



**UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH  
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE FES**

**Département de la biologie**

**Licence Sciences et Techniques (LST)  
BioProcédés, Hygiène et Sécurité Alimentaires**

**Projet de fin d'études**

# **Étude de la stabilité d'une huile végétale désodorisée (Huile de soja) au sein de la SIOF**

**Présenté par :**

- Melle. ZAIM LOUBNA

**Encadré par :**

- Mr. CHADLI NOUR-EDDINE FST-Fès
- Melle. EL FARRODI FATIMA SIOF

**Soutenu le : 06/06/2017 devant les jury composés de :**

- Mr. CHADLI NOUR-EDDINE FST-Fès
- Mr. EL FARRICHA OMAR FST-Fès

**Stage effectué à la société industrielle oléicole de Fès  
Année universitaire 2016\_2017**

## **Remerciements**

*D'abord, et avant tous je remercie Allah pour m'avoir aidé à effectuer ce travail.*

*J'adresse mes remerciements à Mr. LAZAR, directeur des ressources humaines, d'avoir eu l'amabilité de m'accepter en tant que stagiaire au sein de la société.*

*Je tiens à remercier Melle. El FARROUDI Fatima, responsable du laboratoire et contrôle de qualité, pour ses conseils qui m'ont aidé beaucoup pour réaliser ce travail, et surtout sa suivie hebdomadaire et le temps qu'elle m'a consacré au cours de mes travaux au laboratoire.*

*Je remercie également Mr. CHADLI NOUR-EDDINE, encadrant interne de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, pour son encadrement fructueux, sa générosité, et son suivi au cours de mon stage.*

*Mes remerciements s'adressent également aux techniciens et aux ouvriers qui m'ont soutenu et encouragé pour réaliser mes objectifs. Je profite de cette occasion pour leur présenter mes remerciements et en particulier à Mr. EL Kassimi, Mr. Youssef, Melle. Fatima Zahra, Melle. Adiba et Melle. Safae.*

*Je n'oublierais pas d'adresser mes sincères remerciements au Mr. AARAB Lotfi, responsable de la licence sciences et techniques en BioProcédé, Hygiène et Sécurité Alimentaires, pour ses conseils gravés dans mon esprit.*

*Mes vifs remerciements s'adressent aussi aux membres de jurys pour avoir bien voulu examiner et juger ce travail.*

*Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin au bon acheminement de cette formation.*

## Liste des abréviations :

- Ac : acidité
- AG : Acides gras
- AGL : acides gras libres
- °C : degré Celsius
- CCP : point critique contrôle
- E : échangeur
- ED : entrée désodoriseur
- g/mol : gramme/mole
- Indu : industrielle
- Kg/h : kilogramme/heure
- L : litre
- mbar : millibar
- P : pompe
- Pr : pression
- SD : sortie désodoriseur
- SIOF : société industrielle oléicole de Fès
- T : température
- TAG : Triacylglycérols
- UI/kg : unité internationale/ kilogramme
- Vit : vitaminée
- Z : taux de savons
- % : pourcentage

## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : L'organigramme de la SIOF.....	<b>2</b>
<b>Figure 2</b> : Schéma récapitulatif de procédé de raffinage de l'huile de soja.....	<b>7</b>
<b>Figure 3</b> : Schéma de procédé de la désodorisation de l'huile de soja au sein de la SIOF.....	<b>8</b>
<b>Figure 4</b> : Résumé des effets de la désodorisation sur la qualité et la composition de l'huile.....	<b>10</b>
<b>Figure 5</b> : Les étapes de dosage de l'acidité de l'huile.....	<b>12</b>
<b>Figure 6</b> : Photo des paramètres physiques à l'étape de désodorisation.....	<b>14</b>
<b>Figure 7</b> : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction de la température (°C).....	<b>15</b>
<b>Figure 8</b> : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction du vide (mbar).....	<b>15</b>
<b>Figure 9</b> : Photo de l'huile de soja à l'entrée (1) et à la sortie (2) de désodoriseur.....	<b>17</b>
<b>Figure 10</b> : Intervalle des paramètres physiques influencés l'odeur et la coloration.....	<b>18</b>

# Liste des Tableaux

<b>Tableau 1</b> : Variation de la température (°C), débit (Kg/h) et le vide (mbar) en fonction de l'acidité (%) de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur.....	<b>14</b>
<b>Tableau 2</b> : Taux de savons (ppm) de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur.....	<b>16</b>
<b>Tableau 3</b> : Caractères organoleptiques de l'huile de soja désodorisée.....	<b>17</b>
<b>Tableau 4</b> : Test de l'huile de friture.....	<b>18</b>

# Sommaire

<b>Introduction .....</b>	<b>1</b>
<b>Présentation de l'organisation d'accueil .....</b>	<b>2</b>
1. Historique .....	2
2. Sites industriels de la SIOF .....	2
3. Gammes de produits .....	2
4. Organigramme de la SIOF.....	2

## **PARTIE THÉORIQUE**

### **CHAPITRE I : Processus de la production d'une huile végétale (Huile de soja)**

<b>I. La trituration .....</b>	<b>4</b>
<b>II. L'extraction .....</b>	<b>4</b>
<b>III. Réception de l'huile de soja .....</b>	<b>4</b>
<b>III.1. Constituants d'une huile brute .....</b>	<b>4</b>
<b>III.2. Analyses au laboratoire .....</b>	<b>4</b>
<b>IV. Raffinage de l'huile de soja .....</b>	<b>4</b>
IV.1. Démucilagination (Dégommage) .....	5
IV.2. Neutralisation .....	5
IV.3. Séchage .....	5
IV.4. Décoloration .....	5
IV.5. Désodorisation .....	6
IV.6. Fortification .....	6
IV.7. Synthèse .....	6
<b>V. Conditionnement .....</b>	<b>7</b>
V.1. Soufflage .....	7
V.2. Remplissage et Bouchage .....	7
V.3. Etiquetage et Datage .....	7
V.4. Mise en carton .....	7

### **CHAPITRE II : Étude de la stabilité d'une huile végétale désodorisée (Huile de soja)**

<b>I. Introduction.....</b>	<b>8</b>
<b>II. Rôle de la désodorisation.....</b>	<b>8</b>
<b>III. Processus de la désodorisation.....</b>	<b>8</b>
III.1. Principe.....	8
III.2. Procédé.....	8
III.3. Les composés éliminés.....	9
<b>IV. Influence des paramètres de la désodorisation.....</b>	<b>9</b>
IV.1. La température.....	9
IV.2. Quantité de vapeur injectée.....	9
IV.3. Pression absolue : le vide.....	9
IV.4. Durée de l'opération (Temps de séjours).....	9
IV.5. Agitation de l'huile.....	9
<b>V. Contrôle de la qualité de l'huile de soja désodorisée.....</b>	<b>10</b>
V.1. Analyses physico-chimiques.....	10
V.2. Analyse sensorielle .....	10

## **PARTIE EXPERIMENTALE**

### **CHAPITRE I : Matériels et Méthodes d'Analyse**

<b>I. Introduction</b> .....	<b>12</b>
<b>II. Analyses de l'huile de soja désodorisée</b> .....	<b>12</b>
II.1. Analyses physico-chimiques .....	12
II.1.1. Acidité libre .....	12
II.1.2. Taux de savons .....	13
II.2. Analyse sensorielle .....	13
II.2.1. Dégustation .....	13
II.2.2. Test de friture .....	13

### **CHAPITRE II: Résultats Expérimentaux et Discussions**

<b>I. Analyses physico-chimiques</b> .....	<b>14</b>
I.1. Évolution de l'acidité .....	14
I.2. Évolution de taux de savons .....	15
<b>II .Analyse sensorielle</b> .....	<b>16</b>
II.1. Dégustation .....	16
II.2. Test de friture .....	18
<b>Conclusion</b> .....	<b>19</b>
<b>Références</b> .....	<b>20</b>

# Introduction

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante de l'alimentation humaine. Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que la qualité.

La **SIOF** raffine des huiles brutes de : Soja, tournesol, d'olive, et de l'huile de grignon d'olives. Dans ce travail, nous avons détaillé tous ce qui concerne le raffinage de l'huile de soja car le sujet du stage traite ce type de l'huile.

L'huile de soja provient d'une huile brute et nécessaire, pour obtenir une huile comestible, le passage obligatoire par le traitement de raffinage. Ce traitement doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives.

L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes, et la désodorisation est une étape importante du processus de raffinage, elle consiste à débarrasser les huiles des substances particulières qui sont à l'origine de leur mauvaise odeur et de leur goût désagréable.

Notre travail consiste en l'étude de l'influence de plusieurs paramètres sur la désodorisation de l'huile de soja comme :

- la température,
- le vide
- le temps de séjour, etc....

En parallèle nous avons effectués divers contrôles analytiques qui ont été porté sur la détermination :

- Caractéristiques organoleptique (goût, odeur...)
- D'acidité
- Le taux de savon

Les objectifs de ce travail se résument dans les points suivants :

- déterminer les facteurs influençant la qualité de l'huile de soja désodorisée.
- réaliser des contrôles analytiques au niveau de la désodorisation pour mieux contrôler la qualité de l'huile de soja.

# Présentation de l'organisation d'accueil

## 1. Historique :

La marque **SIOF**, créée en **1961** sous forme d'une société à responsabilité limitée. La **SIOF** est une réalisation familiale à vocation agroalimentaire. Elle fait partie des sociétés les plus performants au niveau national. Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression des olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve des olives.

En **1966** **SIOF** a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de **12000 tonnes/an**.

En **1977** la société a intégré dans ces activités une usine de fabrication des emballages en plastique pour le remplissage, le capsulage et l'étiquetage des bouteilles (**1/2 Litre(L), 1 L, 2 L, 5L**).

En **1978** le produit de la **SIOF** s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire.

En **1980** afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de **30000 tonnes/an**.

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

En **2003-2004** : la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PFT (Polyéthylène téréphtalique), type de plastique, pour le conditionnement des huiles en format **1/2L, 1L, 2L** et **5L**.

En **2016** : la société a installé un système automatique pour régler les paramètres physico-chimiques de l'unité de raffinerie

## 2. Sites industriels de la SIOF :

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

- Le 1er est situé dans la zone industrielle de **Sidi Brahim** et s'étend sur une superficie de **20000 m<sup>2</sup>**. Il s'occupe de la trituration des olives, la production de conserves d'olives et l'extraction d'huile de grignons.
- Le 2<sup>ème</sup> se trouve dans la zone industrielle de **Dokkarat** et occupe une surface de **12000 m<sup>2</sup>**. Il assure le raffinage et le conditionnement des huiles alimentaires.
- Le 3<sup>ème</sup> site situé dans une ferme localisée dans les régions **d'Aïn Taoujdate** dont la seule préoccupation est l'extraction de l'huile de grignon.

## 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 :

- **Moulay Idriss** : l'huile d'olive vierge courante.
- **SIOF** : l'huile de table raffinée à base de soja.
- **Andalousie** : huile de grignons raffinés.
- **Frior** : huile de friture, 100% tournesol.

## 4. Organigramme de la SIOF :

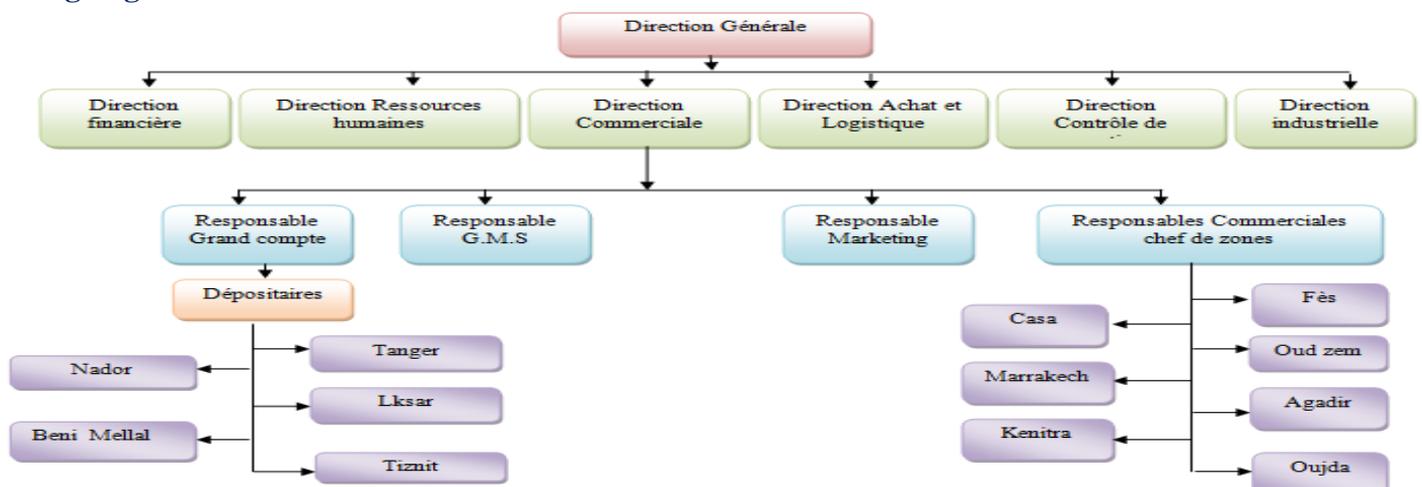


Figure 1 : L'organigramme de la SIOF



*Partie*  
*Théorique*

## Chapitre I : Processus de la production d'une huile végétale (Huile de soja)

Les huiles que nous consommons sont issues de végétaux différents : certaines proviennent de fruits, d'autres de graines.

En ce qui concerne la graine 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. Le terme désigne aussi ses graines, qui constituent l'un des aliments naturels les plus riches en protéines, lipides, glucides, vitamines A et B, Potassium, Calcium, Magnésium, Zinc et Fer, il contient aussi des acides gras polyinsaturés, la lécithine qui a une action hypocholestérolémiante, donc il possède des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

Les graines de soja demandent généralement une technologie plus élaborée : trituration, extraction et raffinage.

### I. La trituration

La trituration permet d'obtenir des huiles brutes par des moyens mécaniques, par broyage de la graine puis par pression à chaud pour les graines (chauffage de 70°C à 90°C pendant 15 minutes). On obtient l'huile brute de pression et un co-produit appelé tourteau gras qui contient encore jusqu'à 12% d'huile.

### II. L'extraction

L'extraction s'opère sur le tourteau gras obtenu après pression et consiste à en extraire l'huile restante par un lavage au solvant. L'opération s'effectue à environ 60°C. Le tourteau déshuilé débarrassé du solvant contient des nutriments non solubles dans l'huile (protéines, fibres, etc.) et servira d'ingrédient pour l'alimentation du bétail.

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.

### III. Réception de l'huile de soja

#### III.1. Constituants d'une huile brute

Les huiles brutes sont majoritairement constituées de lipides. Ces derniers sont composés :

- de triglycérides à raison de 95 à 98 %
- de constituants "mineurs" tels que :
  - Les acides gras libres
  - Les mono et diglycérides
  - Les phospholipides
  - Les tocophérols
  - Les stérols
  - Des colorants naturels
  - Des vitamines.

#### III.2. Analyses au laboratoire

Le laboratoire de raffinerie assure à la réception de l'huile brute des analyses de pureté, comme il assure en permanence lors de la production des analyses de qualité, pour vérifier l'efficacité de chaque opération élémentaire faite.

Les caractéristiques des huiles de soja brutes réceptionnées par la **SIOF** sont :

- % Acidité (%Ac < 0.1%)
- % Humidité (% Hum < 0.2%)
- % Impureté (% Imp < 0.1%)
- et Lécithine

### IV. Raffinage de l'huile de soja

L'huile de soja brute renferme un certains nombres d'impuretés indésirables, responsables du goût, de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation. Le raffinage a pour but, d'éliminer les acides libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques mais également les

phospholipides ainsi que les métaux présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques.

Avant de commencer le raffinage, il faut indiquer que l'unité de chaufferie sert à piloté l'unité de raffinerie. Le raffinage de l'huile de soja comprend les opérations principales suivantes :

#### IV.1.Démucilagination (Dégommage)

L'étape du Dégommage consiste à débarrasser l'huile brute de substances lipidiques non huileuses dont la consistance et l'apparence rappellent celles des gommés. Ces substances sont constituées de phospholipides, de mucilages et de composés protidiques et glucidiques complexes. Lorsqu'elles sont chauffées à des températures de **60 à 90 °C** en présence d'eau et d'acide phosphorique dilué, ces substances s'hydratent, passent dans la phase aqueuse et peuvent alors être séparées par centrifugation. [1]

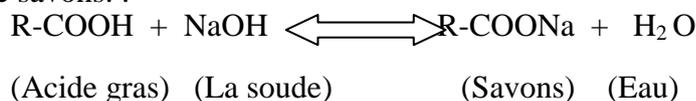
Les phospholipides sont les substances les plus présentes dans l'huile brute dont la teneur dépend de la variété d'huile et du mode de trituration : ils peuvent représenter **0,5-1%** de l'huile de soja. Cette opération est nécessaire pour éviter les inconvénients de ces substances lors du raffinage:

- ils réduisent le rendement lors de l'opération de filtration (colmatage des filtres)
- ils réduisent l'activité des terres de blanchiment
- ce sont des poisons des catalyseurs d'hydrogénation
- leur présence conduit à des phénomènes de mousse lors de l'opération de désodorisation ils affectent la qualité et la conservation de l'huile raffinée
- ils provoquent des émulsions [2]

Le contrôle de l'acidité à cette étape, au niveau de la sortie du 1<sup>ème</sup> mixeur, elle doit être supérieure à l'huile brute (% Ac < **1%**).

#### IV.2.Neutralisation

Cette étape consiste à éliminer les acides gras libres, leur présence dans un corps peut être assimilée à celle d'un catalyseur d'oxydation. Pour raffiner une huile, on utilise une solution caustique à base d'hydroxyde de sodium qu'on l'ajoute à l'huile [3]. Le tout est agité afin de permettre la réaction chimique recherchée, c'est-à-dire la production de savons. :



Donc sous forme de savons, les acides gras passent dans la phase aqueuse et peuvent être séparés par centrifugation dans un 1<sup>er</sup> séparateur pour obtenir deux phases, la Phase lourde : pâtes de saponification, et la Phase légère : huile neutre. Cette dernière ensuite entraînée au 2<sup>ème</sup> séparateur (lavage) pour éliminer la soude en excès et les résidus de savons en présence de l'eau chaude (**90°C**), et l'eau acidifiée (eau+acide citrique).

À cette étape, le laboratoire fait des analyses de détermination de :

- L'acidité de l'huile neutralisée qui doit être située entre **0,03% et 0,06%**
- Le taux de savons de l'huile neutralisée doit être situé **600ppm < Z < 1200ppm**
- L'analyse de la pâte de neutralisation qui doit être supérieure à **60%**
- L'excès de la soude (**5%**)

#### IV.3.Séchage

Le but de cette opération est d'éliminer l'humidité dans l'huile lavée avant la décoloration qui peut provoquer un colmatage rapide. L'huile est séchée sous vide par pulvérisation dans une tour verticale maintenue sous une pression, ce qui provoque l'évaporation de l'eau à des températures de **80-90°C**.

L'huile séchée est contrôlée à cette étape pour déterminer, l'acidité (**0.06% < % Ac < 0.08%**), le taux de savons (**Z < 50 ppm**), et la teneur en phospholipides qui doit être inférieure à **5 ppm**. Les phospholipides restés dans l'huile séchée d'une teneur supérieure à la norme peuvent réagir avec de la terre utilisée au niveau de l'étape de décoloration provoquant la formation des acides gras.

#### IV.4.Décoloration

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés ; les  $\beta$  carotènes et les chlorophylles. En général, la décoloration des huiles végétales est réalisée sur une substance adsorbante comme la terre décolorante, le charbon activé. À la sortie du sécheur, l'huile est séparée en 2 conduites:

- Une première conduisant **80%** de l'huile directement vers un échangeur thermique à spiral (où elle sera chauffée à **100 °C**) puis vers le décolorateur.
- Une deuxième conduisant **20%** de l'huile vers un mélangeur, où elle se mélange avec la terre. Après un temps de contact de 20 min (suffisant pour avoir un bon mélange), le mélange rejoint les **80%** d'huile dans le décolorateur.

L'opération se fait à la température  $T=110^{\circ}\text{C}$  et à la pression **1,5 bar** pendant **20 min** dans un décolorateur muni d'un agitateur qui assure un bon contact entre l'huile et la terre et qui empêche les dépôts au fond du décolorateur. L'huile passe ensuite dans un gros filtre à plaque, puis dans deux autres petits filtres à poche (filtres de sécurité) pour s'assurer que l'huile ne contient plus de terre ou de matières en suspension.

À cette étape de production, l'huile décolorée subit l'analyse de l'acidité ( $\%Ac < 0.1\%$ ).

#### IV.5.Désodorisation

Elle consiste en l'élimination des substances odorantes par distillation à la vapeur, sous vide poussé à des températures voisines de **215-225°C**. La désodorisation permet donc d'éliminer les traces de produits volatils qui donneraient à l'huile un fruité désagréable ou un goût de rance.

L'huile désodorisée peut subir plusieurs analyses :

- Acidité de l'huile ED dont  $\%Ac < 0.1\%$
- Taux de savons de l'huile ED dont  $Z = 0 \text{ ppm}$
- Acidité de l'huile SD dont  $\%Ac < 0.3\%$  (Vit) et  $\%Ac < 0.08\%$  (Indu)
- Taux de savons de l'huile SD dont  $Z = 0 \text{ ppm}$
- Et un contrôle organoleptique

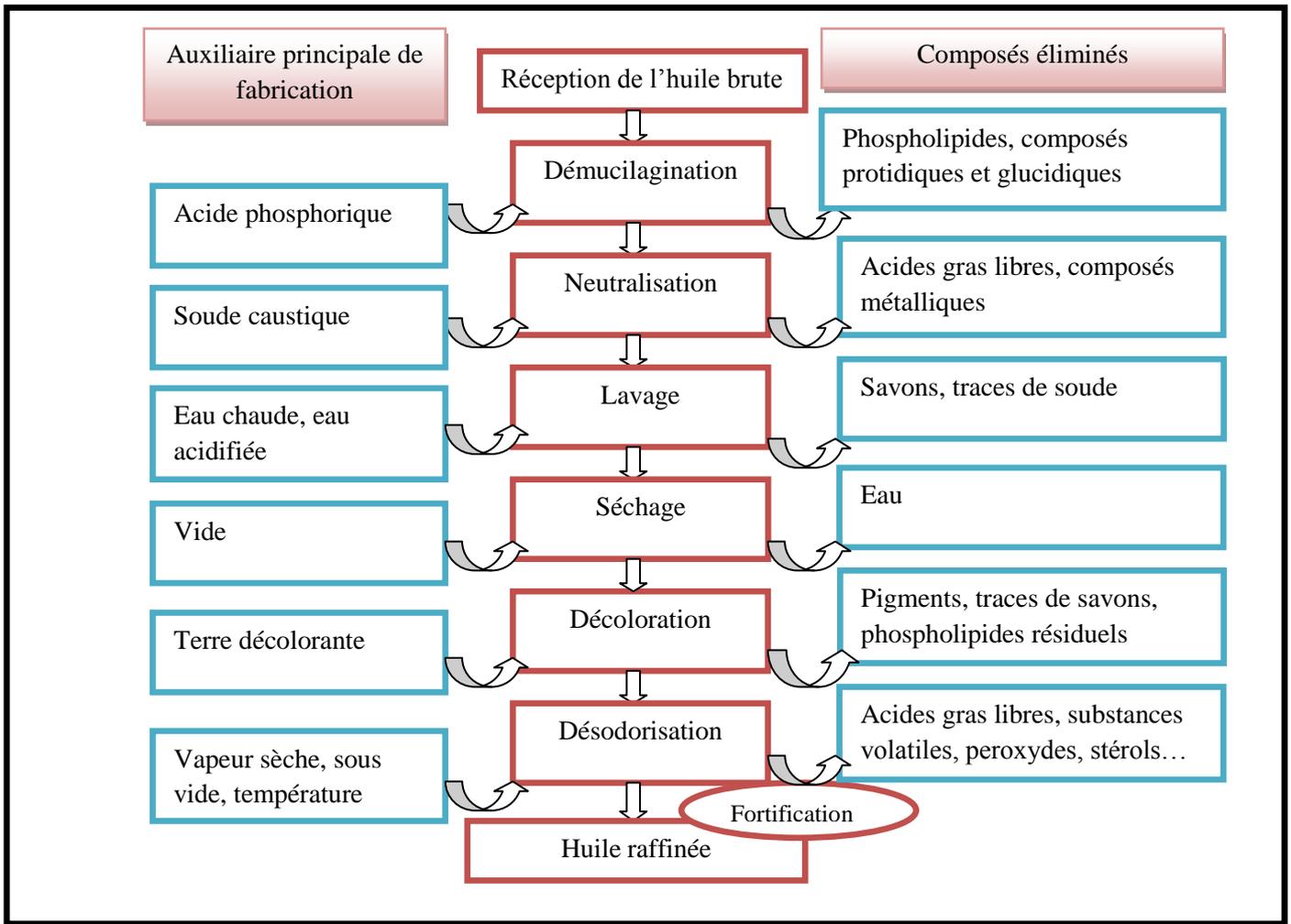
#### IV.6.Fortification

Cette étape permet d'élever la teneur en principes nutritifs de l'huile de soja au dessus de la valeur considérée comme normale (Au niveau de cette étape il ya un CCP et le seul CCP qui existe dans la chaîne de production). Elle consiste à ajouter deux vitamines **A** et **D3** pour lutter contre les troubles dus aux carences en ces deux vitamines. Cette étape permet d'obtenir une huile de soja raffinée vitaminée et si le raffinage de l'huile est finie au niveau de la désodorisation, l'huile obtenue appelée une huile raffinée industriel.

Dans cette étape, la seule analyse effectuée est de déterminer le taux de la vitamine qui doit être égal à 30 UI / Kg. (Manuel de la **SIOF**).

L'huile raffinée est stockée dans des citernes en inox équipées d'un système d'injection d'azote pour protéger l'huile contre l'oxydation.

#### IV.7.Synthèse



**Figure 2 : Schéma récapitulatif de procédé de raffinage de l'huile de soja**

## V. Conditionnement

Le conditionnement de l'huile raffinée se fait dans des bouteilles de plusieurs formats et calibres de 1L à 5L. Le système du conditionnement comprend 4 étapes qui sont les suivantes :

### V.1. Soufflage

À l'aide d'une souffleuse automatique, La préforme subit une déformation forcée d'une élévation de température pour prendre une nouvelle forme celle d'une forme de bouteille d'huile.

### V.2. Remplissage et Bouchage

Le remplissage se fait à l'aide d'une remplisseuse automatique qui consiste à remplir les bouteilles par l'huile et seront fermées par la boucheuse.

### V.3. Etiquetage et Datage

Cette étape consiste à coller les étiquettes sur les bouteilles à l'aide d'une étiqueteuse automatique et les coder.

### V.4. Mise en carton

Dans cette étape, les bouteilles sont placées dans des cartons, fournies par la Formeuse qui leur donne une forme parallélépipédique. Les cartons sont par la suite fermés et datés puis placés en stock.

# Chapitre II : Etude de la stabilité d'une huile végétale désodorisée (Huile de soja).

## I. Introduction

Presque toutes les huiles sont soumises à une opération de désodorisation pendant le traitement. C'est un traitement rigoureux qui doit être effectué dans les meilleures conditions.

## II. Rôle de la désodorisation

L'opération de désodorisation est une distillation sous vide poussé à haute température avec injection de vapeur sèche dans l'huile. La désodorisation a pour rôle d'éliminer les AGL, certains pesticides et contaminants de l'environnement ainsi que les composés odorants par entraînement à la vapeur. Les caroténoïdes sont thermiquement détruits au cours de la désodorisation (effet secondaire de la désodorisation qui se passe au dessus de **200°C** appelé blanchiment thermique) de l'huile neutre et d'autres composés mineurs comme les tocophérols et les phytostérols sont aussi partiellement perdus pour les applications alimentaires qui exigent qu'une huile soit qualifiée d'odeur et de goût neutres. [4]

## III. Processus de la désodorisation

### III.1.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 TAG. 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.

### III.2.Procédé

La désodorisation est un procédé multi-étapes comprenant le dégazage, le chauffage de l'huile, l'élimination des composés volatils, le refroidissement de l'huile avec récupération des calories suivie de la filtration en sortie de désodoriseur.

L'huile décolorée est pompée d'abord vers un filtre puis vers un échangeur à plaque (E4) où elle sera préchauffée ( $T=140^{\circ}\text{C}$ ) par l'huile déjà désodorisée.

**-Désaération** : L'huile est ensuite 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  $<80\text{mbar}$ ).

L'huile ensuite 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).

**-Désodorisation** : Ensuite, l'huile entre dans le désodoriseur et circule à travers les canaux d'un ensemble de compartiments (**5** compartiments) qui sont verticalement empilés dont deux sont dite centrales où il y a une bonne distillation de l'huile.

À  $T = 218$  à  $225^{\circ}\text{C}$ , et à l'aide de la vapeur injectée qui crée un système de barbotage, les composés à éliminer sont dénaturés puis seront volatils. Le vide absorbe ces composés dans un bac, et l'huile désodorisée est pompée (P16) vers l'échangeur à plaque (E5), puis vers l'échangeur à plaque (E4) afin de 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) à  $T=24^{\circ}\text{C}$ .

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.

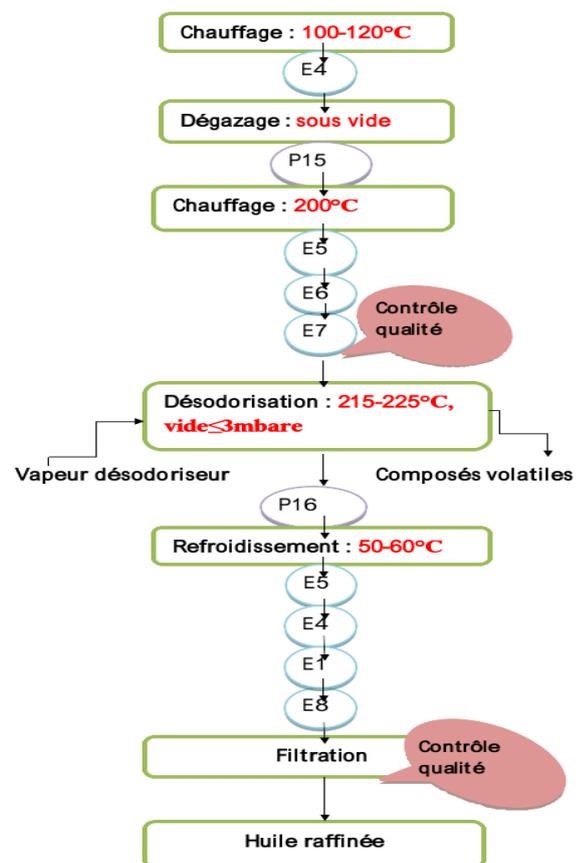


Figure 3 : Schéma de procédé de la désodorisation de l'huile de soja au sein de la SIOF

### III.3. Les composés éliminés

- **Les Acides Gras libres** : Ils sont naturellement présents dans la graine. Leur présence dans un corps peut être assimilée à celle d'un catalyseur d'oxydation. L'élimination des acides gras libres qui s'effectue par la vapeur est l'opération la plus délicate et la plus importante de raffinage.
- **Les stérols et tocophérols** : Pour les tocophérols, ce sont des antioxygènes, elles sont des composés importants dans les huiles végétales en raison de leur contribution à la stabilité oxydative et aux qualités nutritionnelles de l'huile (provitamine E), et les stérols ce sont des molécules complexes à plusieurs cycles avec fonction alcool, dont le principal représentant est le cholestérol. Ils sont retrouvés soit à l'état libre ou combinés avec un acide gras. La désodorisation sert à réduire les deux.
- **Les résidus phytosanitaires** : Aussi appelés résidus de pesticides qui sont des substances chimiques utilisées pour contrôler les différentes sortes de nuisibles. La désodorisation est l'étape déterminante pour les éliminer.

## IV. Influence des paramètres de la désodorisation

L'efficacité de la désodorisation dépend de la conjugaison des paramètres suivants :

### IV.1. La température

La désodorisation à haute température augmente la volatilité des substances à éliminer. Il existe une température optimale de désodorisation, au dessous de laquelle les substances odorantes ne sont pas complètement éliminées et au dessus de laquelle la qualité de l'huile se dégrade. Il se forme une quantité non négligeable d'isomères d'AG polyinsaturés. Les AG polyinsaturés polymérisent. Les teneurs en tocophérols et phytostérols sont considérablement réduites. Des températures de désodorisation supérieure à 270°C provoquent des altérations de l'huile telles qu'elles ne sont jamais appliquées.

### IV.2. Quantité de vapeur injectée

À pression constante (au sein de la SIOF, Pr = 1,5bar), l'augmentation du débit de vapeur injectée induit l'augmentation de la quantité de matière entraînée par la vapeur et une diminution du temps nécessaire de traitement. Toutefois, l'application d'un débit trop important risque de causer des pertes non désirées en huile neutre.

### IV.3. Pression absolue : le vide

La conduite de la désodorisation dans des conditions de basse pression absolue aide à éliminer les matières odorantes tout en protégeant l'huile de l'oxydation, comme elle présente un autre intérêt au niveau de la surface de contact entre les bulles de vapeur et l'huile.

### IV.4. Durée de l'opération (Temps de séjours)

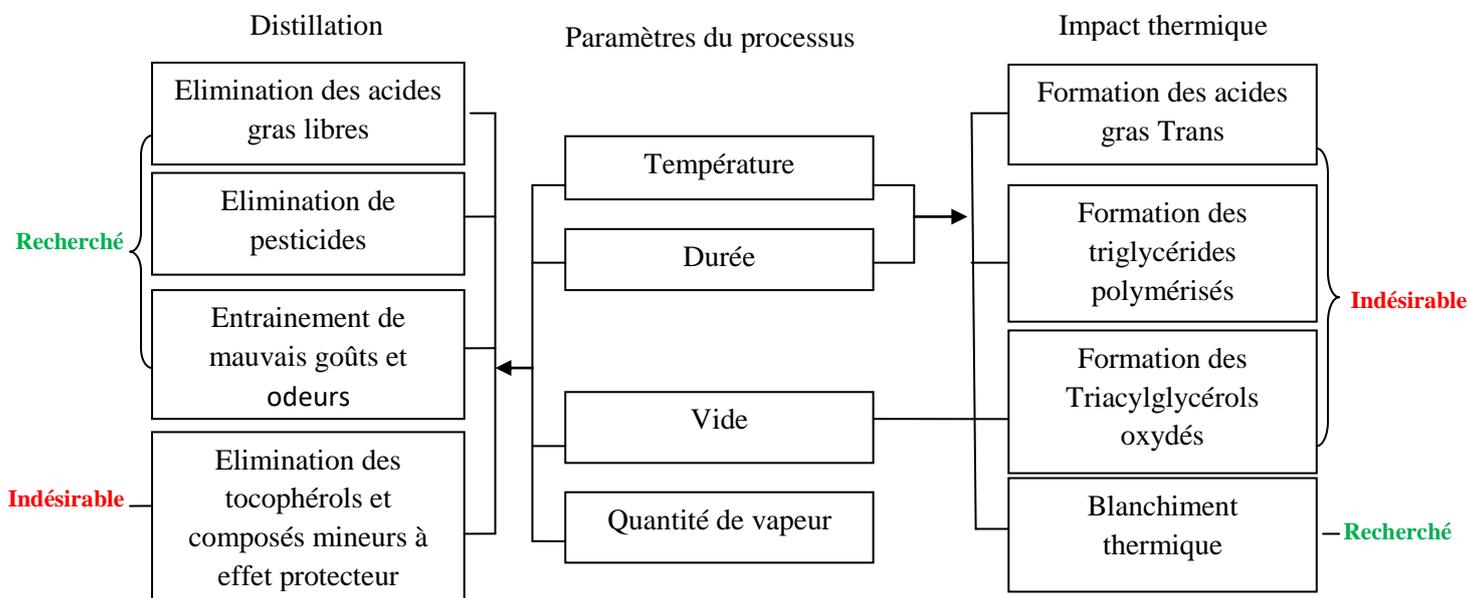
L'efficacité de distillation n'est pas directement liée à la durée de l'opération (selon les règles générales de la thermodynamique et les lois de Raoult et de Dalton).

Le temps de distillation dépend essentiellement des conditions de température, de pression, et de la quantité de vapeur injectée.

La durée de 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.

### IV.5. 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.



**Figure 4 : Résumé des effets de la désodorisation sur la qualité et la composition de l'huile**

## V. Contrôle de la qualité de l'huile de soja désodorisée

Pour une bonne désodorisation, des paramètres sont contrôlés, comme il existe des limites pour chaque paramètre.

### V.1. Analyses physico-chimiques

Les analyses physico-chimiques effectuées pour contrôler l'huile de soja sont l'acidité et le taux de savons.

### V.2. Analyse sensorielle

L'analyse sensorielle comprend : Le goût, l'odeur, l'aspect et le test de friture.

Dans le contrôle organoleptique de l'huile on parle de « odeur agréable », « exempt d'odeur ou de saveur anormale », « odeur et saveur normale » etc....

De telles expressions prouvent que les caractéristiques organoleptiques de l'huile sont aussi importantes que les caractéristiques chimiques car une analyse chimique ne peut suffire pour déterminer la qualité d'une huile. En effet, les composés volatiles qui ne sont pas complètement éliminés pendant la désodorisation sont capables de modifier l'odeur et la saveur de l'huile de soja.

L'huile de soja est fluide et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. Fraîche, elle a une saveur assez prononcée de haricot qui s'atténue peu à peu.

L'huile sortie de désodoriseur est raffinée elle a un point de fumée de **232°C [5]** à partir de laquelle l'huile de soja émettent des fumées de façon continue. À cette température, les substances de l'huile commencent à se décomposer et se dénaturer ce qui donne ainsi un mauvais goût. Cette décomposition due aux présences des acides gras dans l'huile qu'elles ne sont pas bien désodorisés. C'est pourquoi le point de fumée d'une huile est un élément-clé pour le test de friture.

Le test de friture est un test complémentaire des autres analyses mentionnées pour déterminer la qualité de l'huile de soja désodorisée. Autre que la présence de fumé, la mauvaise odeur due à la présence des phospholipides dans l'huile et l'observation d'une mousse qui due aux présences des savons sont aussi des critères déterminants la qualité de l'huile de soja désodorisée au cours de la friture.



*Partie*

*Expérimentale*

# Chapitre I : Matériels et Méthodes d'Analyse

## I. Introduction

Ce chapitre est consacré à la description de l'ensemble des expériences effectuées. Au cours de ce travail, nous avons contrôlé la qualité de l'huile de soja (acidité, taux de savons, contrôle organoleptique) à l'étape de désodorisation. En parallèle, nous avons essayé de suivre les paramètres physiques de cette étape afin de déterminer les facteurs les plus influents et donc, les meilleures conditions pour une bonne désodorisation de l'huile de soja.

## II. Analyses de l'huile de soja désodorisée

Les analyses sont réalisées sur une durée de 19 jours. Chaque jour des échantillons d'huile de soja ont été prélevés (4 fois) dans des flacons à l'entrée et à la sortie de désodoriseur accompagnés par ses paramètres physiques (Débit, T, Vide) puis acheminés au laboratoire pour les contrôler. Il faut indiquer que l'huile à désodoriser sera une huile industrielle.

### II.1. Analyses physico-chimiques

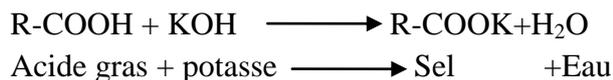
#### II.1.1. Acidité libre

##### ➤ Définition

L'acidité libre définie comme la teneur en acides gras libres exprimés en pourcentage d'acide oléique

##### ➤ Principe

Il s'agit d'une dissolution de la matière grasse dans de l'éthanol, puis titrage des AGL présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphaléine comme indicateur. L'équation de la réaction est la suivante :



##### ➤ Mode opératoire

On met à peu près **100 ml** d'alcool à brûler **90°** dans un ballon de **250ml** puis on ajoute **2 à 3** gouttes de phénolphaléine comme indicateur spécifique et on neutralise l'alcool qui a un caractère acide par KOH à **0,1 N** (Coloration rose) puis on pèse la quantité d'huile désodorisée nécessaire au dosage (**5 à 10 g**). Après agitation, on dose le mélange à l'aide d'une solution de KOH titrée. La fin du dosage est marquée par l'apparition de la couleur rose devant persister au moins **15** secondes après agitation.

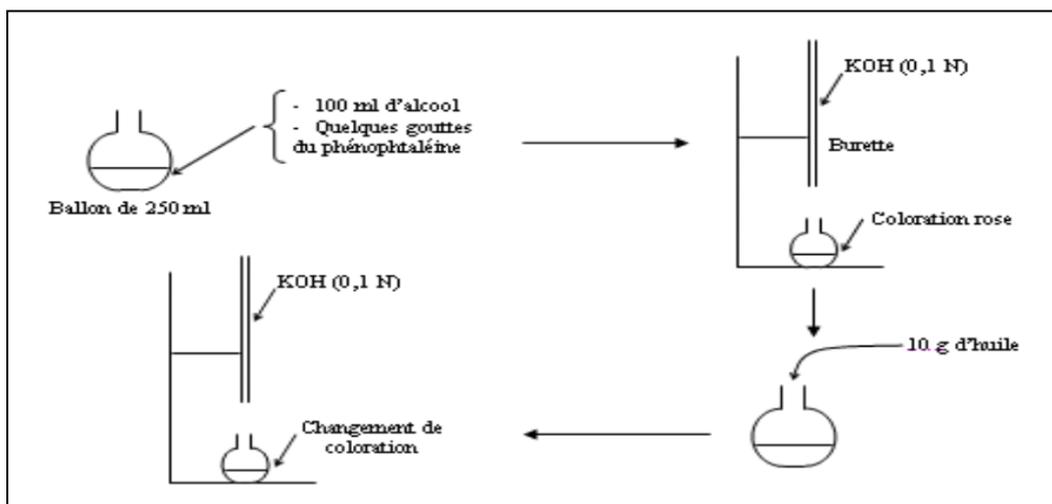


Figure5 : Les étapes de dosage de l'acidité de l'huile

##### ➤ Expression de résultats

Avec :

$$\%AC = (V * C * M) / 10 * PE$$

- %AC : Pourcentage d'acidité
- V : Volume de KOH versé en ml
- C : La concentration exacte de la solution titrée d'hydroxyde de potassium en mol/l (**0,1N**)
- M : Masse molaire d'acide oléique en g/mol (**282 g/mol**)
- PE : Prise d'essai d'huile en g

### II.1.2.Taux de savons

#### ➤ Définition

C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium.

#### ➤ Principe

Une dissolution de l'huile dans la solution acétonique donne une coloration bleu-vert qui confirme la présence de savons dans l'huile puis un titrage avec l'acide chlorhydrique donne une coloration jaune claire.

#### ➤ Mode opératoire

On pèse une masse de l'huile désodorisée inférieur ou égale à **30g** puis on ajoute **100 ml** de la solution acétone/eau et on les mélanger puis reposer. Si la solution se sépare en deux couches cela indique qu'il ya des savons dont la couche supérieure sera de couleur bleu. Après agitation, on titre la solution avec la solution d'acide chlorhydrique (HCL) **0,01N** tout en mélangeant jusqu'à ce que vire de bleu au jaune de la solution d'acétone/eau ajoutée.

#### ➤ Expression de résultats

$$Z = 304000 * (V * C / PE)$$

Avec :

- Z : Taux de savons
- 304000 : Masse molaire du savon ( $C_{17}H_{33}COO^-$ ,  $Na^+$ ) en g/mol
- V : Volume de HCl en ml
- C : La concentration exacte de la solution titrée d'HCl utilisée en mol/l (**0,01N**)
- PE : Prise d'essai d'huile en g

## II.2.Analyse sensorielle

Des échantillons ont été prélevés dans des bouteilles de **1L** pour les contrôler au laboratoire.

### II.2.1.Dégustation

On commence par observer l'aspect, couleur et homogénéité de l'huile .Ensuite, on continue par la sentir, pour percevoir l'odeur. Puis enfin vient le moment de la goûter, pour connaître la saveur. L'absence d'un goût et d'une odeur indésirable confirme une bonne désodorisation de l'huile et on note dans le cahier d'analyse « **ok** » ce qui signifie le test est positif. Et pour la coloration, on détermine la coloration exacte de l'huile qui peut être de jaune peu foncée, foncée où très foncée.

### II.2.2.Test de friture

On verse la bouteille de l'huile (**1L**) dans la friteuse à la température de **180°C**, et on laisse chauffée. Après un temps de 5 min on observe s'il ya de fumée, de mousse ou bien d'odeur indésirable. L'absence de ces troubles sert à confirmer que le test est positif.

## Chapitre II: Résultats Expérimentaux et Discussions

Les résultats des analyses réalisées de l'huile de soja désodorisée seront présentés et discutés.

### I. Analyses physico-chimiques

#### I.1. Évolution de l'acidité

On indique que les paramètres physiques (Température, débit, vide) mentionnés dans la **figure 6** sont réglés automatiquement dans un ordinateur par un chef d'équipe de l'unité de raffinage

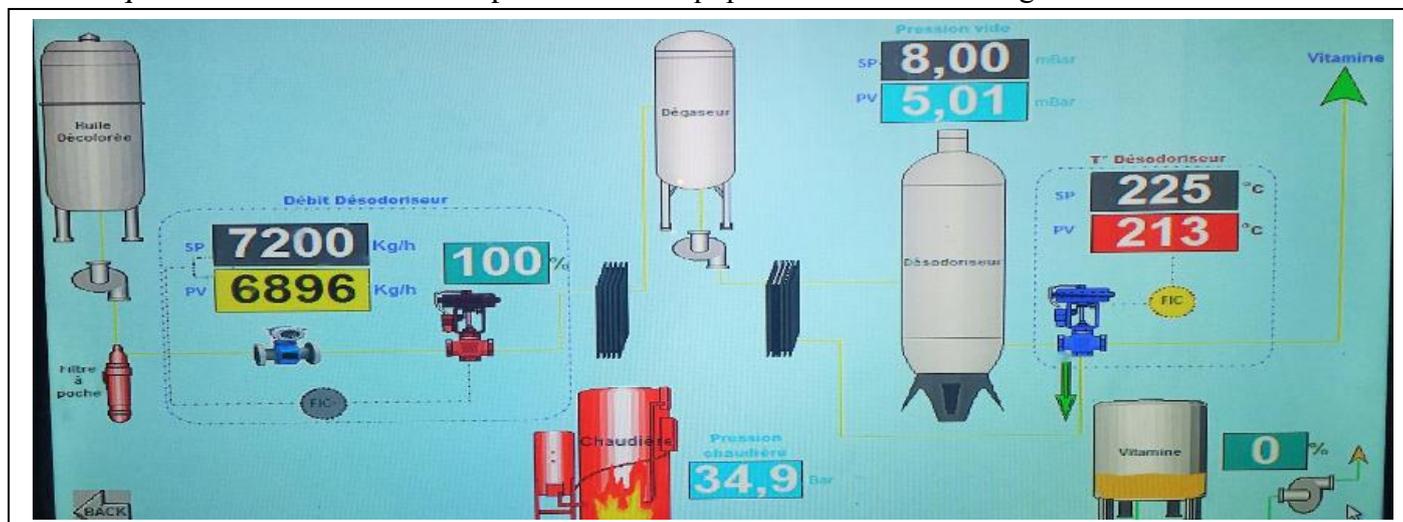


Figure 6 : Photo des paramètres physiques à l'étape de désodorisation

Les résultats du test d'acidité obtenus durant 19 jours sont regroupés dans le **tableau 1**.

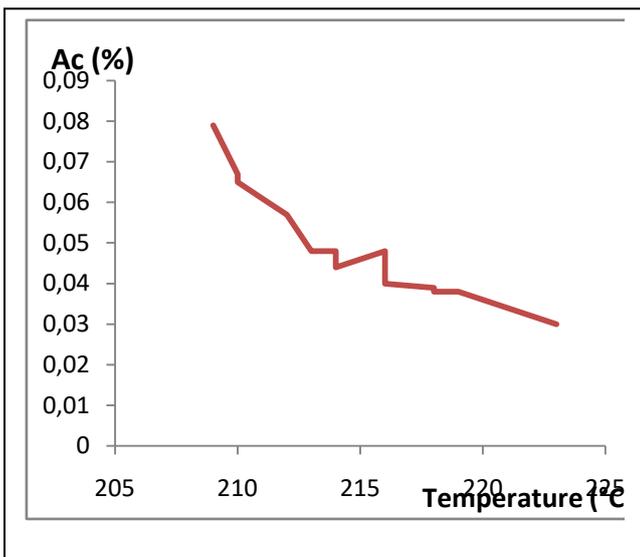
Tableau 1 : Variation de la température (°C), débit (Kg/h) et le vide (mbar) en fonction de l'acidité(%) de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur

N°échantillons	AC de ED (%)	AC de SD (%)	Température (°C)	Débit (Kg/h)	Vide (mbar)
1	0,051	0.044	216	7031	4,93
2	0,097	0.048	213	6791	5,5
3	0,063	0.048	214	7197	5,03
4	0,05	0.043	216	6911	4,94
5	0,052	0.044	214	7047	5,09
6	0,053	0.048	214	7078	5,15
7	0,054	0.039	218	7084	4,93
8	0,047	0.038	218	7171	4,79
9	0,045	0.038	219	7125	4,69
10	0,08	0.061	211	6951	6,52
11	0,098	0.079	209	6942	7,5
12	0,086	0.067	210	6965	7,05
13	0,072	0.048	214	6911	5,17
14	0,053	0.04	216	6937	4,95
15	0,049	0.03	223	6698	4,67
16	0,06	0.057	212	7088	5,93
17	0,084	0.065	210	7090	6,96
18	0,07	0.067	210	7052	7,27
19	0,055	0.04	216	6920	4,99
<b>Normes</b>	<b>&lt;0,1</b>	<b>&lt;0.08</b>	<b>218-225</b>	<b>6000-7200</b>	<b>4-8</b>

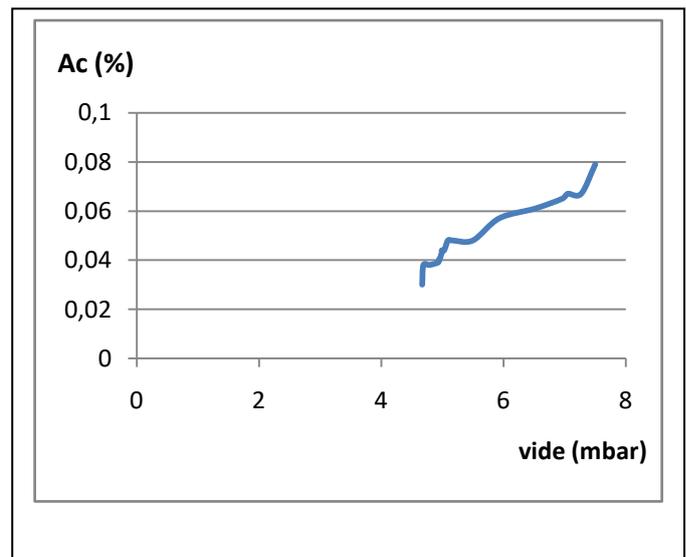
À la lecture des résultats, (**Tableau 1**) on montre :

- Une diminution de l'acidité de l'huile entrée après désodorisation. Les valeurs varient de **0,045%** à **0,098%** pour l'huile de l'entée diminuent à **0,03-0,079 %** pour l'huile de sortie, ces valeurs conformes aux normes de la société (**<0.1%** pour l'huile de l'entée et **<0.08%** pour celle de sortie). Ce qui atteste du bon déroulement de l'opération de désodorisation, mais également les étapes présidentes de raffinage (neutralisation, décoloration) car il ya eu élimination d'une grande partie des acides gras libres
- La diminution de l'acidité s'accompagne d'une augmentation de la température qui située entre **209-223°C** dont les valeurs de **209°C** à **216°C** sont inférieures aux normes. Cela explique par un colmatage au niveau de l'échangeur «**40 bar** ». Ce colmatage est dû à l'accumulation des phospholipides qui peuvent présenter dans l'huile de l'entrée
- La diminution de l'acidité s'accompagne également d'une diminution du vide. Les valeurs obtenus varient de **4,67** à **7,5 mbar** sont conformes à la norme (**4-8 mbar**)
- Une variation de débit où les valeurs situent entre **6698-7197 Kg/h**. Et même si le débit est l'un des paramètres physiques de la désodorisation, on ne remarque aucune évolution de l'acidité par rapport au débit.

L'examen de l'acidité (acidité de sortie) en fonction de la température et le vide montre que la diminution de l'acidité est influencée par ces deux paramètres physiques, plus l'acidité est diminuée plus la température est augmentée et plus le vide est diminué. Ce qui explique une bonne volatilisation des acides gras libres et donc une bonne désodorisation (**Figures 7 et 8**).



**Figure 7 : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction de la température (°C)**



**Figure 8 : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction du vide (mbar)**

### **Remarque :**

- Pour l'huile entrée désodoriseur : si l'acidité est supérieure strictement à la norme, on optimise la quantité de terre ajoutée à la décoloration
- Pour l'huile sortie désodoriseur : si l'acidité est supérieure strictement à la norme, on diminue le débit d'huile à l'entrée de désodoriseur ou bien on fait recycler l'huile à un certain moment.

## **I.2. Évolution de taux de savons**

Les résultats du test de taux de savons de l'huile à l'étape de désodorisation sont présentés dans le **tableau 2**

**Tableau 2 : Taux de savons (ppm) de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur**

N°échantillons	Taux de savons (ppm*)	
	Entrée désodoriseur	Sortie désodoriseur
1	0	0
2	0	0
3	0	0
4	0	0
5	0	0
6	0	0
7	0	0
8	0	0
9	0	0
10	0	0
11	0	0
12	0	0
13	0	0
14	0	0
15	0	0
16	0	0
17	0	0
18	0	0
19	0	0
<b>Normes</b>	<b>0</b>	<b>0</b>

ppm\* : partie par millions

D'après les résultats obtenus (**Tableau 2**), on remarque que le taux de savons égale à **0 ppm** dans les 19 prélèvements de l'huile à l'entrée et à la sortie de désodoriseur. Ces résultats conformes aux normes (**0 ppm**) montrent que l'huile de soja à désodoriser est absolument dépourvue de savons cela est expliqué par la bonne adsorption sur la terre décolorante à l'étape de décoloration. Et par conséquent le taux de savons à la sortie de désodoriseur égale à **0 ppm**

## **II .Analyse sensorielle**

### **II.1. Dégustation**

Les résultats de la dégustation qui concernent l'aspect, l'odeur, le goût, et la couleur sont regroupés dans le **tableau 3**.

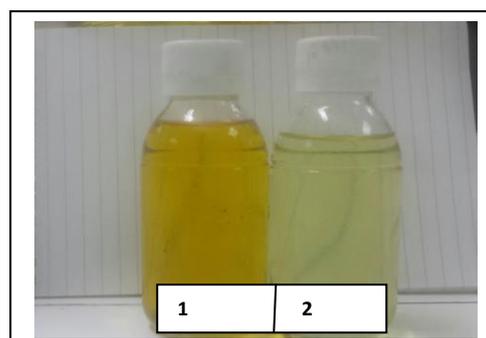
**Tableau 3 : Caractères organoleptiques de l'huile de soja désodorisée**

N°échantillons	Aspect	Odeur	Goût	Couleur
1	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
2	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
3	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
4	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
5	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
6	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
7	Ok	Ok	Ok	Jaune peu foncée
8	Ok	Ok	Ok	Jaune peu foncée
9	Ok	Ok	Ok	Jaune peu foncée
10	Ok	Ok	Ok	Jaune très foncée
11	Ok	Ok	Ok	Jaune très foncée
12	Ok	Ok	Ok	jaune très foncée
13	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
14	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
15	Ok	Ok	Ok	Jaune peu foncée
16	Ok	Ok	Ok	Jaune très foncée
17	Ok	Ok	Ok	Jaune très foncée
18	Ok	Ok	Ok	Jaune très foncée
19	Ok	Ok	Ok	Jaune foncée
<b>Normes</b>	<b>Fluide</b>	<b>Sans odeur indésirable (cétones, aldéhydes...)</b>	<b>Prononcée de haricot</b>	<b>Jaune plus au moins foncé</b>

D'après les résultats (**Tableau 3**), on montre que :

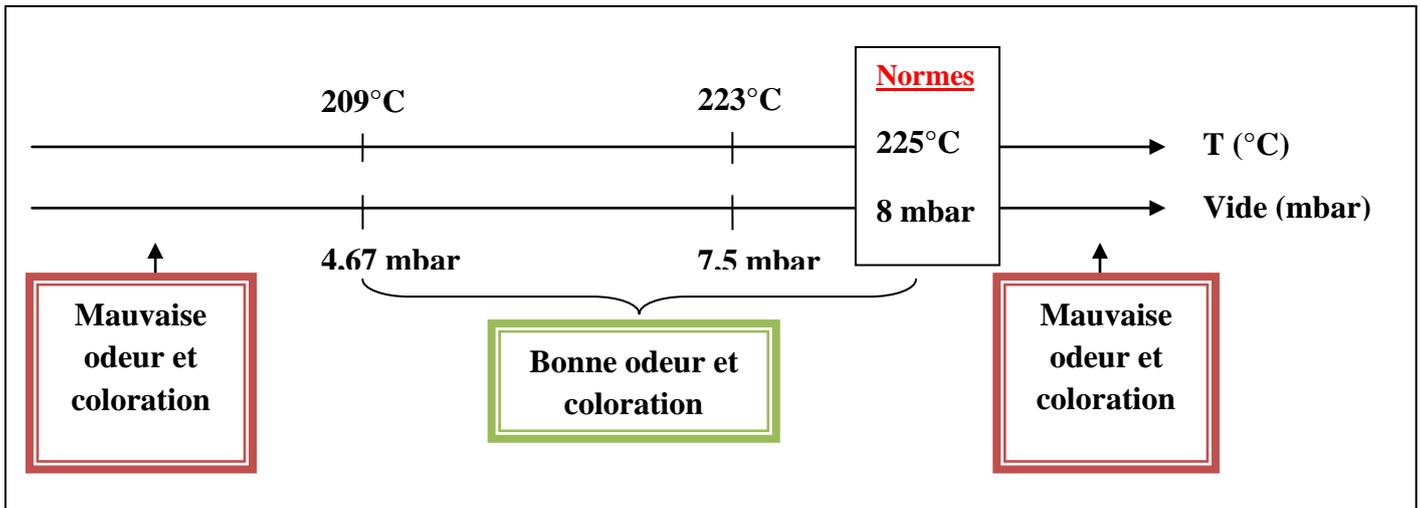
- Les échantillons prélevés ont un goût et odeur normale cela indique que les échantillons sont dépourvus de toutes substances indésirables de cétones et d'aldéhydes
- Les échantillons ont un aspect fluide
- Les échantillons ont une couleur conforme à la norme. La coloration varie de jaune peu foncée, jaune foncée et jaune très foncée. Pour les échantillons N° :7, 8, 9 et 15 ont une coloration jaune peu foncée et des températures (selon le **tableau 1**) respectivement à 218°C, 218°C, 219°C et 223°C, et une coloration jaune foncée pour les échantillons N° :1, 2, 3, 4, 5, 6, 13,14 et 19 à des températures respectivement à 216°C, 213°C, 214°C, 216°C, 214°C, 214°C, 216°C et 216 °C, et pour les échantillons N° :10, 11, 12, 16, 17 et 18 à des températures de 211°C, 209°C, 210°C, 212°C, 210°C et 210°C ont une coloration jaune très foncée.

Ces résultats obtenus de **tableau 3** est expliqués par le fait de la température qui sert à dénaturer les composés indésirables qui sont absorber par le vide ce qui donne une huile de bonne odeur, goût, aspect, et coloration.



**Figure 9 : Photo de l'huile de soja à l'entrée (1) et à la sortie (2) de désodoriseur**

Les résultats des **tableaux 1 et 3** permettant de déterminer un intervalle des paramètres physiques influencés l'odeur et la coloration de l'huile de soja désodorisée (**Figure 10**).



**Figure 10 : Intervalle des paramètres physiques influencés l'odeur et la coloration**

## II.2. Test de friture

**Tableau 4 : Test de l'huile de friture**

N°échantillons	Test
1	+
2	+
3	+
4	+
5	+
6	+
7	+
8	+
9	+
10	+
11	+
12	+
13	+
14	+
15	+
16	+
17	+
18	+
19	+

**+ : test positif**

Le **tableau 4** montre que tous les 19 échantillons ont un test de friture positif, et aucune présence d'une odeur indésirable ou bien de la mousse lors de la friture. Cela est dû au bon déroulement de désodorisation de l'huile de soja.

## Conclusion

Ce stage effectué au sien du **SIOF** nous a permis d'acquérir et d'approfondir les connaissances théoriques et pratiques dans le domaine des corps gras et leurs technologies de production et de transformation, mais aussi de connaître à l'échelle industrielle, les traitements obligatoires et indispensables que subissent les huiles avant leur consommation.

La qualité de l'huile de soja dépend essentiellement de sa composition chimique. Cependant, suivant les conditions de fabrication et de conservation les divers éléments constitutifs de l'huile peuvent subir des modifications plus ou moins importante pouvant porter préjudice à la qualité de l'huile.

Au terme de cette étude, les diverses observations tout au long des expériences effectuées nous ont permis de mettre en valeur les principales conclusions se rapportant la contribution à l'étude de l'évolution de la qualité de l'huile de soja au cours de l'étape de désodorisation au niveau de la raffinerie de **SIOF**.

Le contrôle analytique était basé sur des analyses physico-chimiques et organoleptiques de l'huile de soja désodorisée. Et les résultats obtenus, comparés aux normes du codex alimentarius, permettent une détermination de la qualité de cette huile.

Ce présent travail permet d'avancer que les conditions de la désodorisation aboutissent à une huile raffinée répondant aux critères de qualité.

Tous les échantillons analysés ont une acidité qui se situe dans l'intervalle des normes établies par le codex (**<0,1%** (ED), **<0,08%** (SD)).

Pour ce qui est de taux de savons, tous les échantillons d'huile ont un taux de savons nuls conformes aux normes (**0 ppm**).

Le suivi des paramètres physiques montre que les facteurs influençant la qualité de l'huile de soja désodorisée sont la température et le vide, où il ya une bonne volatilisation des composés indésirables avec l'augmentation de la température et la diminution du vide.

La stabilité de paramètres physiques (température et le vide) se reflète sur la qualité organoleptique de l'huile, en particulier l'odeur et la coloration.

La température de **223°C**, le vide de **4,67mbar** sont les meilleures conditions pour donner une bonne désodorisation, une bonne coloration (jaune peu foncée), et donc une huile de soja de bonne qualité.

## Références

- [1] BRISSON, Germain. Lipides Et Nutrition Humaine : Analyse des données récentes sur les corps gras alimentaires. Presses de l'université Laval, 1982, 181p.
- [2] NIA, Nihad. Suivi et comparaison des paramètres physico-chimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatiquement, produites par Cévital. Université Abderrahmane Mira de Béjaïa, 2008.
- [3] BRISSON, Germain. Lipides Et Nutrition Humaine : Analyse des données récentes sur les corps gras alimentaires. Presses de l'université Laval, 1982, 181p.
- [4] W.BAUER. R.BADDOUD. J.LOLIGER. A.ETOURNAUD. Science et technologie des aliments : Principe de chimie des constituants et de technologie des procédés. Première édition, Presses polytechnique et universitaire romandes, 2010, 216p
- [5] [https://fr.wikipedia.org/wiki/Point\\_de\\_fum%C3%A9](https://fr.wikipedia.org/wiki/Point_de_fum%C3%A9)