

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

*Suivi de la teneur des acides gras pendant
l'étape de désodorisation de l'huile de soja*

Présenté par :

◆ NAJDI ABDELALI

Encadré par :

- ◆ M^{me} EL FARROUDI fatima (SIOF)
- ◆ P^r BOUKIR abdellatif (FST)

Soutenu Le 10 Juin 2021 devant le jury composé de :

- P^r BOUKIR Abdellatif
- P^r CHAKROUNE Said
- P^r RAKASS Souad

Stage effectué à la société industrielle oléicole de Fès

Année Universitaire 2020 / 2021

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS

✉ B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

☎ Ligne Directe: 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard: 212 (0)5 35 60 82 14 Site web: <http://www.fst-usmba.ac.ma>

Dédicaces

Je Dédie ce travail à :

Ma Chère Mère Khadija

Mon Père Azize

*Dont le mérite, les sacrifices et les qualités humaines
m'ont permis de vivre ce jour.*

Mes Frères

Otmane, Abdessamad, Driss

Tous les gens m'aiment

Rachid, Mounir, Hamza.....

Abdesali

Remerciements

Je remercie en premier lieu, **Dieu** de m'avoir aidé pour atteindre ce but et de défier tous les obstacles afin d'accomplir ce modeste mémoire de fin d'étude.

Tout d'abord j'adresse ma gratitude à mon encadrant, P^r **BOUKIR Abdellatif**, pour sa grande disponibilité, sa rigueur, ses précieux conseils qui m'ont servi de guide lors de ma période de stage.

Je porte tout ma reconnaissance à M^r **HARRACH Ahmed** le responsable de filière génie chimique et je lui exprime mon respect et ma haute considération.

Je remercie vivement tous les membres de jury P^r **CHAKROUNE Said** et P^r **RAKASS Souad** d'avoir accepté de participer à l'évaluation de ce modeste travail.

Je remercie également M^{me} **FARROUDI Fatima** (responsable de laboratoire) encadrante au sein de la société qui m'a prodigué ses précieux conseils pour profiter pleinement de mon stage et réussir au mieux mon rapport.

Je n'oublierais pas d'adresser mes sincères remerciements au Monsieur le directeur de **SIOF** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon Stage dans une prestigieuse unité industrielle.

Aussi, je tiens toute ma profonde gratitude au personnel du laboratoire pour leurs aides, soutiens qui ont fait preuve de beaucoup de compréhension et de disponibilité à mon égard.

Mes remerciements vont également à tout le personnel de cette entreprise pour leur collaboration précieuse et leur aide très utile qui n'a nullement hésité à me faire profiter de leur expérience et leur savoir-faire.

Liste des acronymes

- % : pourcentage
- AC : acidité
- AG : Acides gras
- AGL : acides gras libres
- °C : degré Celsius
- Di : distillat
- E : échangeur
- g/mol : gramme/mole
- Kg/h : kilogramme/heure
- KOH : Hydroxyde de potassium
- L : litre
- mbar : millibar
- mmhg : Le millimètre de mercure
- N : Normalité
- NaOH : Hydroxyde de sodium
- P : pompe
- Pr : pression
- SIOF : société industrielle oléicole de Fès
- T : température

SOMMAIRE

DÉDICACES	i
REMERCIEMENTS	ii
LISTE DES ACRONYMES	iii
LISTE DES FIGURES	iv
LISTE DES TABLEAUX	v
INTRODUCTION	1
CHAPITRE I: Présentation de la société SIOF	
1. Historique	3
2. Activités de la société	3
3. Gamme de produits	4
4. Différentes huiles traitées au sein de la SIOF	5
5. Organigramme de la société	7
CHAPITRE II: Processus de la production d'une huile végétale	
1. Introduction	9
2. Objectif du raffinage	9
3. Différentes étapes du raffinage	9
3.1 Réception des huiles brutes	11
3.2 Démucilagination (ou dégomme)	11
3.3 Neutralisation	12
3.4 Lavage	13
3.5 Séchage	14
3.6 Décoloration	15
3.7 Filtration	16
3.8 Désodorisation	17
4. Conditionnement	18

4.1 Soufflage	18
4.2 Remplissage et bouchage	19
4.3 Etiquetage et codage	19
4.4 Emballage	19

CHAPITRE III: Suivi de la teneur des acides gras pendant l'étape de désodorisation

Partie 1: Colonne de désodorisation	21
1. Introduction	21
2. Principe	21
3. Procédé	21
4. Paramètres influents	22
5. Composés éliminés (distillat)	23
Partie 2: Etude expérimentale	24
1. Objectif	24
2. Echantillonnage	25
3. Contrôle de l'acidité	25
4. Résultats Expérimentaux et Discussions	27
Conclusion	29
Références Bibliographiques	vi

Liste des figures

Figure 1 : L'organigramme de la société SOIF.....	7
Figure 2: Schéma général du raffinage de l'huile de soja au sein de la SIOF.....	10
Figure 3: Schéma représentatif de l'étape de la démucilagination de l'huile de soja.....	12
Figure 4: Schéma représentatif de l'étape de neutralisation de l'huile de soja	13
Figure 5: Schéma représentatif de l'étape de lavage de l'huile de soja	14
Figure 6: Schéma représentatif de l'étape de séchage de l'huile de soja	15
Figure 7: Schéma représentatif de l'étape de décoloration et la filtration de l'huile de soja	16
Figure 8: Schéma représentatif de l'étape de désodorisation de l'huile de soja	17
Figure 9: Souffleuse.....	18
Figure 10: Remplisseuse des bouteilles	19
Figure 11: Appareil d'étiquetage.....	19
Figure 12: Emballage.....	19
Figure 13: Etapes de dosage de l'acidité de l'huile désodorisé.....	26
Figure 14: Variation de l'acidité du distillat de l'huile de soja désodorisé pendant 20 jours.....	28

Liste des tableaux

Tableau 1: Compositions pour 100 g de l'huile de Soja.....	5
Tableau 2: Compositions pour 100 g d'huile de tournesol.....	6
Tableau 3: Compositions pour 100 g d'huile d'olive.....	6
Tableau 4: Variation de la température (°C), débit (Kg/h), vide (mbar) et débit de la soude (l/h) en fonction de l'acidité (%) du distillat de l'huile de soja.....	27

INTRODUCTION

Une huile alimentaire est une huile végétale comestible, fluide à la température de 15 °C produite par le secteur agroalimentaire quand elle est destinée à la commercialisation, Les procédés industriels permettent d'extraire quasiment toute l'huile des graines. Le détail des procédés diffère selon la graine concernée. **[1]**

L'huile brute à différentes origines à savoir l'olive, le tournesol, le soja...doit passer par plusieurs étapes de raffinage afin de la rendre comestible avec un bon aspect, neutre au goût, résistant à l'oxydation, adaptée à l'emploi désiré et débarrassé de toutes substances toxiques ou nocives. Le principal produit de La société industrielle oléicole de Fès (SIOF) est l'huile de soja, car c'est l'huile la plus consommée à travers le royaume.

Dans ce cadre, durant ce stage au sein de la SIOF, on s'est intéressé au suivi du procédé de fabrication de l'huile de soja et au contrôle de sa qualité, et plus précisément pendant l'étape de désodorisation de l'huile, qui est contrôlée par les facteurs de température, de pression et de vapeur, pour avoir un produit commercial qui respecte les normes de santé.

Le plan de ce travail se présente comme suit:

- Premièrement, présentation de l'entreprise ainsi qu'un aperçu sur son historique.
- Deuxièmement, décrira le processus de production et le conditionnement au sein de la société de SIOF.
- Et enfin de faire un suivi de la teneur des acides gras pendant l'étape de désodorisation de l'huile de soja.

CHAPITRE I :

CHAPITRE I :

PRESENTATION DE

LA SOCIETE SIOF

1. Historique

La Société Industrielle Oléicole de Fès (SIOF) a été créée en 1961 sous forme d'une société familiale (famille LAHBABI).

- 1961 : Création de la société industrielle oléicole de Fès par la famille Lahbabi avec la trituration d'olives, l'extraction d'huile de grignon et la conserve d'olive.
- 1966 : La SIOF a eu l'autorisation de créer une usine de raffinage des huiles alimentaires.
- 1972: Acquisition des équipements nécessaires pour la fabrication d'emballage et conditionnement des huiles alimentaires.
- 1982: Modernisation de l'unité de raffinage.
- 1986: Développement de la SIOF: SIOF s'étend sur la totalité du royaume chérifien - L'ouverture de plusieurs dépôts au Maroc : Marrakech, Oujda, Casablanca, Oued Zen et Meknès.
- 1995: La construction de la première usine d'extraction d'huile de grignon. 1996 : Après la libéralisation au Maroc, la SIOF a modernisé l'unité de conserve d'olive et augmenté la capacité d'extraction d'huile de grignon.
- 2002-2003: La société a installé deux chaînes de production pour le conditionnement des huiles en format (0,5L, 1L, 2L et 5 L).
- 2007: Création de la filiale Domaine El Hamd : une plantation de 220 hectares d'olivier et une unité d'extraction d'huile. [2]

2. Activités de la société

SIOF « Société Industrielle Oléicole de Fès » est l'une des 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, raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.

Les activités de SIOF sont réparties entre trois sites, à Fès

Le 1^{er} est situé dans la zone industrielle de Sidi Brahim et s'étend sur une superficie de 20000 m². Il s'occupe de la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.





Le 2^{ème} se trouve dans la zone industrielle de Dokkarat et occupe une surface de 12000 m².
Il assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.

Le 3^{ème} site situé dans une ferme localisée dans les régions d'Aïn Taoujdate dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon. [2]

3. gamme de produits

La SIOF produit une large gamme de produits qui lui permet de toucher une large partie de consommateurs sur le marché national. [2]

❖ Les produits de l'huile :

SIOF	Moulay driss	Andaloussia	Frior
huile de table raffinée à base de soja	huile d'olive vierge courante	huile d'olive vierge courante	huile de friture 100% tournesol
			

❖ Les produit d'olive :

Olive « conserve »	Olive « Bocal »	Olive « seaux »
		

4. Les différentes huiles traitées au sein de la SIOF

4.1 Huile de soja

Le soja ou le soya est une plante grimpante de la Famille des Fabacées, proche du haricot, largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde. [3]



Cette huile fréquemment utilisée pour la friture de restauration rapide ou dans la préparation des aliments transformés, il est aussi

une source de vitamine E, aux vertus antioxydants prouvées. Elle protège également la membrane des cellules, qui se rigidifie sous les attaques des radicaux libres recommandée pour prendre soin de la peau. L'huile de soja est extraite des pois par broyage ou par extraction chimique. [4]

Tableau 1: Compositions pour 100 g de l'huile de Soja.

Composé	Teneur pour 100g
Total acides gras mono-insaturés	22,783 g
Total acides gras poly-insaturés	57,74 g
Total acides gras saturés	15,65 g
Vitamine E	8,18 mg
Vitamine K	183,9 µg

4.2 Huile de tournesol

Le Tournesol est une grande plante annuelle riche en huile alimentaire (environ 40% de sa composition).



Le principal domaine d'application des huiles de tournesol est l'alimentation

humaine, comme huile de salade, huile de cuisine ou pour la préparation des margarines.

L'huile de tournesol est extraite de graines décortiquées soit par broyage soit par pressage.

Tableau 2: Compositions pour 100 g d'huile de tournesol.

composé	Teneur pour 100g
Acides gras saturés	10,3 g
Acides gras mono-insaturés	19,5 g
Gras polyinsaturés	65,7 g
Vitamine E	41,08 mg
Vitamine K	5,4 µg

4.3 Huile d'olive

L'huile d'olive est une variété d'huile alimentaire, à base de matière grasse végétale extraite des olives lors de la trituration dans un moulin à huile. Elle est aussi très riche en Vitamine A, B, K et plus particulièrement en vitamine E, les provitamines A (exemple de carotène), les sels minéraux. [8]



Tableau 3: Compositions pour 100 g d'huile d'olive. [8]

composé	Teneur pour 100g
Acides gras saturés	13,808 g
Acides gras mono-insaturés	72,961 g
Gras polyinsaturés	10,523 g
Vitamine E	15,29 mg
Vitamine K	60,2 µg

4.4 Huile de grignon

Les grignons d'olive sont un sous-produit du processus d'extraction de l'huile d'olive. Ils sont composés de résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. L'huile résiduelle est extraite par une extraction à froid ou par solvant. Cette « huile de grignon d'olive brute » doit être ensuite raffinée pour l'obtention de «olive Pomace oil» ou huile de grignons raffinée.



[9]

5. Organigramme de la société

La figure 1 représente l'organigramme de la société Industriel Oléicole Fès, avec ses différents services. [2]

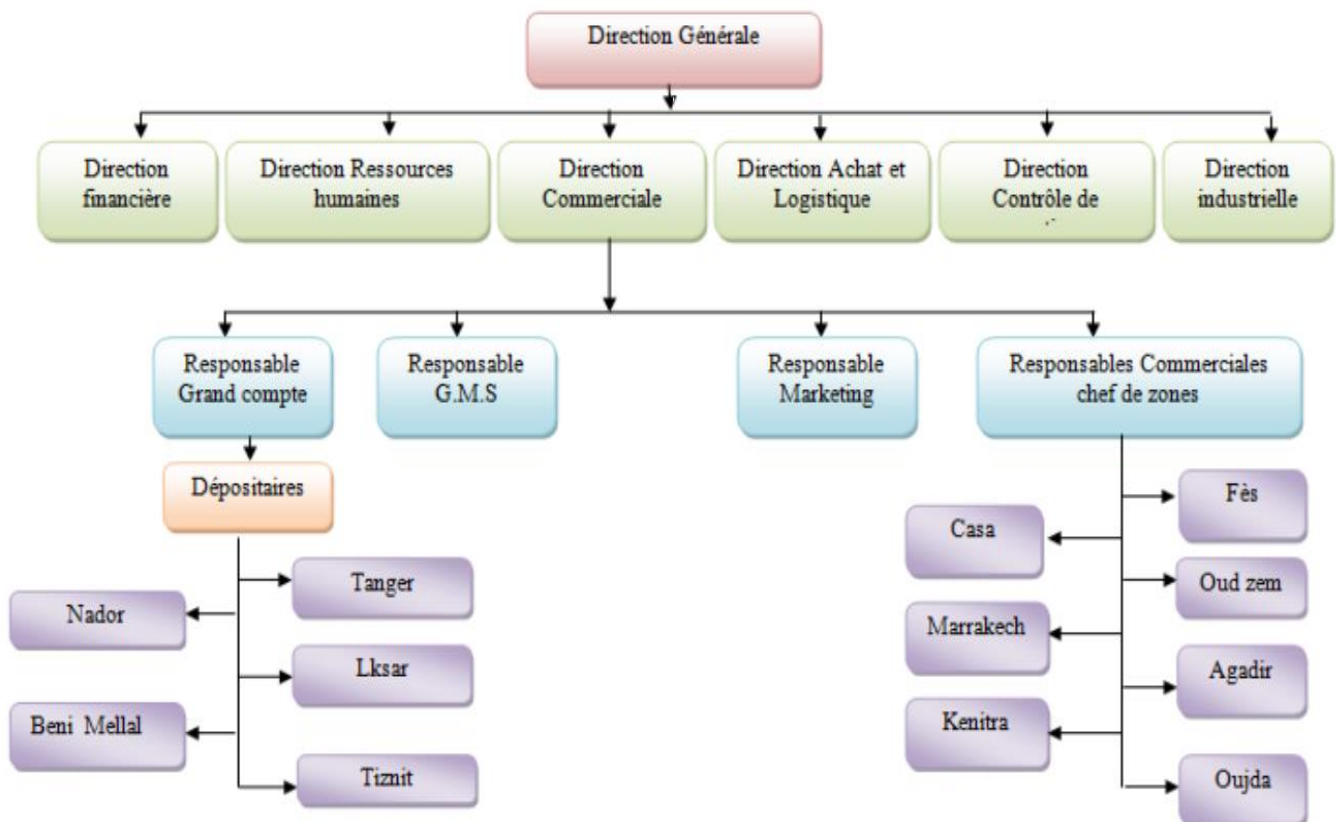


Figure 1 : L'organigramme de la société SOIF.

CHAPITRE II :

CHAPITRE II :

**PROCESSUS DE LA
PRODUCTION D'UNE
HUILE VÉGÉTALE
(HUILE DE SOJA)**

1. Introduction

Au sein de la SIOF, l'huile de soja est importée de Brésil, Argentine et Aleman. Cette huile est stockée dans des citernes à Casablanca puis dans des fosses en SIOF, à Fès.

Les huiles brutes obtenues par pression ou par extraction, ou bien par combinaison des deux systèmes sont généralement inconsommables en l'état, puisque chargées d'impuretés variées. Il faut donc les rendre comestibles, c'est pourquoi le processus de raffinage commence. Donc le raffinage constitue une étape clé de la technologie de production des huiles, il permet d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents utilisateurs : alimentation humaine, animale, cosmétique...

2. Objectif du raffinage

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation. **[10]**

Le raffinage a pour but, d'éliminer les impuretés qui le rendent impropre à la consommation. En effet, les huiles contiennent de nombreux composés bénéfiques comme les vitamines (E et K) et d'autres composés nuisibles à la qualité de l'huile comme les acides gras, les pigments et les agents odorants... Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile de qualité organoleptique et biochimique satisfaisante.

Les principes de base durant la fabrication afin de maintenir une excellente qualité sont:

- Eviter des contaminations.
- Eviter le contact avec l'air.
- Contrôler que chaque étape de production enlève les impuretés qu'elle est supposée enlever.
- Respecter la quantité de soude caustique ajoutée à la neutralisation.

3. Différentes étapes du raffinage

Le raffinage est constitué par une série d'opérations que doit subir une huile brute dont les principales étapes sont ; la démulcination, la neutralisation, le lavage, la décoloration et la désodorisation. **[11]**

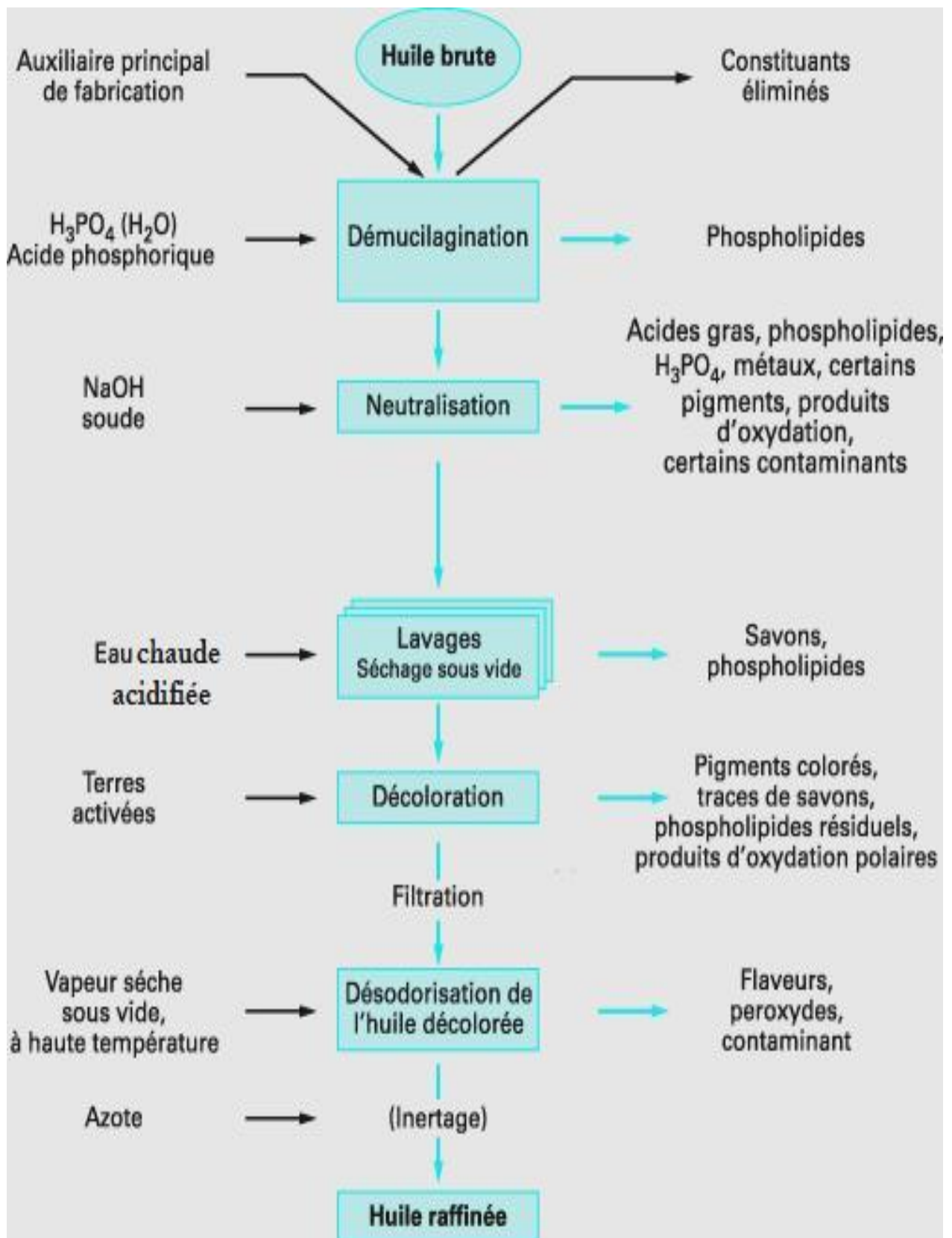


Figure 2: Schéma général du raffinage de l'huile de soja au sein de la SIOF

3.1 Réception des huiles brutes

Pesage des huiles brutes.

Déchargement des huiles des citernes aux cuves de stockage en acier inoxydable, au moyen de tuyaux munis d'un filtre destiné à retenir les éventuels corps étrangers.

Stockage temporaire des huiles dans les cuves de stockage, au niveau de la SIOF il y a 5 cuves de stockage (3 cuves pour l'huile de soja, 1 pour l'huile de tournesol et 1 pour l'huile de grignon).

3.2 Démucilagination (ou dégomme)

But :

La démucilagination est la première étape du raffinage d'huile, c'est une opération nécessaire qui consiste à éliminer les composés des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de l'acide phosphorique H_3PO_4 . **[12]**

Les trois principes de base du processus de dégomme sont résumés comme suit:

- Elimination de phospholipides;
- Hydratation rapide des phospholipides;
- Elimination des phospholipides non hydratables par un traitement avec des acides. **[10]**

La présence des mucilages dans l'huile peut entraîner aussi un certain nombre d'inconvénients :

- Ils provoquent des émulsions.
- Ils réduisent le rendement lors de la première opération de filtration car ils désactivent les terres décolorantes, ce qui provoque un colmatage rapide des filtres.
- Leur présence conduit à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation ; une huile raffinée mal débarrassée de ces phospholipides s'acidifie, s'oxyde et prend rapidement un goût désagréable. **[10]**

Procédé :

L'huile brute est aspirée vers une cuve de stockage au moyen d'une pompe permettant le réglage du débit, L'huile brute est ensuite préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée dans un échangeur à plaque contre-courant, avant de la refouler à la cuve de lancement où le débit de l'huile brute est régulé, l'huile est ensuite filtrée dans deux filtres à double corps afin de la débarrasser des impuretés solides qu'elle peut contenir. Puis l'huile brute chauffée à 85 -90°C dans un échangeur à spirale avec de la vapeur des eaux adoucies venant de la chaudière, cette

opération a pour but de diminuer la viscosité de l'huile, ensuite à l'aide d'une pompe, l'acide phosphorique est injecté de 0,1 à 3% du débit de l'huile. L'huile et l'acide sont ensuite fortement agités dans un premier mixeur pour avoir un mélange intime, avant de le refouler vers le bac de contact dans lequel il va séjourner pendant 15 à 20 minutes, ce temps de séjour est suffisant pour le gonflement des mucilages afin d'obtenir une bonne séparation. [13]

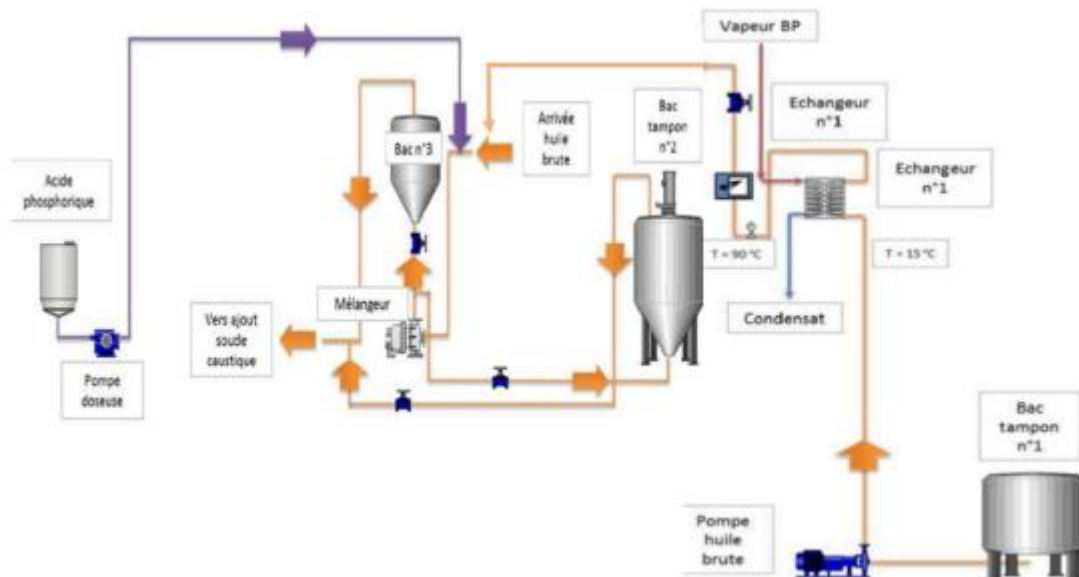


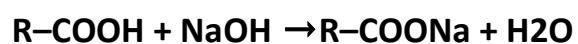
Figure 3: Schéma représentatif de l'étape de la démuléation de l'huile de soja.

3.3 Neutralisation

But :

La neutralisation par la soude élimine les acides gras sous forme de savons appelés pâtes de neutralisation. Les pâtes contiennent également les mucilages, diverses impuretés, et de l'huile neutre entraînée sous forme d'émulsion. [10]

- Les AGL sont converties en savons selon la réaction suivant (**Réaction de saponification**) :

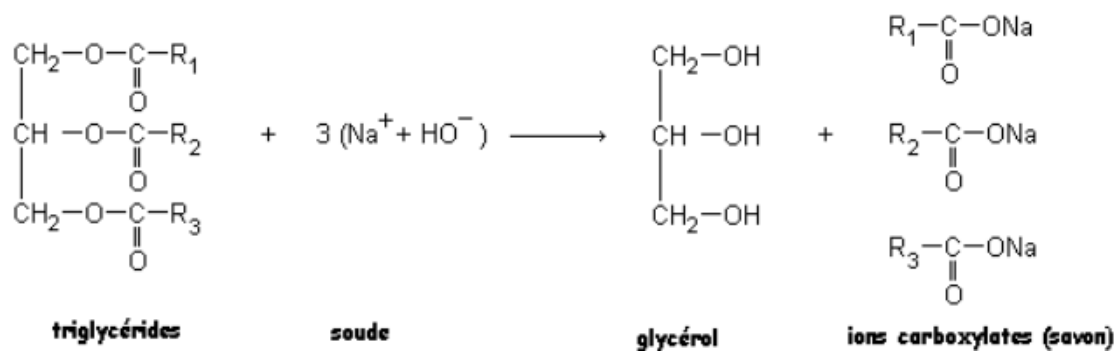


AGL soude savon eau

Avec :

- AGL: Acides gras libres

C'est une réaction équilibrée, ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation du savon, on ajoute une quantité bien déterminée de soude, si elle est mal dosée peut donner la saponification des triglycérides dite saponification parasite : [13]



Procédé :

À l'aide d'une pompe doseuse, la soude est injectée dans l'huile sortante du bac de contact, le mélange de l'huile et de la soude passe dans un mixeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyée vers un premier séparateur à bol-auto-débordeur (RSA150) assurant la séparation de l'huile (phase légère) et de les pâtes de neutralisation (phase lourde). [13]

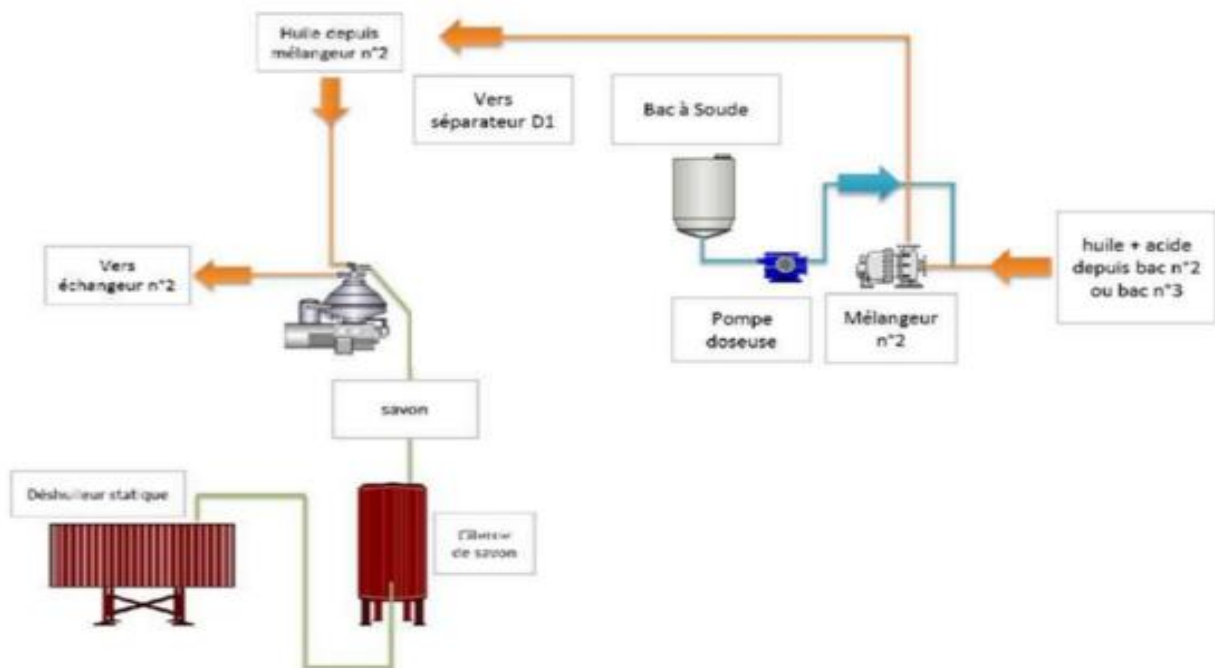


Figure 4: Schéma représentatif de l'étape de neutralisation de l'huile de soja.

3.4 Lavage

But :

Cette opération permet d'éliminer les savons résiduels et la soude en excès présents dans l'huile à la sortie de la neutralisation, ainsi que les traces de métaux et des phospholipides.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades, et l'eau de lavage doit être la plus chaude possible (90°C). [10]

Procédé :

L'huile de soja neutralisée subit un seul lavage, le lavage est effectué par de l'eau chaude (90°C) adoucie et acidifiée par l'acide citrique à 20%. Ensuite, le mélange passe dans un mixeur, puis subit une centrifugation pour séparer l'eau savonneuse de l'huile lavée dans séparateur auto-débordeur. [13]

Remarques :

- L'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.
- L'eau du lavage doit-être la plus chaude possible (environ 90°C).
- Pour l'huile de soja, le lavage effectuer en deux séparateurs (RSA150 et OSM8004)
- L'acide citrique facilite le lavage par action sur les savons et par augmentation de leur densité.

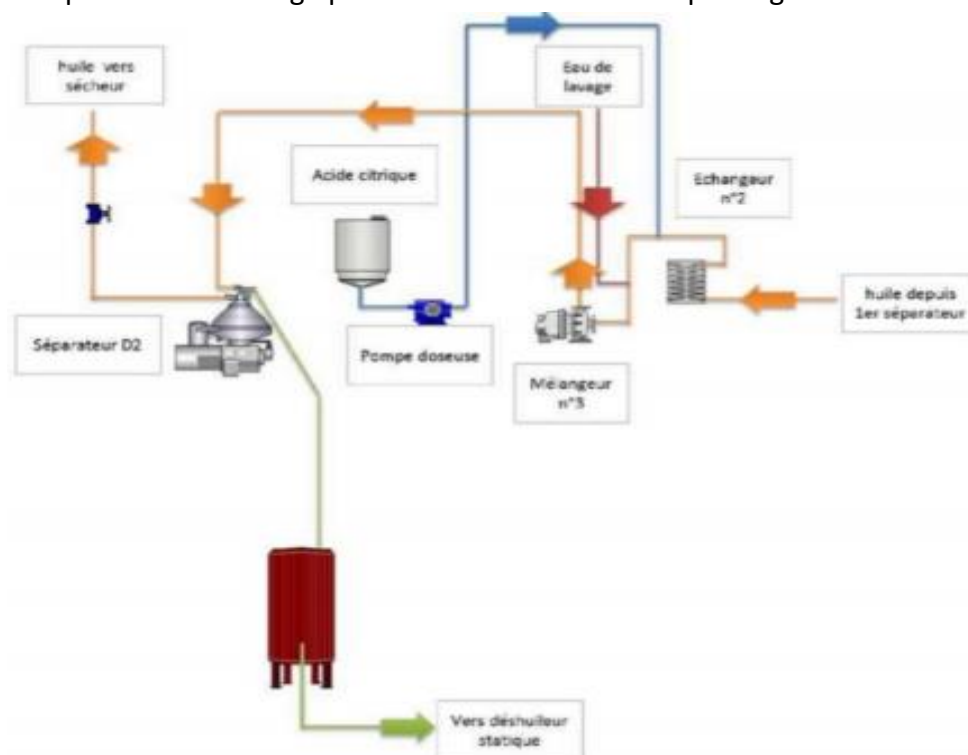


Figure 5: Schéma représentatif de l'étape de lavage de l'huile de soja.

3.5 Séchage

But :

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

La technique de séchage est basée sur le phénomène de l'évaporation de l'eau à une température inférieure à sa température normale d'évaporation, en appliquant de faibles pressions. [10]

Procédé:

La technique de séchage est simple Au niveau de la SIOF: L'huile est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale maintenue sous vide à une pression de 0,6 à 0,8 bar appelée sécheur, ce qui provoque l'évaporation de l'eau à des températures de 80-90°C.

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 mucilage ne dépassant pas 10 ppm. [13]

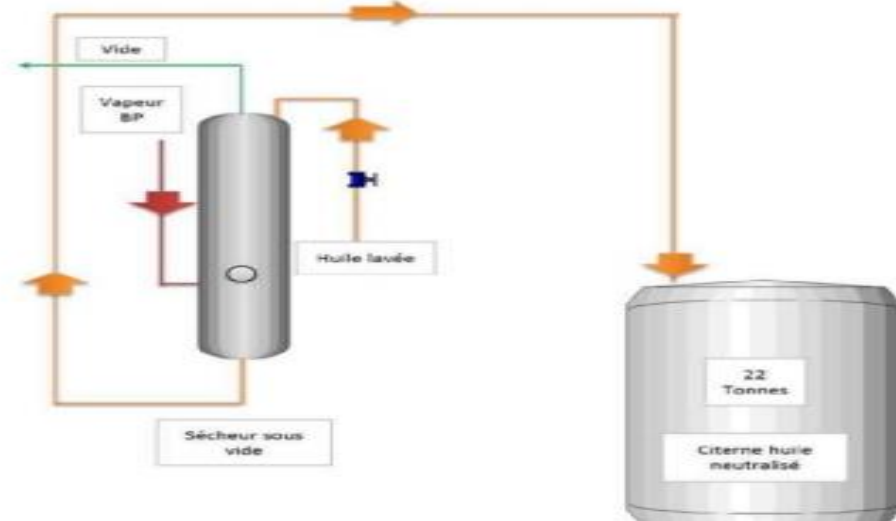


Figure 6: Schéma représentatif de l'étape de séchage de l'huile de soja.

3.6 Décoloration

But:

La décoloration est une étape qui consiste à éliminer les peroxydes et les pigments colorés (carotène et chlorophylle) que la neutralisation n'a que très partiellement détruit. Le phénomène physique qui intervient est l'adsorption sur des terres décolorantes ou du charbon actif. [10]

Procédé:

A la sortie du sécheur, l'huile est séparée en deux conduites. Environ 80% du débit d'huile séchée est pompé vers le décolorateur sous un vide de 20 à 30 mm Hg en passant par un échangeur de chaleur où l'huile est chauffée à une température de 90°C à 95°C ; Les 20% restant passent par un refroidisseur à une température de 40°C à 45°C, puis mélangé dans le bac mélangeur avec de la terre décolorante, pour avoir un bon mélange il faut un temps de contact de 20 min, puis le mélange rejoint les 80% de l'huile dans le décolorateur à 110°C, muni d'un

agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et empêche les dépôts au fond du décolorateur. [13]

3.7 Filtration

But:

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration, cette dernière se fait à travers un milieu poreux constitué par de la toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet le passage de l'huile seulement.

[10]

Procédé:

La filtration de l'huile chargée de terre de décoloration est réalisée dans des filtres hermétiques appelés : Filtres Niagara où la couche de terre se forme graduellement sur la face filtrante ; La pression de filtration maximale est de 4 bars ce qui détermine le changement d'un filtre à un autre. La durée du cycle pour un filtre est de 4h environ ; l'huile filtrée est recueillie dans un réservoir. Lorsque le niveau de fonctionnement niveau haut est atteint, mettre la pompe qui alimente les filtres de sécurité appelés filtres presse en marche. L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir. [13]

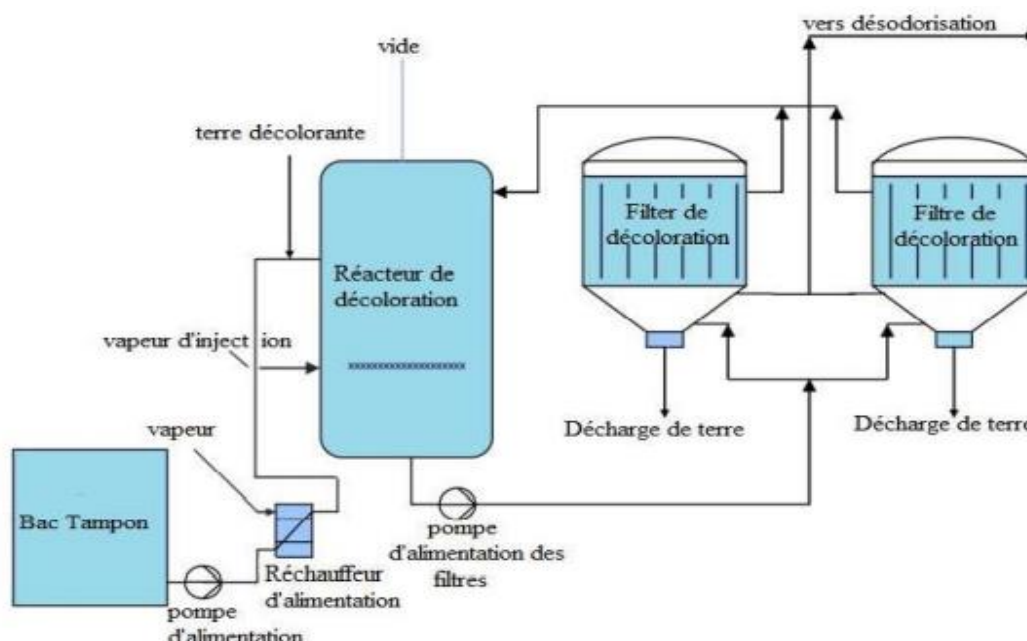


Figure 7: Schéma représentatif de l'étape de décoloration et la filtration de l'huile de soja.

3.8 Désodorisation

But:

La désodorisation est la dernière étape du raffinage des huiles, a pour but d'éliminer les substances volatiles comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, ainsi que les acides gras libres encore présents dont certains sont très sensibles à l'oxydation et d'éliminer aussi d'autres produits (stérols, tocophérol, hydrocarbures...). Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevée avec injection de vapeur. [12]

Procédé:

Après la filtration, l'huile maintenue à une température de 70°C, passe dans une série d'échangeurs pour que sa température atteigne 230°C. Puis l'huile est acheminée vers le désodoriseur où on injecte de la vapeur sèche dans l'huile qui est maintenue sous vide. Il s'agit donc d'un entraînement à la vapeur des substances odorantes qui sont plus volatiles que l'huile. Après, l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation. [10]

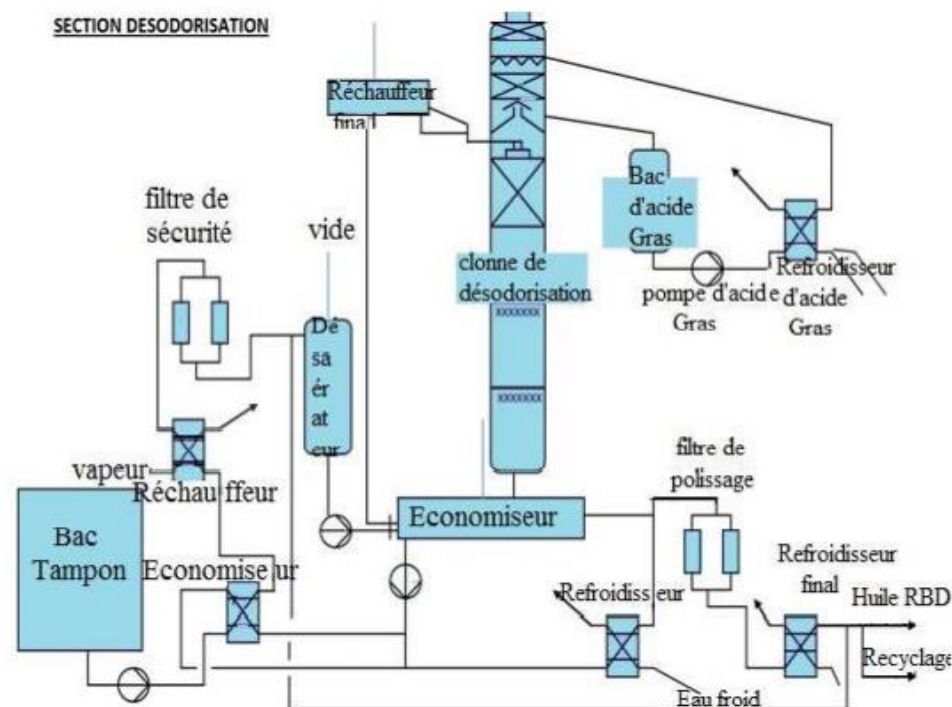


Figure 8: Schéma représentatif de l'étape de désodorisation de l'huile de soja.

Remarque:

- L'huile est enrichie par des vitamines A et D3, car lors du raffinage, l'huile s'appauvrit de ses qualités naturelles à cause de l'ajoute des différents produits chimiques.

4. Conditionnement

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

Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne appelée ½L / 1L dont laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne appelée 2L / 5L dont laquelle le remplissage se fait d'une façon volumique.

Le système du conditionnement comprend 4 étapes qui sont: Soufflage, Remplissage, bouchage, Etiquetage, codage et enfin Emballage

4.1 Soufflage

Le soufflage est une première qui contient plusieurs sous étapes:

- Chauffage : les préformes subissent un chauffage dans un four pour que la matière devienne pâteuse.
- Étirage : l'étirage par une tige d'élongation donne à la bouteille la hauteur prévue.
- Pré soufflage : le pré soufflage sous une pression de 7bar, a pour but de préparer la matière à subir une pression lors du soufflage.
- Soufflage : s'effectue sous une pression de 40bar.
- Dégazage : donne à la bouteille sa forme finale.

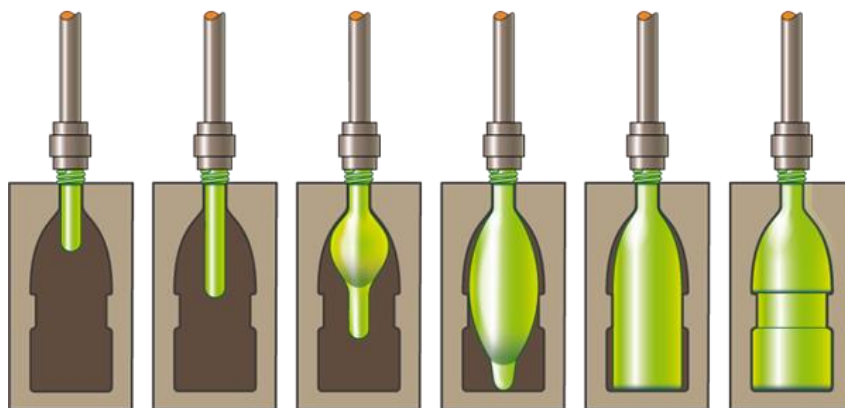


Figure 9: Souffleuse.

4.2 Remplissage et bouchage

Dans cette étape, les bouteilles est remplie par l'huile à travers de la remplisseuse, ces bouteilles seront par la suite fermées de la boucheuse. [2]



Figure 10: Remplisseuse des bouteilles.

4.3 Etiquetage et codage

Les bouteilles remplis seront étiquetées et codées. [2]



Figure 11: Appareil d'étiquetage.

4.4 Emballage

Les bouteilles sont mises en carton, avant qu'elles soient stockées dans les entrepôts de Stockage du produit fini. [2]



Figure 12: Emballage

CHAPITRE III :

**SUIVI DE LA TENEUR DES
ACIDES GRAS PENDANT
L'ÉTAPE DE
DÉSODORISATION**

Partie 1: Colonne de désodorisation

1. Introduction

La désodorisation constitue en général l'étape finale du raffinage, s'il n'a pas été procédé au préalable à l'élimination des acides gras par la neutralisation avec de l'alcalines, ces acides gras sont éliminés par distillation à cette étape. Le processus total s'appelle « Raffinage physique » ou « distillation neutralisante ». C'est un processus de distillation à vide et à haute température, qui est réalisé avec entraînement à la vapeur d'eau. [15]

En général, le distillat contient des acides gras libres, des stérols, des esters stérols, des hydrocarbures (principalement du squalène) et des glycérides, ainsi que plusieurs autres substances mineures.

La distillation neutralisante n'est applicable qu'aux huiles fluides brutes obtenues à partir de graines de qualité parfaite (soja). La qualité de ces huiles dépend essentiellement de l'efficacité du prétraitement. [10]

2. Principe

Le principe est basé sur la différence de volatilité entre les différents constituants de l'huile, les aldéhydes et les cétones (produits principaux de l'autoxydation) sont beaucoup plus volatiles que les Triacylglycérols. De plus, la pression relative de vapeur de l'acide stéarique et des tocophérols est environ 100 000 et 9500 fois celle de la tristéarine, respectivement. Ces différences s'expliquent principalement par la différence des poids moléculaires des molécules. [13]

3. Procédé

L'huile décolorée est pompée vers un filtre sortante du bac de stockage puis vers un échangeur à plaque (E4) où elle sera préchauffée par l'huile déjà désodorisée jusqu'à une température de 140°C. puis elle est envoyée vers un dégazeur 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). Puis l'huile est pompée (P15) vers 3 échangeurs où elle sera chauffée par

l'huile désodorisée (E5), puis par la vapeur (E6), puis par une pression de 40 bar (E7), pour augmenter la température jusqu'à 230°C. Après, l'huile entre dans le désodoriseur et circule à travers les canaux d'un ensemble des compartiments (5 compartiments) qui sont verticalement empilés dont deux sont dite centrales où il y a une bonne distillation de l'huile, puis elle subit une injection de la vapeur sèche dans chaque étage sauf le 5ème de bas du désodoriseur, car elle considéré comme un réservoir, afin de favoriser le barbotage de l'huile (agitation continue). L'opération se fait toujours sous vide et soumise à une haute température qui varie entre 220 et 260°C, les composés à éliminer sont dénaturés puis seront volatiles. Le vide absorbe ces composés dans un bac, et l'huile désodorisée est pompée vers (P16) l'échangeur à plaque (E5), puis vers l'échangeur à plaque (E4) pour diminuer sa température, puis dans troisième échangeur avec un transfert de chaleur avec l'huile brute (E1) puis dans un quatrième à spiral où le refroidissement est assuré par l'eau (E8), elle sort avec une température de 42°C. Finalement, l'huile est récupérée puis elle se dirige vers les filtres de sécurité pour éliminer toute substance résiduelle qui peut être reste dans l'huile afin d'obtenir une huile raffinée. [13]

4. Paramètres influençant

Les paramètres de procédé optimaux dépendent du type d'huile (spécifications de l'huile blanchie et raffinée) et du procédé d'affinage appliqué (chimique ou physique). [13]

Les facteurs pouvant influencer cette opération sont: Température, quantité de vapeur injectée, pression absolue, durée de l'opération et enfin, l'agitation de l'huile.

• Température

La désodorisation à haute température augmente la volatilité des substances à éliminer. Il semble exister une température optimale de désodorisation pour chaque huile, au-dessous de laquelle les substances odorantes ne sont pas complètement éliminées et au-dessus de laquelle la qualité de l'huile se dégrade. Les teneurs en tocophérols et phytostérols sont considérablement réduites. Des températures de désodorisation supérieure à 225°C provoquent des altérations de l'huile telles qu'elles ne sont jamais appliquées. [13]

• Quantité de vapeur injectée

Avec une pression constante et en augmentant le débit de la vapeur injectée, la quantité de matière entraînée augment également. De cette manière le temps de traitement peut aussi diminuer. Une très grande quantité de vapeur injectée provoque des pertes considérables en huile neutre par l'entraînement mécanique du courant de vapeur. [13]

- **Pression absolue**

Une basse pression absolue pendant le traitement aide à éliminer les matières odorantes et protège en même temps l'huile contre l'oxydation atmosphérique comme elle présente un autre intérêt au niveau de la surface de contact entre les bulles de vapeur et l'huile. [13]

- **Durée de l'opération**

L'efficacité d'une distillation n'est pas directement liée à la durée de l'opération (selon les règles générales de la thermodynamique et les lois de Raoult et de Dalton). Le temps de distillation dépend essentiellement des conditions de température et de pression, et de la quantité de vapeur injectée. L'expérience montre qu'à basse température, l'efficacité de la désodorisation ne peut plus être améliorée notablement au-delà de trois heures. La durée du traitement peut être diminuée en réduisant la pression absolue et/ou en augmentant la quantité de vapeur vive ou même en utilisant les deux conditions à la fois. [13]

- **Agitation de l'huile**

Le débit de vapeur injectée doit être suffisamment élevé pour obtenir une agitation optimale de l'huile. L'efficacité et l'uniformité de l'agitation sont importantes afin d'assurer des conditions optimales de distillation pour toutes les particules d'huile. [13]

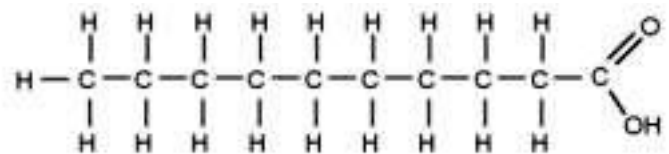
5. Composés éliminés (distillat)

5.1 Acides Gras

Un acide gras est une famille de molécules lipidiques, qui renferme notamment les oméga-3 et les oméga-6. [16]

Structure des acides gras

Un acide gras est une molécule formée d'une chaîne hydrocarbonée (aussi hydrocarbure) et se terminée par une fonction acide carboxylique (COOH).



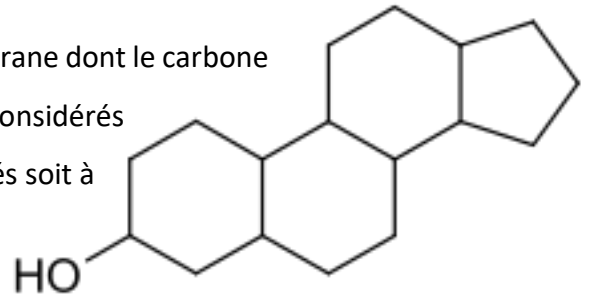
Acide gras

Dans les aliments d'origine végétale, la chaîne carbonée comporte rarement plus de 18 atomes de carbone. Dans les aliments d'origine animale et dans notre organisme, la chaîne carbonée peut atteindre plus de 30 atomes de carbone : cet «allongement» est possible grâce à des métabolismes complexes au sein de nos cellules. On peut distinguer différents types d'acides gras :

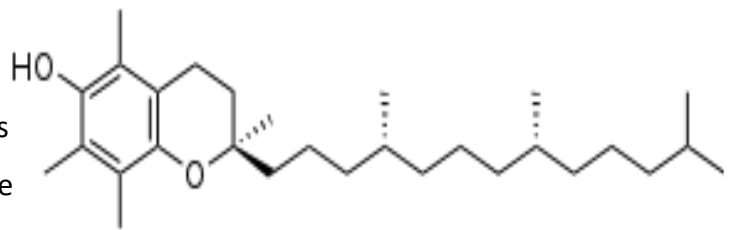
- Acides gras saturés.
- Acides gras mono-insaturés (la chaîne carbonée contient une double-liaison).
- Acides gras polyinsaturés (contenant plusieurs doubles-liaisons).
- Oméga-3 et oméga-6 appartiennent à la famille des acides gras et se caractérisent par la présence d'une double liaison sur le carbone n-3 ou sur le carbone n-6, respectivement. [16]

5.2 Stérols et tocophérols

Un stérol est un lipide possédant un noyau de stérane dont le carbone 3 est porteur d'un groupe hydroxyle. Les stérols sont considérés comme une sous-classe des stéroïdes, ils sont retrouvés soit à l'état libre ou combinés avec un acide gras. [17]



Les tocophérols sont connus sous leur nom de nutriment : vitamine E. Les tocophérols sont obtenus soit par synthèse soit par extraction de végétaux comme le soja. [18]



5.3 Certains composés volatils

Comme les aldéhydes et les cétones provenant de la décomposition des peroxydes instables, qui donnent une odeur et une saveur désagréables à l'huile, la désodorisation sert à réduire ces composés.

Partie 2: Etude expérimentale

1. Objectif

Au cours de ce travail, nous avons effectué une série d'analyses pendant une durée de 20 jours, les échantillons ont été prélevés dans des flacons en tenant compte des paramètres physiques suivant: Débit (Kg/h), Température (°C), Vide (mbar). Puis sont acheminés au laboratoire pour les contrôler. Les contrôles effectués permettant le suivi de l'acidité du distillat de l'huile de soja désodorisée.

2. Echantillonnage

Le distillat de l'huile de soja désodorisé a été sélectionné comme échantillon pour notre travail, le prélèvement des échantillons a été effectué à partir du bac d'acide gras (distillat).

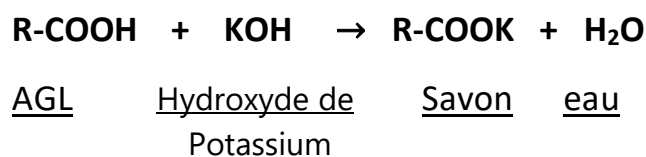
3. Contrôle de l'acidité [DK-PR-11]

3.1 Définition

L'acidité de l'huile est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage d'acide oléique. [19]

3.2 Principe

L'huile à analyser est mise en solution dans l'alcool éthylique à température voisinant l'ébullition. Elle est préalablement neutralisée par l'hydroxyde de potassium (0,1N) en présence de phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, le titrage est réalisé par l'hydroxyde de potassium à 1 N. La réaction qui se produit est la suivante :



3.3 Réactifs

- Alcool à brûler.
- Phénolphtaléine.
- KOH (1N) / (0.1N).

3.4 Mode opératoire

Nous avons introduit dans un bêcher de 250 ml. 100 ml d'alcool à brûler et quelques gouttes de l'indicateur coloré «phénolphtaléine». Puis nous avons neutralisé cette solution par une solution de KOH (0.1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose pâle. On pèse à peu près 10g d'échantillon, on agite un peu et on obtient une coloration jaune. Enfin, on titre par KOH (1N) le mélange jusqu'à la zone de virage (couleur rose pâle) indiquant que tous les acides gras (acides oléiques) sont neutralisés.

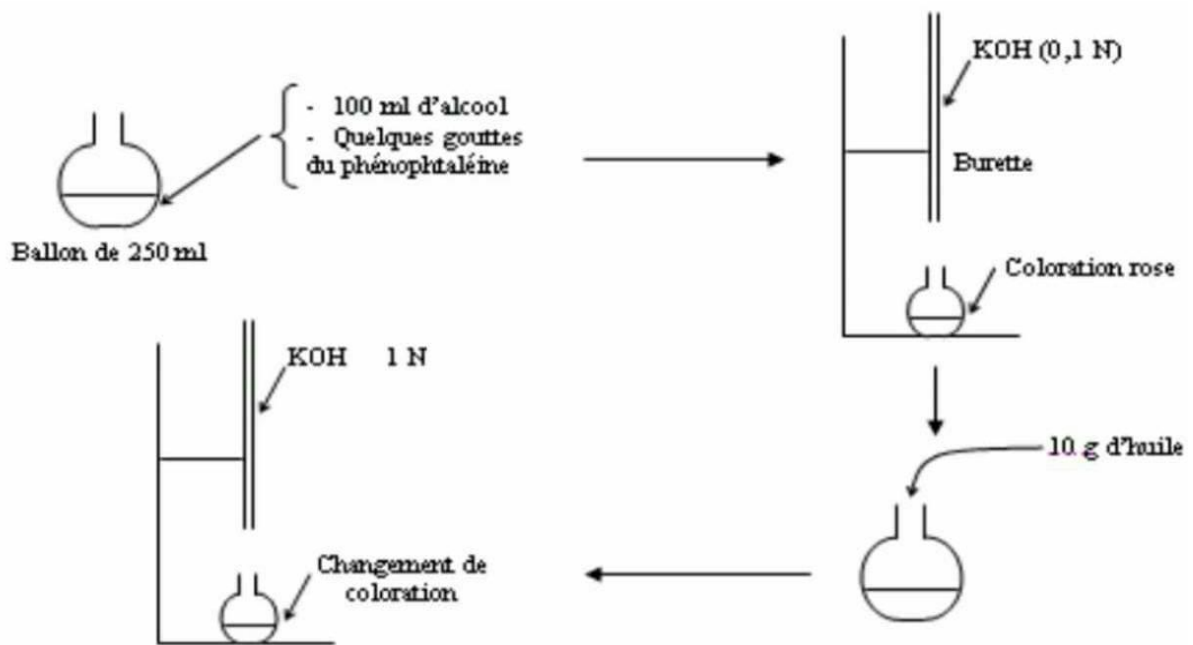


Figure 13: Etapes de dosage de l'acidité de l'huile désodorisé.

3.5 Expression des résultats :

Pour calculer l'acidité, la formule suivante a été exploitée:

$$AC\% = \frac{V_{eq} \times N \times PM}{PE \times 1000} \times 100$$

Avec :

- AC = Acidité
- V (éq) = volume d'équivalence.
- N = Normalité de KOH = 1 N.
- PM = Poids moléculaire de l'acide oléique = 282 g/mol.
- PE = Prise d'essai en gramme.

$$AC\% = \frac{V_{eq} \times 1 \times 282}{PE \times 1000} \times 100$$

$$AC\% = \frac{V_{eq} \times 28.2}{PE}$$

4. Résultats Expérimentaux et Discussions

Au laboratoire, plusieurs analyses physico-chimiques (Indice de peroxyde, dosage de savon, acidité, humidité, impuretés...) sont mesurées quotidiennement à chaque étape de raffinage et ce dans le but d'avoir une huile de haute qualité avec des caractéristiques bien précises.

Au cours de mon stage, j'ai fait le suivi d'acidité du distillat de l'huile de soja désodorisée, les résultats obtenus durant la durée de 20 jours sont regroupés dans le tableau 4.

Tableau 4: Variation de la température (°C), débit (Kg/h), vide (mbar) et débit de la soude (l/h) en fonction de l'acidité (%) du distillat de l'huile de soja

N°échantillons	AC (%)	Débit (Kg/h)	Température (°C)	Vide (mbar)	Débit de la soude (Kg/h)
1	31,12	5771	230	3,4	133
2	34,13	5115	233	1,5	117
3	36,89	5500	233	3,6	128
4	39,17	5911	230	1,6	138
5	10,82	6896	230	3,7	110
6	14,25	6495	224	3,5	118
7	17,64	6063	231	3,8	130
8	9,98	6281	226	3,8	113
9	12,96	6063	227	2,6	112
10	24,40	6073	239	2,8	122
11	21,74	5729	223	1,7	126
12	27,26	6313	230	1,4	134
13	15,92	6200	230	1,3	127
14	11,25	5938	229	4,4	137
15	10,42	5844	232	1,2	114
16	12,87	6525	230	2,9	130
17	26,58	6542	232	4,0	175
18	29,68	6990	233	4,2	169
19	34,35	7229	231	5,0	148
20	36,16	7438	233	5,0	134
Norme:	25-50	4000-7000	225-230	<5	-

D'après les résultats du tableau ci-dessus, on constate que :

- Les valeurs d'acidité varient entre 9,98 et 39,17%, ces valeurs ne sont pas conformes aux normes de la société ([25 – 50]% pour le distillat de l'huile désodorisée), ceci atteste une mauvaise distillation qui peut être expliquée par une fuite de l'huile au cours du raffinage, la diminution de l'acidité est le résultat de la faible volatilisation des AGL engendrée par la distillation sous vide et sous l'effet de basse température ainsi que le barbotage au niveau de la colonne. Les responsables de raffinage dans le cas des résultats non conformes aux normes, il est alertés afin de modifier les paramètres de production comme le débit de l'huile à l'entrée de désodoriseur et les températures...

- La quantité ajoutée de NaOH dans l'étape de neutralisation affecte la quantité des acides gras dans le processus de raffinage restant. Plus la quantité de NaOH est élevée plus l'acidité est faible

- La diminution de l'acidité s'accompagne d'une diminution de la température donc une faible volatilité des substances à éliminer. Les valeurs de la température sont situées entre 223-239°C dont la plupart d'entre elles ne respecte pas par la norme de la société qui est maintenue entre 225-230°C.

- La diminution de l'acidité s'accompagne également d'une augmentation du vide. Les valeurs obtenues varient de 1.2 à 5 mbar et sont conformes à la norme (<5 mbar).

- La diminution de l'acidité s'accompagne également d'une augmentation de débit de l'huile à l'entrée de désodoriseur. Plus le débit augmente le temps de séjour diminue. Ainsi, la plupart des valeurs obtenues varient entre 5115 et 7438 (Kg/h) et sont conformes à la norme 4000-7000 (Kg/h).

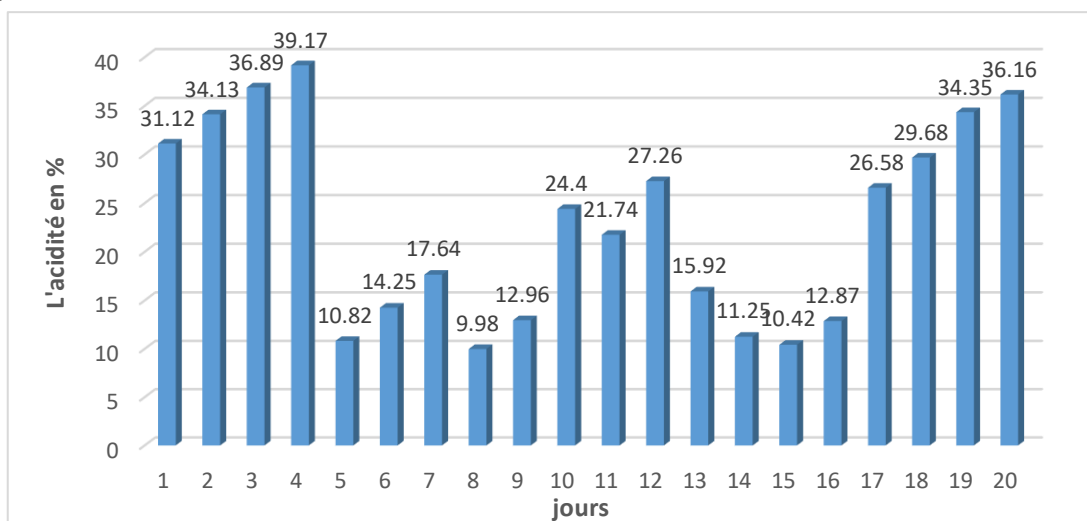


Figure 14: Variation de l'acidité du distillat de l'huile de soja désodorisée pendant 20 jours

Conclusion

L'huile de soja (huile végétale) contient des impuretés et des composés indésirables, qui peuvent nuire à la qualité et la conservation de l'huile et par la suite sur la santé humaine et doivent être éliminés au cours du processus de raffinage

Le stage que j'ai effectué au sein de la société industrielle oléique de Fès, m'a permis d'améliorer mes connaissances sur le fonctionnement des industries agro-alimentaires, et plus particulièrement sur le raffinage des huiles et la production d'une huile stable, parfaitement agréable à la consommation et ne présentant aucun danger pour le consommateur.

Notre travail, qui a pour but d'effectuer un suivi de la teneur des acides gras pendant l'étape de désodorisation de l'huile de soja, en se basant sur l'analyse d'acidité du distillat de l'huile désodorisée

Les résultats que nous avons obtenus de l'acidité du distillat de l'huile désodorisée varient entre 9,98% et 39,17%, Ces valeurs ne sont pas conformes aux normes de la société ([25 – 50]% pour le distillat de l'huile désodorisé)

Au cour de suivi des analyses effectuées pour le distillat de l'huile de Soja on peut conclure que :

- La plupart des résultats trouvées ne cadrent pas toujours les normes de la société, et donc informant sur la présence de certains problèmes au niveau de l'étape du raffinage.
- Comme solution, les techniciens de laboratoire doivent chercher la source du problème tout en proposant des actions correctives.
- Assurer une formation particulière au personnel sur tout le procédé du raffinage.

Références Bibliographiques

- [1] : Gerardi, B. (2017). Les huiles alimentaires. Florence beau – naturopathe – santé vous bien.
<https://confluence-naturopathe.fr/wp-content/uploads/2017/03/fiche-1-huiles-raffinees.pdf>
- [2] : SIOF groupe. La société industrielle oléicole de fès.
<https://www.siofgroup.com/>
- [3] : Samir. (2009). L'algerie dispose d'atouts pour la production du soja. Agroligne.
<https://www.agroligne.com/news-entreprises/tout-savoir/16021-1-8217-algerie-dispose-d-8217-atouts-pour-la-production-du-soja.html>
- [4] : Antoinette. (2017). Huile de soja. Supertoinette : recettes de cuisine faciles et rapides
<https://www.supertoinette.com/fiche-cuisine/339/huile-de-soja.html>
- [5] : Usda national nutrient database. (2020)
[https://fr.wikipedia.org/wiki/Huile_de_soja#Composition\[3\]](https://fr.wikipedia.org/wiki/Huile_de_soja#Composition[3])
- [6] : Jacques. (2021). savary des brûlons. Dictionnaire universel du commerce.
<https://fr.wikipedia.org/wiki/tournesol>
- [7] : Gabriel et all. (2014). Nutriments huile de tournesol. le journal des femmes.
<https://sante.journaldesfemmes.fr/calories/huile-de-tournesol/aliment-17440>
- [8] : Maryline,C. (2010) Huile d'olive. Santé magazine
https://fr.wikipedia.org/wiki/huile_d%27olive
- [9] : Gilles. (2018). Extraction des huiles de grignons d'olive. Group-cho.
<https://group-cho.com/nos-metiers/valorisation-des-sous-produits/extraction-des-huiles-de-grignons-dolives/>
- [11] : Anne. (2003). rosignol-castera institut des corps gras -.ocl-journal.
<https://www.ocl-journal.org/articles/ocl/pdf/2003/01/ocl2003101p11.pdf>
- [13] : W.bauer et all. (2010). Science et technologie des aliments : principe de chimie des constituants et de technologie des procédés. Presses polytechnique et universitaire romandes. 218p.
https://books.google.co.ma/books?id=rthi4yxgcogc&printsec=frontcover&dq=science+et+technologie+des+aliments+:+principe+de+chimie+des+constituants&hl=fr&sa=x&redir_esc=y#v=onepage&q=science%20et%20technologie%20des%20aliments%20%3a%20principe%20de%20chimie%20des%20constituants&f=false
- [12] : Germain,D (1982). Lipides et nutrition humaine : analyse des données récentes sur les corps gras Alimentaires. Presses de l'université laval. 179p.
https://books.google.co.ma/books?id=0Vi8xIzXQVcC&printsec=frontcover&dq=Lipides+Et+Nutrition+Humaine+:+Analyse+des+donn%C3%A9s+r%C3%A9centes+sur+les+corps+gras++alimentaires&hl=fr&sa=X&redir_esc=y#v=onepage&q=Lipides%20Et%20Nutrition%20Humaine%20%3A%20Analyse%20des%20donn%C3%A9s%20r%C3%A9centes%20sur%20les%20corps%20gras%20alimentaires&f=false

[10] : Nihad,N. (2008). Suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée Chimiquement et enzymatiquement, produites par cévital. Université abderrahmane mira de béjaïa.

<https://www.memoireonline.com/01/09/1883/suini-et-comparaison-des-parametres-physico-chimiques-de-lhuile-de-soja-raffineechimiquement-et-enz.html>

[14] : François,R. (1974). Les industries des corps gras, biochimie, extraction, raffinage, nuisances et Réglementations. Ed.: tec et doc. Lavoisier, paris, 36-51.

<https://www.worldcat.org/title/industries-des-corps-gras-biochimie-extraction-raffinage-nuisances-et-reglementation/oclc/461477989?referer=di&ht=edition>

[15]: Benites,C. (2014). Neutralization of soybean oil deodorizer distillate for Vitamin supplement production, International journal of chemical engineering.

<https://www.researchgate.net/publication/261595035>

[16] : Stefan,D et all. (2017). Acide gras. Futura santé.

<https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/medecine-acide-gras-9/>

[17] : Wikipédia. (2020). Stérol. L'encyclopédie libre.

<https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=st%C3%A9rol&oldid=170238448>.

[18] : Wikipédia. (2021). Vitamine E. L'encyclopédie libre.

https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=vitamine_e&oldid=181229729.

[19] : José,M. (2013). Règlement d'exécution. Journal officiel de l'union.

<https://eur-lex.europa.eu/lexuriserv/lexuriserv.do?uri=oj:l:2013:338:0031:0067:fr:pdf>