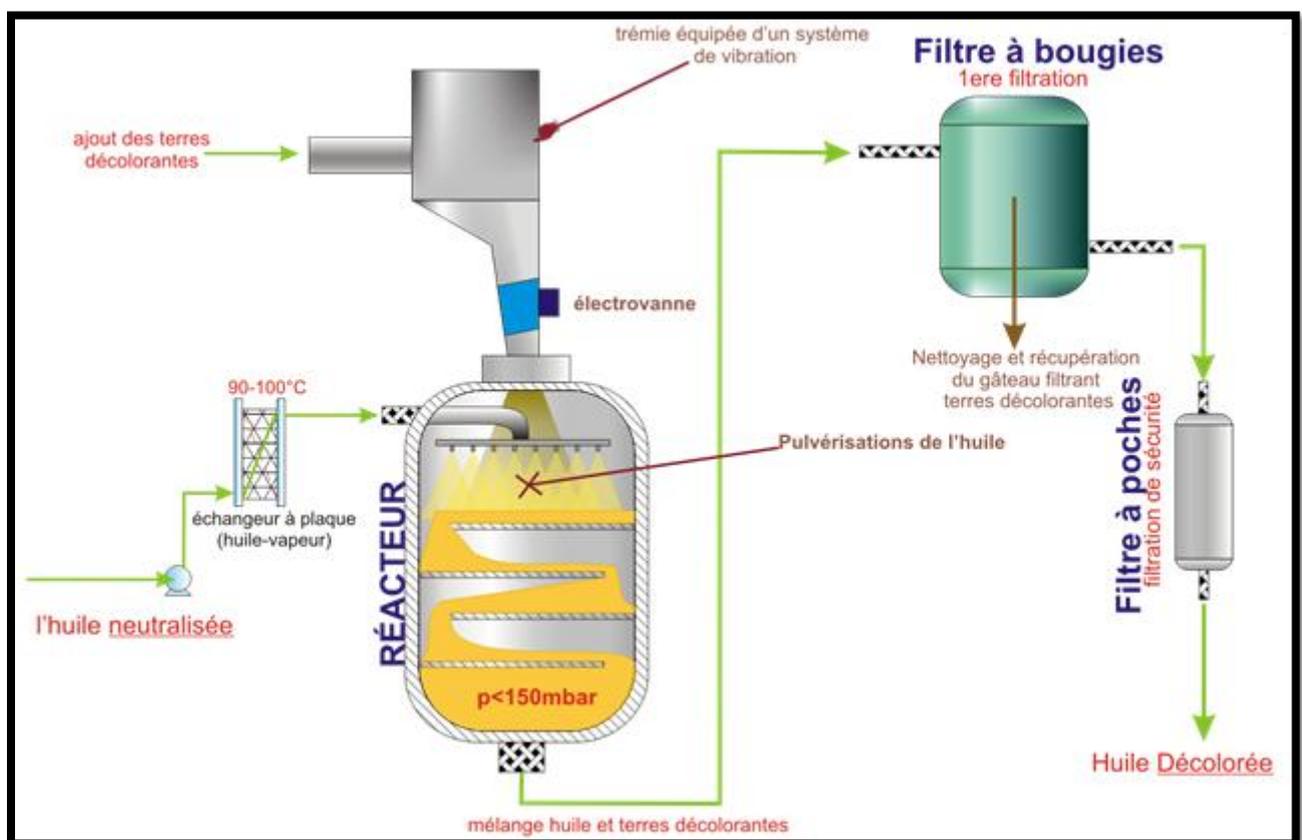


Figure 7 : schémas de la ligne de la décoloration

3.4.5 Analyses laboratoires

A la fin de cette étape de production le laboratoire est sensé faire des analyses de :

- ✓ **Détermination d'acidité :** à cette étape de production l'acidité de l'huile décolorée augmente, les causes sont la transformation des traces de savons encore présents dans l'huile après le lavage, en acides gras libres ce qui a pour conséquence que l'acidité libre est toujours plus haute que celle de l'huile non décolorée.

Malgré cette augmentation d'acidité, elle reste conforme aux normes respectées par la société.

✓ **Détermination d'indice de peroxyde** : l'indice de peroxyde peut augmenter à cause d'une oxydation qui s'est produite, mais il ne doit pas dépasser selon les normes 10meqO₂/kg d'huile.

✓ **Détermination du taux des chlorophylles et des β carotènes.**

3.5 Désodorisation

3.5.1 But

Cette opération vise à éliminer les substances odorantes, les plus volatiles que l'huile, responsables des odeurs de l'huile.

3.5.2 Pourquoi cette opération ?

Aujourd'hui, les critères commerciaux exigent qu'une huile bien raffinée soit l'exempte d'odeur et de goût, c'est pour cette raison que l'huile est désodorisée.

3.5.3 Principe

Le principe de cette opération est une distillation simple de l'huile, l'idée est facile à saisir :

- ✓ D'abord, les substances responsables de l'odeur de l'huile (des acides gras volatiles, des pigments ...) sont volatilisées par une augmentation de température de façon à ce qu'elle atteigne la température de leur ébullition.
- ✓ Ensuite, à l'état volatilisé, ces substances sont aspirées, condensées et récupérées.
- ✓ Finalement, l'huile obtenue ne contient aucune substance odorante et se trouve ainsi sans odeur.

3.5.4 Description de la ligne de désodorisation

La désodorisation comprend les étapes suivantes :

Désaération : L'huile décolorée passe dans un désaérateur afin d'éliminer l'oxygène. Le principe est simple : l'huile est pulvérisée à l'intérieur, c'est une façon pour augmenter la surface d'échange, lorsqu'elle se trouve en contact avec une vapeur sèche à une température aux environs de 90-100°C. C'est alors que ces molécules d'oxygène se trouvent entraînées à la vapeur lorsqu'un système de thermo compresseur assure l'aspiration grâce à la création d'un vide (pression <80mbar).

Chauffage de l'huile : Le but de cette étape est d'élever la température aux environs de 230 - 240°C, pour cela l'huile désaérée passe dans un échangeur spéciale avec de la vapeur comme fluide caloporteur. Pour arriver à ces températures extrêmement élevées, surtout pour un produit agroalimentaire, un risque se prévoit, c'est la forte oxydation (ou en d'autre terme la combustion de l'huile). D'où la nécessité de l'étape de la désaération.

Distillation : L'huile désaérée lorsqu'elle atteint la température recherchée, est envoyée dans une colonne de distillation. Les substances odorantes volatilisées sont récupérées dans la colonne grâce à un système d'aspiration thermo compresseur, vers des cuves où elles se condensent.

Le thermo compresseur joue un double rôle :

- Premièrement, il crée le vide pour que ces substances odorantes passent à l'état gazeux à la température minimale.
- Deuxièmement, il assure l'aspiration de ces substances vers les condenseurs.

Refroidissement : L'huile récupérée à la fin de la colonne est ainsi sans odeurs, et prête à passer à l'étape de refroidissement, dont le but est de stabiliser l'huile en réagissant sur sa température pour diminuer son entropie ; qui est une caractéristique thermodynamique liée au désordre de l'huile. Pour refroidir, l'huile passe dans un échangeur à plaque économiseur, c'est-à-dire, un échangeur qui permet de refroidir cette huile en réchauffant l'huile désaérée pour que cette dernière atteigne une température de 110°C, avant qu'elle ne passe à l'échangeur de 230-240°C. Après, l'huile poursuit son chemin vers un autre échangeur pour diminuer sa température à 4°C.

La décoloration représente l'étape finale du raffinage chimique. A ce stade, l'huile peut être appelée : **Huile Raffinée**. Elle est directement envoyée vers les cuves de stockage en attendant son conditionnement en bouteilles.

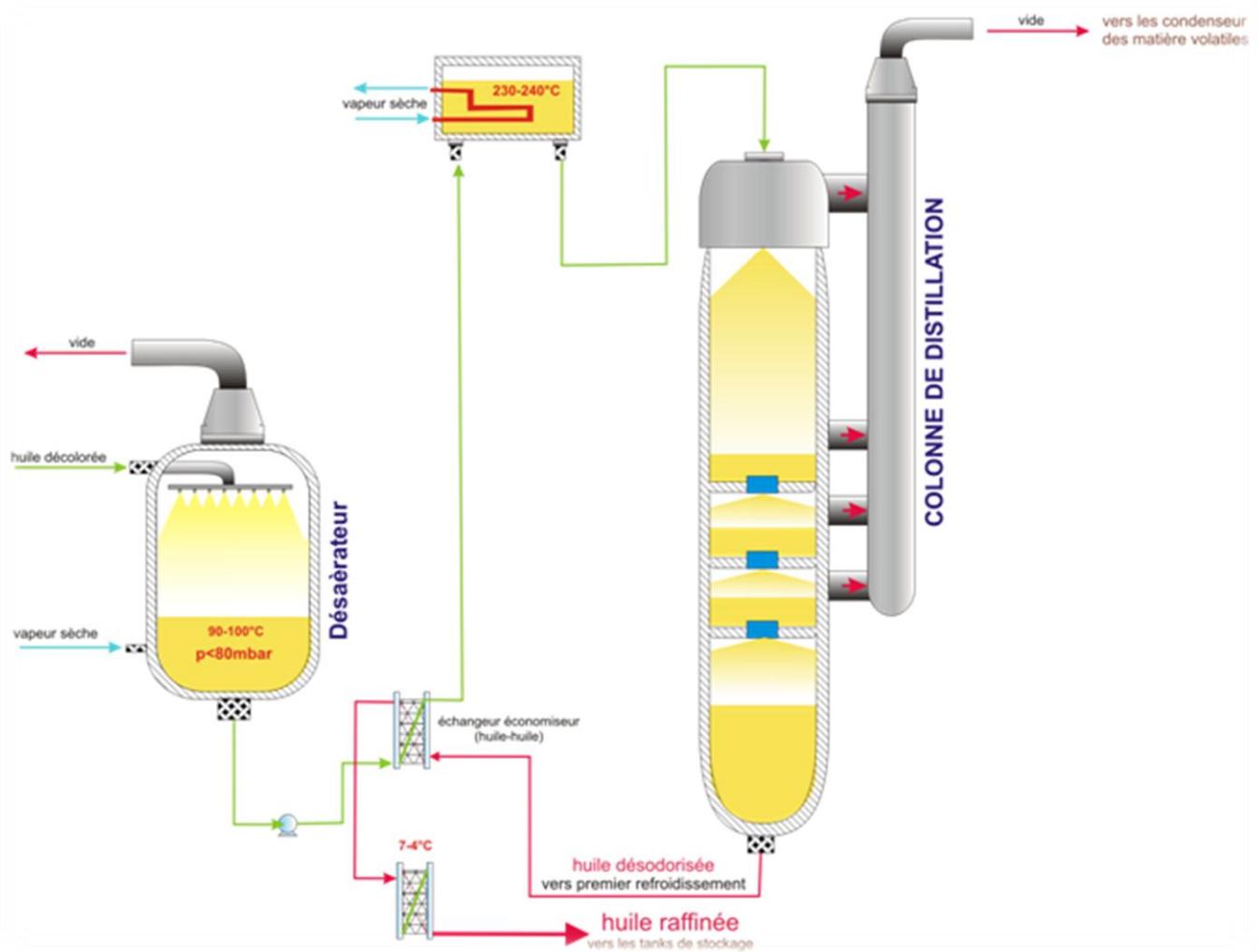


Figure 8 : schémas de la ligne de la désodorisation

3.5.5 Analyses laboratoires

A cette étape finale de production, l'huile peut subir plusieurs analyses : acidité, indice de peroxyde, test de couleur, humidité, traces en savons, teneur en phosphores, etc.

3.6 Produits finis

3.6.1 Stockage

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

3.6.2 Conditionnement

Le conditionnement de l'huile raffinée se fait dans des bouteilles de plusieurs formats et calibres de 1l à 5l, des bouteilles faite d'une matière plastique de Polyéthylène téréphtalique (PET), une matière transparente qui laissent passer la lumière, en mettant en évidence, la clarté et la couleur de l'huile raffinée.

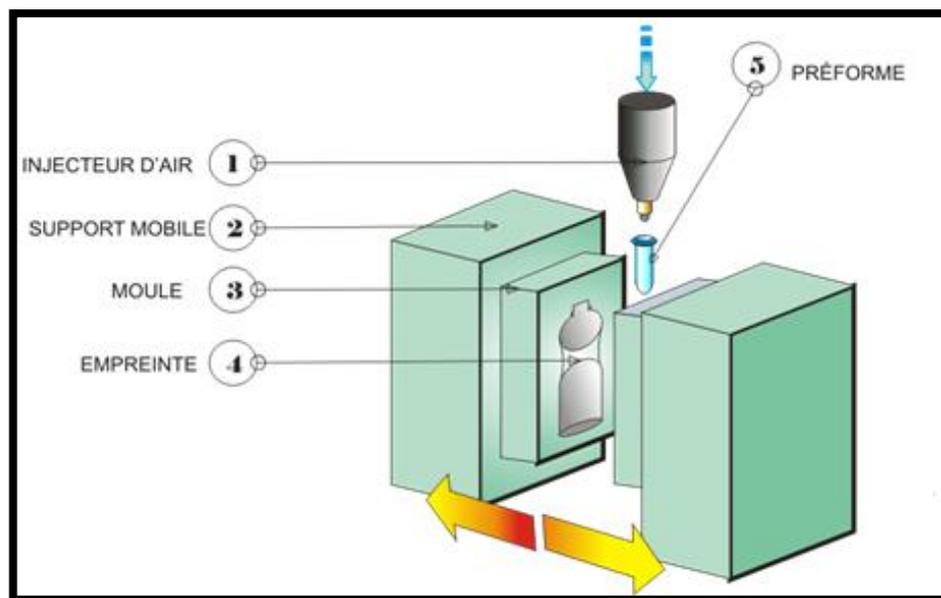
Le conditionnement de l'huile raffinée, à la société Les Conserves de Meknès AÎCHA est semi-automatique. C'est un système qui comprend 5 étapes, réalisées dans toutes les conditionneuses de l'huile raffinée, et sont les suivantes :

Soufflage, remplissage, capsulage, étiquetage et mise en carton.

3.6.2.1 Soufflage

Avant de commencer la mise en bouteille des huiles, une machine automatique, une souffleuse, assure la fabrication de ces bouteilles, selon le procédé de fabrication appelé, Le soufflage et qui est une opération de sous-traitance, en quelque sorte. Elle se fait en parallèle avec d'autres opérations.

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



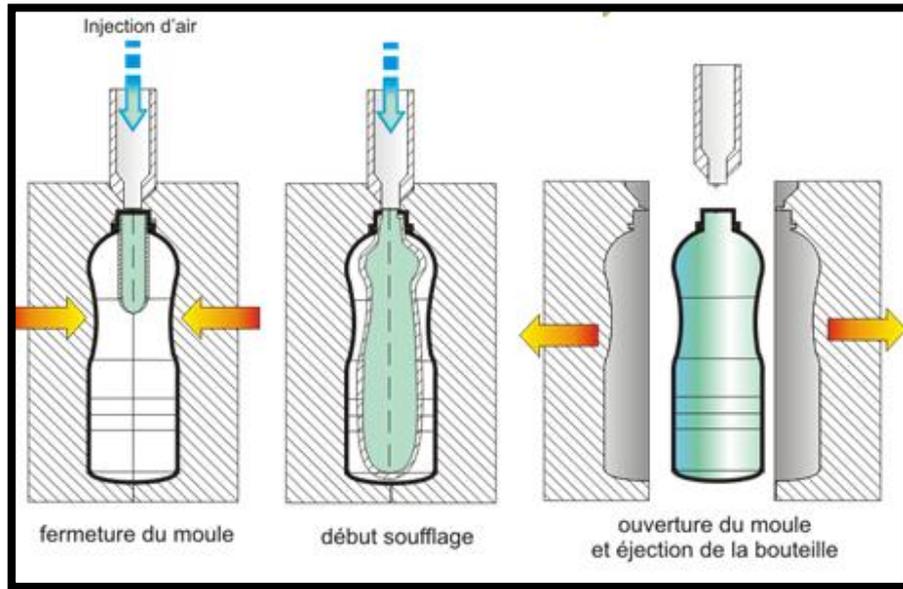


Figure 9 : schémas d'une souffleuse automatique

3.6.2.2 Remplissage

Le remplissage se fait à l'aide d'une remplisseuse automatique, voici un schéma qui explique le principe de fonctionnement de cette machine.

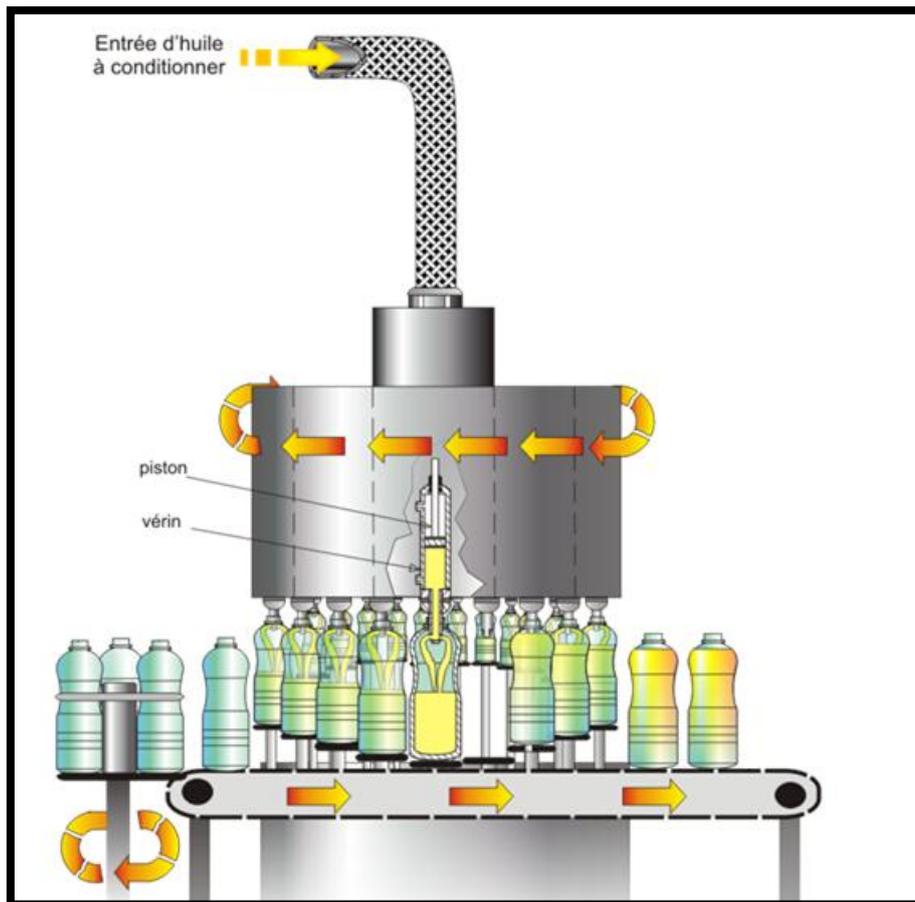


Figure 10 : schémas d'une remplisseuse automatique

3.6.2.3 Capsulage

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

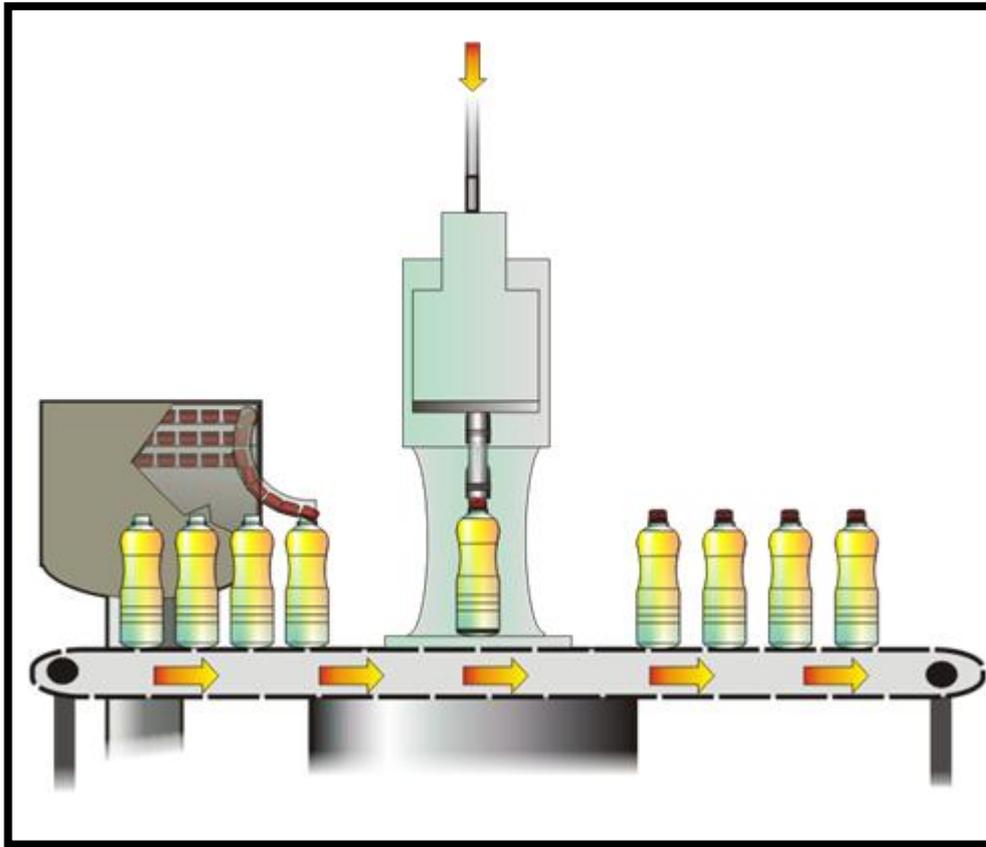


Figure 11 : schémas d'une capsuleuse automatique

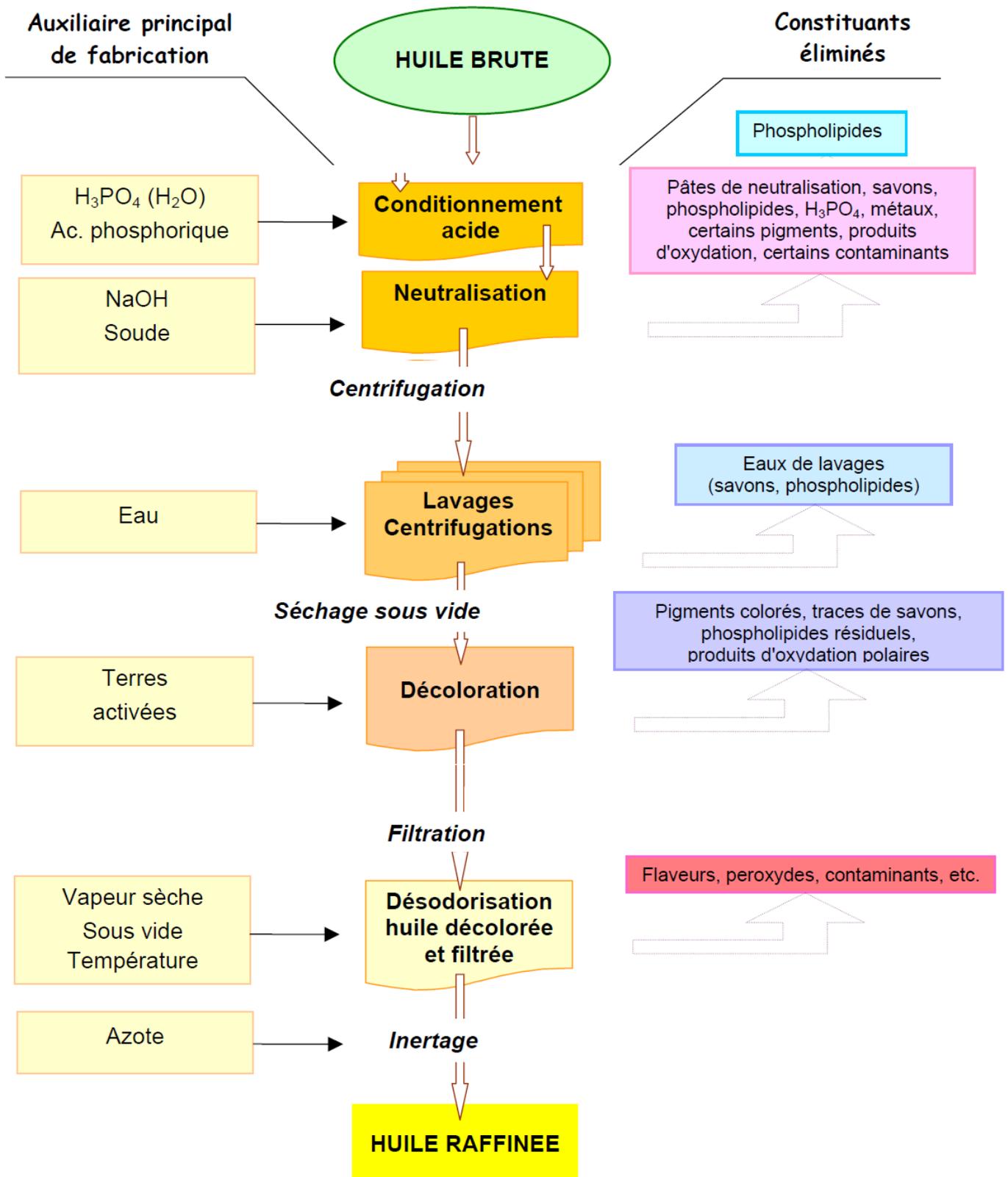
3.6.2.4 Etiquetage

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

3.6.2.5 Mise en carton

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

3.7 Synthèse



*Optimisation du procédé de
décoloration de l'huile d'olive par
la MPE*

Rapport Gratuit.com

1 Principe de la méthode de la planification d'expériences

La planification d'expériences est le plan d'organisation des essais expérimentaux dans le but de connaître le comportement du résultat (réponse) à partir de la variation des facteurs choisis. Un bon plan permet une diminution notable du nombre d'essais tout en donnant une bonne précision dans la détermination des résultats. Pour réaliser un bon plan d'expériences, on doit respecter les étapes suivantes.

Formalisation du problème : Pour cela, il est nécessaire de recueillir un maximum d'informations sur le phénomène étudié permettant ainsi de définir les facteurs à faire varier ainsi que leur niveau de variation. En effet, le succès du plan d'expériences dépend d'une bonne connaissance des limites acceptables de variation des facteurs. Pour cela, une série d'essais préliminaires peut être programmée.

Choix et construction du plan retenu :

Réalisation des essais : Elle doit se faire en respectant les conditions expérimentales. Les facteurs doivent être bien aux niveaux préconisés. La réponse (le résultat) doit être donnée avec la plus grande précision. En cas de répétitions, les mesures doivent être réalisées de préférence par le même expérimentateur.

Traitements statistiques : calcul des effets de facteurs étudiés et de leurs interactions, modélisation, etc. Le choix du logiciel ainsi que sa maîtrise est très déterminant pour la précision et l'interprétation des résultats statistiques. Le conseil d'un statisticien semble nécessaire.

Interprétation des résultats : L'effet propre de chaque facteur est relativement simple à interpréter mais l'effet interaction est parfois délicat à expliquer car les causes ne sont pas toujours explicites.

2 Optimisation du procédé de décoloration de l'huile d'olive

2.1 Description de l'étude

Le procédé de décoloration est basé sur le phénomène d'adsorption, il est influencé par plusieurs paramètres. Il s'agit d'un phénomène qui se traduit par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. 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, qui se fait sans modification de la structure moléculaire et est parfaitement réversible.

L'adsorption est une réaction légèrement exothermique, et non instantanée. Les liaisons entre l'adsorbant et le produit coloré est relativement faible. Le pouvoir adsorbant de l'agent décolorant n'est pas sélectif vis-à-vis des pigments, la terre permet également l'élimination de toute trace restante du savon ou de l'eau. Cependant, si la teneur de l'huile en un de ces deux composés est relativement élevée en raison d'un défaut lors de la neutralisation ou de séchage, on assiste à un engagement total de la terre ajoutée dans l'adsorption de ces éléments en laissant de côté les pigments et les substances colorantes.

2.2 Les facteurs influençant le processus de décoloration

Sous la tutelle de mon encadrant, j'ai d'abord pris connaissance du procédé de décoloration de l'huile d'olive en essayant de repérer les paramètres potentiellement influents sur le processus. Pour ce faire, j'ai tenté de mettre en place une méthode d'analyse du processus au début de l'étude, qui est le diagramme d'Ishikawa où j'ai présenté en vrac les différentes origines possibles d'un dysfonctionnement de décoloration d'une huile alimentaire.

2.2.1 Le diagramme de causes-effet (diagramme d'Ishikawa)

Le diagramme des causes et effets, également nommé diagramme d'ISHIKAWA, est une représentation graphique simple et efficace de toutes les causes et effets qu'elles entraînent. L'effet est connu, c'est le dysfonctionnement observé. Chaque grand groupe de causes (méthode des 5M) correspond à une branche du diagramme.

Comme chaque procédé, la décoloration de l'huile est réalisée sous le control d'une main d'œuvre, en exploitant des matières premières, et des moyens, et en suivant des méthodes, dans un milieu bien déterminé. Tous ces éléments constitutifs peuvent être une source de dysfonctionnement de ce procédé :

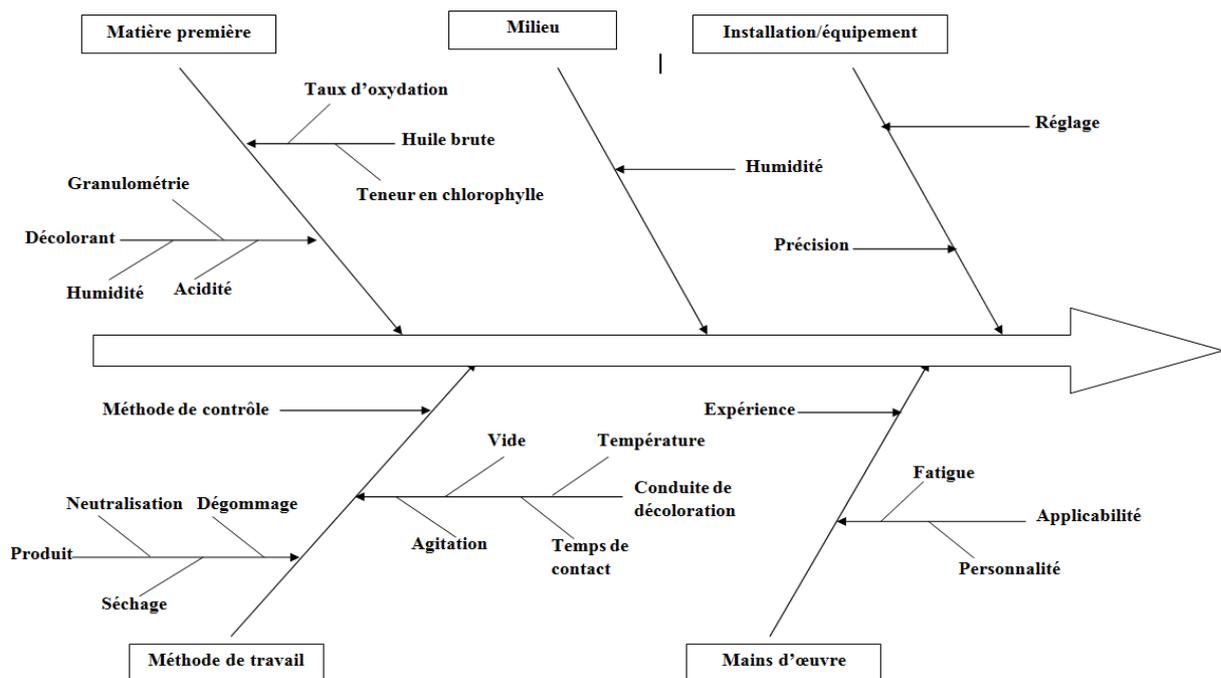


Figure 12 : diagramme d'Ishikawa

2.2.2 Description des principaux facteurs influençant le processus

Afin d'améliorer le rendement du processus de décoloration et de filtration des huiles. Il faut tout d'abord maîtriser les différents paramètres influençant le processus de décoloration :

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



2.2.2.1 Agent de décoloration

L'agent de décoloration le plus utilisé aux huileries du LCM est la terre activée (Tonsil) et le charbon actif.

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

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

2.2.2.2 La granulométrie de la terre

Lorsque les particules de la terre sont plus grosses, le diamètre moyen des pores augmente ce qui entraîne une diminution des forces de rétention capillaires et une augmentation de la vitesse de filtration. Par conséquent, le pouvoir décolorant de la terre diminue.

2.2.2.3 L'acidité de la terre

Le traitement acide effectué sur les terres naturelles a pour effet d'augmenter considérablement la surface spécifique de la terre. Donc l'acidité de la terre est un paramètre très important qui reflète l'immensité de la surface d'adsorption de la terre ainsi que son pouvoir décolorant.

2.2.2.4 L'humidité

L'humidité de la terre a une influence favorable sur le débit de filtration, le gain de temps de filtration et de décoloration. Mais les phénomènes s'inversent lorsqu'on a des teneurs en eau de l'huile importante. En effet, la résistance de la membrane filtrante augmente avec la teneur en eau de l'huile.

Il faut prendre en considération ce facteur dans le choix de la terre. Ce dernier devrait être d'au moins 10% ou plus. Une terre dont le taux d'humidité est inférieur est moins efficace.

2.2.2.5 La quantité de la terre décolorante

La quantité de la terre décolorante employée est un paramètre très déterminant, elle est fonction de la décoloration initiale, de la nature des pigments ainsi que de la présence d'impuretés comme les traces de savon et des produits d'oxydation qui peuvent subsister dans les huiles. Elle doit être assez suffisante afin d'atteindre une transmission d'au moins 50%.

2.2.2.6 La nature du milieu de décoloration

La température, la pression du vide et le temps de séjour constituent des facteurs importants du processus de décoloration, au niveau du décolorateur.

2.2.3 Facteurs importants et domaine d'étude

2.2.3.1 Facteurs importants

Comme on a déjà cité dans le chapitre 2, le procédé de décoloration est influencé par plusieurs paramètres. Cependant, les variables qu'on a jugé importantes à étudier, afin d'optimiser l'étape de décoloration de l'huile d'olive sont :

L'agent de décoloration utilisé : on a étudié la quantité de l'agent d'adsorption (**la terre décolorante et le charbon actif**), la granulométrie, l'acidité, et l'humidité de la terre, étant déjà fixés, puisque les terres sont importées, et ces spécifications sont auparavant déterminées dans le cahier de charges avec le fournisseur.

La nature du milieu de décoloration : le facteur le plus important à ce niveau est **la température**. Pour le vide, on peut le réaliser au laboratoire à l'aide d'une pompe, mais l'influence de ce paramètre est très légère sur les résultats obtenus.

Le temps du contact.

2.2.3.2 Domaine d'étude

- ✓ Facteur 1 : le pourcentage de la terre décolorante à ajouter dans l'huile d'olive ;
 - niveau bas : 0,3 %
 - niveau haut : 0,9 %
- ✓ Facteur 2 : le pourcentage du charbon actif à ajouter dans l'huile d'olive ;
 - niveau bas : 5 %
 - niveau haut : 15 %
- ✓ Facteur 3 : le temps de séjour :
 - niveau bas : 15 min
 - niveau haut : 35 min
- ✓ Facteur 4 : la température du milieu :
 - niveau bas : 90 °C
 - niveau haut : 115 °C

	Facteurs	Nbre Niveaux	Niveaux
U1	% Terre décolorante	2	0,3 0,9
U2	% charbon actif	2	5 15
U3	temps	2	15 35
U4	Temperature	2	90 115

Tableau 13 : Domaine expérimental

2.3 Choix du plan d'expériences

Dans cette étude on va étudier les facteurs qui peuvent avoir un effet sur ce phénomène de décoloration de l'huile d'olive, dans le but d'optimiser cette étape. Et pour le faire on va se baser sur la méthode de la planification d'expériences, et on va utiliser un plan factoriel complet a deux niveaux pour déterminer les effets des facteurs importants et leurs interactions. Donc on aura $2^4 = 16$ essais obtenus selon la matrice d'expérience représenté dans la table 15.

N°Exp	X1	X2	X3	X4
1	-1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1	-1
3	-1	1	-1	-1
4	1	1	-1	-1
5	-1	-1	1	-1
6	1	-1	1	-1
7	-1	1	1	-1
8	1	1	1	-1
9	-1	-1	-1	1
10	1	-1	-1	1
11	-1	1	-1	1
12	1	1	-1	1
13	-1	-1	1	1
14	1	-1	1	1
15	-1	1	1	1
16	1	1	1	1

Tableau 14 : Matrice d'expériences

2.4 Expérimentation

2.4.1 Matériels

- ✓ Balance de précision ;
- ✓ Plaque chauffante avec agitation;
- ✓ Ballons tricols;
- ✓ Thermomètre de 150°C ;
- ✓ Support du thermomètre ;
- ✓ Barreaux aimantés ;
- ✓ Entonnoirs ;
- ✓ Bouteilles en plastiques ;
- ✓ Papiers filtres ;
- ✓ Chronomètre.

2.4.2 Réactifs

- ✓ Huile neutralisée et séchée ;
- ✓ Terre activée (Tonsil) ;
- ✓ Charbon actif.

2.4.3 Méthode

- ✓ Peser 200g de l'huile neutralisée et séchée ;
- ✓ Porter cette huile à la température voulue tout en agitant ;
- ✓ Ajouter la terre décolorante et le charbon actif ;
- ✓ Laisser l'action de la terre et du charbon pendant un temps bien déterminé ;
- ✓ Filtrer l'huile décolorée ;

2.4.4 Plan d'expérimentation

N°Exp	Terre décolorante (%)	Charbon actif (%)	Temps (min)	Température (°C)
1	0.3	5	15	90
2	0.9	5	15	90
3	0.3	15	15	90
4	0.9	15	15	90
5	0.3	5	35	90
6	0.9	5	35	90
7	0.3	15	35	90
8	0.9	15	35	90
9	0.3	5	15	115
10	0.9	5	15	115
11	0.3	15	15	115
12	0.9	15	15	115
13	0.3	5	35	115
14	0.9	5	35	115
15	0.3	15	35	115
16	0.9	15	35	115

Tableau 15 : Plan d'expérimentation

2.5 Les résultats du plan

N°Exp	% Terre décolorante	% charbon actif	Temps (min)	Température (°C)	Transmittance (%)
1	0,3	5	15	90	41.39
2	0,9	5	15	90	91.17
3	0,3	15	15	90	29.98
4	0,9	15	15	90	70.73
5	0,3	5	35	90	67.19
6	0,9	5	35	90	94.84
7	0,3	15	35	90	33.11
8	0,9	15	35	90	72.03
9	0,3	5	15	115	46.56
10	0,9	5	15	115	68.03
11	0,3	15	15	115	41.53
12	0,9	15	15	115	54.41
13	0,3	5	35	115	52.44
14	0,9	5	35	115	60.97
15	0,3	15	35	115	41.86
16	0,9	15	35	115	55.41

Tableau 16 : les résultats du plan d'expérimentation

2.6 Interprétation des résultats du plan

2.6.1 Modélisation mathématique

Le modèle mathématique choisi a priori est le suivant :

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3) + b_{14} * (X_1 * X_4) + b_{24} * (X_2 * X_4) + b_{34} * (X_3 * X_4) + b_{123} * (X_1 * X_2 * X_3) + b_{124} * (X_1 * X_2 * X_4) + b_{134} * (X_1 * X_3 * X_4) + b_{234} * (X_2 * X_3 * X_4) + b_{1234} * (X_1 * X_2 * X_3 * X_4)$$

Ce modèle mathématique comporte :

- ✓ un coefficient constant b_0 ;
- ✓ quatre termes comprenant un coefficient b_i (effets des facteurs) multiplié par les niveaux respectifs de chaque facteur ;
- ✓ des termes comprenant un coefficient b_{ij} (interactions entre deux facteurs), et le produit des niveaux des facteurs pris deux à deux ;
- ✓ des termes comprenant un coefficient b_{ijk} (interactions entre trois facteurs), et le produit des niveaux des facteurs pris trois à trois ;
- ✓ un terme comprenant un coefficient b_{ijkl} (interaction entre quatre facteurs), et le produit des niveaux des facteurs pris quatre à quatre.

Il y a 16 coefficients, soit 16 inconnues. Les 16 essais vont permettre de calculer ces 16 inconnues. La résolution de ce système d'équations est réalisée grâce à un logiciel de plans d'expériences.

2.6.2 Examiner les résultats des calculs

2.6.2.1 Les résultats des calculs

Les résultats des calculs sont affichés dans le tableau suivant :

Nom	Coefficient
b₀	57.603
b₁	13.345
b₂	-7.721
b₃	2.127
b₄	-4.952
b₁₂	-0.082
b₁₃	-2.263
b₂₃	-1.409
b₁₄	-6.290
b₂₄	3.373
b₃₄	-2.109
b₁₂₃	2.119
b₁₂₄	-0.363
b₁₃₄	0.732
b₂₃₄	1.722
b₁₂₃₄	-0.420

Tableau 17 : Estimations et statistiques des coefficients

2.6.2.2 Interprétation des résultats des calculs

Le % TD est un facteur à effet important et positif sur la décoloration de l'huile d'olive ($b_1=13.345$), aussi le TS, mais moins important que le premier facteur ($b_1= 13.345 > b_3 = 2.127$). Par contre le % CA et la T du milieu ont un effet plus important que le TS ($b_2 = 7.721 > b_4 = 4.952 > b_3 = 2.127$), mais ont des effets négatifs ($b_2 = -7.721$ et $b_4 = -4.952$).

Les quatre facteurs sont influents sur la transmittance. Il y a de nombreuses interactions d'ordre 1 et d'ordre 2 qui sont du même ordre de grandeur que les effets principaux. La figure 13 illustre les valeurs des coefficients du modèle de la réponse « transmittance ».

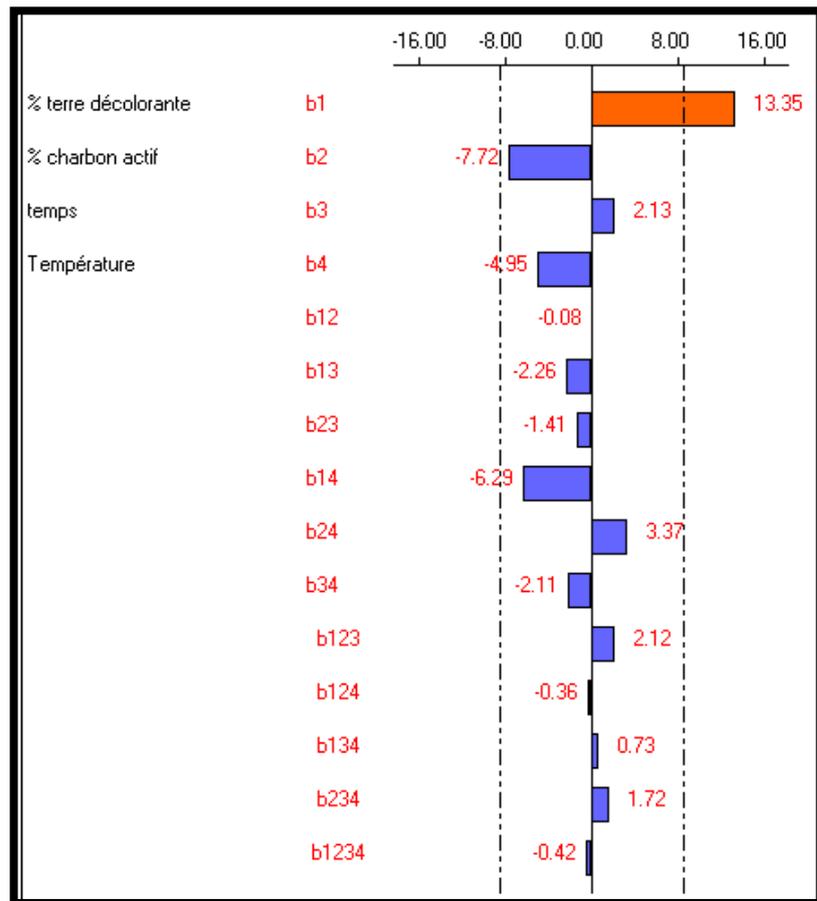
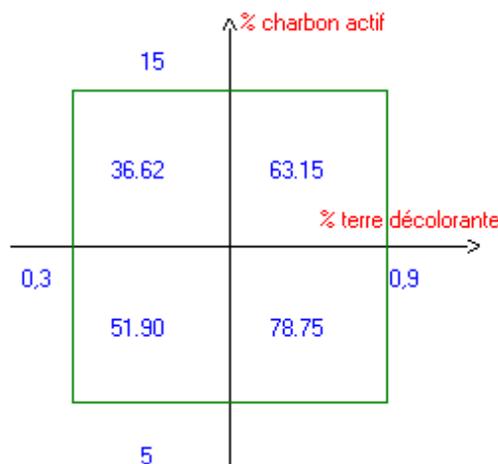


Figure 13 : représentation graphique des effets de la réponse « transmittance »

La présence des interactions ne permet pas d'étudier l'influence d'un facteur à partir du seul effet principal sur une réponse car lorsqu'on change le niveau d'un facteur, on modifie les effets de tous les autres facteurs. Une interprétation basée uniquement sur les effets principaux des facteurs serait source d'erreurs, il faut tenir compte des interactions. On va progresser par étapes dans l'étude des interactions.

2.6.3 Etude des effets d'interaction

2.6.3.1 Effet d'interaction X1*X2



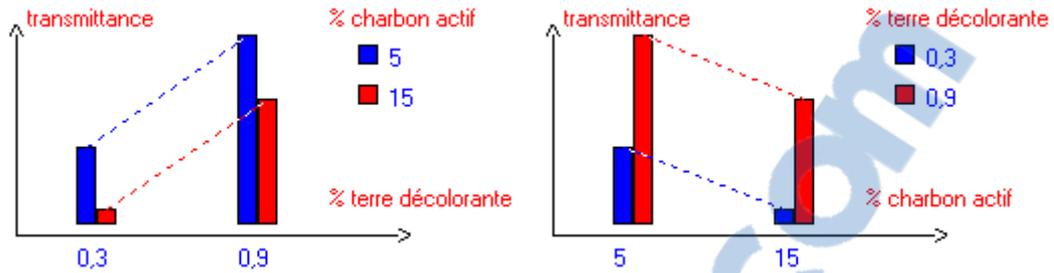


Figure 14 : représentation graphique d'interaction X1*X2

D'après la représentation graphique de l'interaction X1*X2 on observe que l'effet d'un des deux facteurs est indépendant du deuxième facteur, et aussi on remarque que le coefficient de l'effet d'interaction X1*X2 est négligeable devant les autres coefficients ($b_{12} = -0.082 \approx 0$).

Donc on peut conclure que le % de la terre décolorante est indépendant du % du charbon actif. Et par la suite la décoloration de l'huile ne sera contrôlée que par l'effet principal de ces deux facteurs, et leur interaction est absente.

La décoloration de l'huile sera optimale dans ce cas si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur % TD : en niveau haut.
- ✓ Le facteur % CA : en niveau bas.

2.6.3.2 Effet d'interaction X1*X3

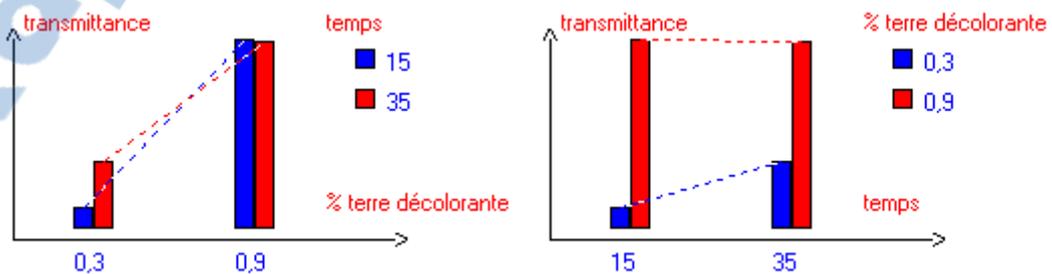
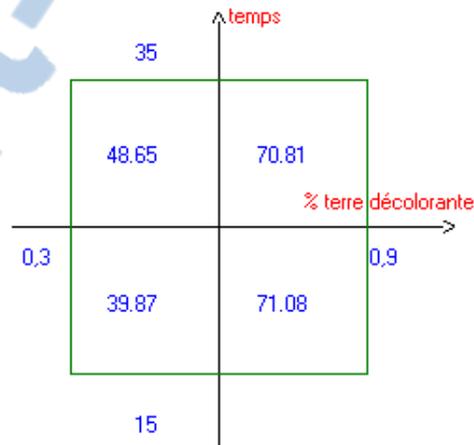


Figure 15 : représentation graphique d'interaction X1*X3

En niveau haut du facteur % TD, la transmittance est stable même si on change les niveaux du facteur TS.

En niveau bas du facteur % TD, la transmittance augmente avec le temps, mais reste toujours moins importante par rapport au niveau haut du % TD.

La décoloration de l'huile sera optimale dans ce cas si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur % TD : en niveau haut.
- ✓ Le facteur TS : on ne peut pas déterminer le niveau optimal dans ce cas, donc il faut étudier son interaction avec les autres facteurs.

2.6.3.3 Effet d'interaction X2*X3

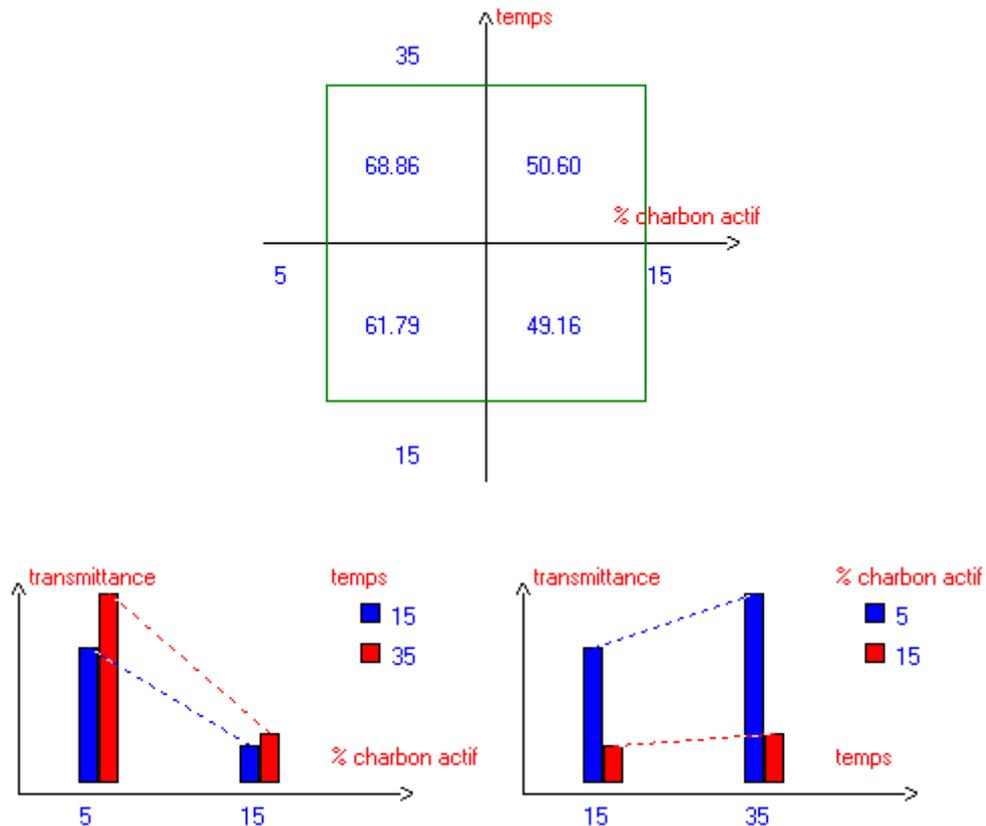


Figure 16 : représentation graphique d'interaction X2*X3

En niveau haut du facteur % CA, la transmittance est presque stable même si on change les niveaux du facteur TS.

En niveau bas du facteur % CA, la transmittance augmente avec le temps, et aussi elle est plus importante par rapport au niveau haut du % CA.

La décoloration de l'huile sera optimale dans ce cas si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur % CA : en niveau bas.
- ✓ Le facteur TS : la transmittance est importante en niveau haut, mais puisque le coefficient de l'effet de cette interaction ($b_{23} = -1.409$) est relativement faible par rapport aux autres coefficients, on va étudier son interaction avec un autre facteur et autres interactions pour déterminer le réglage adéquat pour une bonne décoloration de l'huile.

2.6.3.4 Effet d'interaction X1*X4

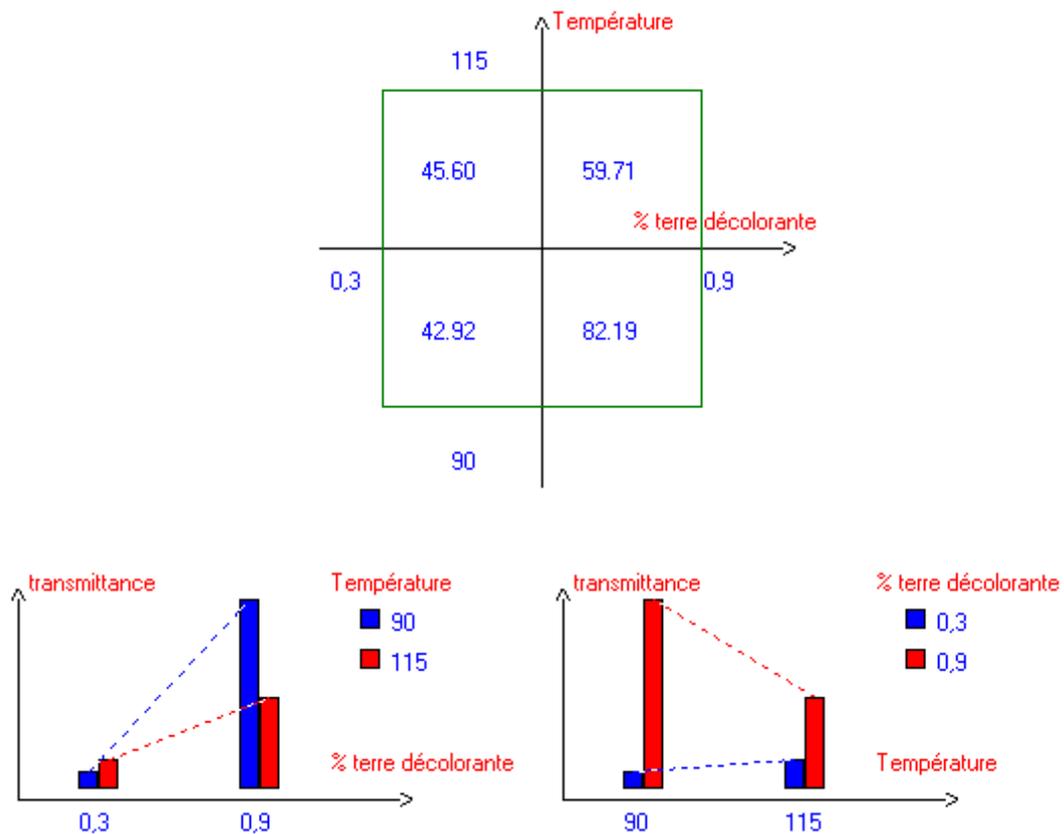


Figure 17 : représentation graphique d'interaction X1*X4

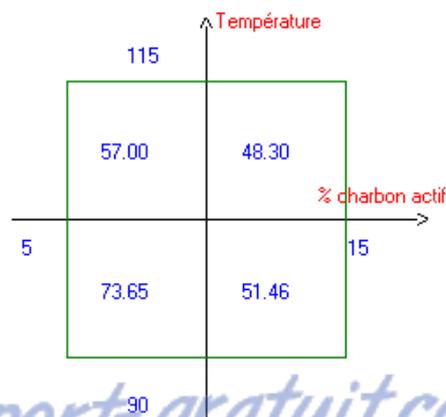
En niveau bas du facteur %TD la transmittance est faible par rapport au niveau haut, et reste presque stable lorsqu'on augmente la température.

En niveau haut du facteur % TD la transmittance diminue rapidement lorsqu'on augmente la température, mais reste plus élevée que dans le cas du niveau bas du % TD.

La décoloration de l'huile sera optimale si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur % TD : en niveau haut.
- ✓ Le facteur T : en niveau bas.

2.6.3.5 Effet d'interaction X2*X4



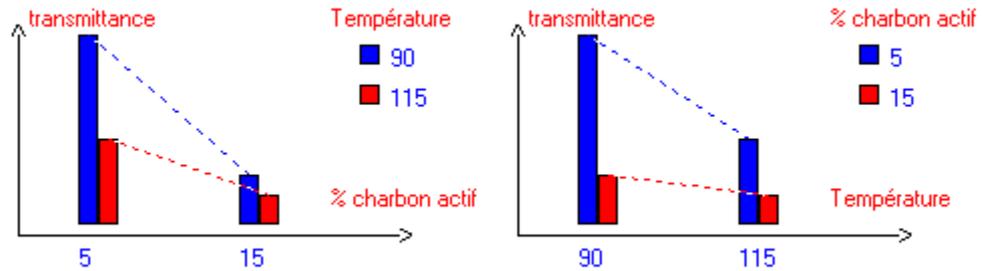


Figure 18 : représentation graphique d'interaction X2*X4

En niveau haut du facteur %CA, la transmittance est faible par rapport au niveau bas, et reste presque stable lorsqu'on augmente la température.

En niveau bas du facteur % CA la transmittance diminue rapidement lorsqu'on augmente la température, mais reste plus élevée que dans le cas du niveau haut du % CA.

La décoloration de l'huile sera optimale dans ce cas si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur % CA : en niveau haut.
- ✓ Le facteur T : en niveau bas.

2.6.3.6 Effet d'interaction X3*X4

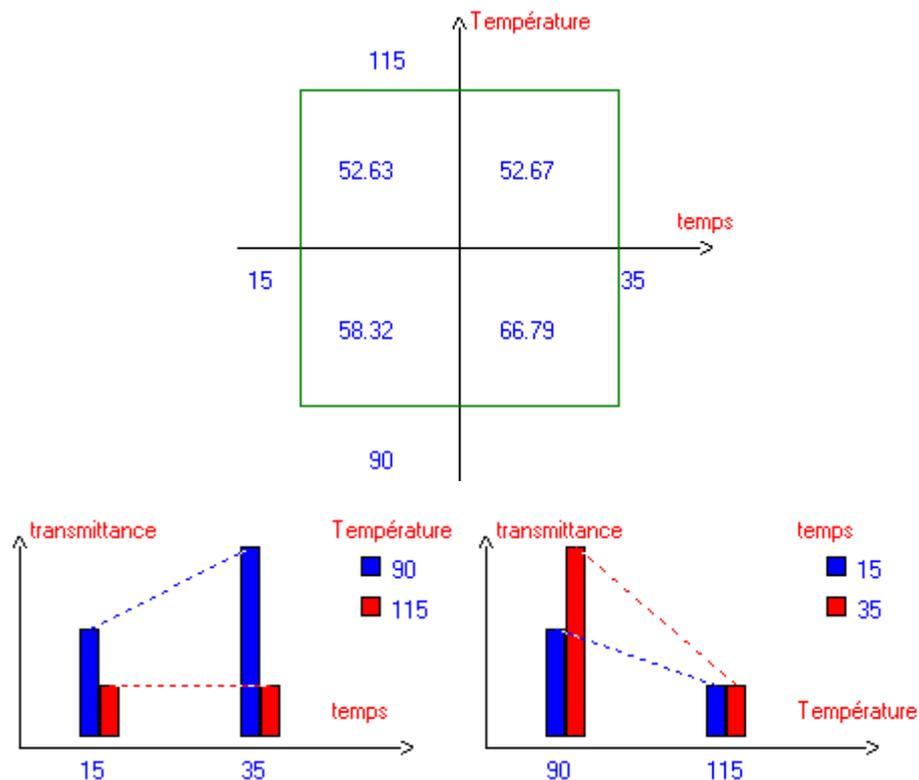


Figure 19 : représentation graphique d'interaction X3*X4

En niveau bas de la température, la transmittance augmente avec le temps. Et en niveau haut, elle ne change pas dans le temps.

La décoloration de l'huile sera optimale si on applique les paramètres suivants :

- ✓ Le facteur T : en niveau bas.
- ✓ Le facteur TS : en niveau haut (ce qui confirme le résultat de l'interaction X2*X3).

2.6.3.7 Effet d'interaction X1*X2*X3

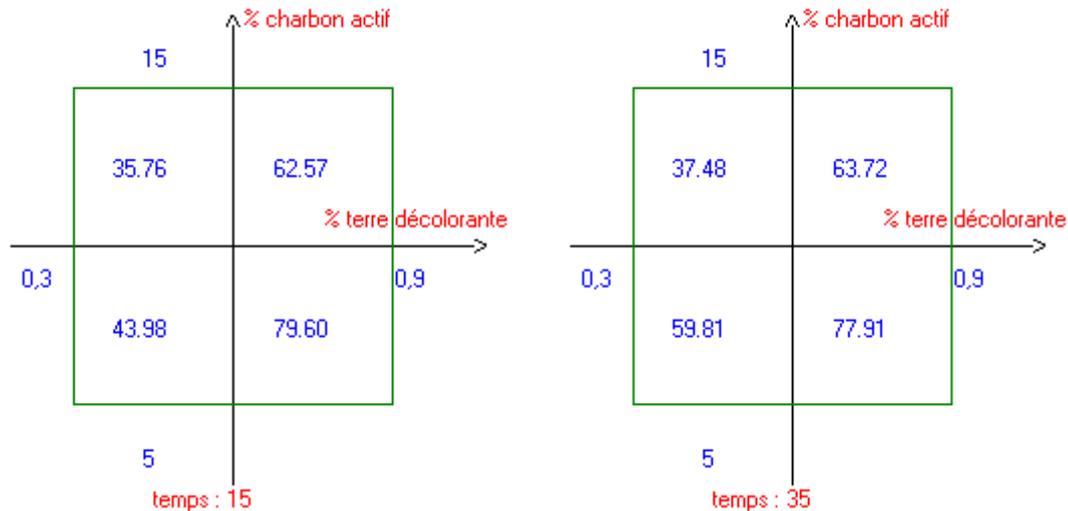


Figure 20 : représentation graphique d'interaction X1*X2*X3

La transmittance est optimale lorsque les facteurs sont réglés en :

- ✓ % TD en niveau haut ;
- ✓ % CA en niveau bas ;
- ✓ TS en niveau bas, alors que les résultats trouvés avant indiquent le contraire, et puisque $b_{34} \approx b_{123}$, on ne peut pas conclure sans étudier autres interactions de ce facteur.

2.6.3.8 Effet d'interaction X1*X2*X4

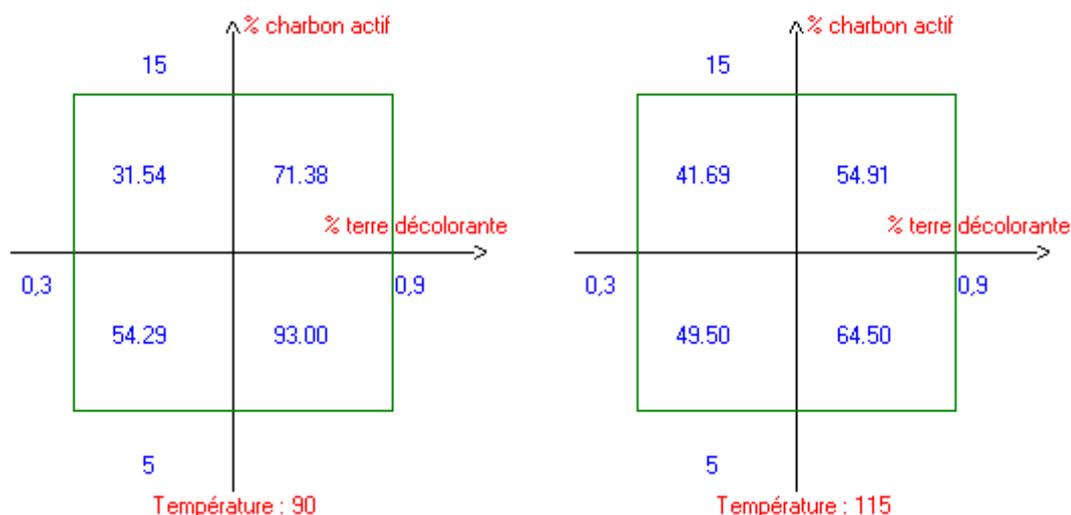


Figure 21 : représentation graphique d'interaction X1*X2*X4

La transmittance est optimale lorsque les facteurs sont réglés en :

- ✓ % TD en niveau haut ;

- ✓ % CA en niveau bas ;
- ✓ T en niveau bas.

2.6.3.9 Effet d'interaction X1*X3*X4

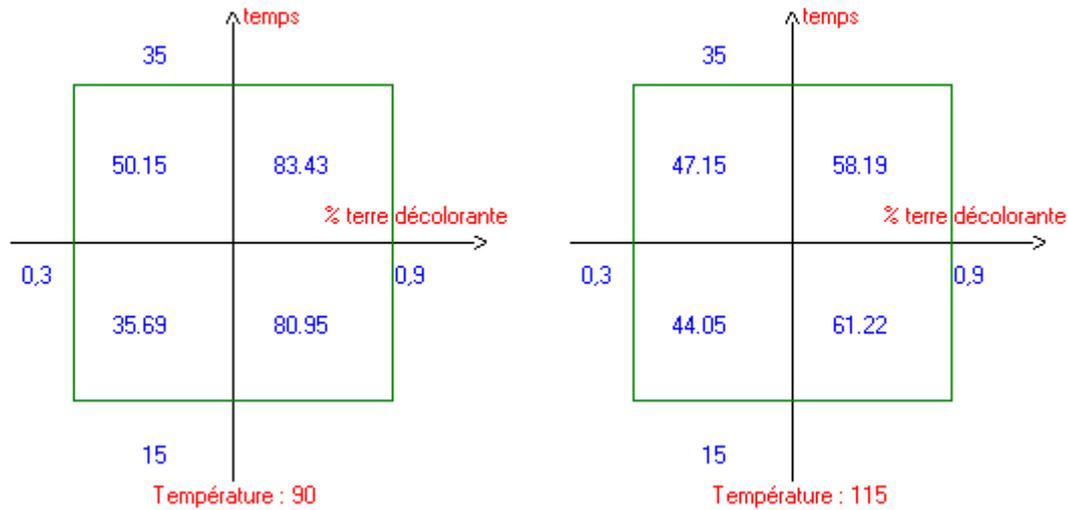


Figure 22 : représentation graphique d'interaction X1*X3*X4

La transmittance est optimale lorsque les facteurs sont réglés en :

- ✓ % TD en niveau haut ;
- ✓ T en niveau bas ;
- ✓ TS en niveau haut, mais on ne peut pas conclure sans étudier une interaction plus forte, car le coefficient b134 est faible par rapport aux autres (b134 = 0,732).

2.6.3.10 Effet d'interaction X2*X3*X4

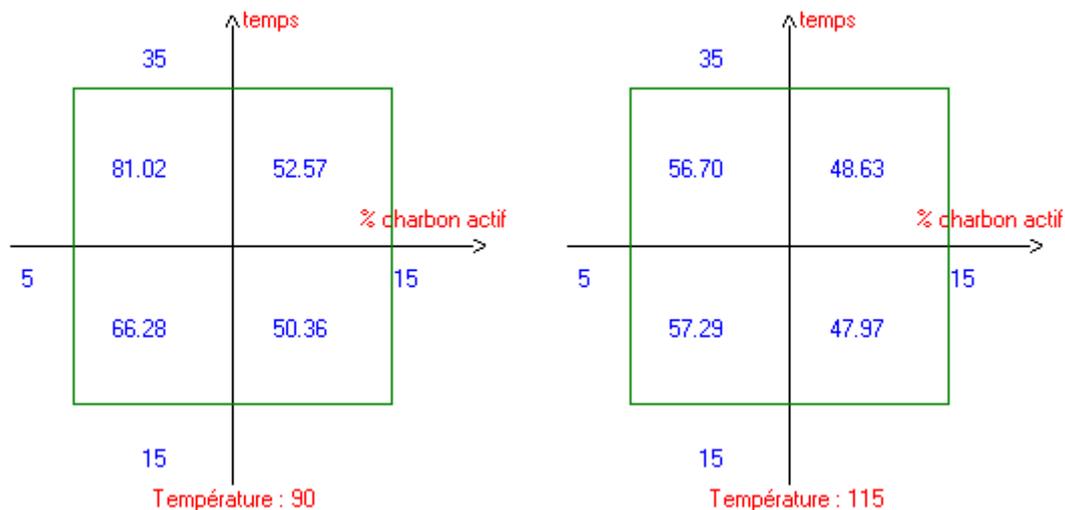


Figure 23 : représentation graphique d'interaction X1*X3*X4

La transmittance est optimale lorsque les facteurs sont réglés en :

- ✓ % CA en niveau haut ;
- ✓ T en niveau bas ;
- ✓ TS en niveau haut, donc on peut maintenant conclure que le niveau haut est le réglage optimal pour avoir la transmittance optimale.

3 Conclusion de l'étude

3.1 Résultats techniques

Après l'étude du phénomène de la décoloration de l'huile par la MPE on peut conclure que pour avoir une huile d'olive avec une décoloration optimale, il faut régler les paramètres comme suit :

Le pourcentage de la terre décolorante doit être dans le niveau haut, donc on doit travailler avec un pourcentage égal à 0,9 %. Et le pourcentage du charbon actif doit être dans le niveau bas, donc il faut travailler avec une quantité de 5%. Pour pouvoir éliminer les pigments et les impuretés qui fournissent à l'huile sa coloration.

Le temps de séjour dans le réacteur doit être dans le niveau haut, c'est-à-dire on doit laisser l'huile en contact avec la terre décolorante et le charbon actif pendant 35 min, car il doit être suffisant pour le transfert de la quantité maximale des colorants.

La température du milieu doit être dans le niveau bas, il faut alors faire la décoloration à une température de 90 °C, parce qu'une augmentation excessive de la température influence, d'une part, sur la structure des colorants car l'humidité présente dans la terre est éliminée trop rapidement provoquant ainsi un effondrement de la structure réticulaire de la terre ce qui réduit son aire de surface effective avant qu'elle n'ait pu accomplir son travail, d'autre part la vitesse d'oxydation des huiles est approximativement triplée pour chaque augmentation de 10°C et les pigments les plus influencés par la chaleur sont des caroténoïdes qui peuvent se transformer en stéréo-isomères par la chaleur, cette dernière peut provoquer l'auto-oxydation et donner naissance à de nouveaux pigments colorés.

3.2 Incidences économiques

En réalisant le procédé de décoloration de l'huile d'olive avec les nouvelles réglages on peut réduire le coût de revient du produit fini sur plusieurs plans qui sont :

Sur le plan énergétique : la société effectue la décoloration de l'huile d'olive à une température égale à 110 °C, les nouveaux paramètres ont permis de réduire cette température à 90 °C, ce qui permet à la société d'économiser considérablement l'énergie de chauffage. Ce gain d'énergie est difficilement calculable.

Sur le plan des matières premières : sachant que la société utilise 0,9 % de la terre décolorante et 10 % du charbon actif, et que les nouveaux réglages n'exigent que 5% du charbon actif, alors certainement le coût de revient va se réduire, en effet pour une production de 1000 tonne d'huile d'olive la société consomme 900 kg du charbon actif, et chaque Kg du charbon actif coûte 31 DH, donc la société dépense 27900 DH, alors que avec les réglages proposées elle peut économiser 50% de cette somme, c'est-à-dire, elle peut gagner 13950 DH sur chaque 1000 tonnes d'huile d'olive produites.

4 Fonction désirabilité

La fonction désirabilité est très utile quand il faut trouver le meilleur compromis entre plusieurs réglages. Cette fonction a été proposée par Derringer et Suich et elle figure dans de nombreux logiciels de plans d'expériences. Elle est très facile à utiliser et rend de grands services.

Commençons par définir la fonction désirabilité pour une seule réponse. Cette fonction varie de 0 à 1. La valeur 1 correspond à une satisfaction maximale, la valeur 0 à un refus complet.

Par exemple, supposons que vous désiriez une transmittance supérieur à 70%. En dessous de 70%, vous estimez que la décoloration de l'huile n'est pas satisfaisante, et donc la fonction désirabilité correspondante vaut 0 pour toutes les transmittances entre 0 et 70%. En revanche, au-delà de 70%, vous êtes satisfait et la fonction désirabilité correspondante vaut 1 pour toutes les transmittances égaux ou supérieurs à 70%.

On peut représenter la fonction désirabilité comme sur la figure 24. Cette fonction reste à la valeur 0 tant que la valeur de la réponse ne convient pas et passe à 1 dès que la valeur de la réponse convient.

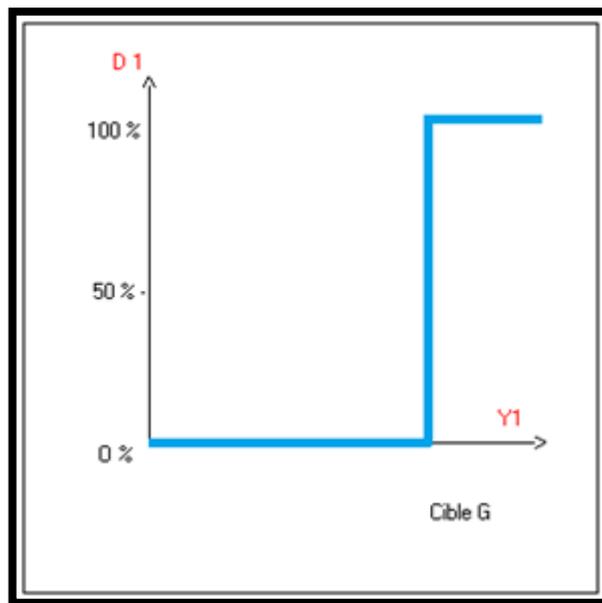


Figure 24 : Graphe de la fonction de désirabilité

Cette représentation est brutale et sans nuances. Si on a une transmittance de 69 % c'est presque la même chose que 71%, et pourtant la fonction désirabilité passe de 0 à 1. Il faut introduire un peu de souplesse et de progressivité. On va donc introduire des valeurs intermédiaires entre les valeurs qui ne conviennent pas et celles que l'on souhaite. Par exemple, on fixe la grille suivante :

- ✓ désirabilité = 0 pour une transmittance de 60 % et moins ;
- ✓ désirabilité = 0,50 pour une transmittance de 65 % ;
- ✓ désirabilité = 1 pour une transmittance de 70 % et plus.

La figure 25 représente la nouvelle fonction ajustée, elle est nommée Fonction désirabilité unilatérale gauche.

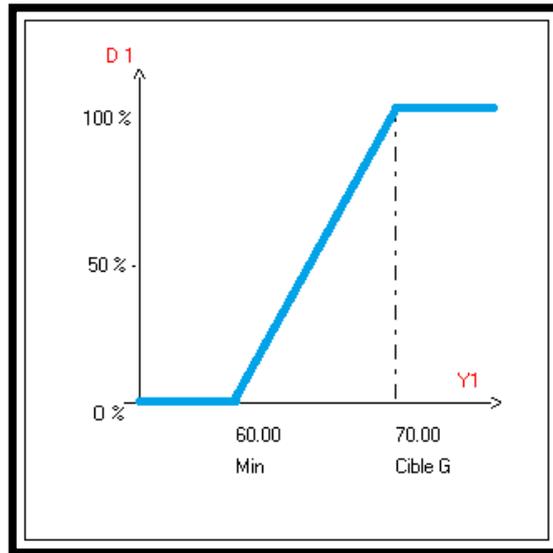


Figure 25 : Fonction désirabilité unilatérale gauche

Le logiciel des plans d'expériences comme le Nemrodw permet de rechercher la réponse cible dans le domaine d'étude, et calcule les paramètres qu'il faut appliquer pour atteindre l'objectif fixé. Dans la suite on va visualiser les étapes suivies dans la manipulation de ce logiciel :

- ✓ Après lancement du logiciel on choisit la fonction de la désirabilité.

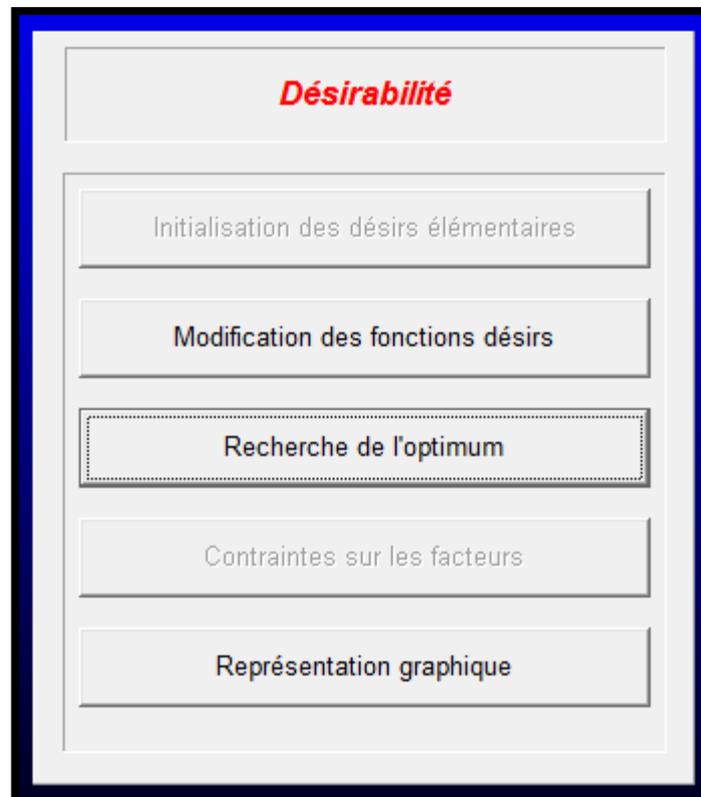


Figure 26 : menu de la fonction désirabilité

- ✓ On clique sur recherche de l'optimum puis calcul pour que le logiciel commence à chercher les conditions convenables.

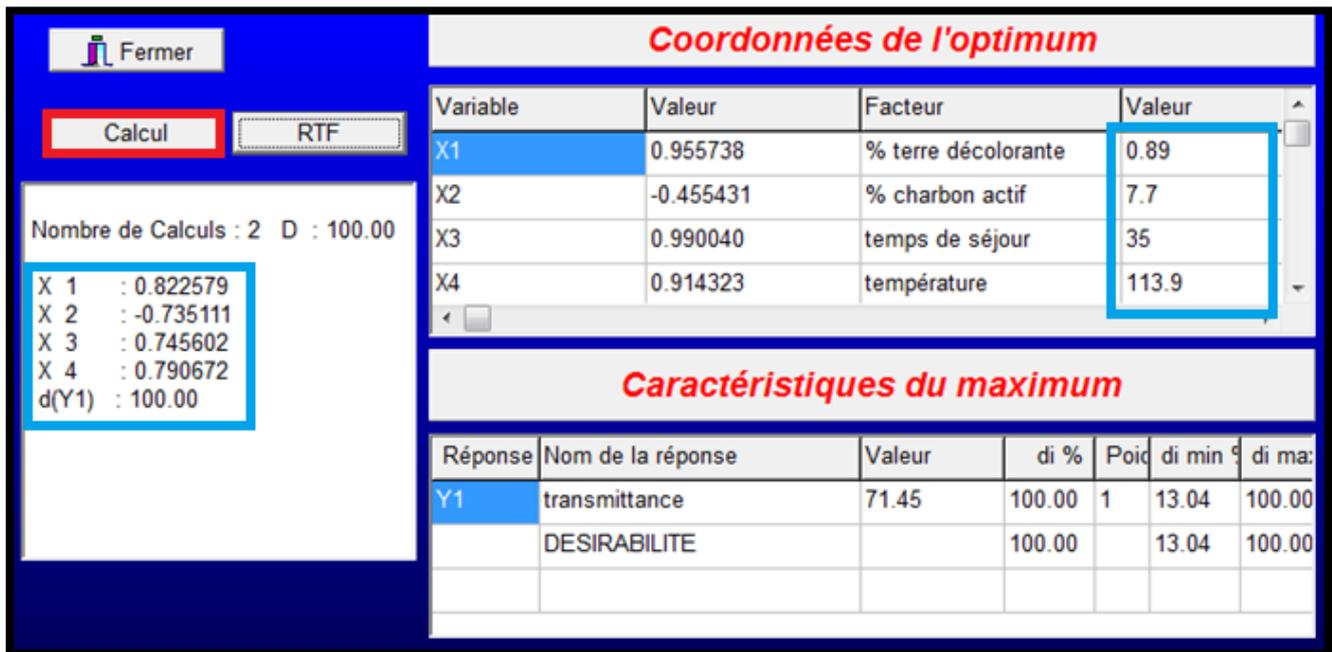


Figure 27 : recherche de l'optimum (coordonnées de l'optimum)

On peut aussi avoir une représentation graphique en 2D et 3D du domaine d'étude qui contient la valeur ciblée, en effet le domaine hachuré avec des traits en bleu sur le premier graphe représente la surface de réponse où existe notre valeur cible, et sur le deuxième graphe on a une représentation de la surface de réponse en fonction de la fonction désirabilité.

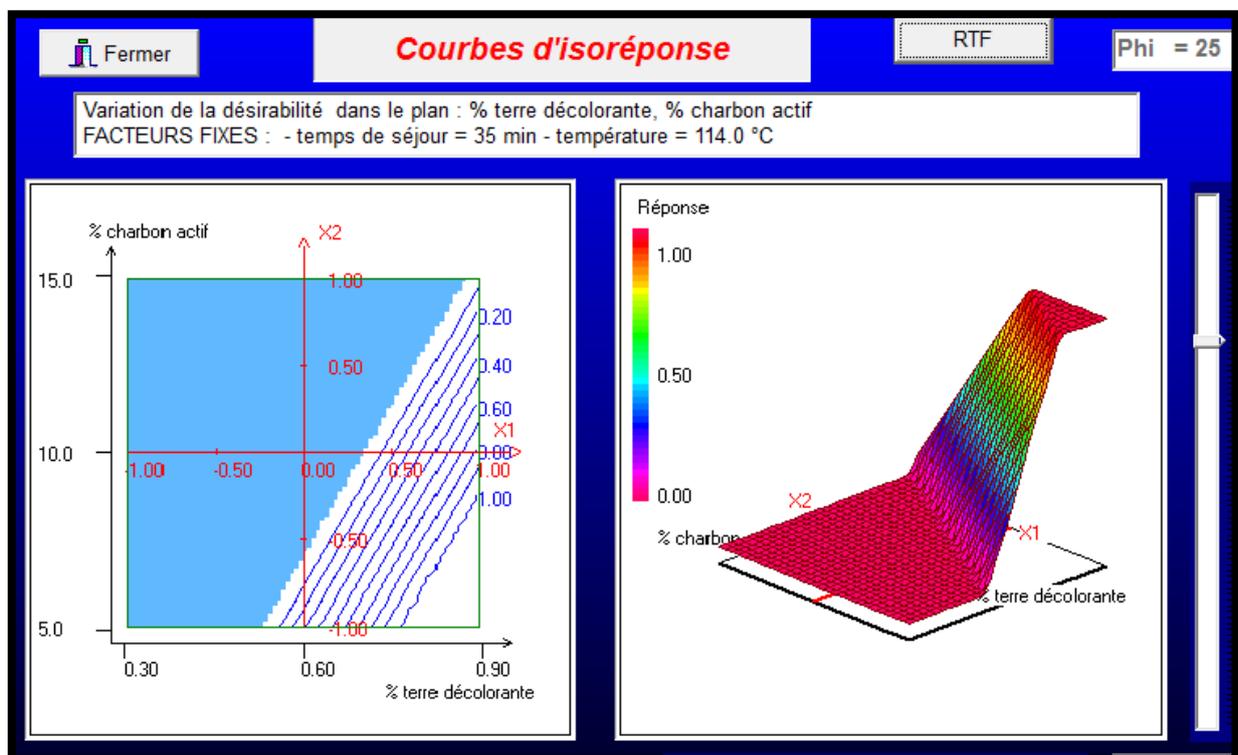


Figure 28 : représentation graphique de la surface de réponse

On peut aussi fixer quelques paramètres comme le % CA et TS, puis chercher les autres d'une telle manière à atteindre notre objectif (la réponse cible est égale ou supérieure à 60 % de transmittance).

Variables fixées			
Variable	fixée	Facteur	fixé
X2	-1.000	% charbon actif	5
X3	0.000	temps de séjour	25

Figure 29 : facteurs fixés

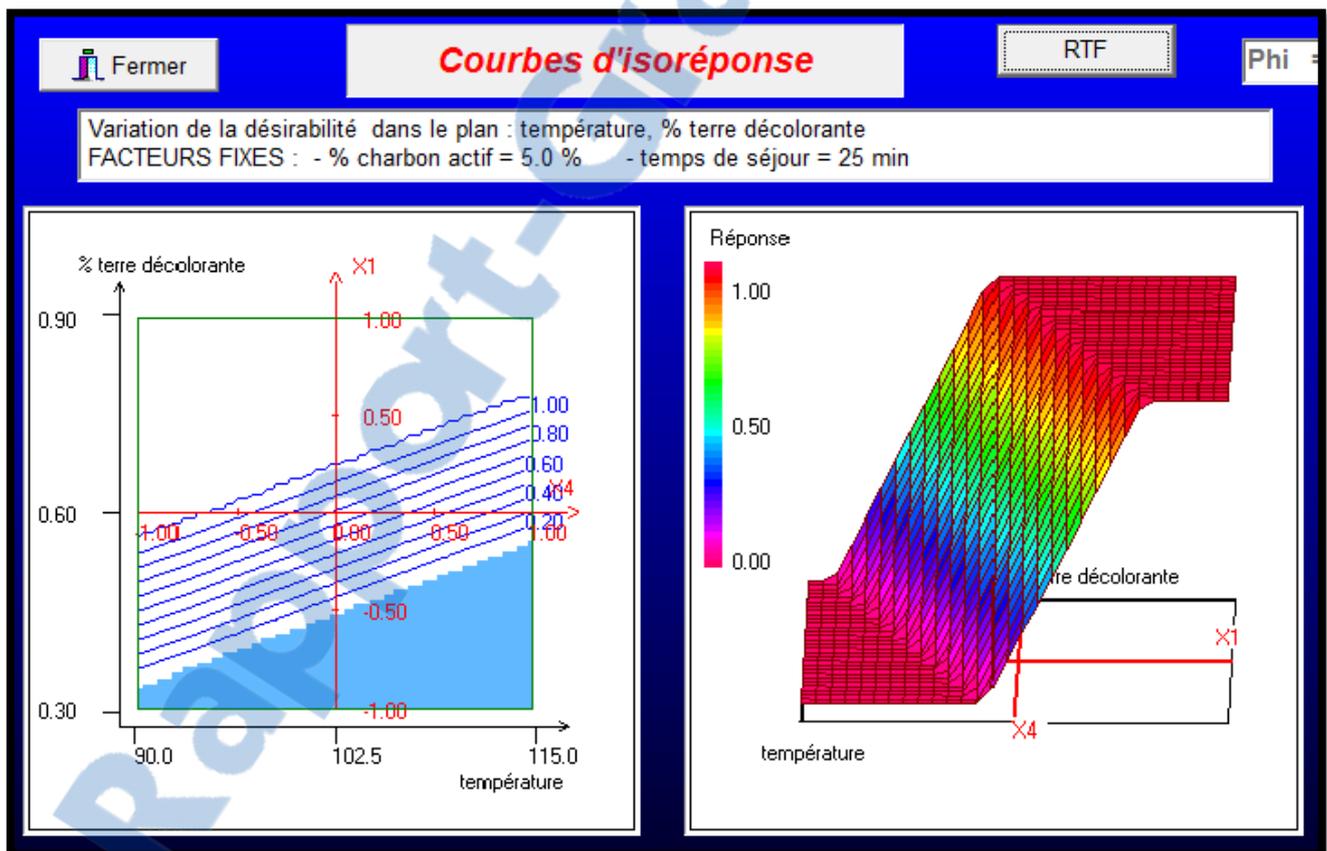


Figure 30 : représentation graphique de la surface de réponse

Conclusion

Conclusion

Dans le cadre de ce projet de fin d'étude, nous avons été appelé à améliorer le raffinage de l'huile d'olive par l'optimisation des processus de décoloration. Cette optimisation vise à trouver les conditions favorables à la production d'une huile bien décolorée et caractérisée par une transmittance supérieure à 60 %.

L'analyse de processus de décoloration a été réalisée par le diagramme d'Ishikawa qui nous a permis de repérer l'ensemble des facteurs ayant une influence sur le processus, à savoir le taux de décolorant (pourcentage de la terre décolorante et du charbon actif), la température et le temps de séjour.

Un plan factoriel complet a été adopté comme plan d'optimisation pour déterminer les conditions optimales nécessaires à l'optimisation de la transmittance de l'huile d'olive.

Le traitement des résultats des expérimentations par le logiciel « NEMROD'W » a permis d'évaluer le degré d'influence des quatre facteurs et leurs interactions sur le processus de décoloration, et aussi de minimiser les pertes au niveau des matières premières et l'énergie thermique ; en effet on a conclu que pour avoir une décoloration maximale on a besoin que de 5 % du charbon actif et chauffer l'huile sans dépasser 90 °C et garder le % de la terre décolorante et le temps de séjour a leurs niveau normale, c'est-à-dire garder 0,9% de la terre décolorante en contact avec l'huile d'olive pendant 35 min.

Références bibliographiques

- (1) aicha.com/Fiche publicitaire de la société.
- (2) Fiche technique de la société.
- (3) LES LIPIDES Science Alimentaire/Ecole Polytechnique Fédérale/Lausanne/Page 68.
- (4) Cahier des Modes Opératoires / laboratoire raffinerie.
- (5) LES LIPIDES Science Alimentaire/Ecole Polytechnique Fédérale/Lausanne/Page 70.
- (6) Pagès-Xatart-Parés, technique d'ingénieur.
- (7) http://www.azaquar.com/iaa/index.php?cible=ta_huilerie_01



Université Sidi Mohammed Ben Abdellah

Faculté des Sciences et Techniques

www.fst-usmba.ac.ma



FILIERE INGENIEURS IAA

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat

Nom et prénom : Mohcine EL BOUSGHY

Année Universitaire : 2010/2011

Titre : Optimisation de la décoloration de l'huile d'olive

Résumé

Dans ce mémoire de projet de fin d'étude, nous avons exploité la stratégie d'expériences pour étudier le phénomène de la décoloration de l'huile d'olive au sein de la raffinerie des conserves de Meknès, le but de cette étude étant d'optimiser les paramètres clés pour avoir une décoloration optimale. En utilisant un plan factoriel complet à deux niveaux (bas et haut) et à quatre facteurs (% TD ; % CA ; TS et T°), on a déterminé les effets de chaque facteur influant et ses interactions. Les résultats obtenus nous ont permis d'avoir une transmittance optimale de l'huile d'olive avoisinant les 90 % et en même temps de minimiser les pertes au niveau des matières premières et de l'énergie thermique, et par conséquent, des économies considérables relatives aux charges de production.

Mots clés:

Raffinage des huiles végétales, décoloration de l'huile d'olive, plans d'expériences, fonction désirabilité, etc.