Sommaire

Introduction ……..1

Présentation de l'entreprise

1- Présentation des HUILES SOUSS BELHASSAN ……2

2- Fiche technique ……....3

3- Organigramme d'HSB……4

Chapitre 1 : Présentation des huiles et des graines

1- Introduction……5

2- Oléagineux alimentaires……..5

3- Obtention de l'huile brute de soja par préparation et extraction……...8

4- L'objectif du RAFFINAGE……...9

Chapitre 2 : Procédé de raffinage de l'huile de soja

I- Introduction 10

II- Composés à éliminer et l'Intérêt des matières utilisées……...….11

III- les étapes de raffinage de l'huile de soja.....…..12

1- Démucilagination…… ……...12

a- But ....…..12

b- Principe ....…..13

2- Neutralisation……13

3- Lavage.....…..14

a- But ……..……14

b- Principe.....….....1 4

4- Séchage……15

a- But ……...……15

b- Principe……15

5- Décoloration …… ……15

a- But……15
b- Principe……15
6- Filtration……..16
a- But……16
b- Principe……16
7- Désodorisation……16
a- But ……..……16
b- Principe……...……17
8- Refroidissement……...17
a- But ……...……17
b- Principe……18
IV- Comparaison entre l'huile brute et celle raffinée ……...….18

Chapitre 3 : Méthodes et analyses effectuées au sein de laboratoire de HSB

I- Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage…….19
II- Les normes de conformité de l'huile décolorée et finie de soja au sein de l'entreprise HSB……..…20
III- Procédé du raffinage à l'échelle laboratoire……..20
1- Démucilagination……...20
2- Neutralisation……21
3- lavage……..….22
4- Décoloration……..22

Chapitre 4 : Résultats expérimentaux et discutions sur la partie de décoloration

I- Introduction……...23
II- Problématique……...24
III- Travail effectué…… .24
a- Contrôle de la Transmittance……24
b- Dosage du phosphore…….…24
c- Dosage quantitatif des chlorophylles……25
IV-Résultats et interprétations……..26
a- Résultats de la transmittance……26
b- Résultats de la chlorophylle……...26
c- Résultats du phosphore……..27

V- Résultats général……...…28

Conclusion……..29

Introduction

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une part importante du secteur des industries agroalimentaires.

Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Parmi ces produits, l'huile de soja qui nécessite un traitement de raffinage pour obtenir une huile prête à la consommation humaine. Ce traitement doit garantir aux consommateurs un produit d'aspect engagent, neutre de goût, résistant à l'oxydation, adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxiques ou nocives.

Alors le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rend impropre à la consommation en l'état.

Mon stage de formation au sein d'une entreprise de renommé telle que **les Huileries du Souss Belhassan**, d'une durée de 48 jours, avait comme but une optimisation du procédé de raffinage et de décoloration de l'huile de soja.

Mon rapport comporte quatre chapitres :

1ére chapitre : présentation des huiles et des graines
2éme chapitre : le procédé de raffinage
3éme chapitre : Méthodes et analyses effectuées
4éme chapitre : Résultats expérimentaux et discutions sur la partie de décoloration

Présentation de l'entreprise

1- Présentation des HUILES SOUSS BELHASSAN :(historique)

1975 : Création de la société << huilerie du Souss Belhassan >> par Mr Belhassan. C'est une entreprise familiale qui traitait en plus des huiles et du café, les conserves d'olive.

1990 : l'entreprise avait favorisé l'expansion et l'augmentation de sa capacité de 100 à 300 tonnes /jour par l'acquisition de nouvelles machines de Raffinage (séparateur, Dovert..). la société est équipée de machines de fabrication, des préformes et de soufflage pour la fabrication des emballages en PET (Polyéthylène de téréphtalate) (1/2 L ,1L ,2L, 3L, et 5L) qui est devenue l'une des rares entreprises en Afrique à acquérir ce genre de matériel produisant ses propres besoins en bouteilles.

1992 : La société a renouvelé les unités de torréfaction et de conditionnement des café afin d'accompagner le développement de ce secteur.

1996 : La société avait fait l'acquisition d'une unité de conditionnement du thé

2000 : L'entreprise devint certifiée, conformément aux normes ISO 9002(version 94).

La société s'est engagée dans un plan d'investissement très ambitieux et qui devrait s'échelonner sur plusieurs années .le premier gros chantier étant la construction d'une nouvelle usine de trituration et de raffinage des huiles dans la région de Meknès , dont la capacité de traitement est de 600 tonnes /jour d'huiles d'olive puis de 1000 tonnes /jour pour les graines de soja et de tournesol, l'unité située à EL Bassatine Ex-jradi Route ELMhaya-Ain taaoujdate, à proximité des zones réputées par la culture d'olivier .

2003-2004 : démarrage de l'unité de raffinage des huiles végétales.

2004-2005 : construction d'une nouvelle station de traitement des margarines, augmentation de la capacité de l'unité de trituration des graines oléagineuses de 600 tonnes/jour à 1000 tonnes / jour.

2005-2006 : l'entreprise avait entamé le chantier de la mise en place d'un système de management de la qualité selon les exigences de la norme ISO 9001 V 2000.

Les activités :

- Préparation et l'extraction des graines oléagineuses et Grignon d'olive aussi le Raffinage et Conditionnement de l'huile alimentaire
- Traitement des eaux et margines
- Soufflage des préformes

Les produits :

- Tourteaux de soja, tournesol, colza,

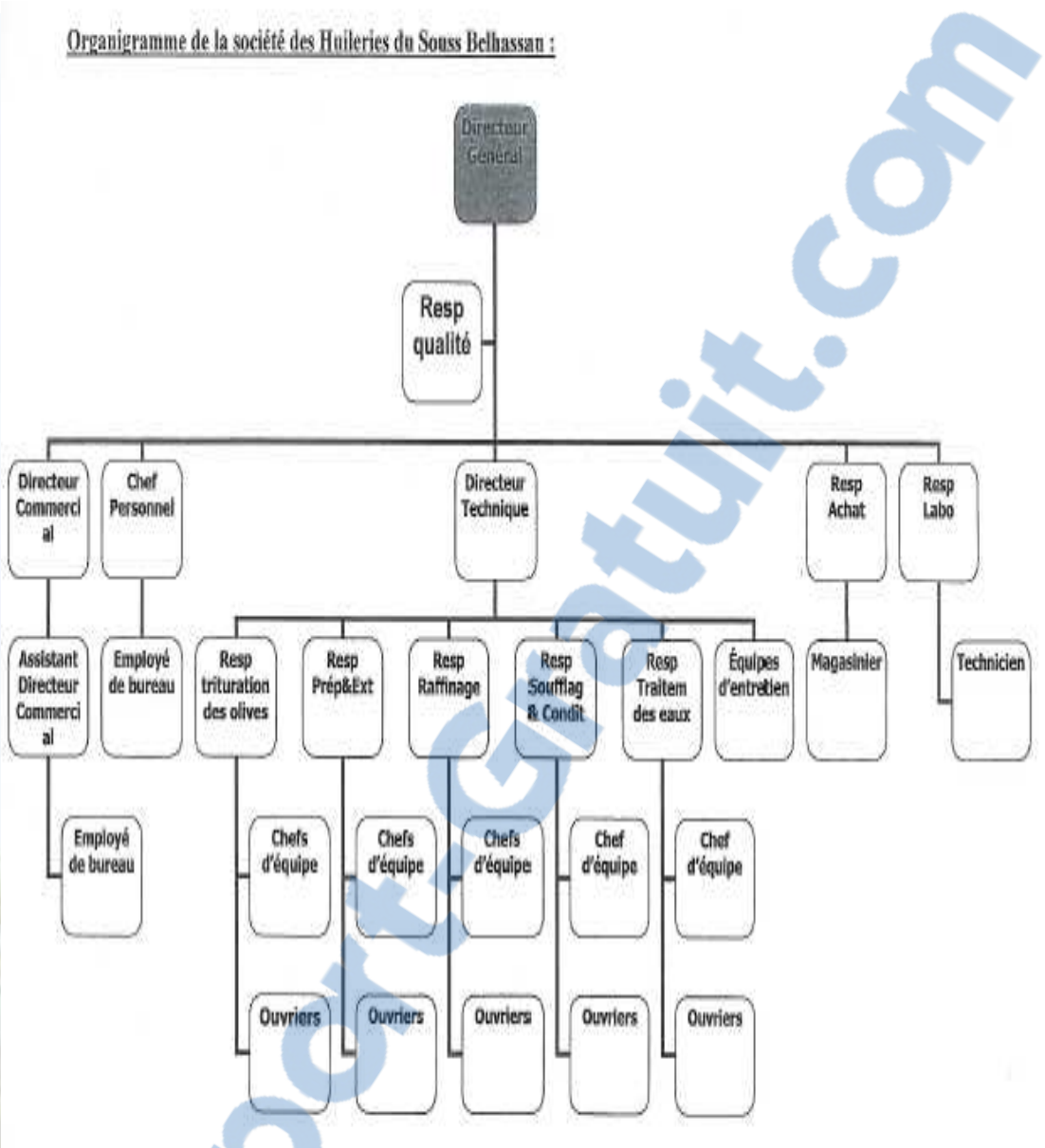
Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

- Huile brute et de soja , tournesol, colza, grignon d'olive
- Huile raffinée de : soja ; tournesol ; grignon d'olive

2-Fiche technique :

Nomination sociale	Huilerie de Souss Belhassan
Forme juridique	SARL (associé unique)
Date de création	2000
Siège sociale	Avenue Med V Ain Taoujdate BP60
Téléphone	0535441833/ 0535441673/ 0535441674
Fax	0535441675/76
Numéro de registre de commerce	Agadir 6211
Patente	48 36 43 33
TVA	260 148
Effectif	368 personnes

3-Organigramme d'HSB :



Rapport-Gratuit.com

1-Introduction :

Elles sont également appelées corps gras ou matière grasse. Elles appartiennent à un ensemble complexe de composés organiques naturels, les lipides. Les lipides se distinguent par l'insolubilité dans l'eau, une densité inférieure à un et un toucher onctueux.

Les huiles se distinguent des graisses par leur consistance à température normale. Les huiles sont liquides, les graisses sont pâteuses ou solides.

Huiles et graisses sont solubles dans de nombreux solvants organiques. En règle générale, la solubilité des huiles est plus grande que celle des graisses.

2- Oléagineux alimentaires :

Parmi les végétaux couramment employés pour l'alimentation et l'industrie spécifiquement chez HSB :

Le tournesol (*Helianthus annuus*) : est une plante annuelle de la famille des Astéracées. La " fleur " du tournesol est en fait un ensemble de petites fleurs disposées en rosace sur un support ou capitule. Au moment de la fructification, on ne compte pas moins de trois cents graines, qui fournissent une huile destinée à l'alimentation. L'huile de tournesol a une saveur douce, une odeur légère et sa couleur varie entre le jaune pâle et le jaune orangé. Elle contient 12% d'acides gras insaturés et 65% d'acides gras polyinsaturés et elle est riche en vitamine E. La production mondiale était de l'ordre de 22 millions de tonnes en 1989, ce qui met cet oléagineux au quatrième rang. Les principaux pays producteurs étaient l'URSS, l'Argentine et l'Europe centrale.

L'olivier (*olea europea*, famille des *Oléacées*) : existe dans une aire de culture qui définit la zone méditerranéenne, laquelle couvre les pays du Moyen Orient, ceux du Maghreb, l'Espagne, la Grèce, l'Italie et la France. Cependant on retrouve l'olivier au Portugal, en Californie et en Amérique du Sud. La production mondiale était de l'ordre de 9,5 millions de tonnes en 1989. L'olive renferme de 35 à 50 % d'une huile dont la couleur varie du jaune d'or au vert foncé selon les variétés. L'huile d'olive de première pression (cf. extraction) est un produit souvent fraudé, mais les méthodes modernes d'analyse permettent de déceler les adultérations à un niveau très bas. L'huile d'olive est composée d'environ 99% de matières grasses et le 1% restant constitue les composés mineurs tels que des alcools, des stérols, des phénols. Elle est riche en vitamines (A, B, K et E), en provitamine A (carotène) et en sels minéraux.

Le soja (*Glycine hispida*) : est également une Papilionacée. Cette plante est connue depuis près de quatre milles ans. La graine de soja est assez pauvre en huile, de l'ordre de 20 %. C'est de loin le premier oléagineux à être consommé, avec une production mondiale de plus de 107 millions de tonnes en 1989, fournie principalement par les Etats-Unis, le Brésil et la Chine. Le tourteau est riche en protéines utilisées pour l'alimentation humaine.

L'huile de soja : est une huile végétale extraite du soja, utilisée dans l'alimentation. C'est l'huile végétale alimentaire la plus consommée, elle est fluide (liquide ou gaz) et d'un jaune plus ou moins foncé suivant la nature des graines et les procédés d'extraction. L'huile Fraîche a une saveur assez prononcée d'haricot qui s'atténue peu à peu. Elle est riche en acides gras poly-insaturés et notamment en acide gras essentiel alpha-linolénique. Elle est recommandée pour les assaisonnements.

Sa richesse en lécithine la rend précieuse pour la reconstitution de cellules nerveuses et cérébrales, sa bonne digestibilité en fait une bonne remplaçante de l'huile d'olive pour ceux qui ne peuvent la tolérer **(Cossut *et al*., 2002).**

- L'huile brute de soja est définie en termes d'humidité, impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur, caractéristiques d'oxydation et de traces métalliques (Tableau I) **(Platon, 1988).**

Tableau 1: **Spécifications de l'huile de soja dégommée brute (Platon, 1988).**

Humidité et impuretés volatiles	**0,3 % maximum**

Acides gras libres	0,75 % maximum
Phosphatides (exprimés en Phosphore)	0,02 % maximum
Matières insaponifiables	1,5 % maximum
Point d'éclair	12 °C minimum

- **La chaleur**

La résistance des corps gras à la chaleur est variable: Il existe pour chacun d'eux une température critique (également appelée "point de fumée") à ne pas dépasser, au delà de laquelle, les corps gras produisent des composés toxiques, irritants pour les muqueuses digestives et qui oxydent les caroténoïdes et les vitamines A et E **(Cossut *et al*., 2002).**

Tableau 2: Point de fumée de quelques huiles communes entièrement raffinées(Poisson et Narce, 2003.

Huile	Point de fumée (°C)
Colza	317
Soja	317
Tournesol	316
Palme	314

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

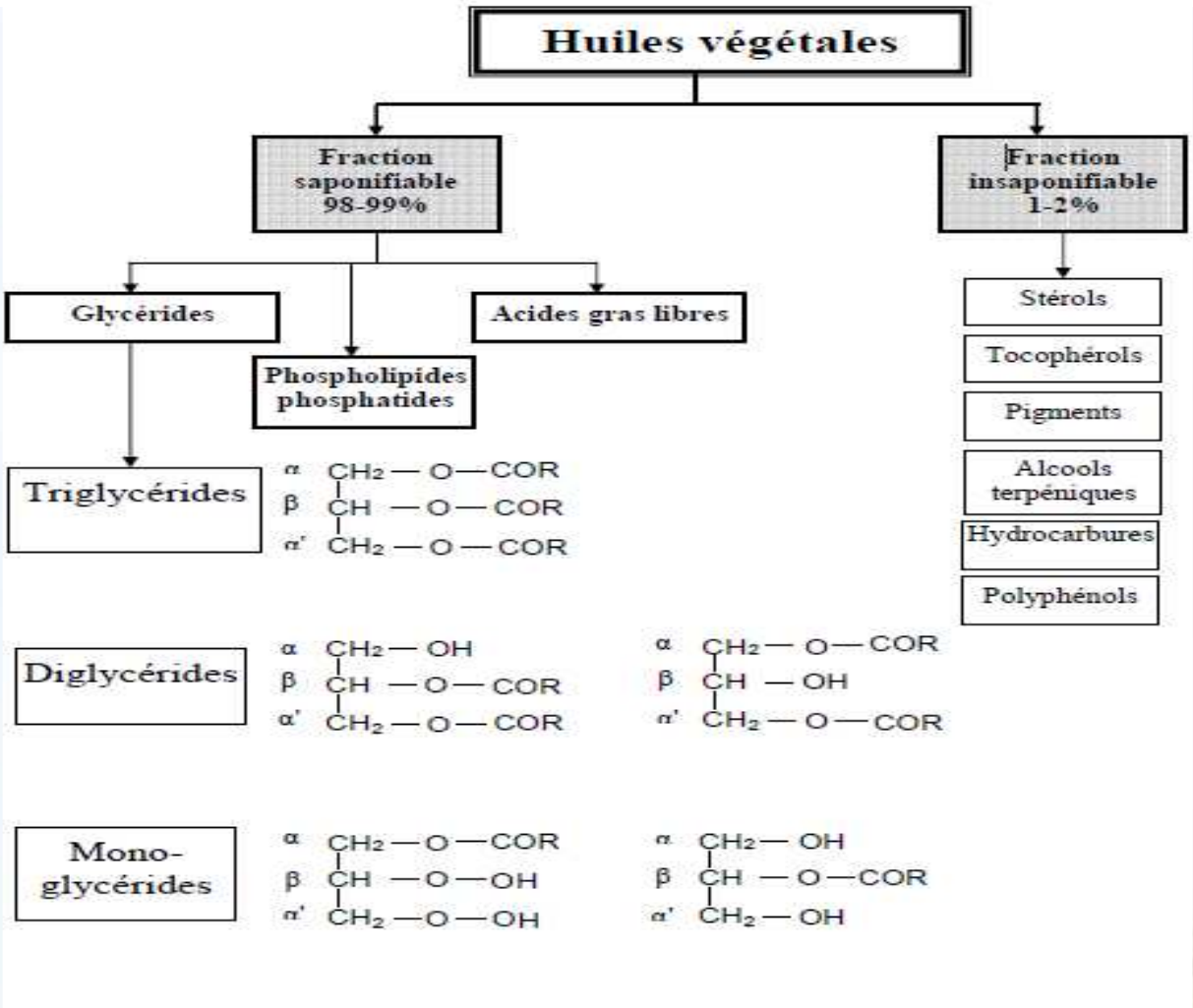
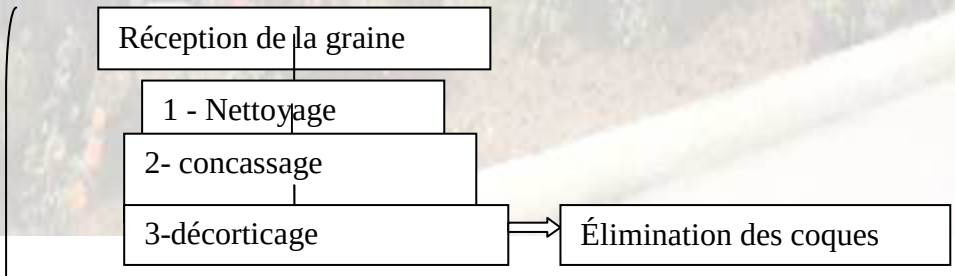


Figure 1 : Les constituants de l'huile végétale

Les huiles alimentaires sont constituées à 100% de lipides (99% de composés saponifiable qui sont les triglycérides, les acides gras libres, les phospholipides) et le reste étant composé principalement de (stérols, tocophérols, pigments, alcools terpéniques, hydrocarbures, polyphénols). Leurs teneurs élevées en acides gras mono-insaturé ou polyinsaturés sont bénéfiques pour la santé. Chaque huile a une composition en acides gras différentes.

3- Obtention de l'huile brute de soja par préparation et extraction :

Alors, la graine de soja est traitée dans l'atelier de préparation puis d'extraction par solvant **(hexane)** afin de produire des tourteaux destinés à l'amélioration de bétail, et de l'huile brute qui sera traitée dans la raffinerie qui est l'objet de notre sujet.



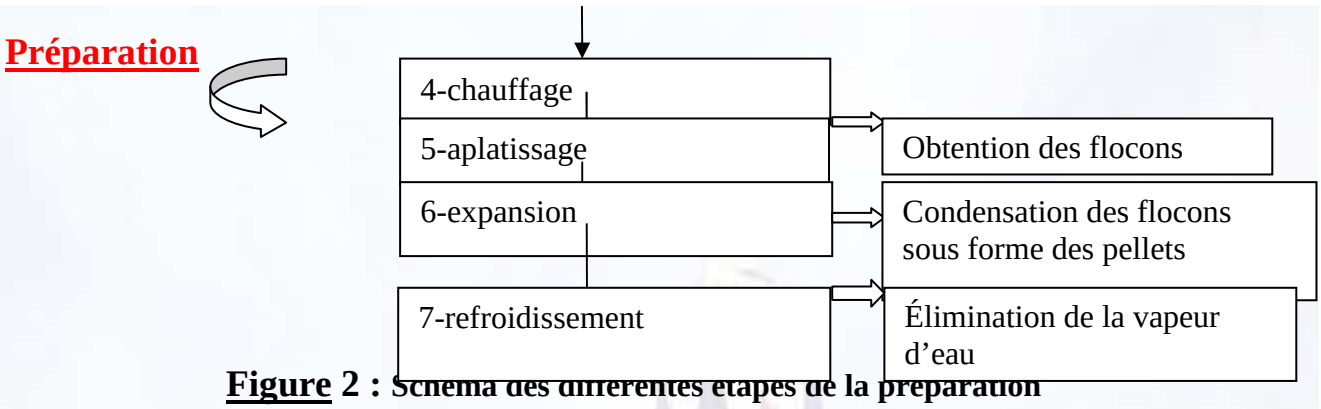


Figure 2 : Schéma des différentes étapes de la préparation

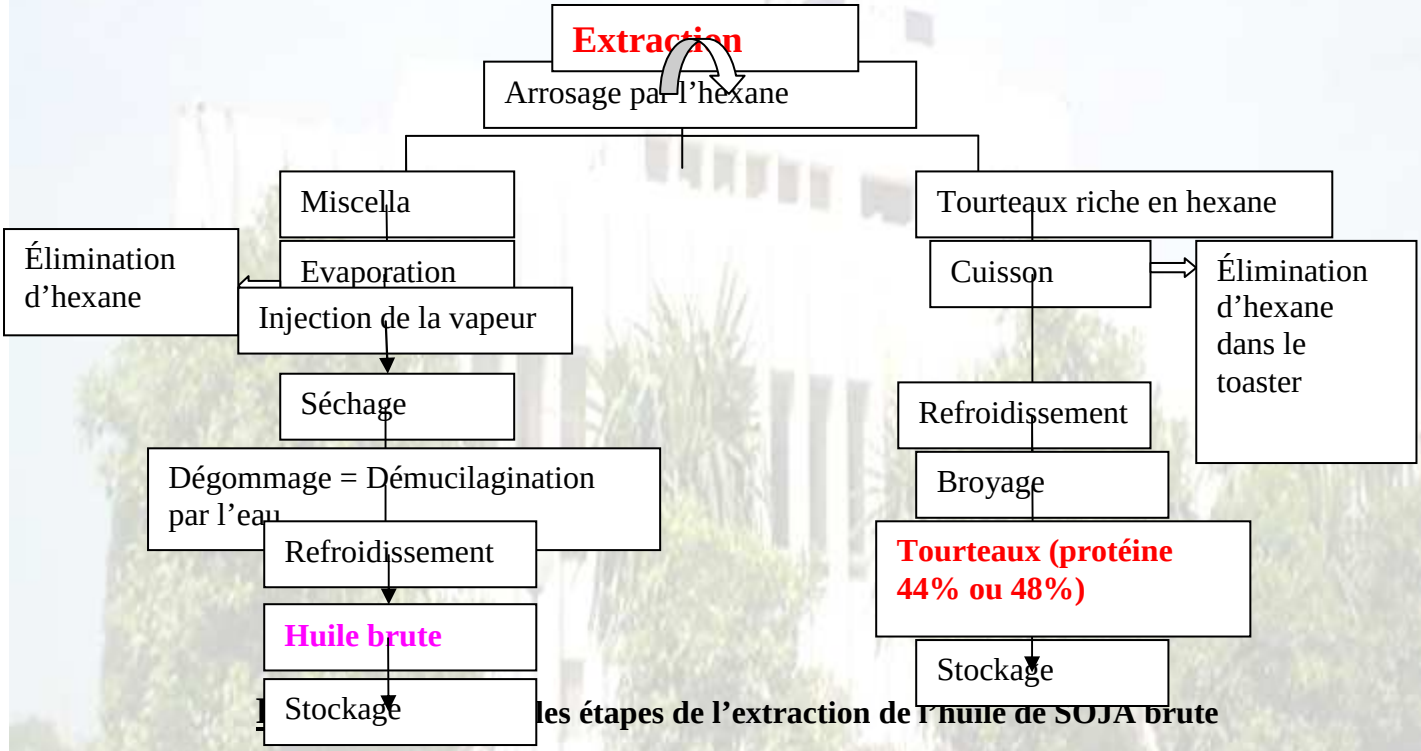


Figure 3 : Les étapes de l'extraction de l'huile de SOJA brute

4-L'objectif du RAFFINAGE :

Les huiles et les graisses obtenues par pression mécanique et/ou extraction par solvant contiennent encore des impuretés. Celles-ci doivent absolument être éliminées avec un raffinage, parce qu'elles sont toxiques ou nuisent à la qualité nutritionnelle, organoleptique, à l'aspect et à la conservation du produit. Le but du raffinage est de purifier ces huiles brutes végétales afin d'obtenir la qualité correspondante aux normes en vigueur et de faciliter sa conservation.

I-Introduction :

Le raffinage comprend une série de traitements qui sont: La démucilagination, la neutralisation, le lavage, le séchage, la décoloration, la filtration et la désodorisation.

II - Composés à éliminer et l'Intérêt des matières utilisées :

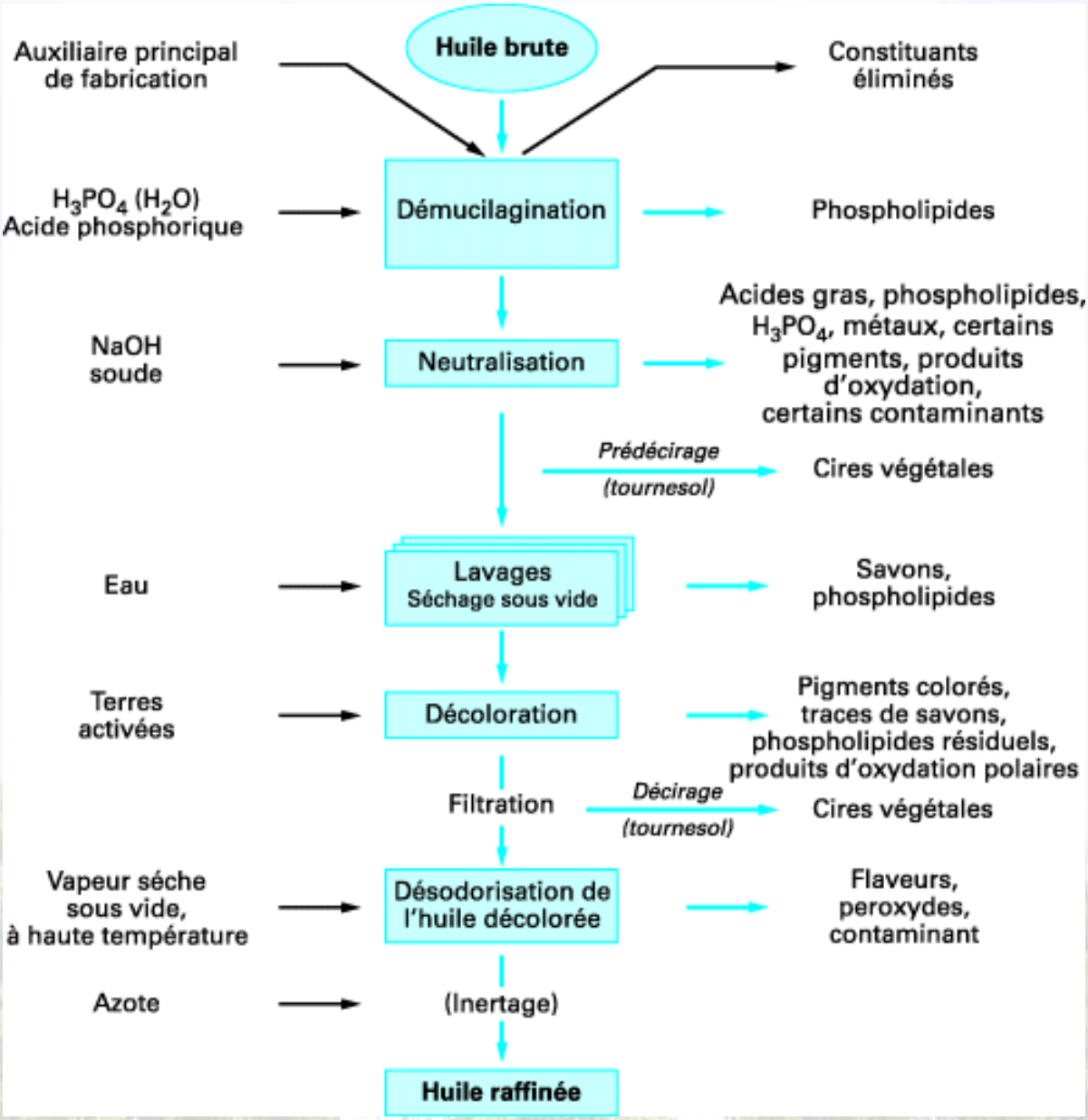


Figure 4: Schéma des les étapes de raffinage

Les huiles reçues à l'état brut contiennent encore un certain nombre d'impuretés qu'il est primordial d'éliminer pour aboutir à un produit consommable.

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales, se situe au niveau de la forme d'insaturation et de la présence **d'acide linolénique (C1 8 :3) en quantité appréciable**. Cet acide gras étant très sensible à 1 'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air.

Tableau 3 : Constituants mineurs contenus dans les huiles brutes de soja :

Classification de substance	*Représentation typique*	*Effet détérioration*

Produits d'hydrolyse	Acides gras libres ; Glycérides partiels	Oxydation, pertes des huiles neutres
Composés Phosphorés	Lécithine, céphaline, phosphatidylinositols, acides phosphatiques	Apparence et goût, oxydation
Produits d'oxydation	Aldéhydes volatiles, cétones, hydrocarbures	Odeur et goût
Colorants	Carotènes, chlorophylle	Couleur et oxydation
Antioxydants	Tocophérols, stérols	Anti-oxydation

Pour chaque étape du raffinage, il s'effectue l'addition d'une matière spécifique dans le but d'éliminer un composé indésirable et pour atteindre la bonne qualité de 'huile raffinée.

Tableau 4 : L'intérêt des matières utilisées

Les matières utilisées	***Les composés à éliminés***
H_3PO_4 acide phosphorique	• les phospholipides
NaOH la soude	• las acides gras libres • les produits d'hydrolyses • composés métalliques
H_2O à une température : 80 - 90 °C	• la solvatation des savons • les traces de la soude
La terre et le charbon actif	• les colorants
$C_6H_8O_7$ L'acide citrique	• le reste des phospholipides • la solvatation du reste des savons
La vapeur d'eau (à 200-220 °C)	• les produits d'oxydations • les traces d'eau

III - les étapes de raffinage de l'huile de soja :

- **Préchauffage :**

Avant le traitement des huiles brutes, ces dernières doivent être chauffées à une température d'environ 90°C.

Le rôle du chauffage est de diminuer la viscosité d'huile, ce qui se traduit par une meilleure séparation et une minimisation des pertes. Le chauffage se fait en deux étapes :

- L’huile est d’abord chauffée dans un échangeur à plaques par l’huile Chaude sortant de la colonne de désodorisation.
- Ensuite, elle entre dans un deuxième échangeur à plaques, où elle sera chauffée avec de la vapeur, jusqu’à une température de 90°C.

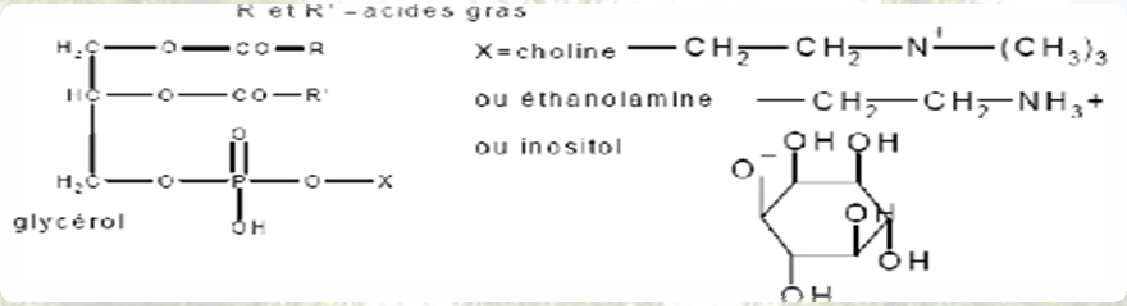
1-Démucilagination :

a- But :

La démucilagination est une opération indispensable pour une huile de qualité, car elle consiste à éliminer de l'huile brute les phospholipides, les protéines et d'autres substances colloïdales qui sont dissoutes ou en suspension. Toutes ces substances sont désignées sous le nom de mucilages qui ont un rôle néfaste sur la conservation et les propriétés organoleptiques de l’huile.

La démucilagination de l'eau (au niveau de l’extraction) uniquement est peu efficace, car seuls les phospholipides facilement hydratables sont précipités. On peut effectuer un **dégommage acide**. On préfère généralement utiliser l'acide phosphorique (0.1-0.3 % d'une solution à 75 %) ou l'acide citrique (0.05-0.2 % d'une solution à 50 %) qui sont peut-être moins efficaces mais aussi moins agressifs vis-à-vis des métaux que l'acide chlorhydrique et nitrique. L'acide oxalique donne d'excellents résultats mais il n'est pas autorisé dans l'industrie alimentaire.

De plus, l'avantage de l'acide phosphorique est qu'il forme, avec les traces métalliques contenues dans les huiles brutes, des complexes qui sont éliminés dans les pâtes de neutralisation et dans les eaux de lavage.



b- Principe :

L'huile traverse un échangeur à plaques qui élève la température de l'huile aux environs de 90-100 °C. L'acide phosphorique à 85 % est injecté par une pompe doseuse à raison de 1 à 3 ‰. L'huile et l'acide passent alors dans un mélangeur rapide, puis dans un mélangeur lent à axe vertical assurant un temps de contact de 15 à 20 minutes. Enfin le mélange est envoyé vers l'étage de neutralisation.

2- Neutralisation :

a- But :

L’huile brute contient toujours des acides gras libres qu’il faut éliminer. Ces derniers sont indésirables dans l’huile car ils sont des catalyseurs d’oxydation. La neutralisation à la soude est très intéressante car elle élimine aussi les pigments colorés et les traces de métaux qui peuvent accompagnés l’huile lors du stockage.

b-Principe :

Pour se faire, l'huile venant de la démucilagination est mélangée avec de la soude caustique de concentration égale à 20-24°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, cette acidité dépend de la nature de l'huile, de son origine, des conditions de la récolte, des technique de trituration et de la duré de stockage.

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

$$\underset{\text{Acide gras}}{R-COOH} + \underset{\text{soude}}{NaOH} \rightleftharpoons \underset{\text{savon}}{RCOONa} + \underset{\text{eau}}{H_2O}$$

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 15% à 17%. Cet excès doit être bien dosé afin d'éviter les pertes par saponification parasite des triglycérides :

$$\text{TRIGLYCERIDE} + \text{soude} \longrightarrow \text{glycérol} + \text{savon}$$

A la sortie du bac de contact, l'huile est mélangée dans un malaxeur avec la soude caustique injectée par une pompe doseuse pour parfaire la réaction de neutralisation. Le mélange est divisé en deux phases par différence de densité dans la centrifugeuse :

Phase lourde : soap stocks ou pâtes de saponification

Phase légère : huile neutre

3- Lavage :

a- But :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentent à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les derniers traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés.

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades. Il est préférable d'utiliser de l'eau adoucie qui évite l'encrassement des bols par dépôt de savons et de phosphates de calcium.

b-Principe :

⇨ **1 er lavage :**

L'huile neutralisée passe à travers un échangeur de chaleur à plaques pour l'amener à une température de 90°C, par échange avec la vapeur, après on ajoute de l'eau chaude à 90°C à raison de 6,2%, introduit par une pompe doseuse, pour solubiliser les teneurs en savon résiduelles qui sont restées de la première centrifugation, l'ensemble est brassé dans un mélangeur rapide, puis subit une centrifugation à travers un séparateur pour séparer l'eau de lavage 1 de l'huile lavée .

⇨ **2ème lavage :**

Ce lavage se déroule avec le même principe du 1 er lavage sauf que l'injection de l'eau chaude à 90°C s'effectue à raison de 3,8%, et à la fin on obtient une huile presque entièrement débarrassée du savon et de l'eau de lavage 2.

4- Séchage :

a- But :

L'huile lavée a une humidité comprise entre 0.5 et 0.7 %. Elle doit être réduite à moins de 0.08 % pour ne pas gêner les opérations qui suivront. Car cette eau, surtout en présence de savon, peut provoquer un colmatage rapide des filtres utilisés au cours de l'opération de décoloration.

b-Principe :

L'huile sort du lavage à environ 90 °C. Elle 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 n'atteignons pas les 100°C.

5- Décoloration :

a- But :

Cette opération vise à éliminer les pigments de l'huile (chlorophylle et pigments caroténoïdes), nuisibles à sa couleur et à sa conservation, que la neutralisation n'a que très partiellement détruits **(Mohtadji-Lamballais, 1989 ; Denise, 1992).** Pendant cette étape, sont aussi adsorbés des produits primaires et secondaires d'oxydation, des métaux, des savons, des composés phosphatidiques et polyarômatiques ainsi que certains composés moins profitables, comme les tocophérols **(Ruiz-Mendez, 1999).**

Cette décoloration dite aussi blanchiment fait intervenir un phénomène physique : adsorption sur des terres décolorantes actives (VOLCANCIL, TONSIL, PROACTIVE, HYFLO) et du charbon actif qui est très couteux, la quantité des agents décolorants est en fonction de la coloration initiale et de la nature des pigments.

b-Principe :

Le mélange entre ***l'huile*** et ***(la terre+charbon actif)*** est assuré dans une cuve munie d'un agitateur, pour une production d'environ 14 Tonnes par 30min , la quantité de la terre ajoutée est en fonction de l' huile traitée, cette terre est ajoutée en raison de 0,4% et 1,2% pour l'huile de soja, et la quantité du charbon actif ajoutée est de 10% par rapport à la terre, et ensuite la décoloration de l'huile par le mélange se fait dans un réacteur sous forme d'un grand cylindre.

La partie supérieur : c'est un réchauffeur qui permet d'amener la température du mélange huile –terre à une valeur entre 90 et 120 °C par la circulation de la vapeur.

La partie inferieure : est celle qui permet la décoloration proprement dite, avec un système de barbotage de la vapeur, cette injection de la vapeur permet un contact parfait entre la terre et l'huile, le mélange huile –terre est maintenue à un temps de contact moyen d'environ 30 min, temps suffisant pour avoir une bonne adsorption, l'opération se fait sous vide afin éviter l'oxydation et d'aspirer le reste de la vapeur d'eau.

6- Filtration :

a- But :

L'huile qui sort du réacteur de la décoloration passe à la filtration. Elle consiste à faire passer moyennant une force de pression le mélange (terre-huile) à travers un écran poreux appelé milieu filtrant. La porosité du milieu filtrant permet le pompage de l'huile décolorée, tandis que les particules solides sont arrêtées sur le milieu filtrant sous forme d'un dépôt.

b-Principe :

Il existe deux grands filtres qui fonctionnent en alternance, c-à-d quand l'un des deux fonctionne, l'autre est en arrêt pour le nettoyage. Se sont des filtres presses. Les plaques permettent la filtration de leurs deux côtés, par la déposition du gâteau composé d'un mélange de terres filtrantes, ils envoient ensuite l'huile par un canal central qui rejoint une conduite en provenance de toutes les plaques et sort du filtre.

Le premier filtre chargé en terre décolorante doit être débarrasser de son gâteau .Alors on envoie de la vapeur chaude pour le sécher ,mais il reste toujours collé sur les plaques, après séchage, on envoie de l'air comprimé sur l'axe portant les plaques afin de réaliser une vibration qui va faire tomber la terre qui sera réceptionnée dans un bassin à travers un vice transporteur , puis envoyé vers les déchets. L'huile est ensuite filtrée dans des filtres-presses (papier cellulosique) pour enlever les dernières traces de terre ainsi que toutes les impuretés avant d'être renvoyées à la désodorisation.

7- Désodorisation :

a-But :

Dernière étape du raffinage, son but principal est l'élimination des substances sapides et odorantes tels que : les aldéhydes, les cétones les hydrocarbures, peroxydes (substance provenant de l'oxydation de l'huile), ainsi que certains pigments contenus dans les huiles et ceci pour leur conférer les qualités requises pour la consommation, ce procédé a l'inconvénient majeur de dégrader une partie des tocophérols, cette désodorisation s'effectue par distillation par l'injection de la vapeur sèche dans l'huile sous vide poussée à haute température , il s'agit d'un entrainement à la vapeur des substances plus volatiles que l'huile.

b-Principe :

- **préchauffage :**

L'huile décolorée est stockée dans un bac, après elle est pompée vers 1er échangeur à plaques à contre courant ; elle y entre avec une température de 110°C et sort à 130°C, a quantité d'énergie qu'elle a reçu est fournie par l'huile désodorisée qui subit le refroidissement , l'huile chauffée est ensuite envoyée vers le déshydrateur sous vide, celui ci

Rapportgratuit.com

est constitué par un ensemble de chicanes et de pulvérisateurs qui font ruisseler l'huile sur les parois de cette appareil permettant ainsi le séchage et la désaération par le système de vide.

L'huile séchée passe ensuite dans un 2ème échangeur de chaleur (toujours avec l'huile désodorisée), duquel elle sort à une température de 210°C .un dernier chauffage de l'huile augmente sa température jusqu'à 300°C par échange de chaleur avec un fluide thermique : huile minérale, provenant de la chaudière et circulant dans le serpentin.

⇨ **Désodorisation :**

L'huile ainsi obtenue à 300°C, elle est envoyée vers un dèsodorisateur, ce dernier 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'entrainement des composés volatils vers la phase vapeur sous l'effet du vide. L'huile préchauffée entre par la partie supérieur du dèsodorisateur et ensuite s'écoule par débordement du premier bassin au deuxième bassin et de la même manière jusqu'au 5ème bassin ou l'huile va être récupère a une température de 300°C.

Pour les acides gras issus de la désodorisation, ils sont aspirés dans un bac sous l'effet du vide, puis ils sont stockés dans des tanks de stockage des acides gras.

A la sortie on ajoute l'acide citrique (0,05%) pour éliminer à chaque fois les traces des savons. Il a aussi un rôle conservateur.

8- Refroidissement :

a-But :

L'huile désodorisée ainsi récupérée passe par les mêmes échangeurs à plaques qui ont assuré sont préchauffage. Autrement dit l'énergie thermique extraite par le refroidissement est utilisée dans le préchauffage.

b-Principe :

En effet l'huile désodorisée passe par le 1er échangeur qui fait baisser sa température de 300°C à 250 °C , puis le 2éme de 250°C à 240°C . Un dernier refroidissement de l'huile fait diminuer sa température jusqu'à 40 °C et ceci à l'aide d'un échangeur à plaques contre courant dont le fluide refroidisseur est une eau froide adoucie ,

A la fin l'huile finie passe dans des filtres en poches pour subir un polissage qui va éliminer toutes les impuretés qui ont persistés dans l'huile. Après l'huile subit un autre refroidissement à l'entrée des 3 malaxeurs dans des échangeurs, ensuite on opère à un refroidissement dans les malaxeurs jusqu'à une température de 25 °C pour l'huile de soja.

IV- Comparaison entre l'huile brute et celle raffinée :

La composition de l'huile de soja brute et raffinée n'est pas la même, le tableau suivant le confirme.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Tableau 5 : Composition moyenne de l'huile de soja brute et celle raffinée (Ericksson et Wiedermann, 1989).

Composés	Huile brute	Huile raffinée
- Triglycérides (%)	95 - 97	99
- Phosphatides (%)	1,5 - 2.5	0,003 - 0,045
- Substances insaponifiables (%)	1,6	0,3
-Stérols(%)	0,33	0,13
- Tocophérols (%)	0,15-0,21	0,11 -0,18
- Hydrocarbures (squalène) (%)	0,0 14	0,01
- Acides gras (%)	0,3 - 0,7	<0,05
- Métaux	traces	Traces
-Fer (**ppm)**	1-3	-0,3
- Cuivre (ppm)	0,03 - 0,05	0,02 - 0,06

Alors pour garantir la qualité des huiles produites, il faut veiller à la qualité des produits par plusieurs contrôles faisant intervenir les techniques analytiques, instrumentales et non instrumentales.

I- Les analyses effectuées sur chaque étape de raffinage :

Le contrôle de qualité à la raffinerie des huiles se fait par l'analyse systématique des échantillons du produit prélevé aux différents points critiques de la chaîne de production.

La prise des échantillons se fait régulièrement par le service de laboratoire comme suit (Tableau VI).

Tableau 6 : Les analyses effectuées au laboratoire pour chaque étape de raffinage :

Prélèvement	analyse classique :
Huile brute	-Acidité, -Taux de phosphore
Huile démucilaginée	-acidité, -calcul du pourcentage H_3PO_4
Huile neutralisée	-taux de savons, - acidité, - excès de soude
Pâte de neutralisation	-taux de matière grasse, -coefficient d'entrainement(les pertes huile neutre)
Huile lavée1	-taux de savons
Eau de lavage1	-taux de matière grasse, -acidité, -calcul des pertes
Huile lavée2	-taux de savons

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Eau de lavage2	-taux de matière grasse, -acidité, -calcul des pertes
Huile séchée	-taux de savons, -acidité, -taux de phosphore, - humidité
Huile décolorée et filtrée	-acidité, -taux de phosphore, -transmittance (couleur), -contrôle visuel des traces des particules de terre, -chlorophylle
Huile désodorisée	-acidité, -transmittance (couleur), -trace de savons, -indice de peroxyde, -contrôle visuel des traces des particules de terre, -taux de phosphore
Huile finie (prête à l'envoi)	-acidité, -transmittance (couleur), -trace de savons, -indice de peroxyde, -température, contrôle visuel des traces des particules de terre, -taux de phosphore

II – Les normes de conformité de l'huile décolorée et finie de soja au sein de l'entreprise HSB :

L'huile raffinée doit être conforme au normes du manuel qualité des huileries du Souss :

Tableau 7 : Les normes de qualité d'après le manuel du HSB :

Analyse classique	Normes de d'huile décolorée	Normes de l'huile finie
Acidité	< 0,07%	< 0,07%
Quantité de phosphore	< 5 ppm	< 5 ppm
Transmittance à 460 nm	> 75%	85-90%
Savon	Pas de traces de savons	Néant
Indice de peroxyde	< 1meq d'O_2 actif /kg d'huile	< 1meq d'O_2 actif /kg d'huile
Quantité de chlorophylle	< 0,4 ppm	< 0,4 ppm
Terre	Pas de traces de terre	Pas de traces de terre

Le contrôle des résultats et des analyses acquis de chaque prélèvement se fait selon des normes bien désignées.

Les contrôleurs du laboratoire en coordination avec les conducteurs de la chaîne veillent à ce que les normes soient respectées .c'est pourquoi, lors de chaque contrôle des analyses, les contrôleurs du laboratoire renseignent les conducteurs de la chaîne de production lors de toute non conformité, ce qui fera l'objet d'une intervention corrective.

III- Procédé du raffinage à l'échelle laboratoire :

1-Démucilagination :

Cette étape sert à l'injection de l'huile de soja par l'acide phosphorique à une température de 90°C pour éliminer les phospholipides.

- D'abord on a calculé l'acidité de l'huile (par rapport l'acide majeur de l'huile de soja qui est l'acide oléique), c,à,d on a effectué un dosage volumétrique de l'acide oléique par la soude(0,1N), alors le %A sert à la détermination de la quantité de soude qui va être ajoutée à l'étape de neutralisation. On a trouvé : %A = 1%.

- Et on a met dans un bêcher de 1000 ml quantité de l'huile de 150g.

- Puis on a injecté l'acide phosphorique en raison de 0,1% qui est équivalant à une quantité de 0,15g. $m_{a.phos} = (0,1\times150) / 100 = 0,15g$

2-neutralisation :

L'addition de la soude permet de neutraliser les acides gras libres et les traces de l'acide phosphorique dans l'huile, mais cette addition se fait toujours en excès pour éviter de n'avoir aucunes traces de l'acide à la fin de cette étape.

- Comme la 1ére étape on a calculé la quantité de la soude d'une concentration de 21°B qu'on va ajouter :

⇨ ***Pour neutraliser les acides gras libres :***

Pour une quantité de l'huile : PE = 150g, on a :

$m_{(NaOH)} = \mathbf{m_1} = (\%A \times PE \times M_{(NaOH)}) / (M_{(a.oléique)} \times 15,15)$

$= (1\times 150 \times 40) / (282 \times 15,15) = 1,47g$

Pour une concentration de 21°B de la soude on a : le pourcentage en poids de NaOH est de 15,15

⇨ ***Pour neutraliser l'acide phosphorique :***

A l'équilibre on a : $n_{(NaOH)} = n_{(a.phos)}$

Donc : $\mathbf{m_{(NaOH)}} = \mathbf{m_2} = (m_{(a.phos)} / M_{(a.phos)}) \times M_{(NaOH)} = (0,15/ 98) \times 40 = 0,06g$

- Comme la 2éme étape on a calculé la quantité de l'excès de la soude :

Pour atteindre un excès de 16%, on a : $m_{T,(NaOH)} = \mathbf{m_1 + m_2 + m_{excès}}$

Donc : $m_{excès} = [16 \times (\mathbf{m_1 + m_2})] /100 = \mathbf{0,25g}$

D'où : $m_{T,(NaOH)} = \mathbf{m_1 + m_2 + m_{excès}} = 1,47 + 0,06 + 0,25 = 1,78g$

3-lavage :

On a effectué un lavage par l'eau et après on a séparé l'huile de la pâte par une centrifugeuse.

4- Décoloration :

Dans le but d'éliminer les pigments de l'huile (chlorophylle et pigments caroténoïdes) nuisibles à sa couleur, on a réalisé une décoloration à 110°C par la terre et le charbon actif.

- On a pris une quantité de 53 g l'huile neutralisée.
- Puis on a effectué une décoloration par un mélange (90% terre + 10% charbon actif) en raison de 0,5% par rapport l'huile.

Alors pour 53g de l'huile on a : $m_{(terre+charbon)} = (0,5\times 53) / 100 = 0,265g$

0,265g ⟶ 100% mélange= (terre +charbon)

0,0265g ⟶ 10% charbon actif

0,2385g ⟶ 90% terre

- Après la décoloration, on a fait une double filtration par un papier filtre.

- Et comme une dernière étape, on a réalisé une désodorisation sous l'effet d'un barbotage pour éliminer les substances sapides et odorantes.
- On a constaté que la couleur de l'huile est encore foncée, c'est pour cela on a fait un teste de chlorophylle.

Alors malgré la réalisation de cette étape de décoloration, on a obtenu une huile colorée, à cause de la teneur en chlorophylle qui est très élevée est de 1,31 ppm, alors que, selon les normes cette dernière ne faut pas dépasser 0,4 ppm.

Donc le problème, c'est que cette huile est riche en chlorophylle, alors il faut augmenter le % de la terre et le charbon pour avoir une bonne décoloration.

I-Introduction :

La décoloration succède à l'étape de neutralisation au cours du raffinage. C'est une opération qui vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique : l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif ou des combinaisons de ces substances.

L'adsorption est un phénomène physique de fixation de molécules sur la surface d'un solide. Ce phénomène est utilisé pour « récupérer » des molécules de fluides (liquides ou gazeuses) dispersées dans un solvant. L'adsorption est utilisée généralement dans le cas des phases liquides dans le but de les décolorer.

La substance qui se fixe est appelée adsorbat ou soluté. Elle peut être liquide ou gazeuse. Quant à la surface sur laquelle se produit ce phénomène, elle limite généralement une phase condensée (solide) et reçoit le nom d'adsorbant (Figure I-3)

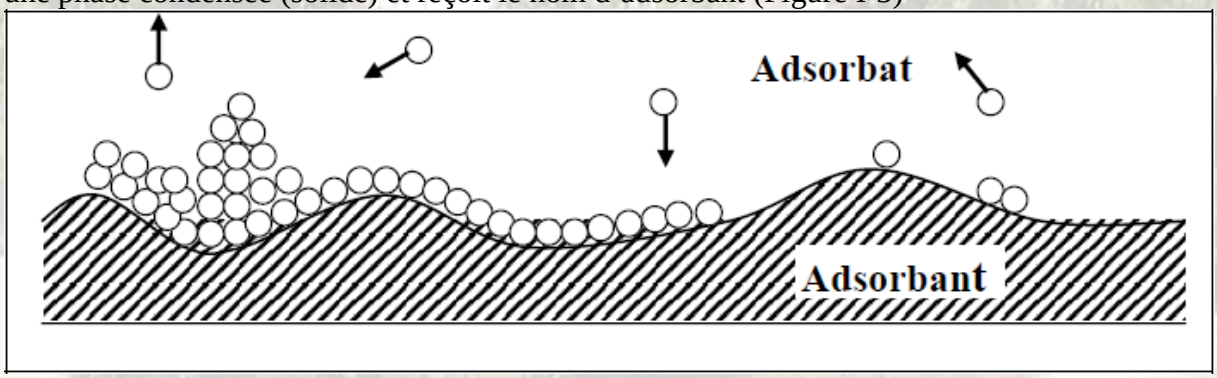


Figure 5: Situation à l'interface solide-fluide

II- Problématique :

A partir de la partie du raffinage à l'échelle de laboratoire, on a constaté que l'huile reste colorée malgré qu'on a effectué une décoloration par (terre+charbon) à raison 0,5%. C'est pour cela on a décidé d'expérimenter toujours à l'échelle laboratoire le rôle de chacun de ces composés terre et charbon actif et les bonnes quantités avec les quelles on peut travailler pour minimiser les pertes.

III-Travail effectué :

On a essayé de réaliser la décoloration d'une huile séchée prise de la raffinerie avec le charbon actif seulement comme 1^{ére} étape et par la terre seulement comme une 2^{éme} étape, en faisant varier les quantités de ces derniers, dans les conditions suivantes :

- Chaque fois, on prend 100g de l'huile séchée dans un bêcher de 500ml. Une plaque chauffante permet de suivre la température de l'échantillon jusqu'à 110°C
- on fait barboter l'huile dans le charbon actif / terre, pondant 30min, et l'huile décolorée est filtrée deux fois sur un papier filtre.
- Et enfin on teste les paramètres suivants : la transmittance, la chlorophylle et le phosphore

a- Contrôle de la Transmittance :

But : S'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.

Mode opératoire :

Après la mise à zéro du colorimètre par de l'eau distillée procéder à une lecture de la transmittance à 460 nm pour l'échantillon

b- Dosage du phosphore :

But : Quantifier la concentration des phospholipides dans l'huile raffinée

Mode opératoire :

- Introduire dans une capsule une prise d'essai de 10 à 40 g selon la teneur présumée en phosphore
- Ajouter 100 mg de magnésium
- Brûler d'abord l'huile puis incinérer à 800-900°C jusqu'à obtention de cendres blanches
- Reprendre le résidu par 10 ml d'acide nitrique à 10% et porter à très légère ébullition pendant 10 min sans évaporer à sec
- Diluer avec de l'eau chaude et transvaser le contenu de la capsule dans une fiole jaugée de 50 ml (vérifier que la solution est limpide sinon contrôler le pH qui doit être inférieur à 1)
- Compléter le volume à 100 ml puis refroidir à température ambiante
- Introduire dans un tube de colorimètre 10 ml de la solution obtenue et 10 ml de réactif nitro-vanado-molibdique puis agiter et attendre au moins 10 min
- Mesurer au spectrophotomètre à λ = 420 nm par rapport à un essai à blanc obtenu par l'addition de 10 ml de réactif à 10 ml d'eau distillée
- En déduire la concentration de la solution à partir de la courbe d'étalonnage établie à l'aide du phosphore monopotassique sec

Résultat :

La concentration de phosphore en mg par Kg d'huile est :

% phosphore = (X× 100) / P.E

X : nombre de µg de phosphore contenu dans 10 ml solution (M1 est donné par lecture directe sur la courbe d'étalonnage)

P.E : masse en gramme de la prise d'essai

c- Dosage quantitatif des chlorophylles :

But : détermination de la teneur en phospholipides dans l'huile raffinée basée sur une quantification par spectrophotométrie.

Mode opératoire :

On filtre soigneusement l'échantillon d'huile. A l'aide d'un spectrophotomètre, on effectue aux longueurs d'ondes 630, 670 et 710 nm les mesures de l'absorbance de l'échantillon dans une cuve de 1cm d'épaisseur, par rapport à une cuve témoin remplie de tétrachlorure de carbone (CCl4) [10]. La teneur en chlorophylle dans l'huile exprimée en milligrammes par kilogramme de matière grasse est donnée par la relation suivante :

$$Chlorophylles\ (ppm) = \frac{A_{670} - \frac{A_{630} + A_{710}}{2}}{0{,}0964}$$

Avec,

- A630 : Absorbance à 630nm ;
- A670 : Absorbance à 670nm ;
- A710: Absorbance à 710nm;
- K: coefficient d'extinction de la chlorophylle dans l'huile (K≈ 0.0964).

IV- Résultats et interprétations :

a-Résultats de la transmittance :

Pour vérifier l'effet du charbon actif et de la terre sur la transmittance d'une façon séparable, on prend chaque fois des quantités de charbon de (0,3g - 0,5g - 1g - 1,5g -2g), et on effectue la décoloration de 100g de l'huile séchée, et le même principe pour les différentes quantités de la terres et on a obtenu les résultats présentés dans le (Tableau VIII).

Tableau 8: Changement de la transmittance en fonction de la quantité du charbon / terre prise au cours de la décoloration

Masse en (g)	**0**	**0,3**	**0,5**	**1**	**1,5**	**2**
Masse en (g)	0	0,3	0,5	1	1,5	2
Transmittance % charbon	0	0	2	8,17	14,19	18
Transmittance% terre	0	0,4	1,7	45	49	65

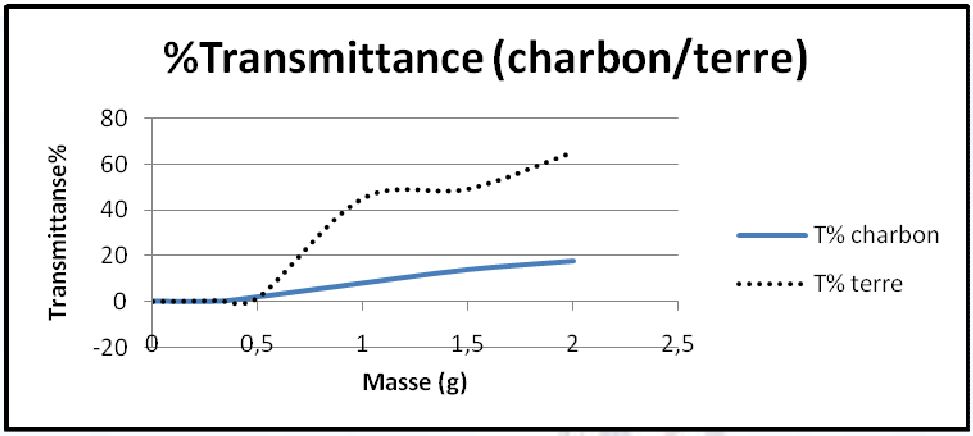


Figure 6 : %Transmittance en fonction de quantité (charbon / terre)

- **Interprétation :**

D' après les résultats obtenus pour les deux agents décolorants, on constate que la terre a une efficacité sur la Transmittance plus que celle du charbon actif, alors chaque fois qu'on augmente les quantités de la terre, cette dernière permet d'adsorber les pigments décolorants d'une façon remarquable, par contre le charbon actif n'adsorbe pas de la même façon malgré qu'on augmente sa quantité.

b- Résultats de la chlorophylle :

Nous avons utilisé le même principe de la partie de transmittance dans le tableau IX qui présente la variation du %Chlorophylle en fonction des masses du charbon actif et aussi de la terre prise au cours de la décoloration.

Tableau 9 : Changement du %chlorophylle en fonction de la quantité d u charbon / terre prise au cours de la décoloration

Masse en (g)	**0**	**0,3**	**0,5**	**1**	**1,5**	**2**
Masse en (g)	0	0,3	0,5	1	1,5	2
Chlorophylle% charbon	0,31	0,048	0,043	0,017	0,0060	0,0010
Chlorophylle% terre	0,31	0,120	0,116	0,114	0,106	0,0964

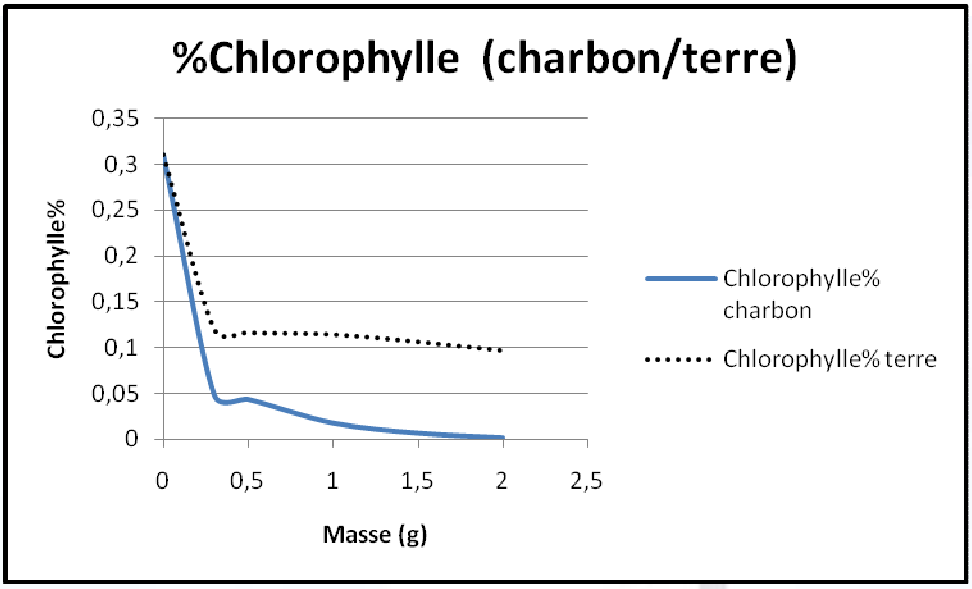


Figure 7 : %Chlorophylle en fonction de quantité (charbon / terre)

- **Interprétation :**

Nous avons constaté d'après l' expérience sur le Chlorophylle qu'il y a une grande différence au niveau des résultats, car avec des petites quantités du charbon actif on peut minimiser la teneur en chlorophylle mais pour la terre on doit ajouter des grandes quantités pour obtenir les résultats désirées.

c- Résultats du phosphore :

Aussi dans le tableau X on a gardé le même principe pour étudier le changement du % Phosphore en fonction de la quantité du charbon et même de la terre prise au cours de la décoloration.

Tableau 10 : Changement du %Phosphore en fonction de la quantité du charbon / terre prise au cours de la décoloration

Masse en (g)	**0**	**0,3**	**0,5**	**1**	**1,5**	**2**
Masse en (g)	0	0,3	0,5	1	1,5	2
Chlorophylle% charbon	14,05	7,50	1,77	0,5	0,3	0
Chlorophylle% terre	14,05	9,32	7,87	7,01	1,8	0

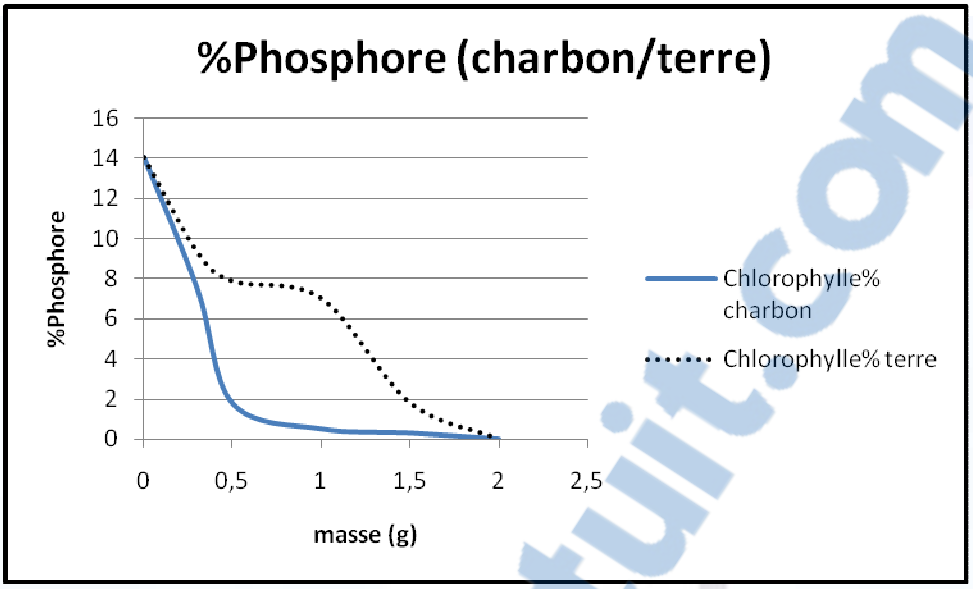


Figure 8 :%Phosphore en fonction de quantité (charbon / terre)

- **Interprétation :**

Au niveau des résultats de l'expérience de phosphore, on remarque qu'on a obtenu une élimination totale de ce dernier à une valeur de 2g pour le charbon ainsi pour la terre, mais le charbon reste plus efficace que la terre car il permet de minimiser la teneur en phosphore pour des quantités plus petites que celles de la terre.

V- Résultats généraux :

Alors pour avoir une bonne décoloration qui va être conforme aux normes, il faut minimiser la teneur en chlorophylle et en phosphore par le charbon et aussi éliminer la couleur indésirable de l'huile par la terre, c'est pour cela il faut effectuer une décoloration par un mélange de terre et de charbon actif avec des quantités convenables, car le charbon est plus coûteux que la terre.

Conclusion

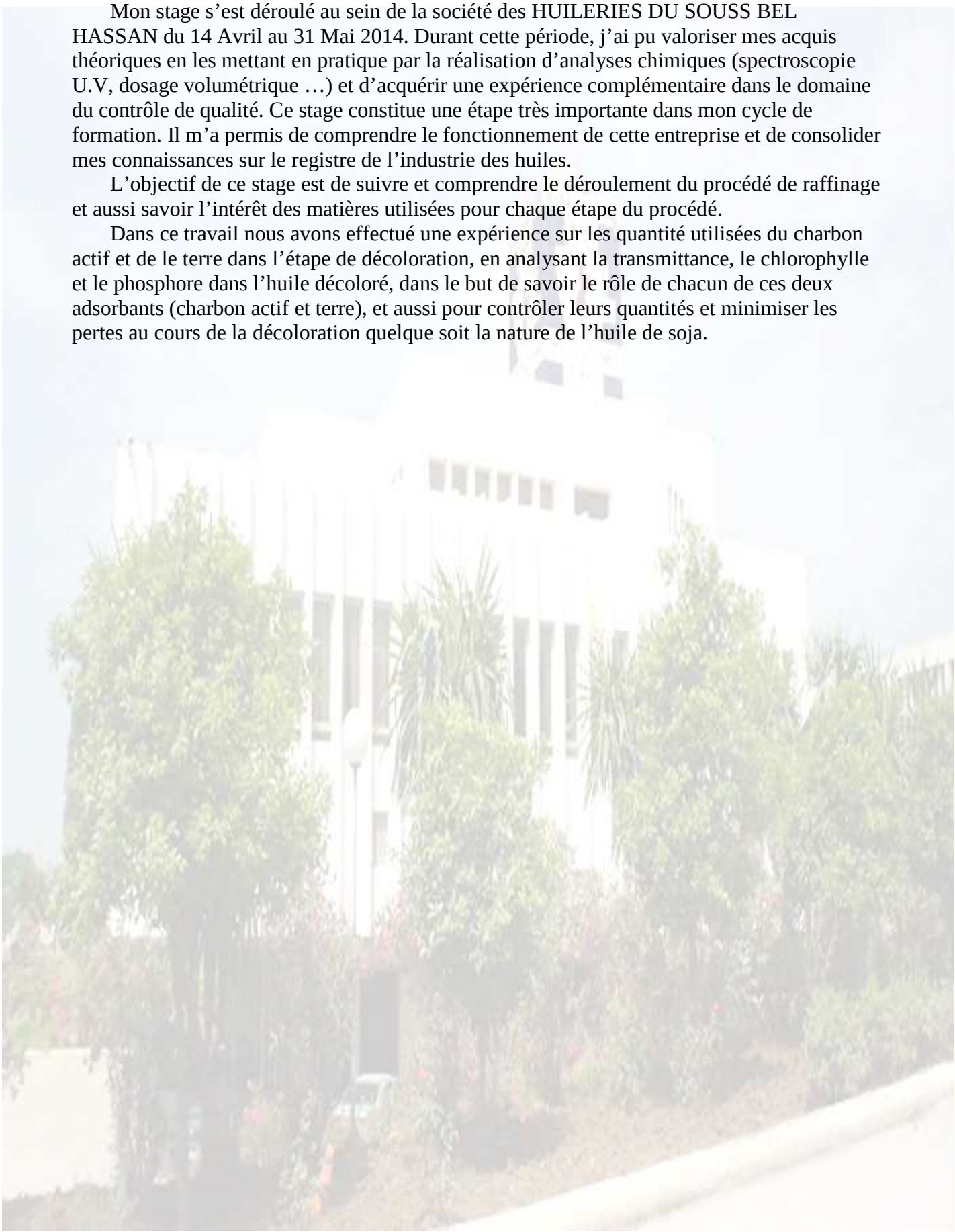
L'atteindre de l'optimisation de décoloration au procédé de raffinage se réalise par Le choix d'une quantité convenable d'un mélange de charbon actif et la terre.

RapportGratuit.com

Mon stage s’est déroulé au sein de la société des HUILERIES DU SOUSS BEL HASSAN du 14 Avril au 31 Mai 2014. Durant cette période, j’ai pu valoriser mes acquis théoriques en les mettant en pratique par la réalisation d’analyses chimiques (spectroscopie U.V, dosage volumétrique …) et d’acquérir une expérience complémentaire dans le domaine du contrôle de qualité. Ce stage constitue une étape très importante dans mon cycle de formation. Il m’a permis de comprendre le fonctionnement de cette entreprise et de consolider mes connaissances sur le registre de l’industrie des huiles.

L’objectif de ce stage est de suivre et comprendre le déroulement du procédé de raffinage et aussi savoir l’intérêt des matières utilisées pour chaque étape du procédé.

Dans ce travail nous avons effectué une expérience sur les quantité utilisées du charbon actif et de le terre dans l’étape de décoloration, en analysant la transmittance, le chlorophylle et le phosphore dans l’huile décoloré, dans le but de savoir le rôle de chacun de ces deux adsorbants (charbon actif et terre), et aussi pour contrôler leurs quantités et minimiser les pertes au cours de la décoloration quelque soit la nature de l’huile de soja.



Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES