

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

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

Présenté par :

◆ LACHHAB NAILA

Encadré par :

- ◆ Mlle EL FARRODI FATIMA (Société)
- ◆ Pr SQALLI OUAF AE (FST)

Soutenu Le 8 Juin 2018 devant le jury composé de:

- Pr SQALLI OUAF AE
- Pr KANDRI RODI ADIBA
- Pr AMEZIANE HASSANI CHAKIB

Stage effectué à la société oliéicole de Fès

Année Universitaire 2017 / 2018

Remerciement

Je tiens à présenter mes remerciements et ma gratitude à tous Ceux qui m'ont aidée de près ou de loin à l'accomplissement de ce rapport et du stage.

- Monsieur le directeur de **SIOF** pour m'avoir donné l'opportunité d'effectuer mon Stage dans une prestigieuse unité industrielle.
- **Mme Ouafae Sqalli** ma encadrante et professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès pour sa soutien et ses conseils.
- **Mme Fatima** Responsable du Laboratoire de la société **SIOF**, pour ses précieux conseils sur la façon d'élaborer ce travail et d'avoir partagé avec moi tout son savoir faire dans le domaine de la production des huiles de table.
- Les membres de jury **Pr KANDRI RODI ADIBA** et **Pr AMEZIANE HASSANI CHAKIB** d'avoir accepté de participer à l'évaluation de ce modeste travail.

Mes remerciements vont également à toutes les personnes qui ont participé à L'élaboration de ce travail.

SOMMAIRE

INTRODUCTION.....	1
Chapitre I : Présentation du SIOF.....	2
I. Aperçu du SIOF.....	3
II. Les huiles élaborées par la <i>SIOF</i>	4
Chapitre II : Processus de production.....	6
I. Raffinage	7
II. les différents étapes du raffinage.....	8
Chapitre III : Étude de la stabilité d'une huile désodorisée (Huile de soja)	12
I. Introduction.....	13
II. Principe.....	13
III. Les composés éliminés	14
IV. Processus de désodorisation.....	15
V. Les paramètres de la désodorisation	16
VI. Contrôle de la qualité de l'huile de soja désodorisée.....	17
VII. Résultats Expérimentaux et Discussions.....	20
I. Analyses physico-chimiques.....	20
II. Analyse sensorielle...../.....	23
Conclusion	26
Références	27

liste des abréviations

- Ac : acidité
- AG : Acides gras
- AGL : acides gras libres
- °C : degré Celsius
- ED : entrée désodoriseur
- SD : sortie désodoriseur
- Pr : pression
- mbar : millibar
- T : température

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 de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique: environ 100 %, soit près de 900 kcal/1 00 ml. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches

en certains acides gras polyinsaturés qui sont dits "essentiels" car notre organisme ne peut pas les synthétiser.

L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. La production de l'huile varie selon la campagne et selon la nature d'huile traitée.

L'huile brute nécessite un traitement de raffinage pour obtenir une huile prête à la consommation humaine. 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. Les principales plantes oléagineuses annuelles cultivées au Maroc sont le tournesol, le colza, l'arachide, le soja et le carthame.

Mon stage au SIOF (Société Industrielle Oléicole de Fès) m'a permis de suivre le processus de raffinage des huiles en effectuant des analyses (acidité et taux de savon) soit sur demande en cas d'anomalie, ou bien dans un intervalle de temps régulier afin de suivre la qualité du processus et des huiles raffinées.

Chapitre I :

Présentation du SIOF

I. Aperçu du SIOF

1. Présentation de la société :

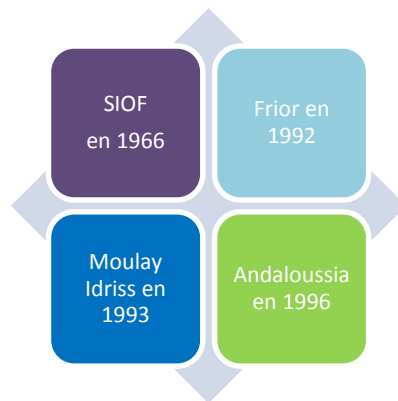
SIOF « Société Industrielle Oléicole de Fès » est l'une des sociétés les plus performantes à l'échelle nationale, c'est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus exactement dans le domaine de l'extraction, raffinage, conditionnement des huiles alimentaires.

la **SIOF** produit une gamme variée d'huiles lui permettant de toucher une large partie de consommateurs, elle subit une forte concurrence de la part de certaines sociétés oléicoles .

✓ Huiles fabriquées par la SIOF :

La **SIOF** produit quatre types d'huile :

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



2. Historique du SIOF

La SIOF a été créée en 1961 sous forme d'une société à responsabilités limitée (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression d'olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve d'olives.

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

1972 la société SIOF a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour le remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles

(1/2 L, 1L, 5L).

1977, Cette nouvelle installation a permis à la société de devenir un complexe important pour le capsulage des produits.

1978 le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts à différentes régions du royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30.000 tonnes/an.

A partir de 1980, elle s'est transformée en une Société Anonyme (S.A) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

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

1994, recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part de marché .

2003-2004, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (type de plastique). Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L, 2L, 5L.

II. Les huiles élaborées par la SIOF

1. L'huile de soja



Le soja est l'un des aliments naturels les plus riches. Il renferme une grande quantité de protéines, de glucides, de lipides, de vitamines A et B, de phosphore, de potassium, de calcium, de magnésium, de zinc et de fer , il contient aussi des acides gras polyinsaturés, la lécithine qui a une action hypocholestérolémiant, donc il possède des propriétés nutritives et énergétiques nécessaires pour le corps humain.

L'huile de soja est réalisée par extraction des huiles apartir la graine de soja .Cela se fait par broyage des fèves de soja qui sont ensuite chauffés pour enlever toute l'humidité .Ensuite les graines sont coupés on tranches puis roulés pour en extraire l'huile .

2. L'huile de tournesol



Le tournesol est une plante très cultivée pour ses graines riches en huile alimentaire . Le tournesol est, avec le colza et l'olivier, l'une des trois sources principales d'huile alimentaire.

L'huile de tournesol est une huile végétale obtenue à partir des graines de tournesol.

Elle est composée à 98 % de triesters d'acides gras. Le reste contenant entre autres des stérols et du tocophérol. Elle est classée parmi les huiles insaturées qui sont souvent partiellement hydrogénées, ce qui augmente leur point d'ébullition, et les rend les mieux utilisés pour la cuisine.

3. huile d'olive

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



L'obtention d'un litre de l'huile nécessite 4 a 10 Kg d'olives suivant la variété d'olives .

4. Huile de grignon

Après l'extraction de l'huile d'olives, il en résulte un sous-produit, le grignon, qui renferme la plus grande partie de la matière sèche d'olive (peau, pulpe, petits morceaux de noyau) et une certaine proportion d'eau de végétation qui contient à son tour les composants hydrosolubles de l'olive, Le grignon est séché, broyé et traité au solvant pour obtenir une huile dite huile de grignon .



La matière grasse du grignon est très riche en acides gras en C16 et C18 insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

Chapitre II:

Processus de production

I. Raffinage

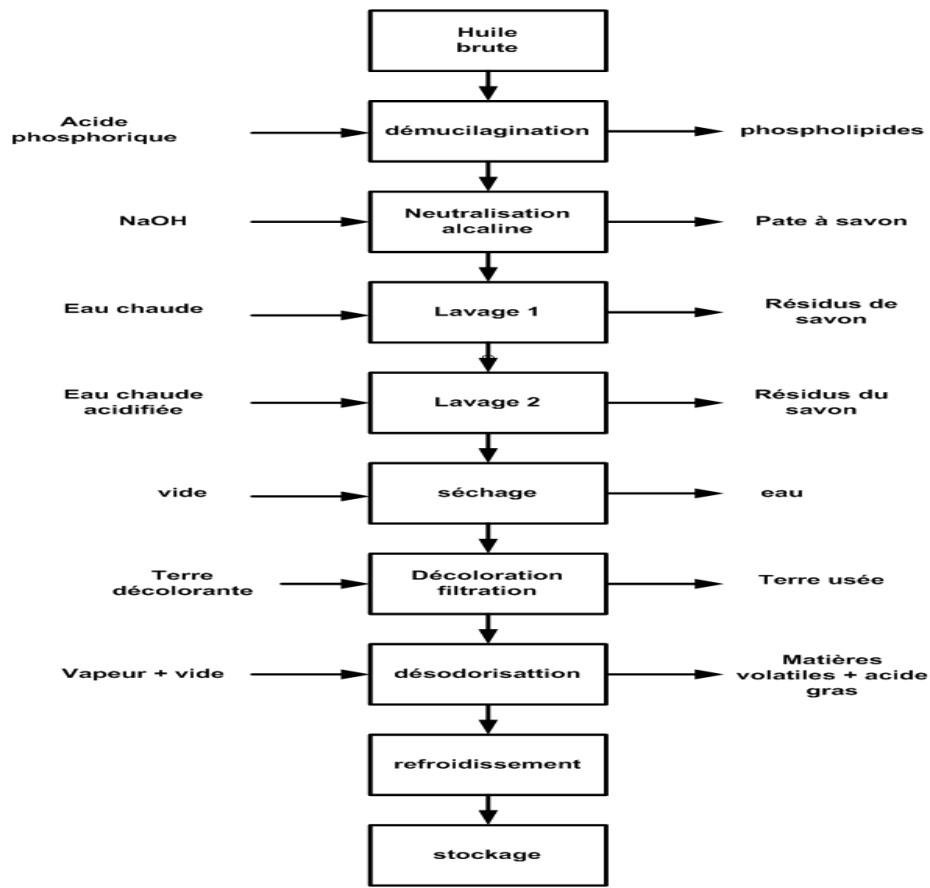


Le raffinage des huiles brutes a pour but de séparer de la matière noble , différentes « impuretés » ou composés « indésirables » afin d'obtenir une huile de la qualité requise pour un bon usage et une bonne conservation et permettre sa transformation ultérieure éventuelle dans l'industrie agroalimentaire .il s'agit de fournir , d'une part au consommateur une huile raffinée répondant a ses attente (huile l'impide , peu coloré , plate de gout et stable) et d'autre part , de garantir a l'industriel utilisateur une huile dont les spécifications sont conformes a un chaire des charges précis et complet .

Le raffinage est une technologie relativement récente qui n'a été progressivement mise en œuvre que depuis un siècle environ et qui devient de plus en plus importante dans l'industrie agroalimentaire.

Le raffinage nécessite plusieurs étapes, la démucilagination, la neutralisation, la décoloration et enfin la désodorisation de l'huile brute.

Figure1 : Diagramme de fabrication de l'huile de soja raffiné a partir de l'huile brute .



II. Les différents étapes de raffinage

1. Démucilagination

la démulagination ou L'étape du Dégommage consiste à débarrasser l'huile brute de substances lipidiques non huileuses dont la consistance et l'apparence rappellent celles des gommes, cette étape permet l'élimination des mucilages représentés essentiellement par des phospholipides existant dans l'huile brute par l'ajout de H₃PO₄.

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

L'huile brute est préchauffée à 60°C avec l'huile désodorisée dans un échangeur à plaque contre courant, puis à 85-90°C avec de la vapeur d'eau dans un échangeur à spirale (à contre-courant).

L'huile de soja brute contenant des teneurs en phosphore de l'ordre de 200 ppm est mélangée à l'acide phosphorique 42% (à raison de 1 kg par tonne d'huile). Elle est ensuite fortement agitée dans un mixeur pour avoir un mélange intime. Après le mélange réactionnel est ramené au bac de contact dans lequel l'huile va séjourner 30 min pour qu'il y soit conditionnement des mucilages (gonflement).

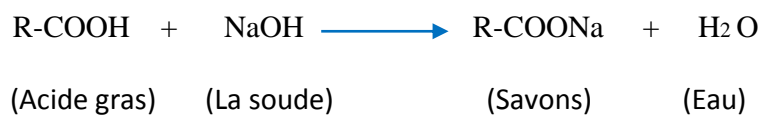
2. Neutralisation

Cette étape consiste à éliminer les acides gras libres, leur présence dans un corps peut être assimilée à celle d'un catalyseur d'oxydation.

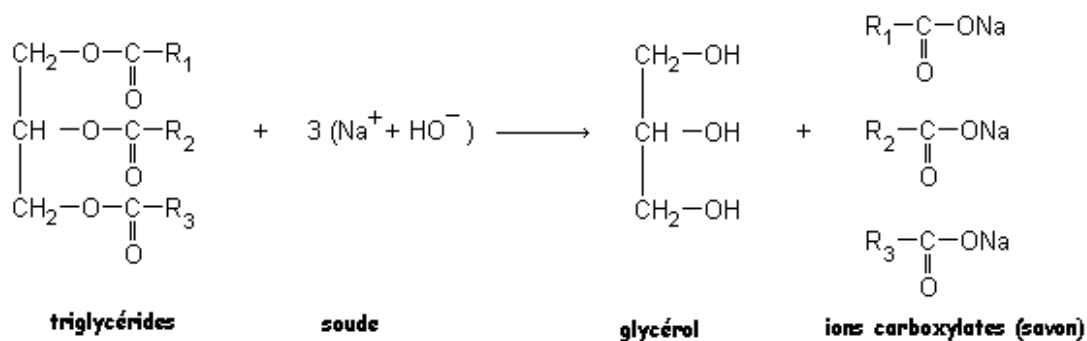
La neutralisation à la soude est très intéressante car elle élimine aussi les matières colorées et les traces de métaux qui peuvent accompagner l'huile lors du stockage.

L'huile venant de la démulcination est mélangée avec de la soude caustique de concentration égale à 16-18°Be. La quantité de soude, qu'il faut ajouter, doit tenir compte de la quantité d'acide phosphorique utilisée et de l'acidité de l'huile.

La réaction d'équilibre chimique entre les acides gras libres et la soude est la suivante :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude de l'ordre de 5 à 10%. Cet excès doit être bien dosé afin d'éviter les pertes par saponification parasite des triglycérides :



Le mélange réactionnel à une température de 85-90° est acheminé vers un mixeur pour parfaire la réaction de neutralisation, puis dans un séparateur Le mélange est divisé en deux phases :

- ✓ Phase lourde : pâtes de saponification
- ✓ Phase légère : huile neutre

3. Lavage

Cette opération permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne démulcination. Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de ne pas être éliminée.

L'huile provenant du séparateur reçoit l'eau du premier lavage (10%) à une température de 90°C, l'ensemble est brassé dans un mixeur sans risque d'émulsion. la séparation des eaux savonneuses est effectuée sur un séparateur Auto-débourbeur de type RSE 90.

L'huile sortant du premier lavage est réchauffée à 85-90°C, elle reçoit à nouveau 5% d'eau acidifiée avec d'acide citrique (30%), passe dans un mélangeur rapide et le mélange est séparé par centrifugation .

Si toutes les opérations en amont ont été bien maîtrisées, l'huile lavée doit contenir moins de 50 ppm de savon et une acidité inférieure à 0,04%.

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

4. 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.

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.

5. Décoloration

C'est une opération qui consiste à éliminer les pigments colorés (chlorophylles, carotènes), une partie du phosphore, les peroxydes responsables de la couleur foncée de l'huile brute et que la neutralisation n'a que partiellement détruits, Cette décoloration dite aussi blanchiment fait intervenir un phénomène physique : adsorption, sur des terres décolorantes

actives, de la quantité des agents décolorants en fonction de la coloration initiale et de la nature des pigments.

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 proche (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 ($\%Ac < 0.1\%$).

6. Désodorisation

La désodorisation est la dernière étape du raffinage des huiles , elle a pour but l'élimination des impuretés qui ont pu échapper aux traitements précédents, mais surtout d'élimination des substances odoriférantes, ces dernières sont des aldéhydes et des cétones .

Elle consiste en l'élimination des substances odorantes par distillation à la vapeur, sous vide poussé à des températures voisines de $215-225^{\circ}\text{C}$. 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

7. Fortification

L'huile finie destinée au conditionnement subit une fortification par les deux vitamines A et D3. Ces derniers sont des vitamines liposolubles qui ne sont pas synthétisées en quantité suffisante par l'organisme .

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

Chapitre III :

*Étude de la stabilité d'une
huile désodorisée (Huile de
soja)*

I. Introduction

Dans les premiers temps de l'industrie de la transformation des huiles comestibles, dans la première moitié du XIXe siècle, il n'y avait pas ou peu besoin de raffinage. Les graisses alimentaires (par exemple, le saindoux, l'huile d'olive, la graisse de lait, etc.) étaient la plupart du temps consommées non raffinées et leur saveur typique était même une caractéristique attrayante. C'est la croissance de l'industrie de la margarine en Europe à la fin du XIXe siècle qui a entraîné le développement du procédé de désodorisation de l'huile comestible. Au début, les désodorisants industriels étaient principalement de type discontinu, les désodorisants «Bataille» et «Lurgi» étant les plus répandus en Europe. Ces désodorisants fonctionnaient sous vide (pour faciliter le décapage et protéger l'huile contre l'oxydation) et utilisaient également de la vapeur surchauffée comme agent de décapage (pour éviter l'hydrolyse).

Au fil des années, la désodorisation a graduellement évolué d'un processus «simple» pour éliminer les saveurs inhabituelles à une opération unitaire cruciale ayant un impact important sur la qualité de l'huile raffinée. Dans le raffinage actuel des huiles comestibles, la désodorisation est également le processus dans lequel les acides gras libres (non-estérifiés) et les contaminants volatils sont décapés et les pigments colorés sont dégradés (décoloration à la chaleur).

II. Principe

La désodorisation est en fait un processus de décapage dans lequel une quantité donnée d'un agent de décapage (généralement de la vapeur) est passée pendant une période de temps donnée à travers une huile chaude à basse pression. Par conséquent, il s'agit principalement d'un processus physique dans lequel divers composants volatils sont éliminés. Cependant, comme il est habituellement effectué à haute température (> 200 ° C).

L'extraction d'un composant volatil donné de l'huile est déterminée par sa volatilité intrinsèque (courbe de pression de vapeur) et les conditions de désodorisation appliquées (température, pression et quantité de vapeur d'aspersion). Pour un processus de désodorisation par lots et à flux croisés, l'effet de décapage est décrit par l'équation mathématique suivante:

$$S = \frac{P_t}{E \cdot P_i^0} \cdot \ln \frac{V_a}{V_0} + \left(\frac{P_t}{E \cdot P_i^0} - 1 \right) \cdot (V_a - V_0)$$

Avec :

S = total de moles de vapeur ou de tout autre agent d'extraction par mole d'huile

Pt = pression totale de la phase gazeuse = pression du système

Pi0 = Pression de vapeur d'un acide gras donné

E = efficacité de vaporisation

Va = quantité initiale du composant volatil dans l'huile (moles)

V0 = quantité finale du composant volatil dans l'huile

III. 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

Les stérols sont des lipides possédants un noyau de stérane dont le carbone 3 est porteur d'un groupe. Ils sont retrouvés soit à l'état libre ou combinés avec un acide gras. La désodorisation sert à réduire les deux.

Les tocophérols sont connus sous leur nom de nutriment : vitamine E. ils sont des composés très importants pour leur propriétés technologiques car ils limitent l'oxydation des graisses en évitant ainsi leur rancissement.

❖ Les résidus phytosanitaires

Aussi appelés les pesticides sont des substances chimiques, naturelles ou de synthèses, utilisées en agriculture pour contrôler les différentes sortes de nuisibles et ainsi augmenter le rendement des principales cultures. La désodorisation est l'étape déterminante pour les éliminer.

IV. Processus de désodorisation

- ❖ **Figure2: Schéma de procédé de la désodorisation de l'huile de soja au sein de la SIOF**



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 ($T=120^{\circ}\text{C}$) par l'huile déjà désodorisée.

La 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 $90-100^{\circ}\text{C}$. 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 $T = 215$ à 225°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 restée dans l'huile afin d'obtenir une huile raffinée.

V. Les paramètres de la désodorisation

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), mais les limites des équipements désodorisants disponibles et la nécessité de minimiser les coûts d'exploitation sont également déterminants. La gamme typique des différents paramètres du processus de désodorisation sont :

1. La température

$$T = 215 \text{ à } 225^{\circ}\text{C}$$

Il existe une température optimale de désodorisation, dans cette température tous les substances volatils s'éliminent . 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 225°C provoquent des altérations de l'huile telles qu'elles ne sont jamais appliquées.

2. Quantité de vapeur injectée

Selon le type d'huile et le mode d'affinage La vapeur est l'agent décapant le plus couramment utilisé (efficace - coût le plus bas) .

À pression constante (au sein de la **SIOF**, $P_r = 1,5\text{bar}$), 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.

3. Pression absolue : le vide

La pression absolue la plus commune est inférieure à 8 mbar, la 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.

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.

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.

VI. Contrôle de la qualité de l'huile de soja désodorisée

Pour avoir une bonne désodorisation des paramètres sont contrôlés. Il existe des limites pour chaque paramètre (tableau 1).

Paramètres	Normes
Température	215 à 225°C
Vide	< 8 mbar
Débit	4000-7000
Acidité	<0.08
taux de savon	0 ppm

Tableau 1 : Paramètres de la désodorisation

1. Analyses physico-chimiques

les analyses physico-chimiques effectuées pour contrôler l'huile de soja lors la désodorisation sont :

- ❖ l'acidité l'huile
- ❖ taux de savons

a. Acidité de l'huile

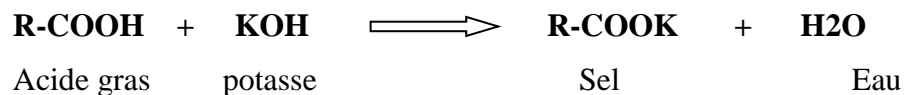
Définition :

L'acidité peut être défini comme étant le taux d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique présent dans 100 g de matière grasse.

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 phénolphtaléine comme indicateur.

L'équation de la réaction est la suivante :



Mode opératoire :

- On met dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- On ajoute 3 gouttes de phénophtaléine.
- On neutralise l'alcool par KOH (0,1 N) => **Coloration rose.**
- On ajoute une quantité d'huile à analyser .
 - 10 g d'huile désodorisée.
- On agite un peu et on obtient une coloration jaune.
- On titre avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage.

Expression de résultats :

$$\mathbf{AC = (282 * V) / PE}$$

- 282 : Masse molaire d'acide oléique. (g·mol⁻¹)

- V : Volume de KOH versé. (ml)
- PE : Prise d'essai. (g)

b- taux de savon

Définition :

C'est la détermination de la quantité de savon contenu dans les huiles exprimée en milligramme d'oléate de sodium dans un kilogramme de matière grasse, pour savoir si on a une perte d'huile ou non.

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 prend un ballon (lavé avec l'acétone à 3%) dont on met 40 ml de l'acétone à 3%.
- On ajoute 7 gouttes de bleu de bromophénol => **Coloration jaune.**
- On ajoute 10 g d'huile.
 - Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune et on ne titre pas.
 - Si l'huile contient du savon, on a un changement de couleur de jaune en vert foncé et dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à obtention coloration jaune.

Expression des résultats :

$$\text{Taux de savon} = (V \cdot 3040) / PE$$

- 3040 : masse molaire du savon (g/mol).
- V : volume (HCL) versé (ml).
- PE : prise d'essai (g).

2. Analyse sensorielle

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

les caractéristiques chimiques ne sont pas suffisantes pour déterminer la qualité d'une huile.

Donc les caractéristiques organoleptiques de l'huile ont une grande importance pour déterminer si l'huile a de bonne qualité ou non .

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** 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.

VII. Résultats Expérimentaux et Discussions

Les paramètres physiques (Température, débit, vide) mentionnés dans la figure 3 sont réglés automatiquement dans un ordinateur par un chef d'équipe de l'unité de raffinage.



Figure 3 : Photo des paramètres physiques à l'étape de désodorisation

I. Analyses physico-chimiques

1. Évolution de l'acidité de l'huile

Les résultats du test d'acidité obtenus durant 17 jours sont regroupés dans le tableau 2:

N°échantillons	AC de ED (%)	AC de SD (%)	Température (°C)	Débit (Kg/h)	Vide (mbar)
1	0.10	0.061	217	6854	3.26
2	0.14	0.040	221	6880	2.78
3	0.18	0.045	219	6781	2.92
4	0.21	0.063	217	5240	3.43
5	0.20	0.063	216	5256	3.50
6	0.12	0.044	219	4969	2.40
7	0.19	0.042	218	6488	2.38
8	0.23	0.075	215	4708	5.92
9	0.20	0.058	216	4792	3.36
10	0.16	0.048	217	4250	2.30
11	0.12	0.063	217	6854	3.26
12	0.15	0.062	217	6646	3.20
13	0.20	0.048	218	6865	2.53
14	0.21	0.073	216	6854	4.53
15	0.12	0.032	223	6590	1.84
16	0.14	0.069	216	6500	3.37
17	0.13	0.021	223	6960	1.40
Normes	<0,2	<0.08	215-225	4000-7000	< 8.00

Tableau2: Variation de la température, débit et le vide en fonction de l'acidité de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur

À la lecture des résultats du tableau d'acidité on montre :

- ❖ Une diminution de l'acidité de l'huile entrée après désodorisation. Les valeurs varient de **0,1 %** à **0,2 %** pour l'huile de l'entée diminuent à **0,021%** -**0,075 %** pour l'huile de sortie. Ces valeurs sont conformes aux normes de la société (**<0.2 %** 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 précédentes 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.
- ❖ La diminution de l'acidité s'accompagne également d'une diminution du vide. Les valeurs obtenus varient de **1,40** à **5,92 mbar** sont conformes à la norme (**<8 mbar**)

- ❖ Une variation de débit où les valeurs se situent entre **4250-6960 Kg/h**. Ces variations sont conformes aux normes.

La variation de l'acidité (acidité de sortie) en fonction de vide et de température montre que la diminution de l'acidité est influencée par ces deux paramètres physiques, plus l'acidité est diminuée plus le vide est diminué (figure 4) et plus la température est augmentée (figure 5) . Ce qui explique une bonne volatilisation des acides gras libres et donc une bonne désodorisation .

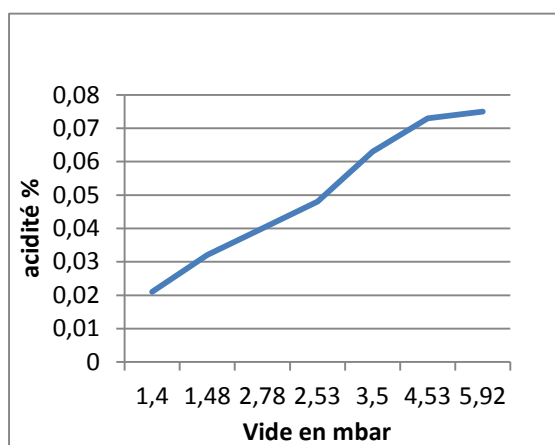


Figure 4 : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction du vide (mbar)

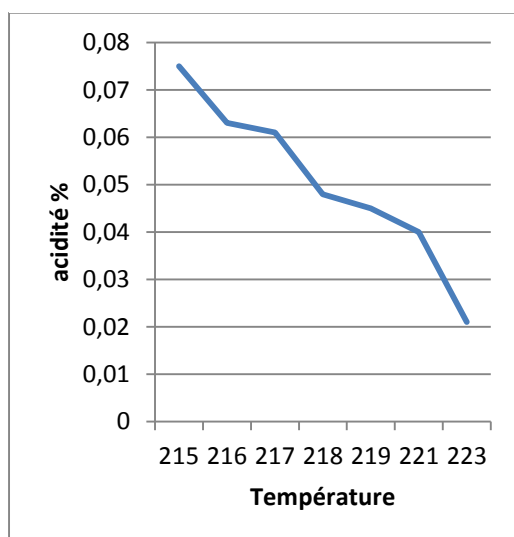


Figure 5 : Courbe d'évolution de l'acidité (%) de l'huile sortie en fonction de la température (°C)

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.

2. Évolution de taux de savon

Les résultats du test de taux de savons de l'huile à l'étape de désodorisation sont présentés dans le tableau 3 :

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
Normes	0	0

Tableau 3 : Taux de savons (ppm) de l'huile de soja à l'entrée et à la sortie de désodoriseur

D'après les résultats obtenus, on remarque que le taux de savons est égale à **0 ppm** dans les 17 prélèvements de l'huile à l'entée et à la sortie de désodoriseur. Ces résultats sont 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

1. Dégustation

Les résultats de la dégustation qui concernent l'aspect, l'odeur, le goût, et la couleur sont regroupés dans le tableau 4 :

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 foncée
9	OK	OK	OK	Jaune très foncée
10	OK	OK	OK	Jaune peu foncée
12	OK	OK	OK	Jaune foncée
13	OK	OK	OK	Jaune foncée
14	OK	OK	OK	Jaune très foncée
15	OK	OK	OK	Jaune peu foncée
16	OK	OK	OK	Jaune très foncée
17	OK	OK	OK	Jaune foncée
Normes	Fluide	Sans odeur indésirable	Prononcée de haricot	Jaune plus au moins foncé

Tableau 5 : Résultat de la dégustation

D'après les résultats du tableau précédent, 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 (figure 6 et 7). La coloration varie de jaune peu foncée, jaune foncée et jaune très foncée.

Ces résultats obtenus conformément que la température qui sert à dénaturer les composés indésirables ainsi que le vide qui absorbe ces composés sont optimisés.



**Figure 5 : photo d'huile de soja à l'entrée
du désodoriseur**



**Figure 6 :photo d'huile de soja à la sortie
du désodoriseur**

2. Test de friture

Afin de déterminer si l'huile est bien désodorisée on applique le teste de friture sous une température de 280, les résultats sont présenté dans le tableau 6.

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

Tableau 6 : Test de l'huile de friture

+ : test positif

Le tableau 6 montre que tous les 17 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

La société industrielle oléique de Fès est parmi les entreprises qui veulent s'imposer dans le domaine de la production des huiles. C'est dans ce cadre que SIOF est appelée d'une part, à développer ses procédés de production sur le plan qualitatif, d'autre part d'améliorer sa capacité de satisfaire les besoins des consommateurs.

Ce stage effectué au sien du **SIOF** m'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.

- ✓ une bonne désodorisation exige des limites pour chaque paramètre.
- ✓ Les valeurs de l'acidité de l'huile sortie de désodoriseur varient entre **0,021% - 0,075 %**. Ces valeurs sont conformes aux normes de la société (<**0.08 %** pour celle de sortie).
- ✓ le taux de savons de l'huile désodorisé est égal à **0 ppm**. Cette valeur est conforme aux normes de la société
- ✓ les résultats du dégustation conforment que la température qui sert à dénaturer les composés indésirables ainsi que le vide qui absorbe ces composé sont optimises.
- ✓ Le test de friture est positif. Cela est dû au bon déroulement de désodorisation de l'huile de soja.

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 alimentaires, permettent une détermination de la qualité de cette huile.

Références

- https://fr.wikipedia.org/wiki/Point_de_fum%C3%A9
- Deodorization%20-%20AOCS%20Lipid%20Library.html
- [file:///C:/Users/usr/Desktop/siof/PresentationDe La Société Industrielle Oléicole De Fès Dissertation.](file:///C:/Users/usr/Desktop/siof/PresentationDe%20La%20Soci%C3%A9t%C3%A9%20Industrielle%20Ol%C3%A9icole%20De%20F%C3%A8s%20Dissertation.pdf)
- <http://www.memoirepfe.fst-usmba.ac.ma/get/pdf>