



a- Objectif du raffinage

Les huiles brutes renferment un certain nombre d'impureté indésirable, responsable du goût et des odeurs désagréables. Le but du raffinage est de purifier ces huiles brutes végétales.

En effet, il consiste à éliminer au mieux ces composés nocifs afin d'obtenir la qualité correspondante aux normes en vigueur et de faciliter sa conservation.

Le raffinage chimique comprend une série de traitement ayant pour objectif de purifier l'huile des matières indésirables et d'aboutir à un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ces substances nocives. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes :

- Démucilagination
- Neutralisation
- Lavage et séchage
- Décoloration
- Filtration
- Désodorisation
- Refroidissement

b- Description du processus de raffinage

- Démucilagination

Parmi les impuretés des huiles brutes citant les mucilages qui sont des phospholipides (glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée) ainsi, cette huile brute contient en moyenne des teneurs en phosphore de l'ordre de 200ppm par conséquent cette étape est primordiale afin d'éviter tout problème lors du raffinage à savoir :

- L'oxydation de l'huile (les phospholipides sont souvent liés à des métaux lourds catalyseurs d'oxydation) et dégagement d'une odeur indésirable.
- Les pertes d'huiles au stade du lavage,
- La formation de la mousse au niveau du séchage,
- Le colmatage du filtre.

Le dégommeage consiste à disperser dans l'huile brute, chauffée environ 90°C de 0.1 à 0.3% d'acide phosphorique commercial à 85%, le mélange est ensuite acheminé vers un bac de contact ou le mélange reste en contact de 20 à 30 minutes.

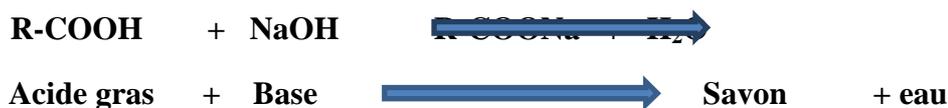
- Neutralisation

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. Donc la neutralisation par la soude caustique élimine les acides gras sous forme de savons appelés « pâtes de neutralisation », qui comprennent outre les savons de mucilage, des colorants et des produits d'oxydation (difficile de s'en débarrasser par décoloration).

Durant ce traitement on prévoit deux types de réactions :



- La neutralisation de l'excès d'acide phosphorique ajouté pour dégommer les huiles.
- La neutralisation des acides gras libres en formant les savons sodiques :



Pour déplacer l'équilibre dans le sens d'une neutralisation complète, il est nécessaire d'employer un léger excès de soude. Et par la suite, cet excès peut produire une réaction nuisible, appelée « saponification parasite » durant laquelle les triglycérides se dégradent en glycérol et des savons sodiques :



Les principales phases de la neutralisation sont les suivantes : à la sortie du bac de contact, l'huile démulcinée est mélangée dans un malaxeur avec de la soude caustique de concentration varie entre 16 à 20°Bé, et injectée par une pompe doseuse. Ensuite le mélange est passé dans un séparateur centrifuge qui permet de séparer l'huile neutre de la pâte à savon.

Tableau 3 : composant éliminer a la neutralisation

<i>Opération</i>	<i>Composants à éliminer</i>	<i>Huile neutralisée</i>
<ul style="list-style-type: none"> • Neutralisation Alcaline NaOH 	<ul style="list-style-type: none"> - Acide gras libres - Phospholipides résiduels - Matières colorantes réduites 	Acidité : 0.03-0.06% Savons : 600 - 1200 ppm

- Lavage et séchage

➤ Lavage :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines(savon et soude en excès) présentes dans l'huile après la neutralisation, ainsi que des traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

Le lavage s'effectue en deux stades avec de l'eau adoucie.

1^{er} lavage :

L'huile neutralisée est chauffé à une température de 90°C, ensuite on y ajoute de l'eau chaude adoucie, à la même température que l'huile(90°C) pour solubiliser les teneurs en savon résiduelles. Cette huile subi un mélange rapide puis une centrifugation à travers un séparateur pour séparer l'huile lavée de l'eau du premier lavage, ainsi que les impuretés entraînées avec elle.

2^{ème} lavage :

On procède de la même façon, le deuxième lavage qui permet d'éliminer les dernières traces du savon ainsi on obtient une huile presque débarrassée du savon et l'eau du deuxième lavage.

Tableau 4 : composant éliminer au lavage

<i>Opération</i>	<i>Composants à éliminer</i>	<i>Huile neutralisée</i>
Lavage (eau adoucie)	Savon résiduel	Acidité : $\leq 0.08\%$ Savons : ≤ 50 ppm



➤ Séchage



Après le deuxième lavage l'huile contient un taux d'humidité qui n'est pas négligeable, qui doit être réduit pour ne pas gêner les opérations qui suivent, surtout la filtration, durant laquelle un taux d'humidité élevé provoque un colmatage des filtres.

Cette opération est réalisée par un pulvérisateur qui envoie l'huile lavée d'une température de 90°C à grande vitesse dans une cuve de séchage sous vide ce qui provoque l'évaporation de l'eau à des températures n'atteignant pas les 100°C.

La présence de l'humidité dans l'huile augmente son acidité qui se traduit par la dégradation de l'huile.

Tableau 5 : composant éliminer pendant le séchage

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
• Séchage (sous vide)	Humidité	Acidité : $\leq 0.08\%$ Savons : ≤ 50 ppm Humidité : $\leq 0.1\%$

- Décoloration

C'est une phase qui consiste à éliminer les pigments colorés (chlorophylles et carotènes), responsable de la couleur foncée de l'huile brute et que la neutralisation ne les a que partiellement détruits. Cette décoloration est dite aussi blanchiment qui fait appel à des agents adsorbants : terres activées et charbon actif.

L'huile et la terre sont mélangées dans une cuve munie d'un agitateur.

La quantité de la terre activée dépend de la qualité d'huile, elle varie de 0.2 à 1% pour l'huile de tournesol, ensuite le mélange est injecté dans une cuve, appelé décolorateur, ce dernier est constitué de deux compartiments :

- Le compartiment supérieur : est un réchauffeur qui permet d'amener la température du mélange huile-terre à une valeur d'environ 110°C, par la circulation de la vapeur dans un serpentin entourant ce compartiment.
- Le compartiment inférieur : est l'élément responsable de la décoloration proprement dite avec un système de barbotage de la vapeur qui assure un contact parfait entre la terre et l'huile, ce mélange est maintenu à un temps de contact moyen d'environ 20 à 30 min.

L'opération se déroule sous vide afin d'aspirer le reste d'eau, et éviter l'oxydation.

Tableau 6 : composant éliminer pendant la décoloration

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
• Décoloration	Pigments colorés	Acidité : $\leq 0.08\%$ Pas de traces de savon

- Filtration



L'huile décolorée obtenue va être directement acheminée vers les filtres à plaques puis les filtres à poches pour débarrasser l'huile des particules fines et des terres de décoloration.

- Désodorisation

C'est une opération très importante qui a pour but principal l'élimination des substances volatiles et odorantes.

Cette opération consiste à faire passer l'huile filtrée dans un échangeur à plaques, afin d'augmenter sa température à 130°C, ensuite l'huile chauffée est acheminée vers le déshydrater sous vide, cette huile séchée passe dans un deuxième échangeur de chaleur, duquel elle sort à une température de 210°C. la dernière étape permet d'élever la température d'huile à 225°C, puis sa pénétration dans le bac de désodorisation qui est constitué de 5 étages, chacun d'eux a sa propre injection de vapeur sèche qui engendre le barbotage de l'huile et facilite l'entraînement des composés volatils vers la phase vapeur sous l'effet du vide. L'huile préchauffée entre par la partie supérieure du désodoriseur, ensuite l'huile s'écoule par débordement du premier bassin au deuxième bassin et de la même manière jusqu'au 5^{ème} bassin où l'huile va être récupérée.

La désodorisation permet donc d'éliminer les traces de produits volatils qui donneraient à l'huile un fruité désagréable ou un goût de rance.

Tableau 7 : composants éliminés pendant la désodorisation

<i>Opération</i>	<i>Composants à éliminer</i>	<i>Huile neutralisée</i>
• Désodorisation	Substances volatiles.	Acidité : $\leq 0.1\%$ Pas de traces de savon Teneur en phosphore : < 2 ppm

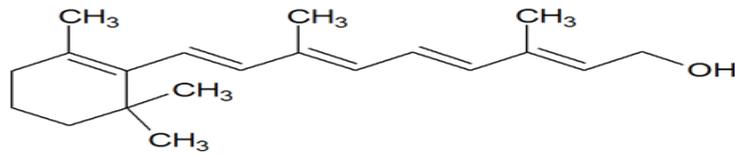
- Fortification

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

Après la désodorisation, et à l'aide d'une pompe doseuse on injecte à l'huile de la vitamine A et D₃. Ces vitamines ajoutées d'une quantité bien définie par la réglementation, sont d'abord mélangées dans des petits bacs avec de l'huile désodorisée avant d'être injectées.

Après l'huile raffinée est pesée puis stockée dans des citernes sous une atmosphère azotée pour éviter l'oxydation.

Vitamine A



Vitamine D₃

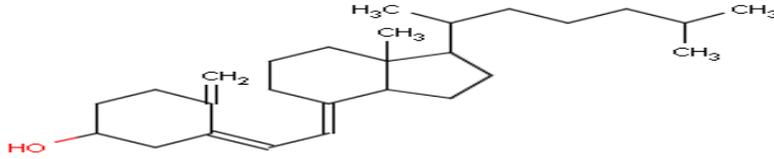


Tableau 8 : composant à éliminer pendant la fortification

<u>Opération</u>	<u>Composants à éliminer</u>	<u>Huile neutralisée</u>
Fortification	Aucun	Teneur en vitamine : 30-45 UI

Remarque:

Le raffinage de l'huile de tournesol et l'huile de grignon d'olive diffère du raffinage de l'huile de soja par une seule opération de purification qui est le Prédécirage-Décirage qui se déroule après la neutralisation. Les autres opérations restant sont les mêmes.

✚ But Prédécirage-Décirage :

Les huiles de tournesol ou de grignon d'olive contiennent des cires qui sont des esters d'acides gras. A basse température, ces cires confèrent un aspect trouble à l'huile. Il est donc essentiel d'éliminer ces éléments avant l'embouteillage et la commercialisation de l'huile.

✚ Procédé :

L'huile de grignon ou de tournesol après neutralisation passe par :

- Un 1^{er} refroidissement dans un échangeur à plaque huile-huile (l'huile froide sortant du décirage va refroidir l'huile chaude qui vient de neutralisation).
- Un 2^{ème} refroidissement dans un échangeur à plaque huile-eau gelé puis dans un échangeur tubulaire huile-eau gelé jusqu'à 11°C.
- Ensuite, l'huile froide est injectée par une 2^{ème} soude afin de créer plus de savons qui vont jouer le rôle de combinaison des cires.
- Un 3^{ème} refroidissement dans deux maturateurs avec l'ajout de l'eau pour bien cristalliser les cires sous forme de cristaux pour faciliter la séparation, sachant que l'huile passe d'un maturateur à l'autre dans un circuit plus long pour avoir un temps de séjour.
- L'huile sort à une température de 8°C du deuxième maturateur vers le troisième maturateur (rôle de réservoir) et reste dans ce dernier une durée assurant l'élévation de température de 8 °C jusqu'à 15°C pour passer à La séparation des cires (partie lourde) de l'huile (partie légère) à l'aide de la force centrifugeuse du séparateur auto-débourbeur.



Schéma général du raffinage

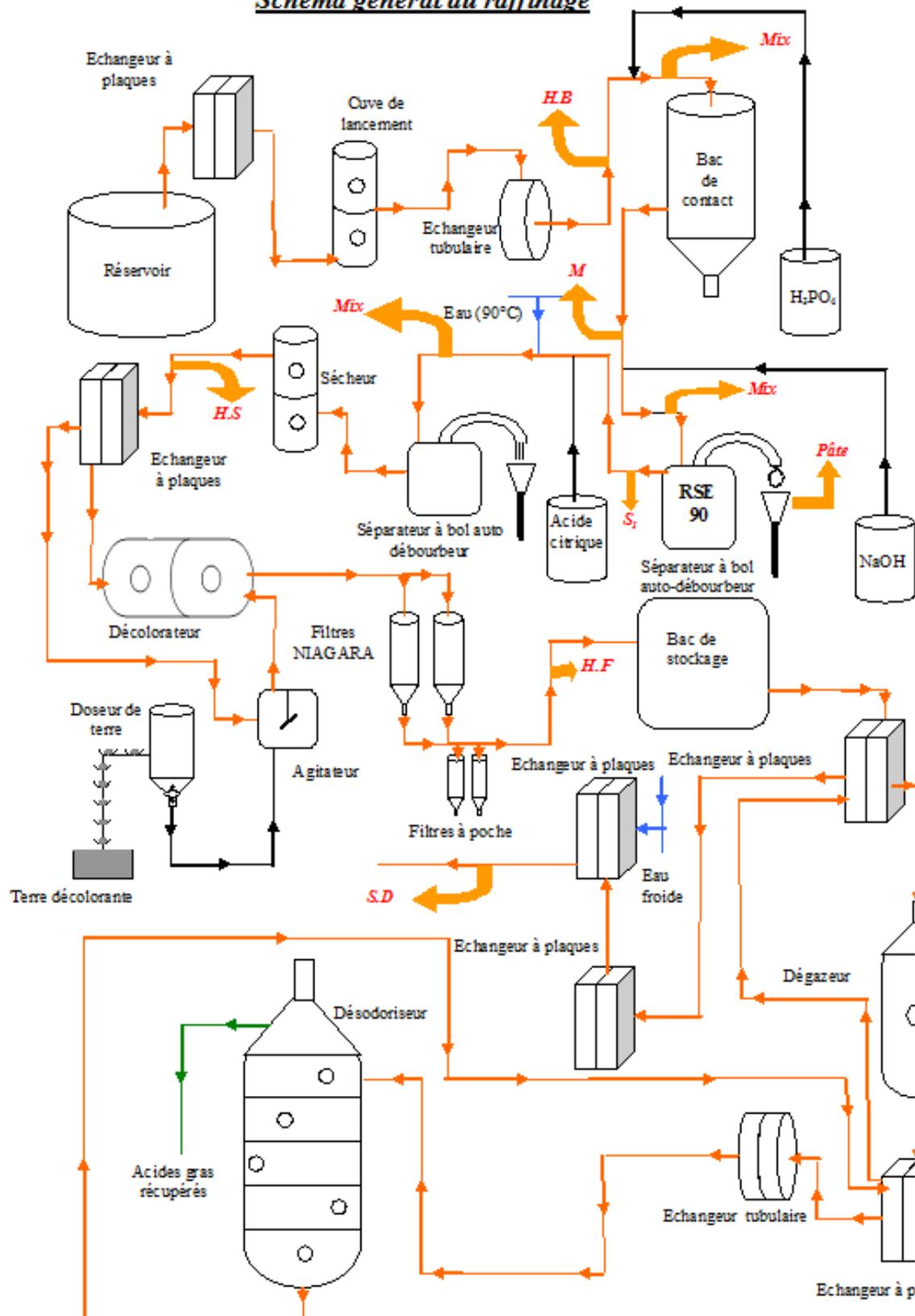


Figure 1 : schéma général du raffinage

- H.B : huile brute.



- M : mélange d'huile brute et d'acide phosphorique.
- Mix : Mixeur
- S₁ : huile sortie du séparateur à bol auto-débourbeur.
- H.S : huile séchée.
- H.F : huile filtrée.
- S.D : huile de la sortie de désodorisation.

- Trajet de l'huile.
- Trajet des produits chimiques de traitement.
- Trajet des eaux.
- Trajet des acides gras récupérés.
- Prélèvements pour les analyses.

4. Conditionnement des huiles

- **Emballage**

C'est la dernière étape de processus de production. Elle consiste à la fabrication de l'emballage plastique et la mise en bouteille de l'huile raffinée. Il est équipé de différentes machines conçues en France en Allemagne et en Italie.

Extrusion et soufflage des bidons

Les bidons en PEHD fabriqué à partir de plastique en granulés passent par les étapes suivantes :

- Les préformes subissent un chauffage dans un four qui contient des lampes pour que la matière devienne molle.
- Un étirage par une tige d'élongation donne à la bouteille la hauteur prévue.
- Le pré soufflage avec une pression de 7bars, 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 du dégazage, la bouteille sort du moule avec le dégagement de l'air qui donne la forme finale à la bouteille.
- Une fois les bouteilles soufflées sont obtenues, elles sont acheminées par le convoyeur à air comprimé vers la remplisseuse.



Figure 2: Souffleuse SIDEL

- **Conditionnement**

Le magasin de conditionnement est un magasin où l'huile raffinée est remplie dans des bouteilles ou bidons qui s'emballent dans des cartons ensuite dans des palettes et se déposent dans le stock des produits finis. Le magasin est constitué de deux lignes de production :

- Une ligne 1/2L et 1L PET dans laquelle le remplissage se fait d'une façon massique.
- Une ligne 2L et 5L PET où le remplissage est volumique.

Les étapes du conditionnement sont décrites comme suite :

- **Remplissage et capsulage**

Cette étape consiste à remplir les bouteilles par l'huile à l'aide de la remplisseuse (SERAC), qui seront par la suite fermées dans la boucheuse. Les bouteilles ainsi remplies et fermées sont amenées vers l'élément de transport appelé convoyeur.



Figure 3 : Remplisseuse SERAC



✚ Etiquetage et datage



Après le remplissage, il vient le rôle de l'étiqueteuse(KORNES) pour étiqueter les bouteilles en utilisant une colle spécifique chauffée à plus de 120°C, puis une lyser qui va dater ces derniers.

Une fois les bouteilles sont étiquetées et datées, elles sont dirigées vers l'encaisseuse.



Figure 4 : Etiqueteuse KORNES

✚ Encaissage

Finally, the bottles are directed to a case packer named SAMOVI, where they will be filled into boxes that are then closed by the former, the boxes are then closed and packed manually and transported by maintenance to the storage warehouses.



Figure 5 : Casseuses SAMOVI



5. Contrôle de qualité des huiles



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 et non instrumentale.

Lors de détection d'une non-conformité en réalisant des analyses adéquates au cours du processus, le responsable laboratoire renseigne le responsable production; ce qui fera l'objet d'une intervention corrective. Dont les analyses effectuées au niveau du laboratoire de la SIOF sont les suivantes:

- *Analyses physico-chimiques :*

- Acidité libre (en acide oléique).
- Alcalinité ou le taux de savon.
- Analyses de la pâte de neutralisation.
- Teneur en eau et matières volatiles.
- Teneur en impuretés insolubles.
- Indice de peroxyde.
- Transmission.
- Dosage du phosphore.
- Excès de soude à la neutralisation.

- *Analyses chromatographiques :*

- Teneur en cires par CPG.
- Teneur en composition des acides gras par CPG.
- Teneur en stérols par CPG.
- Teneur de la différence entre la composition réelle et théorique des triglycérides à ECN 42 par HPLC.

MCours.com