

Sommaire :

Introduction	1
Chapitre I: Description de la Société SIOF	2
I. Historique	2
II. Activités.....	2
III. Produits.....	2
IV. Organigramme	3
V. Les huiles traitées par la SIOF Dokkarat	4
VI. Généralités sur le vieillissement des huiles	6
Chapitre II : Raffinage et conditionnement de l'huile de soja brute	8
I. Extraction de l'huile de soja brute	8
II. Raffinage de l'huile de soja brute.....	8
III. Conditionnement de l'huile de SOJA	13
Chapitre III : Les analyses chimiques effectuées au sein du laboratoire de SIOF	14
Chapitre IV : Optimisation des paramètres influençant sur la qualité de l'huile de soja	19
I. Analyses journalières effectuées au laboratoire	19
II. Etude du vieillissement de l'huile de soja	20
III. Optimisation pour l'élaboration d'une huile de friture (SIOF.....	25
Conclusion	28

Remerciement :

Au terme de ce travail, j'adresse mes remerciements à Monsieur KHALIL LAHBABI président directeur général de la société industrielle oléicole de Fès, qui m'a offert l'opportunité d'effectuer mon stage au sein de la société SIOF.

Je tiens à exprimer mes vifs remerciements et ma profonde gratitude à l'ensemble du personnel de la société SIOF et tout particulièrement à Mlle Fatima EL FARROUDI de m'avoir encadrée, conseillée et orientée au cours de mon stage de fin d'études, ainsi que pour Mme Fatiha BOUSELLAMI, chef de laboratoire de la SIOF pour son aide et sa collaboration.

Mes plus vifs remerciements vont aussi à Monsieur le professeur HARRACH Ahmed pour ses conseils efficaces et sa disponibilité. Sa grande expérience, sa gentillesse et ses grandes qualités scientifiques et humaines qui ont constitué un support permanent à ma réflexion.

Je remercie également les membres de jury, Mr SOUHA Hammou et Mr IHSSANE Chouaib pour leur présence et le temps consacré à étudier mon rapport.

Finalement, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace :

C'est avec gratitude que j'aimerai dédier ce travail :

A mes parents, qui m'ont encouragé et soutenu aussi moralement que financièrement. Vous êtes pour moi un exemple de courage et de sacrifice continu. Que ce modeste travail témoigne mon affection, mon éternel attachement et mon grand amour pour vous.

A mon frère, mes sœurs, mes amis et à toute ma famille, pour leur compréhension, soutien et tendresse. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma plus profonde reconnaissance.

A mes professeurs qui ont déployés tous leurs efforts pour me préparer à affronter la vie professionnelle.

Liste des tableaux et figures :

Tableau 1: Analyses journalières effectuées sur l'huile de soja.

Tableau 2 : Influence de la durée de stockage sur le pourcentage d'acides gras libre et l'indice de peroxyde.

Tableau 3 : effet de la température sur l'acidité libre et l'indice de peroxyde.

Tableau 4 : Effet de la lumière sur l'acidité libre et l'indice peroxyde de l'huile de soja.

Tableau 5: Résultats de la friture de pommes de terre avec différentes huiles à base de soja.

Figure 1 : Organigramme de la société SIOF.

Figure 5 : diagramme représentant les étapes de raffinage.

Figure 6: variation de l'indice peroxyde en fonction de la température.

Figure 7 : variation de l'acidité libre en fonction de la température.

Figure 8 : influence de la lumière sur le vieillissement de l'huile.

Figure 9 : influence de la lumière sur l'indice peroxyde de l'huile.

Figure 10: variation de l'acidité libre en fonction du nombre de fritures.

Figure 11 : variation de l'indice peroxyde en fonction du nombre de fritures.

Chapitre I :

Description de la

société SIOF

Chapitre II :

Raffinage et

conditionnement de

l'huile de SOJA brute

Rapport d'analyse

Chapitre III :

Analyses chimiques

effectuées sur l'huile

de SOJA

Chapitre IV :

Optimisation des paramètres influençant sur la qualité de l'huile de SOJA

Introduction :

Les huiles alimentaires sont des huiles végétales comestibles produites par le secteur agro-alimentaire quand elles sont destinées à la commercialisation. Elles sont constituées à 99% de triglycérides, le reste étant composé principalement de lécithine et de vitamine E suivant l'huile. Leur teneur élevée en acides gras insaturés est bénéfique pour la santé.

L'huile de SOJA est une huile végétale extraite de la graine de soja. Elle est riche en acides gras insaturés et vitamine E. Elle est jaunâtre, légère, onctueuse et facilement absorbé. La société industrielle oléicole de Fès (SIOF)-classée parmi les plus performantes à l'échelle nationale-s'intéresse précisément au raffinage et conditionnement des huiles alimentaires spécifiquement l'huile de SOJA.

La mission, qui m'a été confié durant la période de stage au sein de laboratoire de la société SIOF, est d'étudier en premier lieu l'effet de la température, la lumière et les conditions de stockage sur l'oxydation et la qualité de l'huile de soja raffinée, en deuxième lieu d'optimiser le mélange d'huile pour la conception d'huile de friture à base de soja.

Ce rapport sera étalé sur trois parties :

- la première partie portera sur la description de la société.
- la deuxième partie concernera le raffinage de l'huile de SOJA et son conditionnement
- la troisième partie sera destinée à l'oxydation de l'huile de SOJA raffinée et l'étude préliminaire pour la conception d'une huile de friture SIOF.

1. Historique

La société industrielle Oléicole de Fès (SIOF) a été créée en 1961 sous forme de S.A.R.L, en tant que huilerie, extraction d'huile de grignon et conserverie d'olives.

Depuis, la société n'a pas cessé de se développer. On cite quelques dates clés de la société :

- 1966 : l'installation d'une raffinerie d'huile alimentaires.
- 1972 : la fabrication d'emballages en plastique et le conditionnement des produits.
- 1978 : la distribution du produit SIOF s'étend sur tout le royaume du Maroc.
- 1980 - 1984 : la modernisation de l'outil de production.
- 1985 : la société se transforme en S.A avec un capital de 30 millions de Dirhams.
- 2003-2004 : la société installe deux machines de soufflage pour la fabrication des bouteilles en PET.

2. Activités

La société SIOF raffine, conditionne et commercialise une large gamme d'huiles et d'olives de conserve.

Pour atteindre ses objectifs en termes de production, l'entreprise s'est installée progressivement sur trois sites:

- Le premier au quartier industriel DOKARAT à Fès dont les activités sont : le raffinage et conditionnement des huiles alimentaires.
- Le deuxième au quartier industriel SIDI BRAHIM à Fès qui a intégré l'extraction des huiles de grignon, la conserve et le conditionnement d'olives de table.
- Le troisième à Ain Taoujdate, spécialisé en extraction des huiles de grignon et qui intègre l'amont agricole.

La SIOF commercialise ses produits au Maroc à travers un grand réseau de distribution ainsi qu'à l'international avec des partenaires de grande envergure.

3. Produits :

Les huiles alimentaires :

- Huile de table en vrac ou conditionnée sous la marque « SIOF » en $\frac{1}{2}$, 1, 2 et 5 L.
- Huile d'olive extra-vierge, en vrac ou conditionnée sous la marque « Moulay Idriss » en $\frac{1}{2}$, 1, 2 et 5 L.
- Huile d'olive vierge, en vrac ou en flexitank.
- Huile d'olive raffinée, en vrac ou en flexitank.
- Huile de grignon d'olive, en vrac ou conditionnée sous la marque « Andalusia » en $\frac{1}{2}$, 1, 2 et 5 L.

- Huile de tournesol, en vrac ou conditionnée sous la marque « Frior » en ½ 1, 2 et 5 L.

Les olives de table :

- Olives vertes entières, dénoyautées ou en rondelles conditionnées en boites de ½ 1, 3 et 5 Kg.
- Olives noirs façon Grèce conditionnée sous vide en sac de 5 kg.
- Olives noires confites entières, dénoyautées ou en rondelles conditionnées en boites de ½ 1, 3 et 5 Kg.
- Olives taillées ou cassées conditionnées en boites de ½ 1, 3 et 5 Kg.
- Olives tournantes taillées ou cassées conditionnées en boites de ½ 1, 3 et 5 Kg.

4. Organigramme

L'aspect organisationnel de la SIOF ne diffère pas entièrement des types d'organisation disponible au sein d'autres établissements. Il se présente de la manière suivante:

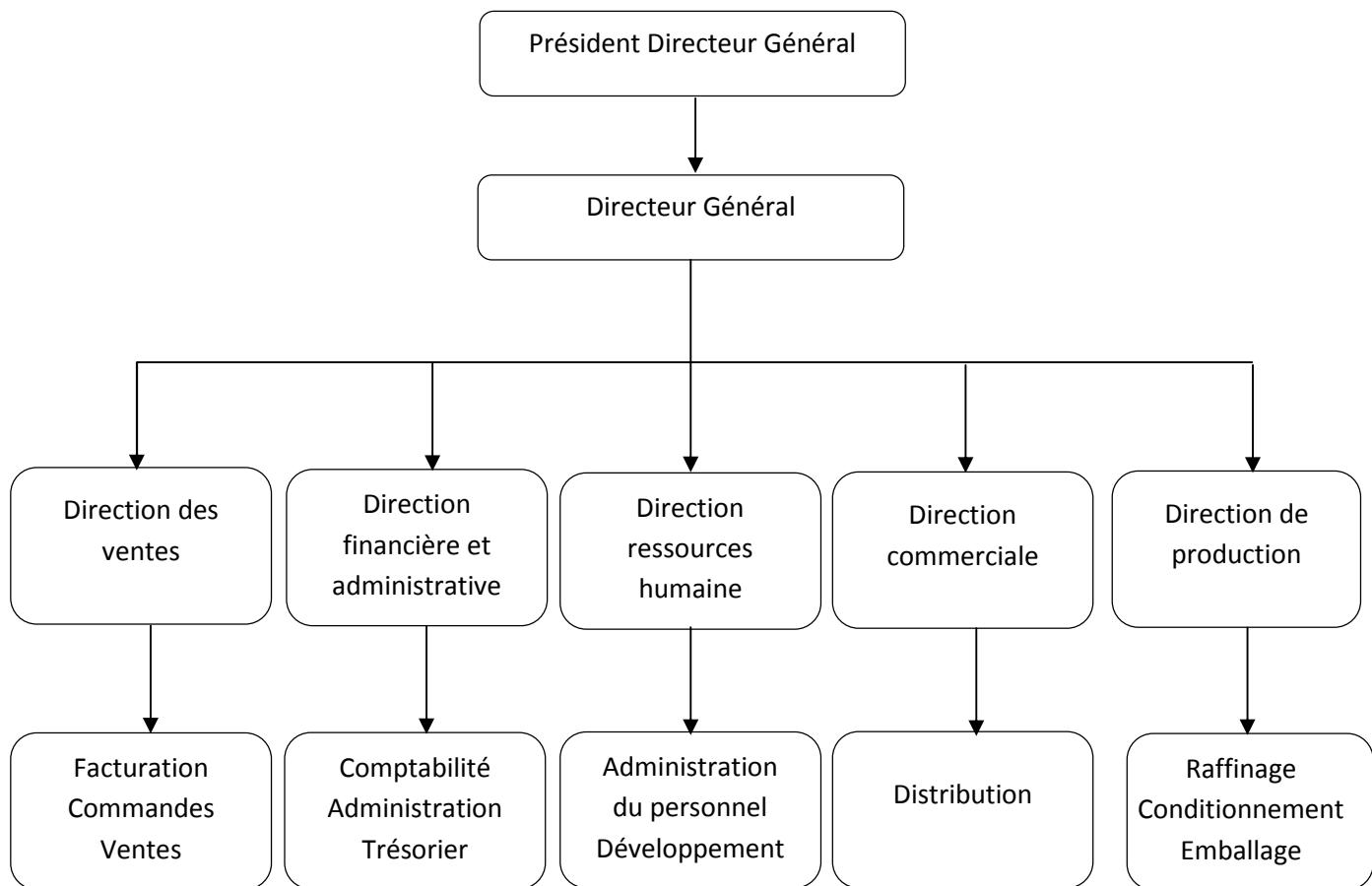


Figure 1 : Organigramme de la société SIOF

5. Huiles traitées par la SIOF Dokkarat

5.1 Huile de Soja

Le soja est une plante de la famille des légumineuses originaire de Chine et bien connue pour ses nombreuses utilisations, notamment dans le cadre d'un régime végétarien (tofu, lait de soja...). L'huile est extraite des graines de soja.

L'huile de soja est une huile jaunâtre, légère, onctueuse, et facilement absorbée. Elle est riche en acides gras essentiels, notamment en acide linoléique, qui jouent un rôle important dans le renouvellement des cellules du corps et du cerveau. Le rapport omégas 3 et 6 est assez équilibré.

Elle entre aussi dans la composition de produits alimentaires tels que la margarine, les sauces d'assaisonnement et les huiles de cuisson et friture, et en pharmacie pour le traitement du diabète et de l'athérosclérose.



Figure 2 : graines de Soja

5.2 Huile de tournesol

Le tournesol est une grande plante annuelle, appartenant à la famille des Astéracées (Composées), dont les fleurs sont groupées en capitules de grandes dimensions. Cette plante est très cultivée pour ses graines riches en huile (environ 40 % de leur composition) alimentaire de bonne qualité.

L'huile de tournesol est composée à 98 % de triesters d'acides gras. Le reste contenant entre autres des stérols (-sitostérol) et du tocophérol (vitamine E).

Elle est l'huile végétale la plus riche en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-6, après les huiles de carthame et d'œillette. On note cependant sa pauvreté en acides gras essentiels de la catégorie des oméga-3. Selon l'AFSSA, on doit rechercher dans les huiles alimentaires un rapport oméga-6/oméga-3 proche de 5 et l'huile de tournesol présente un rapport beaucoup trop élevé (plus de 1000).



Figure 3: Tournesol

5.3 Huile d'olive

L'huile d'olive est la matière grasse extraite des olives (fruits de l'olivier) lors de la trituration dans un moulin à huile. Elle est un des fondements de la cuisine méditerranéenne. L'huile d'olive est connue depuis la plus haute antiquité : les Grecs anciens, les Phéniciens, les Arabes, les Berbères et les Romains l'utilisaient déjà pour leurs cuisines (à l'origine de la cuisine méditerranéenne) et pour leurs produits cosmétiques, ainsi que les Hébreux pour allumer leur chandelier.



Figure 4 : olives

L'huile d'olive peut être utilisée aussi bien crue (dans des sauces pour salade ou à la place du beurre dans les pâtes par exemple) que cuite (pour la cuisson de viandes ou de légumes ou pour la friture). Il est important néanmoins de ne pas l'utiliser à trop haute température (plus de 210 °C), au-delà de laquelle elle se détériore. Cependant elle résiste mieux à la chaleur que les autres huiles (environ 180 °C).

La matière grasse de l'huile d'olive est composée de triglycérides. Ceux-ci sont constitués d'acides gras de différentes sortes dont la répartition est caractéristique de l'huile d'olive, et à un niveau de détail plus poussé, des différentes variétés ou du lieu de production. Lorsque des triglycérides sont dégradés, les acides gras qui les constituaient sont détachés et errent librement dans l'huile : ils sont alors dits « acides gras libres ». Leur pourcentage dans l'huile est ce que l'on appelle « acidité » de l'huile, et s'exprime en « grammes d'acide oléique libre

pour 100 grammes d'huile ». Cette acidité ne se perçoit jamais sous forme de goût acide, mais sous la forme de telle ou telle dégradation, comme un goût de moisi.

5.4 Huile de grignon

Les grignons d'olive sont des sous-produits du processus d'extraction de l'huile d'olive composé des peaux, des résidus de la pulpe et des fragments des noyaux. Ils sont très sensibles à l'oxygène atmosphérique responsable en grande partie de l'altération des propriétés organoleptiques de l'huile.

Les grignons sont d'abord séchés, broyés, puis traités par un solvant pour obtenir une huile dite de grignon.

La matière grasse de cette huile est très riche en acides gras insaturés qui constituent 96% du total des acides gras.

6- Généralités sur le vieillissement des huiles

Les huiles végétales sont composées essentiellement d'acides gras. Chimiquement il en existe de deux types : "saturés" ou "insaturés". Ce sont les acides gras "insaturés" qui confèrent aux huiles végétales leurs propriétés nourrissante, adoucissante, protectrice, anti-âge...

Certains acides gras sont plus fragiles que d'autres. Sous certaines conditions ils se dégradent et l'huile végétale perd ses propriétés. Parmi les principales sources de dégradation, on relève:

- ❖ l'oxydation
- ❖ la dégradation par la chaleur : hydrogénéation (au-delà de 180 °C),
- ❖ la lipolyse : dégradation des acides gras en présence d'enzyme (lipase...)

Nous nous intéressons ici au phénomène d'oxydation qui est le phénomène le plus fréquemment rencontré pour un usage cosmétique des huiles végétales.

Le potentiel oxydatif d'une huile végétale dépend de la nature et de la concentration des acides gras qui la composent.

D'une manière générale, plus l'acide gras possède de doubles liaisons plus sa vitesse d'oxydation est élevée. L'oxydation des acides gras entraîne leur transformation en molécules qui peuvent s'avérer toxiques pour l'organisme.

En pratique, ce phénomène d'oxydation est facilement repérable car il est responsable d'un changement d'aspect de l'huile végétale (odeur de rance, changement de couleur). Ce phénomène est incontournable dès que le corps gras est isolé de son milieu naturel. Certains

facteurs accélèrent cette oxydation mais ne sont pas des éléments nécessaires et suffisants à déclencher le phénomène d'oxydation : l'oxygène, la lumière (UV), le contact avec des métaux pro-oxydants (Fer ou Cuivre), la présence de pigments comme la chlorophylle, la présence d'enzymes (lipases...), et aussi et surtout la chaleur qui va agir comme un catalyseur sur ces réactions. D'autres facteurs vont ralentir ce phénomène, notamment l'apport ou la richesse naturelle de l'huile en vitamine E.

L'oxydation des lipides est une altération chimique entraînant la formation de peroxydes et d'hydro peroxydes puis la libération de petites molécules de type aldéhyde et cétone. Elle provient de l'effet de l'oxygène de l'air sur les doubles liaisons des acides gras insaturés. Il s'agit d'une réaction en chaîne complexe, évolutive et irréversible.

Ces altérations se traduisent sur le plan organoleptique par une modification de l'odeur, du goût et même de la couleur : apparition d'une odeur de rance, d'un goût métallique, blanchiment de l'huile (oxydation des carotènes).

I. Extraction de l'huile de soja

L'huile de soja est extraite par plusieurs méthodes. Commercialement, l'extraction chimique utilisant de l'hexane est le processus le plus communément utilisé, avec cette méthode, le rendement en huile est généralement d'environ 19% (l'huile résiduelle dans le tourteau est d'environ 1 %). Une autre méthode utilisée est le pressurage mécanique, avec cette méthode, toutefois, le rendement en huile est toujours d'environ 13 % (l'huile résiduelle dans le tourteau est d'environ 7 %).

Cette étape d'extraction n'est pas assurée à la SIOF, car elle se contente à importer l'huile brute des pays étrangers (tel que l'Amérique, le Brésil ou l'Argentine) et procéder à son raffinage pour obtenir un produit fini exempt de tout danger.

II. Raffinage de l'huile de Soja brute

1. Principe du raffinage

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables, responsables du goût et de l'odeur désagréables, ceci impose un traitement de purification nommé raffinage.

Le raffinage a pour but d'éliminer les acides gras libres, les produits d'oxydation, les arômes désagréables, les colorants, les produits toxiques (tels que pesticides, glycosides), les phospholipides ainsi que les métaux (tels que fer et cuivre) présents à l'état de traces et généralement liés à des composés organiques

Le raffinage est alors une série d'opérations effectuée sur l'huile brute afin d'améliorer sa qualité et ceci en éliminant au mieux ces composés nocifs.

2. Etapes du raffinage

Dès son arrivée, l'huile est stockée dans des réservoirs en acier possédant des fonds coniques pour permettre une vidange totale et éviter l'accumulation des sédiments, ils sont aussi munis d'agitateurs pour assurer l'homogénéisation du contenu.

Avant d'arriver à la cuve de lancement, l'huile brute est chauffée au moyen d'un échangeur thermique à plaque à contre-courant avec l'huile raffinée (130°C). Elle reçoit un appoint de 2 à 3% d'eau, puis passe par un filtre à double corps qui empêche le passage des particules grossières. Ensuite l'huile est chauffée par un échangeur tubulaire à contre-courant par la vapeur d'eau provenant de la chaudière.

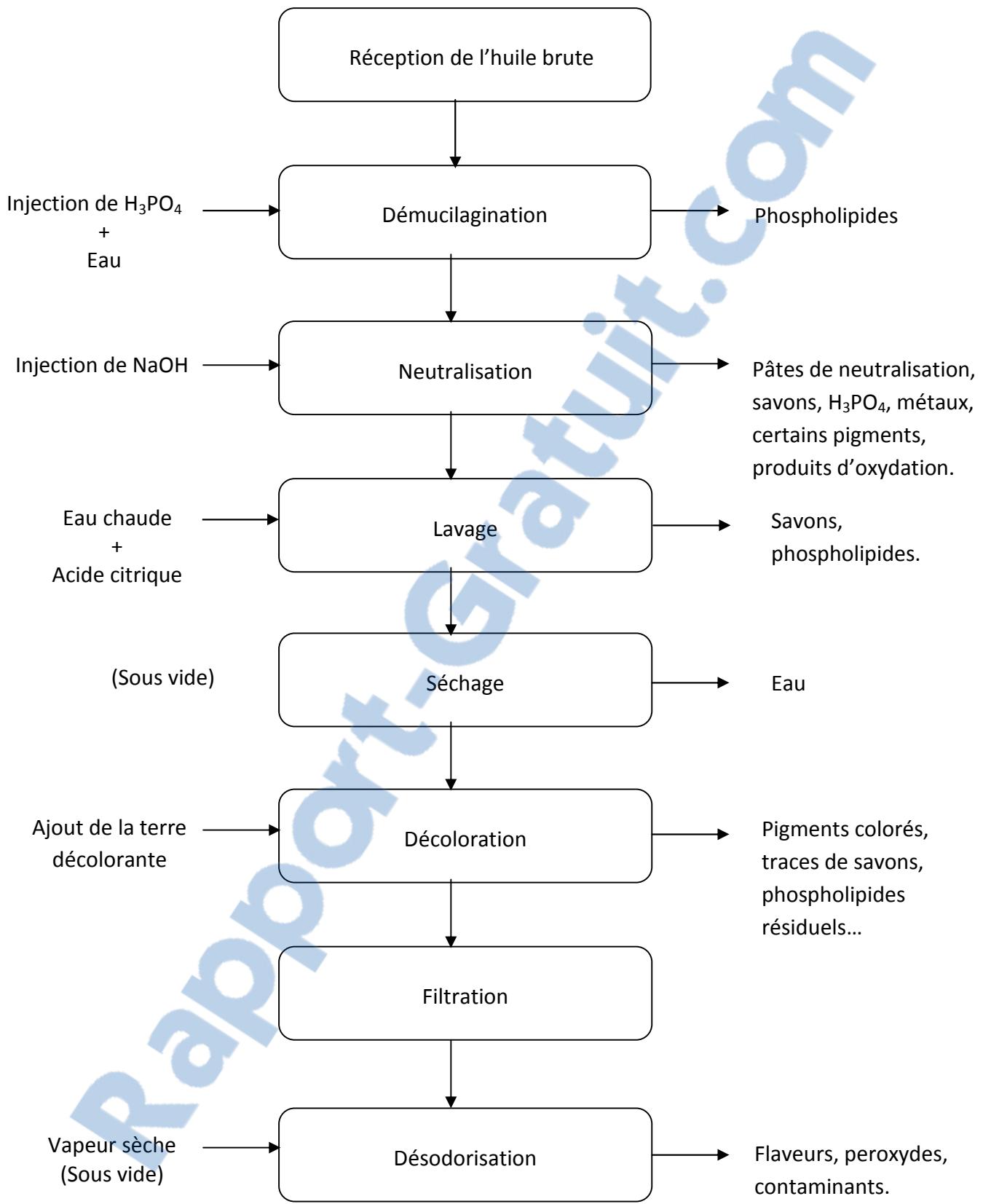


Figure 5 : diagramme représentants les étapes de raffinage.

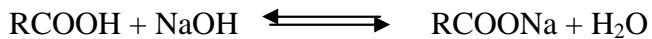
• Démucilagination

L'opération se poursuit par injection d'acide phosphorique par une pompe doseuse, le mélange (huile+ acide) passe en premier par un mélangeur pour une bonne dispersion d'acide dans l'huile, puis il est conduit vers le bac de contact pour un temps de séjour de 15 à 20 min pour éliminer les mucilages (les phospholipides).

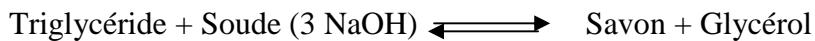
• Neutralisation

Les graines de soja ont tendance à s'acidifier au cours de leur conservation, cette acidité organique contribue à augmenter l'instabilité de l'huile extraite. Il convient donc de procéder à une neutralisation par de la soude aqueuse à chaud. Cette dernière élimine les acides gras sous forme de savons appelés communément pâtes de neutralisation.

La réaction qui se produit est la suivante :



C'est une réaction équilibrée, ainsi pour déplacer l'équilibre vers la formation des savons, on ajoute une quantité de soude de 5 à 10%. Si la dose est mal dosée une saponification parasite peut avoir lieu (saponification des triglycérides) :



La soude à cette étape a d'autres effets intéressants : comme l'élimination d'un certain nombre de pigments et de métaux.

Après la démucilagination, l'huile reçoit une injection de soude (16 à 18%) par un système de pompe doseuse (débit = 80 l/h). le mélange passe ensuite dans un mixeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite puis envoyé vers le séparateur à bol auto-débordeur (RSA 150 à 4700 tour/min) destiné à isoler les pâtes de neutralisation.

• Lavage

Le lavage s'effectue à l'aide de l'eau chaude (90°C) et acidifiée (acide citrique) pour pouvoir éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès), les traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés présents dans l'huile neutralisée.

Pendant le lavage, le mélange est agité dans un mixeur puis il est partagé et ramené vers deux centrifugeuses à bol auto débourbeur.

Cette étape cause une perte d'huile de 1 à 3% qu'on récupère ultérieurement par décantation.

• Séchage

On vise au cours de cette opération à sécher l'huile neutralisée en la pulvérisant dans une tour verticale sous vide (0,6 à 0,8 bar) et à une température de 90°C environ pour éliminer les traces d'humidité (qui diminue l'activité de la terre décolorante) et éviter les pertes d'huile par hydrolyse.

• Décoloration

La décoloration est une étape très importante au cours du raffinage, elle vise à éliminer les peroxydes, les produits secondaires d'oxydation et essentiellement les pigments colorés (chlorophylles et carotènes : responsables de la photo oxydation). Elle fait intervenir le phénomène d'adsorption sur des terres décolorantes du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances.

Après le séchage, l'huile est séparée entre deux conduites ; la première entraîne 90% directement vers un échangeur thermique à spiral puis vers le décolorateur, tandis que la deuxième entraîne les 10% restants vers une petite cuve munie d'un agitateur, où l'huile est mélangée avec la terre puis dirigée vers le décolorateur pour s'associer à l'huile chauffée.

L'opération se fait à une température de 90°, une agitation efficace favorise le contact avec la terre et permet de limiter le temps de réaction à une vingtaine de minutes. La décoloration s'effectue toujours sous vide léger (70 mbar) de façon à empêcher l'oxydation favorisée par la dispersion d'huile sur les particules de terre.

• Filtration

La séparation de l'huile et de la terre usée s'effectue par filtration. Elle s'effectue à travers un milieu poreux constitué de toile filtrante, dont le diamètre des pores est inférieur au diamètre des particules de la terre, ce qui permet d'emprisonner les particules de terre usée et faciliter le passage de l'huile seule à travers le filtre.

L'huile sortante du décolorateur doit être débarrassé de la terre qu'elle contient en suspension, pour cela, l'huile passe tout d'abord 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.

L'huile filtrée est ensuite stockée dans un réservoir.

• Désodorisation

La désodorisation produit une huile à saveur neutre qui ne transmet pas d'odeur spécifique aux aliments. Ce procédé élimine aussi les restes de substances (acide gras) susceptibles de faire rancir l'huile, ce qui prolonge sa durée de conservation durant l'entreposage après son emballage.

Les huiles neutralisées et décolorées obtenues présentent une odeur et un goût particulier par leurs origines et aussi en raison des traitements effectués pendant le raffinage.

Le but de cette étape est donc d'effectuer un entraînement des produits odoriférants (aldéhydes, cétones...) en même temps que les acides gras volatils sans altérer les triglycérides. Pour obtenir ce résultat on effectue une distillation sous vide, à une température relativement élevé avec injection de vapeur.

Après la filtration, l'huile arrive avec une température de 70°C, elle passe dans une série d'échangeurs pour que sa température atteigne 240 °C. Puis elle 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.

• Fortification

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

Après la désodorisation, on injecte de la vitamine A et D₃ à l'aide d'une pompe doseuse. Ces vitamines (de concentration bien définie et précise par la réglementation qui varie entre 35 000 et 45 000 ppm.) 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.

III. Conditionnement de l'huile de soja

Le conditionnement constitue la dernière étape du processus de production où l'huile raffinée est remplie dans des bouteilles ou des bidons, emballés dans les cartons ensuite dans des palettes et enfin stockés.

La SIOF dispose de deux lignes pour la fabrication des bouteilles du PET à partir de préformes et leurs remplissage et emballage dans des caisses de carton :

Une ligne 1/2L & 1L (PET)

Une ligne 2L & 5L PE et PET (PE : Polyéthylène ; PET : Polyéthylène téréphtalate).

Le conditionnement à la SIOF est constitué de plusieurs étapes :

❖ **Soufflage** : c'est la première étape qui contient plusieurs sous étapes :

- Les préformes subissent un chauffage dans un four qui tient des lampes à IR pour que la matière devient moule.
- Un étirage par une tige d'elongation qui donne à la bouteille la hauteur prévue.
- Le pré-soufflage avec une pression de 7 bars, s'effectue pour préparer la matière à subir une haute pression lors du soufflage.
- Le soufflage est réalisé à une pression de 40 bars.
- A l'aide de dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale à la bouteille.

❖ **Remplissage et capsulage** : Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse, qui seront par la suite fermées par la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport (le convoyeur).

❖ **Etiquetage et codage** : Après vient le rôle de l'étiqueteuse pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C. Une fois étiquetées, elles seront datées et dirigées vers l'encaisseur.

❖ **Encaissement** : Finalement, les bouteilles sont dirigées vers une encaisseur où ils seront remplis dans des cartons qui sont remis par la Formeuse, Les cartons sont par la suite fermés puis encaissés manuellement et transportés par des manutentions vers les magasins de stockage.

Pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits via plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

Ces contrôles ont pour mission première de garantir la production et la commercialisation selon des normes précises afin d'apporter des garanties en terme de qualité pour la santé humaine, en particulier pour les huiles à usage alimentaire.

1. Dosage de l'acidité libre de l'huile

L'acidité libre peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé par convention en acide oléique présent dans 100 g de matière grasse.

Mode opératoire :

- Mettre dans un ballon 100 ml d'alcool distillé (éthanol).
- Ajouter quelques gouttes de phénophthaléine.
- Neutraliser l'alcool par KOH (0,1 N) (Coloration rose).
- Si l'analyse est faite pour de l'huile brute on prend 5g,
- S'il s'agit de l'huile neutralisée, séchée, décolorée, filtrée ou désodorisée on pèse 10g.
- Agiter un peu pour obtenir une coloration blanchâtre.
- Titrer avec KOH (0,1 N) jusqu'au virage.

Expression du résultat :

$$\% \text{Ac} = (V * 2,82) / \text{PE}$$

* V : Volume de KOH versé (ml).

* PE: Prise d'essai (g).

2. Dosage du taux de savon

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

Il est effectué sur l'huile neutralisée, séchée et désodorisée.

Mode opératoire :

- Mettre 40 ml d'acétone à 3% dans un ballon.

- Ajouter quelques gouttes de bleu de bromophénol (Coloration jaune).
- Verser 10 g d'huile.

Si l'huile ne contient pas de savon la coloration reste jaune si elle contient du savon, on a un changement de couleur du jaune vers un vert foncé, dans ce cas on titre avec HCl (0,01 N) jusqu'à ré obtention d'une coloration jaune.

Expression des résultats :

$$\text{Taux da savon (ppm)} = (V * 3040) / \text{PE}$$

* V : Volume de HCl versé (ml).

* PE : Prise d'essai (g).

3. Dosage de l'acidité de la pâte de neutralisation

Cette analyse permet de savoir s'il y a une perte d'huile dans la pâte de neutralisation, en déterminant la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

Mode opératoire :

- Introduire environ 10 g de pâte dans un ballon, ajouter 30 ml de dioxane pur, 7 ml d'acide sulfurique, 7 ml d'eau distillé et quelques gouttes d'orange de méthyle comme indicateur.
- Chauffer dans un chauffe ballon jusqu'au virage (couleur marron).
- Verser le mélange dans une ampoule à décanter, extraire 3 fois avec 25 ml d'hexane,
- Rassembler les phases organiques, les laver 2 fois avec 25 ml d'eau chaude, puis filtrer sur un papier filtre contenant du sulfate de sodium et mettre au rotavapor. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 100°C pour éliminer les dernières traces d'eau puis laisser refroidir dans le dessiccateur.
- Peser la quantité de matière grasse, déterminer son acidité en ajoutant 100 ml d'alcool neutralisé par le phénophthaléine et titrer avec KOH (1N) jusqu'au virage au rose pâle.

Expression des résultats :

$$\% \text{ Matière grasse} = M / \text{PE} * 100$$

$$\% \text{ Acidité} = (V * 2,82) / \text{PE}$$

* M : Masse en grammes du résidu d'huile après étuvage.

* PE : Prise d'essai.

* V : Volume de KOH versé.

4. Détermination de l'indice de peroxyde

C'est le nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de produit, connu par titrage d'iode libéré en obscurité par une solution de thiosulfate de sodium.

Mode opératoire :

On prend deux ballons (bien lavés) où on verse 10 ml de chloroforme, 15 ml d'acide acétique dans chacun.

Peser exactement 1 à 2 g d'huile à analyser dans un des ballons.

Puis on ajoute 1ml d'une solution saturée en KI (le premier ballon est pour l'analyse, l'autre pour faire le blanc) et on les laisse reposer pendant 5 min à l'obscurité.

Après on verse dans chaque ballon 70 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'amidon, et on titre avec le thiosulfate de sodium préalablement préparée tout en agitant.

Expression des résultats :

$$IP = (V_1 - V_0) * 2 / PE$$

* V_0 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.

* V_1 : Volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.

* PE : Masse de la prise d'essai en g.

L'indice de peroxyde doit être inférieur à 5 meq d' O_2 / Kg

5. Détermination du taux d'humidité et matière volatiles dans l'huile

Le dosage d'humidité consiste à éliminer par vaporisation l'eau et les matières volatiles de l'huile.

Mode opératoire :

On pèse 20 g d'huile dans un cristallisoir taré. On le met dans l'étuve à 100°C pendant une heure, puis dans le dessiccateur contenant un déshydratant efficace pendant 5min. On mesure à nouveau la masse du cristallisoir.

Expression des résultats :

$$\% \text{ humidité} = (\text{PE} - (\text{M} - \text{T})) * 100 / \text{PE}$$

* PE : Prise d'essai.

* M : Masse de cristallisoir remplie après chauffage.

* T : Masse du cristallisoir vide.

6. Détermination de l'excès de soude

Le but de cette manipulation est d'évaluer l'efficacité de l'opération de neutralisation, car cet excès doit être contrôlé pour qu'il n'y ait pas de perte dans l'huile neutralisée (saponification parasite).

Mode opératoire :

Dans un bêcher, on met 100 ml d'huile neutralisé (huile+ acide phosphorique + soude) et on le met sur un agitateur (le bêcher est muni d'un barreau magnétique), après on ajoute 2 ml de la solution alcoolique de thymophtaléine.

- Si le mélange est incolore, il n'y a pas d'excès de soude.
- Si le mélange se colore en bleu en présence de soude libre, dans ce cas on effectue des ajouts de 5 ml d'huile brute de même origine jusqu'à la décoloration.

Expression des résultats :

Le pourcentage d'excès de soude exprimé est le volume d'huile brute ajoutée.

$$\text{Excès de soude} = n * 5\%$$

n = le nombre d'ajout de 5 ml d'huile brute.

7. Détermination du pourcentage d'impuretés

La teneur en matière insolubles : poussière et autres matières étrangères non solubles dans l'Hexane dans des conditions spécifiées, est exprimé en pourcentage massique. Ces impuretés comprennent les matières minérales, les hydrates de carbone, les matières azotées, diverses résines, les savons de calcium, les acides gras oxydés, les lactones d'acides gras...etc.

Mode opératoire :

- On rince le papier filtre avec l'hexane puis on le sèche dans l'étuve et on le laisse refroidir dans le dessiccateur avant de le tarer dans un cristallisoir.
- 20 g de l'échantillon sont placés dans un erlenmeyer, auquel on ajoute 150 ml d'hexane. Le tout est agité pendant quelques minutes. Ensuite, le mélange est laissé au repos à une température avoisinant 20 °C durant 30 minutes.
- Ensuite le mélange est filtré sur papier filtre préalablement taré, et lavé avec l'hexane afin d'éliminer la totalité de la matière grasse.
- Après filtration, le papier filtre est séché à l'air libre, puis à l'étuve pour se débarrasser de la totalité du solvant.
- On le laisse refroidir dans le dessiccateur puis on le pèse.

Expression des résultats :

La teneur en impuretés insolubles est exprimée en pourcentage massique par la relation suivante:

$$\% \text{ d'impuretés} = (M - T) / PE * 100$$

* PE : Prise d'essai. (g)

* M : Masse de papier filtre contenant les impuretés. (g)

* T : Masse de papier filtre. (g)

8. Transmission :

C'est un test qui est effectué sur les huiles désodorisées et qui définit le pourcentage de la coloration par rapport à l'eau distillée. Ce test vise à mesurer la transmittance à une longueur d'onde de 420 nm en prenant l'eau comme référence.

Mode opératoire :

- Pour faire l'étalonnage on remplit deux cuves par l'eau distillée.
- On prend la cuve en amont et on la lave par l'alcool et on la met dans l'étuve.
- On la sort de l'étuve et on la lave avec l'huile à analyser 2 fois puis on la remplit par l'huile.
- On essuie bien la cuve et on la met dans le spectrophotomètre (visible).
- La valeur de transmittance est lue directement.

I- Analyses journalières effectuées au laboratoire

Le tableau 1 regroupe les résultats des analyses (% d'acidité, Taux de savon, Transmission) effectuées quotidiennement au sein du laboratoire pour vérifier la bonne qualité du produit et le respect des normes exigés par la société SIOF.

Tableau 1: Analyses journalières effectuées sur l'huile de soja

Date	Emballage	% acidité	Taux de savon	Transmission
24/04/2015	5L SIOF	0,039	0	58
25/04/2015	1L SIOF	0,05	0	60
27/04/2015	½L SIOF	0,064	0	58
28/04/2015	½L SIOF	0,067	0	55
29/04/2015	2L SIOF	0,077	0	54
30/04/2015	2L SIOF	0,075	0	56
03/05/2015	2L SIOF	0,056	0	56
05/05/2015	2L SIOF	0,076	0	56
06/05/2015	½L SIOF	0,073	0	51
08/05/2015	1L SIOF	0,085	0	50
09/05/2015	1L SIOF	0,073	0	42
11/05/2015	5L SIOF	0,098	0	43
12/05/2015	1L SIOF	0,063	0	49
13/05/2015	5L SIOF	0,070	0	53
14/05/2015	1L SIOF	0,064	0	55
15/05/2015	1L SIOF	0,045	0	50

D'après les normes prescrites (Pour l'acidité <0,25%, taux de savons : 0 ppm, transmission entre 46-56), on déduit que les résultats sont conformes.

II- Etude du vieillissement de l'huile de soja

Durant la période de stage, nous avons effectués différents tests et analyses afin d'évaluer l'influence des facteurs d'oxydation sur l'huile de soja raffinée et conditionnée.

1. Durée de stockage

La durée de stockage a un effet significative sur le vieillissement de l'huile, ceci pourrait être expliqué par les mauvaises conditions de stockage tels que la température, la lumière.., pour se faire, nous avons opté pour le choix de différents échantillons de l'huile de soja qui se diffèrent par la date de conditionnements.

Tableau 2 : Influence de la durée de stockage sur le pourcentage d'acides gras libre et l'indice peroxyde.

Durée de stockage	% acidité (FFA)	PV (Indice de peroxyde) (meq (O ₂)/Kg)
1 jour	0,044	1,12
5 jours	0,057	1,22
10 jours	0,061	1,71
20 jours	0,067	1,98
30 jours	0,073	2,61
60 jours	0,16	3,34
180 jours	0,19	4,47
360 jours	0,23	5,08
540 jours	0,27	5,92
720 jours	0,36	6,89
780 jours	0,41	7,45

Les résultats obtenus (tableau 2) montrent que le pourcentage d'acidité et l'indice de peroxyde dépassent les normes décrites dont ils préconisent une valeur entre 0,06 et 0,25% en terme d'acidité, et une valeur entre 1 et 5 meq (O₂)/Kg. Ce dépassement a été signalé à partir de 360 jours comme durée de stockage, ceci dévalorise la qualité des huiles testées.

Pour savoir la relation qui existe entre le paramètre de l'acidité et l'indice de peroxyde ; nous avons jugé utile de réaliser le test de Pearson, les résultats ont montré une très bonne

corrélation entre ces deux paramètres avec un coefficient de l'ordre de 0,98, donc leur variation sera toujours de même sens (corrélation positive).

2. Température

Pour étudier l'effet de la température sur l'oxydation et le vieillissement de l'huile de soja conditionnée, nous avons varié les gammes de températures tableau suivant :

Tableau 3 : effet de la température sur l'acidité libre et l'indice de peroxyde

température	PV (indice de peroxyde)	%acidité FFA
initiale	1,35	0,06
30-40	1,4	0,065
40-60	2,02	0,08
60-80	3,12	0,13
80-100	3,48	0,16
100-120	3,95	0,21
120-140	4,27	0,33
140-160	5,14	0,39
160-180	6,02	0,45

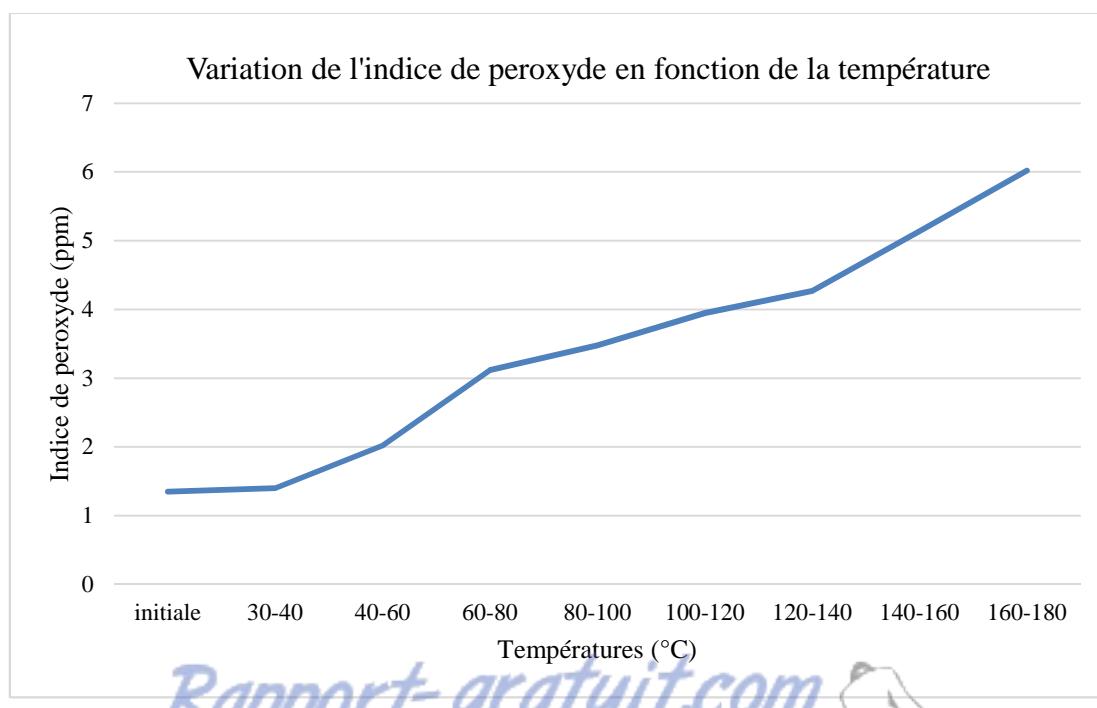


Figure 6: Variation de l'indice peroxyde en fonction de la température.

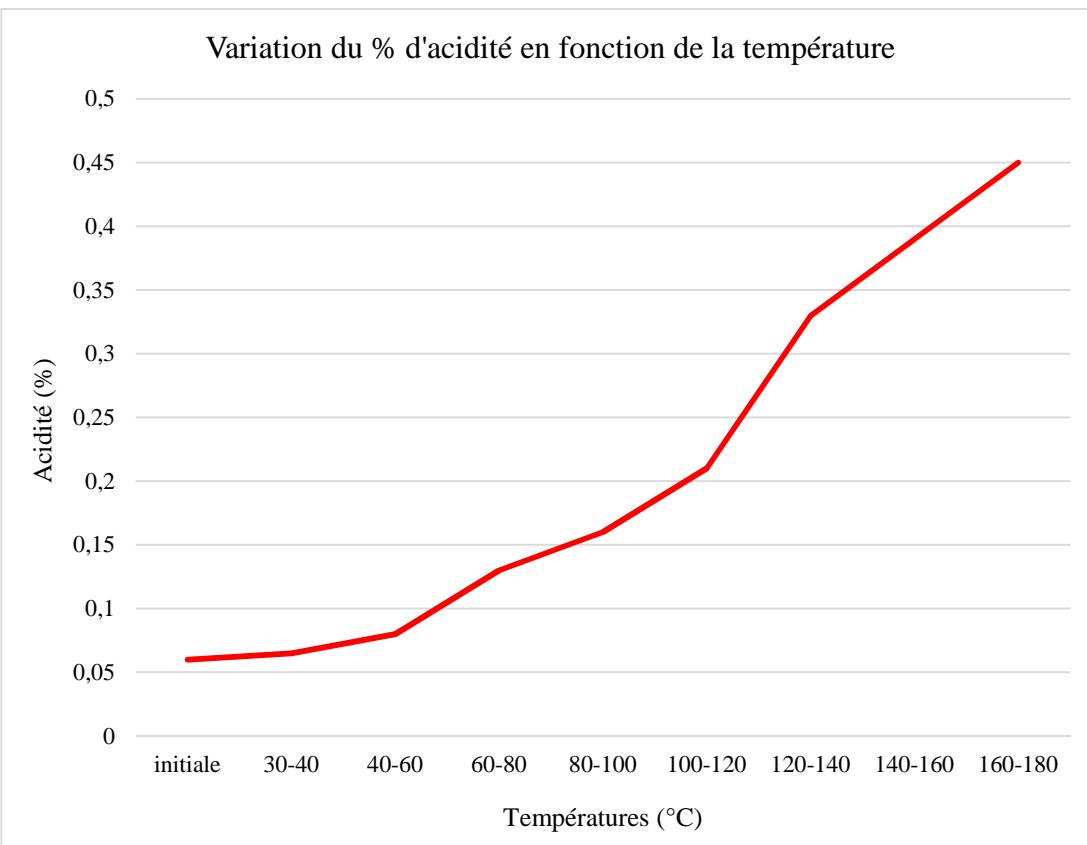


Figure 7 : variation de l'acidité libre en fonction de la température.

En analysant les courbes représentant l'effet de la température sur les paramètres étudiés (figure 3 et 4), on remarque qu'entre une température de 20 à 120°C l'indice de peroxyde et l'acidité libre sont dans les normes décrites, à partir de 120°C on remarque que les valeurs dépassent les normes préconisées. Donc la température est un facteur qui influence négativement sur la qualité des huiles.

3. La lumière

L'exposition de l'huile à la lumière pendant de longues périodes peut engendrer des effets défavorables sur la qualité de l'huile de soja, et pour vérifier ceci on a effectué des analyses sur deux échantillons d'huile identiques. Un échantillon exposé à la lumière (sous une lampe 24h/24) et l'autre placé dans un placard pendant toute la durée du test (Tableau 4).

Tableau 4 : Effet de la lumière sur l'acidité libre et l'indice peroxyde de l'huile de soja.

la durée	acidité libre		indice de peroxyde	
	obscurité	lumière	obscurité	lumière
1 jour	0,088	0,088	1,2	1,2
2 jours	0,089	0,102	1,23	1,82
3 jours	0,092	0,123	1,37	2,21
6 jours	0,098	0,146	1,49	2,94
8 jours	0,115	0,159	1,56	3,35
10 jours	0,124	0,19	1,7	3,86
14 jours	0,145	0,24	1,93	5,49

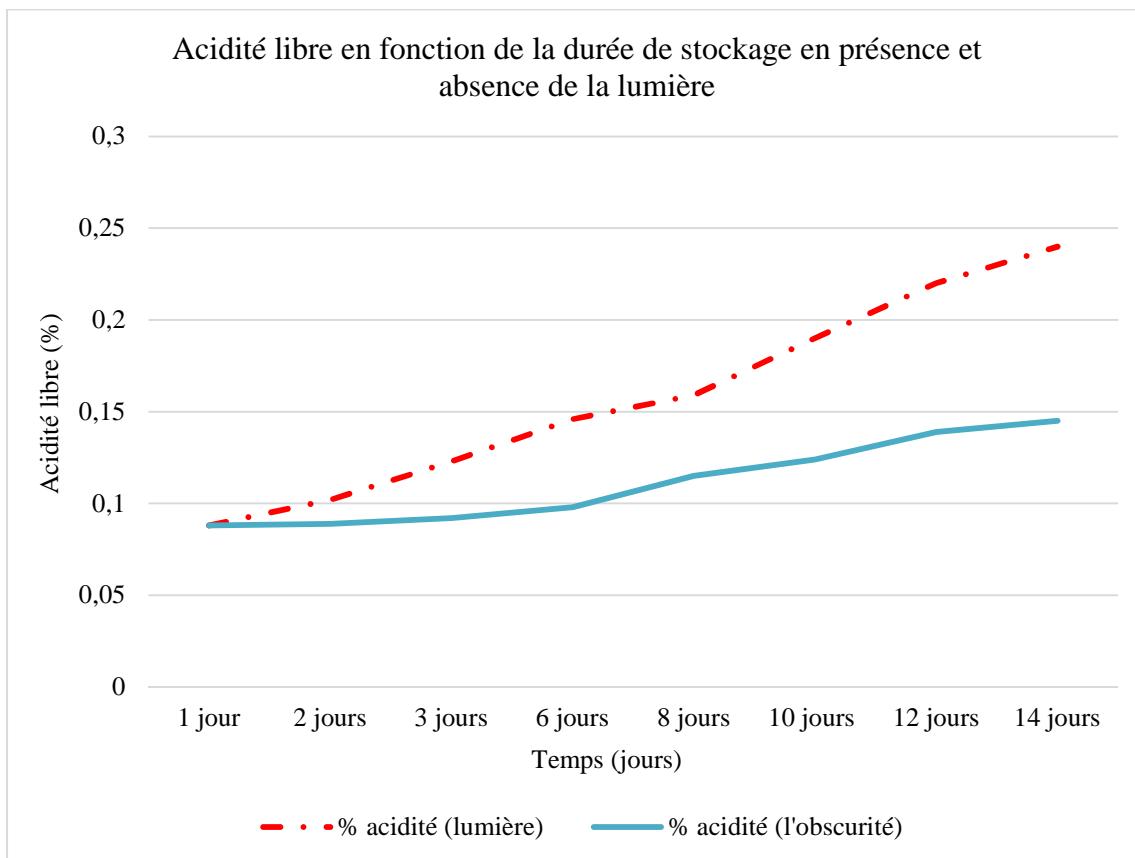


Figure 8 : influence de la lumière sur le vieillissement de l'huile

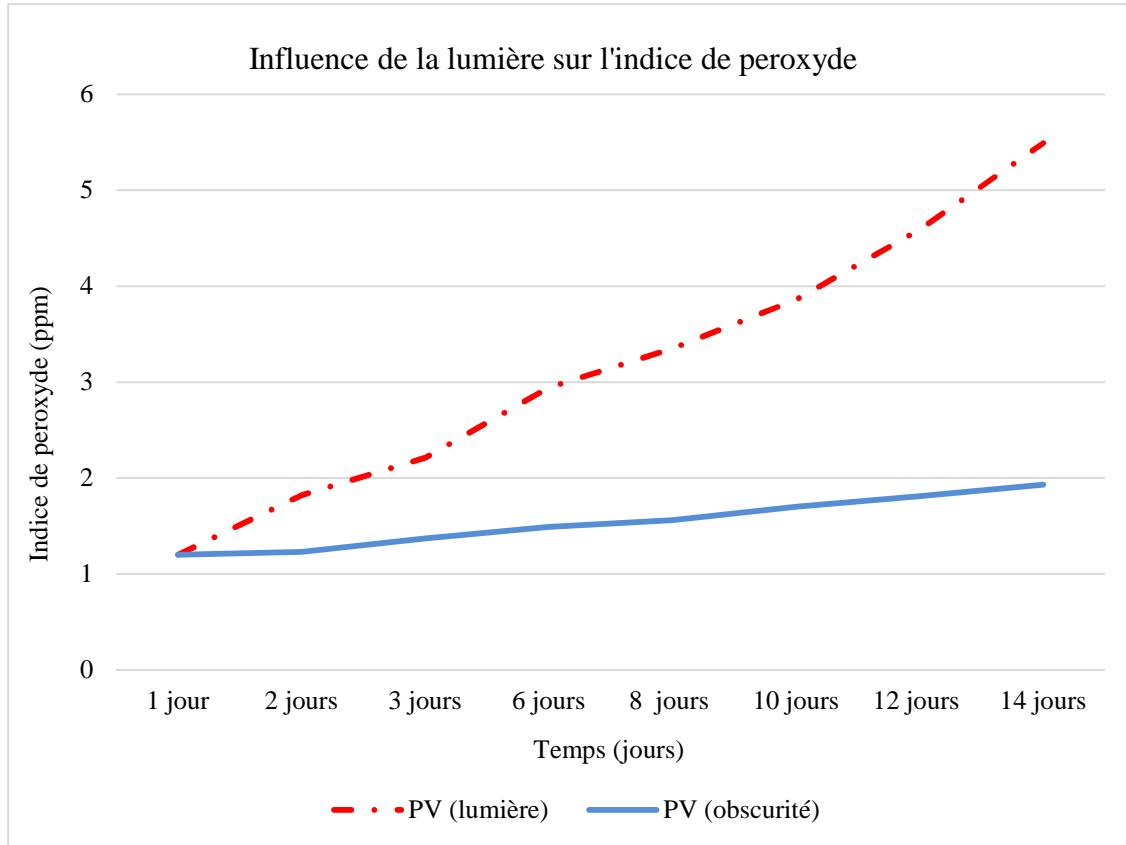


Figure 9 : Influence de la lumière sur l'indice peroxyde de l'huile

4. Interprétation des résultats :

L'acidité libre et l'indice de peroxyde de l'huile de soja varient essentiellement sous l'effet de la température et la lumière, ce sont ces deux paramètres qui influencent le plus sur la qualité de l'huile pendant le stockage. Le résultat des tests effectués sur la durée de stockage n'est qu'une conséquence des deux paramètres précédents car l'écart des résultats n'apparaît qu'après une succession de saisons (été-hiver) où la température peut atteindre les 40°-50° pendant des mois au sein des magasins de stockage.

III- Optimisation d'une huile de friture à base de SOJA

Pendant la période du stage, nous nous sommes intéressées surtout sur l'étude du vieillissement de l'huile, ses facteurs et ses effets nocifs sur la santé.

La friture est l'une des procédures les plus populaires pour faire cuire les aliments ; elle offre une alimentation savoureuse dans une période relativement courte. Cependant, l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de hautes températures peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité des aliments, mais aussi à promouvoir la formation d'une variété d'éléments de décomposition avec des implications nutritionnelles défavorables et des dangers pour la santé humaine.

Les tests précédents ont montré que la température a un effet considérable sur la dégradation de la qualité de l'huile de soja. C'est pour cela qu'on a décidé d'étudier les paramètres de vieillissement de l'huile après un certains nombres de friture et essayer d'optimiser une huile de friture à base de soja.

Pour réaliser cette étude, on a pris 3 mélanges d'huile de compositions différentes et une huile spéciale friture. Les frites sont réalisées en chauffant une quantité d'huile de chaque mélange (à une même température à peu près 180°C) où on a frit des pommes de terre (frites).

- Les compositions des mélanges :

- **Le mélange huileux 1** : 70 % SOJA (reste : grignon et tournesol)
- **Le mélange huileux 2** : 50% de SOJA + grignon.
- **Le mélange huileux 3** : 100% Soja.
- **Le mélange huileux 4** : Huile de friture : 60% tournesol, 40% colza.

Les résultats d'analyses effectuées après chaque friture (6 fois) sont regroupés dans le tableau 5.

Tableau 5: résultats de la friture de pommes de terre avec différentes huiles à base de soja.

	Mélange 1		Mélange 2		Mélange 3		Mélange 4	
	acidité	PV	acidité	PV	acidité	PV	acidité	PV
Huile avant friture	0,16	1,6	0,14	1,94	0,09	2,66	0,12	2,06
1 ^{ère} friture	0,19	7,65	0,17	4,06	0,13	8,45	0,18	3,98
2 ^{ème} friture	0,23	10,23	0,21	4,63	0,16	12,57	0,21	4,61
3 ^{ème} friture	0,25	16,96	0,26	5,22	0,2	19,33	0,25	4,97
4 ^{ème} friture	0,27	24,49	0,31	6,84	0,24	25,69	0,31	5,34
5 ^{ème} friture	0,3	30,45	0,37	7,01	0,27	30,06	0,39	6,23
6 ^{ème} friture	0,32	36,02	0,41	7,46	0,31	42,56	0,47	7,14

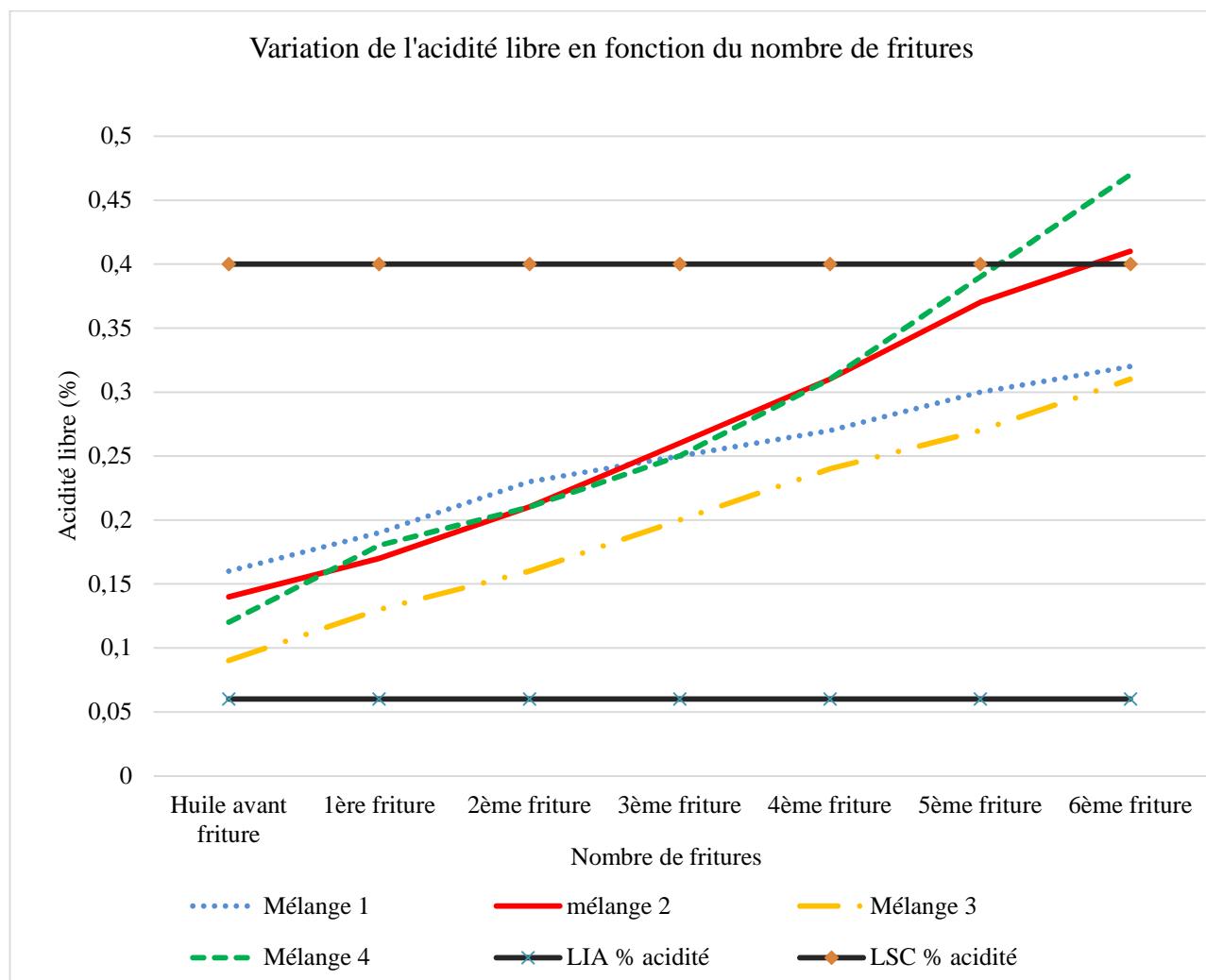


Figure 10: variation de l'acidité libre en fonction du nombre de fritures.

Les résultats du dosage des acides gras libres contenus dans différentes mélanges d'huiles de friture (figure 7) sont dans les normes. L'acidité augmente légèrement pour les quatre mélanges et commence à dépasser la limite supérieure à la sixième friture.

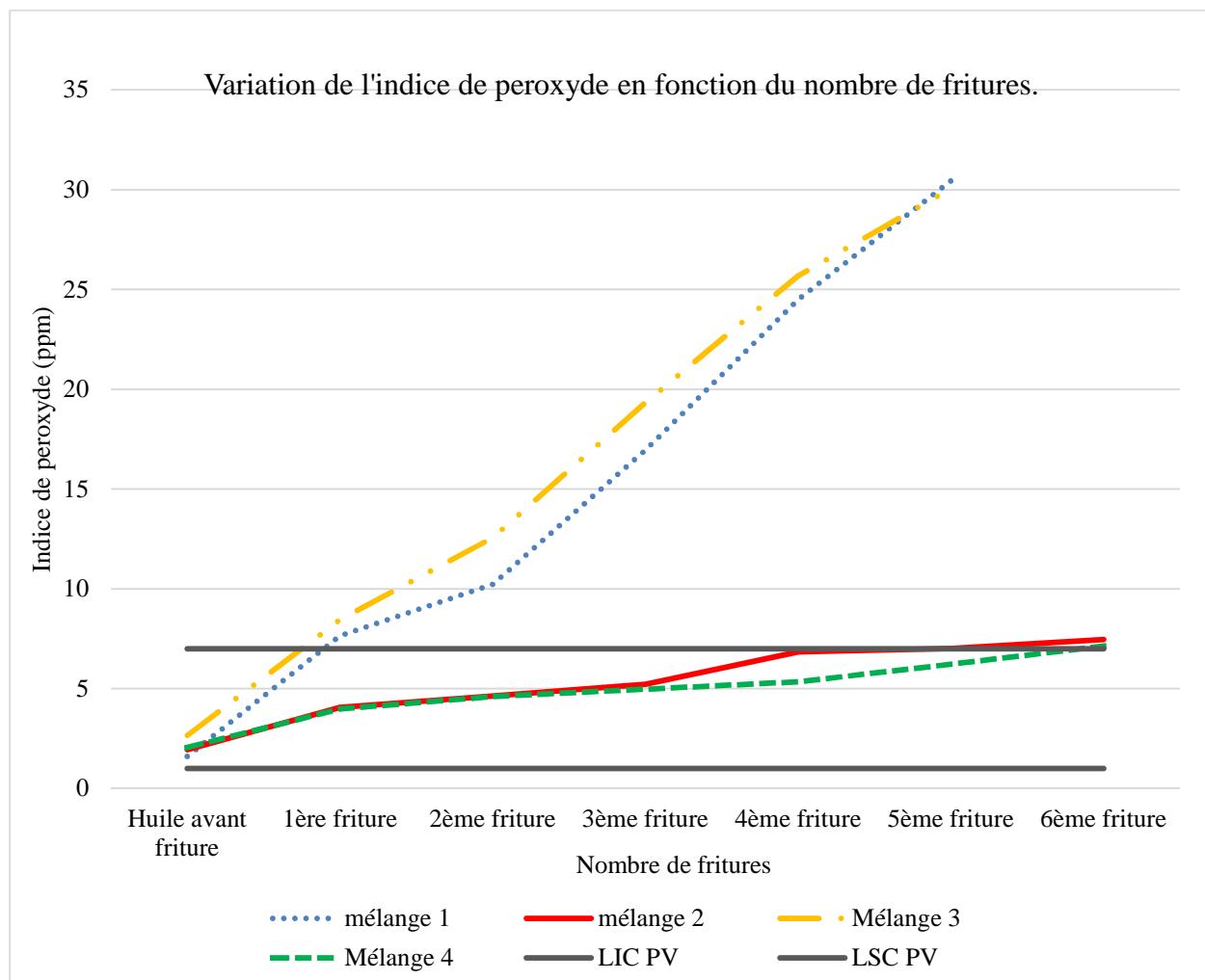


Figure 11 : variation de l'indice peroxyde en fonction du nombre de frites.

D'après la figure 8, on constate que l'indice de peroxyde est excellent pendant les six fritures pour le mélange huileux 2 et l'huile spéciale friture. Par contre il dépasse les normes à partir de la 2^{ème} friture pour le mélange 1 et l'huile de soja. Ceci peut être expliqué par la faible teneur en acide oléique dans l'huile de soja qui est un anti oxydant.

En considérant les deux paramètres étudiés (indice de peroxyde et acidité libre), on peut conclure que le mélange 2 (50% soja+ grignon) est le plus proche de l'huile spéciale de friture. La croustillance des frites et leurs aspects dorés obtenus avec ce mélange d'huile de soja et huile de grignon encouragent la société à produire cette huile de friture.

Conclusion :

- Ce stage m'a permis de découvrir dans le détail le secteur d'agro-alimentaire, ses acteurs et ses contraintes. Ainsi, cela m'a permis de participer concrètement à ses enjeux et de rencontrer les experts du domaine oléicole.

A partir de l'étude qu'on a faite sur les facteurs influençant l'oxydation de l'huile, on a pu avoir une idée sur les conditions de stockage idéales influençant au minimum la qualité de l'huile :

- Une température inférieure à 30°C.
- Magasin de stockage obscur ou emballage opaque.
- Une durée de stockage ne dépassant pas un an.

L'huile de soja brute contient un pourcentage important de vitamine E qui est un excellent anti oxydant mais se détruit facilement sous l'effet de la chaleur au cours du raffinage. Elle est aussi riche en acides gras insaturés qui rendent l'oxydation facile par rapport aux autres huiles (grignon, tournesol, colza).

C'est pour cela, l'étude réalisée sur les différentes huiles de friture montre que l'indice peroxyde des mélanges ayant un pourcentage élevé de soja (100% et 70%) est énormément élevé (hors normes). La combinaison entre le grignon et le soja ($\leq 50\%$) donne des résultats très proches de ceux obtenus avec l'huile spéciale de friture, cela peut-être dû au pourcentage important de l'acide oléique que l'huile de grignon contient, connu pour ses effets anti oxydants.