

PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du

Diplôme de la Licence en Génie des Procédés

Parcours Procédés chimiques

Sujet

**Optimisation de l'étape d'extraction soja/hexane
dans le procédé d'extraction de l'huile de soja**

Entreprise d'accueil :



Carthage Grains

Elaboré par :

Boughanmi Helmi

Soutenu le : 23/06/2022

Encadré par

Mme : Farhat Imen

Mrs : Griyaa Safouen

N° PFE : PC13

Année Universitaire : 2021/2022

Résumé

Les huiles représentent une part importante du régime alimentaire chez l'homme et contiennent de nombreux nutriments essentiels. L'huile de soja est extraite en utilisant de l'hexane comme solvant. Cette présente étude vise à optimiser le rendement de l'extraction de l'huile de soja et le suivi de caractéristiques physicochimiques au cours de l'étape de l'extraction. Les paramètres optimaux trouvés permettant de donner un bon rendement de l'extracteur sont : un débit d'alimentation de 70 tonne/heure, une température du solvant (hexane) de l'ordre de 64°C, une température du flocon est comprise entre 56°C et 58°C et une épaisseur du flocon est comprise entre 0.32 mm et 0.34 mm).

Mots clés : soja, huile, débit d'alimentation, température du solvant, température du flocon, l'épaisseur du flocon, optimisation.

Abstract

Oils are an important part of the human diet and contain many essential nutrients.

Soybean oil is extracted using commercially available hexane in a solvent extraction method. This present study aims to optimize the yield of the extraction of soybean oil and the monitoring of the physicochemical characteristics during the extraction stage. The best results I found (the feed rate of 70 tons/hour, the temperature of the solvent (hexane) is of the order of 64°C (the temperature closest to the point boiling point of the solvent under vacuum), the temperature of the flake is between 56° C. and 58° C. and the thickness of the flake is between 0.32 mm and 0.34 mm) are sufficient to give a good yield of the extractor.

Key words: Soybean oil, feed rate, solvent temperature, flake temperature, flake thickness, soybean oil extraction yield

ملخص

تعتبر الزيوت جزءاً مهماً من النظام الغذائي للإنسان وتحتوي على العديد من العناصر الغذائية الأساسية. يتم استخلاص زيت فول الصويا باستخدام الهكسان المتاح تجارياً بطريقة الاستخلاص بالمذيبات. تهدف هذه الدراسة إلى تحسين إنتاجية استخلاص زيت فول الصويا ومراقبة الخصائص الفيزيائية والكيميائية خلال مرحلة الاستخراج. أفضل النتائج التي وجدت (معدل التغذية 70 طن / ساعة ، درجة حرارة المذيب (الهكسان) هي في حدود 64 درجة مئوية (درجة الحرارة الأقرب إلى نقطة الغليان) نقطة المذيب تحت التفريغ) ، تكون درجة حرارة الرقاقة بين 56 درجة مئوية و 58 درجة مئوية وسمك الرقاقة بين 0.32 مم و 0.34 مم) كافية لإعطاء محصول جيد للمستخرج.

الكلمات المفتاحية: زيت فول الصويا ، معدل التغذية ، درجة حرارة المذيب ، درجة حرارة القشرة ، سمك القشرة ، مردود استخلاص زيت فول الصويا

Dédicace

Je dédie ce travail à :

*Ma mère et mon père qu'ils trouvent dans ce modeste travail
l'expression de ma profonde reconnaissance pour tous leurs
sacrifices leurs encouragements et leur amour.*

*Tous les membres de ma famille qui n'ont cessé de
m'encourager tout au long du projet.*

*Tous mes amis qui n'ont cessé de me réconforter tout au long
de ce projet.*

A tous ceux qui me sont chers ...

Helmi

Remerciements

*En premier lieu, je tiens à remercier mon **DIEU**, le tout puissant, qui m'a donné la force d'accomplir ce modeste projet.*

*Je tiens à remercier aussi **Mr Griyaa Safouen**, Ingénieur Responsable du laboratoire physicochimique. Son encadrement rigoureux, ses précieux conseils et sa grande disponibilité m'a énormément aidé à réaliser ce travail.*

*J'adresse mes remerciements les plus chaleureux à mon encadreur **Madame Farhat Imen**, enseignante à l'Institut Supérieur des Etudes Technologiques de Bizerte, pour la confiance qu'elle m'a accordée et la sympathie qu'elle m'a témoigné au cours de ce stage et pour son aide gracieuse, son suivi et ses orientations.*

Je présente mes sincères remerciements à tous les membres de jury, qui m'ont honoré d'avoir accepté d'évaluer mon projet de fin d'études.

Finalement, je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements à toutes les personnes qui m'ont aidé à réaliser ce travail.

Sommaire

Introduction générale.....	1
Présentation de la société	2
Chapitre I : Etude bibliographique	3
1. Présentation de la graine de Soja	4
1.1 Différents types de graines	4
1.2 Définition de Soja.....	4
1.3 Répartition de la graine de Soja dans le monde.....	5
1.4 Description botanique de Soja.....	5
1.5 Composition chimique de la graine de Soja	5
2. L'huile de Soja	7
2.1 Définition de l'huile de Soja.....	7
2.2 Origine de l'huile de Soja	7
2.3 Composition de l'huile de Soja	7
2.4 Les produits dérivés du soja	8
3. Extraction d'huile de soja	10
3.1 Les étapes de transformation des graines de soja	11
4. Extraction solide-liquide	13
4.1 Introduction	13
4.2 Principe.....	13
4.3 Mécanisme de l'extraction	14
4.4 Différents types d'extracteurs.....	14
4.5 Facteurs influençant les performances de l'extraction	16
5. Conclusion	18
Chapitre II : Matériel et méthodes.....	19
1 Prélèvements des échantillons	20
2. Analyses physicochimiques	22
2.1 Détermination du taux d'humidité et la matière volatile.....	22
2.2 Détermination de teneur en matière grasse	23
3. Calcul du rendement de l'extracteur	24
4. Conclusion	24
Chapitre III : Résultats et discussions	25
1 Effet du débit d'alimentation sur le rendement d'extraction	26
2. Effet de la température du solvant (hexane) sur le rendement d'extraction	29

3.	Effet de la température du flocon à l'entrée de l'extracteur sur le rendement d'extraction.....	33
4.	Effet de l'épaisseur du flocon dans l'extracteur sur le rendement d'extraction.....	37
5.	Conclusion	40
	Conclusion générale	41

Liste des figures

Figure 1: Grain de soja	4
Figure 2 : Pourcentages des produits dérivés du soja.....	8
Figure 3 : Diagramme d'extraction d'huile de Soja.....	10
Figure 4 : Extracteurs discontinus.....	15
Figure 5 : Extracteur continu.....	15
Figure 6 :Variation du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entrée de l'extracteur [A] en fonction de débit d'alimentation.....	27
Figure 7 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a la sortie de l'extracteur [FM] en fonction de débit d'alimentation.....	27
Figure 8 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon de flocon blanc [FB] en fonction de débit d'alimentation.....	28
Figure 9: Variation de rendement de l'extracteur en fonction de débit d'alimentation	29
Figure 10: Evolution du pourcentage d'huile dans compartiment A en fonction de la température de solvant.....	30
Figure 11 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella [FM] en fonction de la température de solvant.....	31
Figure 12 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon de flocon blanc [FB] en fonction de la température de solvant	32
Figure 13 : Variation de rendement de l'extracteur en fonction de la temperature de solvant.....	33
Figure 14: Evolution du pourcentage d'huile de l'échantillon miscella dans le compartiment A en fonction de la température du flocon.....	34
Figure 15 : Evolution du pourcentage d'huile de l'échantillon miscella [FM] en fonction de la température de flocon.....	34
Figure 16 : Evolution du pourcentage d'huile dans le flocon blanc [FB]	35
Figure 17: Variation de rendement de l'extracteur en fonction de la température de flocon	36
Figure 18: Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entrée de l'extracteur en fonction de de l'épaisseur de flocon.....	37
Figure 19: Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a la sortie de l'extracteur en fonction de de l'épaisseur de flocon.....	38
Figure 20 : Evolution du pourcentage d'huile dans le flocon blanc en fonction de l'épaisseur du flocon.....	39
Figure 21 : variation de rendement de l'extracteur en fonction de l'épaisseur de flocon	40

Liste des tableaux

Tableau 1: Composition moyenne de la graine de Soja	6
Tableau 2: Constituants mineurs de l'huile de Soja.....	7
Tableau 3: Composition de l'huile de Soja en acides gras	8
Tableau 4: Résumé d'échantillonnage des essais	21
Tableau 5 : Consignes des paramètres fixes.....	26
Tableau 6 : Consignes des paramètres fixes.....	30
Tableau 7 : Les consignes des paramètres fixes.....	34
Tableau 8 : Les consignes des paramètres fixes.....	37
Tableau 9 : Résultats moyens obtenues pour la variation de débit d'alimentation	44
Tableau 10 : Résultats obtenues pour la variation de la température du solvant (hexane)	45
Tableau 11 : Résultats obtenues pour la variation de la température du flocon.....	45
Tableau 12 : Résultats obtenues pour la variation de l'épaisseur du flocon dans l'extracteur	46

Liste des abréviations

[A] (%) : Le pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entrée de l'extracteur.

Cm : centimètre

[FB] (%) : Le pourcentage d'huile dans le flocon épuisé (flocon blanc).

[FM] (%) : Le pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella concentré a la sortie de l'extracteur.

g : grammes.

H : Humidité.

Kg : Kilogramme.

M : mètre.

MG : Matière Grasse

mm : millimètre.

t/h : tonnes/heures.

% : pourcentage.

°C : degré Celsius.

Introduction générale

Les huiles et graisses végétales sont destinées essentiellement à l'alimentation humaine. Par ailleurs, on s'en sert également pour l'alimentation des animaux, dans la médecine et pour certaines applications techniques.

Parmi ces huiles végétales on trouve l'huile de soja fluide qui est d'une couleur jaune plus ou moins foncée. Sa couleur varie en fonction de la nature des graines et les procédés d'extraction. L'extraction de l'huile de soja peut être faite par des presses mais cette méthode est considérée comme non rentable de point de vue teneur en huile extraite. La méthode d'extraction par solvant organique est la méthode la plus utilisée car c'est la plus efficace de point de vue rendement d'extraction. Ce rendement dépend de plusieurs paramètres tels que la température du solvant, le débit d'alimentation, le débit de solvant (l'hexane), l'épaisseur de flocon et la température de flocon.

Dans ce cadre s'intègre mon projet de fin d'études effectué au sein de la société « Carthage Grains », société spécialisée dans la trituration des graines de soja et l'extraction d'huile, qui a pour objectif l'optimisation des paramètres d'extraction afin d'obtenir une teneur minimale d'huile résiduelle dans les flocons dégraissés tout en respectant les normes et minimisant les pertes d'huile dans le tourteau produit.

Ce document sera divisé en trois chapitres :

- Le premier chapitre représente un recueil bibliographique résumant l'ensemble des propriétés d'huile de soja.
- Le deuxième chapitre est concerné à la présentation des différentes analyses réalisés lors de ce travail.
- Dans le dernier chapitre sont présentés les résultats d'optimisation.

Présentation de la société

Carthage Grains est la première société en Tunisie qui a lancé une production nationale d'huile et de tourteaux oléagineux (soja). Elle est fondée en 2003, avec une unité de trituration de soja à Djebel Oust sur un terrain d'une superficie de 8 hectares en 2008, équipée d'un extracteur CROWN d'une capacité de 2000 tonnes par jour. Elle met à la disposition du consommateur tunisien une huile et des tourteaux de soja de haute qualité.

Cette usine acquiert les graines de soja de qualité supérieure, avec un rapport protéique élevé, auprès des plus grandes multinationales. Elle est dotée d'une capacité de stockage de 60.000 tonnes. Elle dispose d'une capacité de production de 1460 tonnes de tourteaux de soja par jour, de 380 tonnes d'huile de soja par jour et de 125 tonnes de coques de soja par jour offertes en vrac ou conditionnées en grands sac de 500 kg.

Cette société fabrique de l'huile brute dégommée de 15.500 tonnes d'huile, alors que la production en lécithine est de 6 tonnes par jour.

Elle vise la satisfaction entière du marché local et l'exportation partielle sur le marché Maghrébin.

Chapitre I : Etude bibliographique

Le soja est une légumineuse d'origine chinoise, domestiquée en Asie depuis 5 000 ans. Ses qualités nutritionnelles sont exceptionnelles. Le soja est d'abord utilisé dans l'alimentation humaine. Puis, Il s'est transformé en huile par des différentes étapes de traitements.

Ce chapitre présente un recueil bibliographique sur la graine et l'huile de soja ainsi que sur les différents procédés d'extraction de l'huile, en particulier le procédé d'extraction par solvant.

1. Présentation de la graine de Soja

1.1 Différents types de graines

Il y a plusieurs types des graines oléagineuses, parmi lesquels, le Colza, le Tournesol, le Palmier et le Soja. Ces graines ont des teneurs en huile différentes et une production en tourteaux variable en termes de protéines. Chacune de ces graines a sa propre méthode de culture et ses conditions de semi.

1.2 Définition de Soja

Le soja ou soya jaune, est une plante grimpante de la famille des fabacées ou légumineuses, de genre Glycine, proche du haricot, largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la deuxième huile alimentaire consommée dans le monde, après l'huile de palme. Le soja est une légumineuse (légume sec) très nourrissante. Ce sont les graines contenues dans des gousses longues de 3 à 10 cm, encore appelées « haricots de soja » qui forment la partie comestible. Ces graines contiennent 20% d'huile et 40% de protéines de bonne qualité. [1]



Figure 1: Grain de soja

1.3 Répartition de la graine de Soja dans le monde

Aujourd'hui la culture de soja s'étale sur des espaces très importantes dans le monde ce qui cause la déforestation.

Les plus grands producteurs de soja du monde sont les Etats-Unis, le Brésil et l'Argentine. Ces pays produisent plus de 80 % du soja mondial. Ils jouent un rôle fondamental dans le commerce international, avec 90% de l'exportation mondiale de soja chaque année. En 2015- 2017, le Brésil était le premier fournisseur mondial de soja alors que l'Est de l'Asie est le principal importateur de soja dans le monde. En effet, la Chine, est le premier importateur de soja dans le monde, elle représente plus de 40% des importations de marché de soja. [4]

Ainsi la Tunisie utilise le soja pour l'alimentation de bétails et pour l'extraction d'huile ce qui explique l'augmentation de l'importation de fèves de soja de 580,000 tonnes en 2019-2020 à 610,000 tonnes en 2020-2021 en Tunisie.

1.4 Description botanique de Soja

Le Soja est une plante herbacée annuelle dont l'aspect rappelle celui des haricots nains. La plante, qui porte des ramifications nombreuses et un feuillage épais, atteint de 0,3 à 1,3 m de hauteur, selon qu'il s'agit d'une variété précoce ou tardive. Les feuilles alternes sont trifoliolées et plus au moins pubescentes, leurs dimensions et leurs couleurs varient suivant les espèces. Les fleurs sont disposées en grappes à l'aisselle des feuilles, elles sont très petites, devenant grises à brunes avec une pilosité plus au moins noire suivant les variétés. [2]

Les caractéristiques et les exigences de cette plante sont :

- Hauteur : 30 cm à 1.3 m
- Couleurs des fleurs : Blanc, Violet, Pourpre
- Exposition souhaitée : Ensoleillée
- Type de sol : Sableux, Argileux
- Période de plantation : Mai
- Période de récolte : Octobre
- Assainissant : Non

1.5 Composition chimique de la graine de Soja

Le soja constitue l'un des aliments naturels les plus riches. Il renferme une grande quantité des protéines de haute valeur nutritive, des acides aminées, de glucides, de lipides, de

vitamines A et B, de phosphore, de potassium, de calcium, de magnésium, de zinc et de fer. Le tableau 1 montre la composition moyenne des graines entières. [3]

Tableau 1: Composition moyenne de la graine de Soja

Composition de la graine de Soja	Percentages massiques %
Matière grasse	18%
Protéines	37%
Cendres	5%
Phospholipides	2%
Humidité	11%
Glucides	27%

- **La matière grasse**

L'huile de Soja est une huile jaunâtre, légère et onctueuse. Cette huile est facilement absorbée et elle est riche en Vitamine E, en acides gras saturés (palmitique) et en acide gras insaturés (oléique, linoléique). [3]

- **Les protéines**

Le Soja est riche en protéines dont les plus importants sont : la glycine et la β -conglycine. Ces derniers sont solubles dans l'eau et elles améliorent la digestibilité et la valeur nutritionnelle. Ces protéines ont une composition en acides aminés très favorable aux besoins des animaux : riche en acides aminés essentiels (leucine, lysine) et en acides aminés non essentiels (arginine et proline). [3]

- **Les glucides**

Le Soja mur et sec ne contient que des traces de monosaccharides comme le glucose et l'arabinose. [3]

2. L'huile de Soja

2.1 Définition de l'huile de Soja

L'huile de soja appelée également soya oïl est l'huile alimentaire la plus consommée à travers le monde. Elle est onctueuse, légère et de couleur jaunâtre, elle provient de l'extraction de la fève de Soja. [5]

2.2 Origine de l'huile de Soja

L'huile de soja est extraite de la fève de soja qui constitue une plante légumineuse cultivée en grande partie dans les pays asiatiques. Dans ces régions, cette plante grimpante est utilisée en tant que nourriture pour les animaux mais constitue également la base de nombreuses préparations comme la farine ou encore huile de soja. [5]

2.3 Composition de l'huile de Soja

L'huile de soja contient de la lécithine, elle comporte également un fort taux d'acides gras polyinsaturés, d'acide linoléique ($\omega 6$) et alpha linoléique ($\omega 3$) qui sont indispensables à l'organisme humain. Ce liquide ne présente aucun taux de cholestérol, car c'est une huile végétale. [5]

- **Constituants mineurs**

Les constituants mineurs de l'huile de soja sont donnés dans le tableau 2. [6]

Tableau 2:Constituants mineurs de l'huile de Soja

Nature	Composés
Lipidique	<ul style="list-style-type: none"> - Phosphatides hydratables et non hydratables - Glycérides partiels - Acides gras libres
Glucidiques	<ul style="list-style-type: none"> - Sucres libres et glycolipides
Ions métalliques	<ul style="list-style-type: none"> - Fer / cuivre /calcium/ Magnésium
Pigments colorants	<ul style="list-style-type: none"> - Caroténoïdes /chlorophylle / autres pigments
Produits Oxydées	<ul style="list-style-type: none"> - Aldéhydes / Cétones / Peroxydes
Autres	<ul style="list-style-type: none"> - composés odorants / matières insaponifiables/ Tocophérols

- **Composition en acides gras**

La composition moyenne en acides gras de l'huile de soja est donnée dans le tableau 3. [6]

Tableau 3:Composition de l'huile de Soja en acides gras

Types d'acides gras	Pourcentages %
Acide palmitique	11,5
Acide stéarique	4
Acide oléique	20
Acide linoléique	51,5
Acide linoléique	7,5
Acide arachidique	0,5

2.4 Les produits dérivés du soja

Les produits dérivés du soja sont l'huile, le tourteau, les coques et la lécithine. Leurs pourcentages sont représentés par les figures 2 [7]:

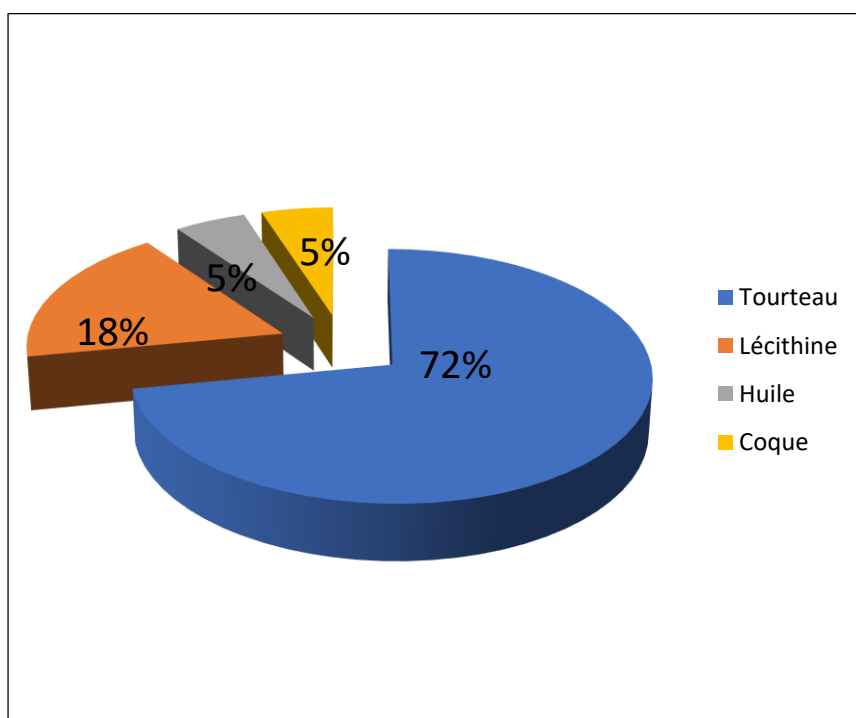


Figure 2 : Pourcentages des produits dérivés du soja

- **Les cosses (coque)**

Les cosses de soja sont les enveloppes externes des graines de soja qui constituent une source de fibres digestibles au niveau du rumen et sont pauvres en amidon. Cette caractéristique leur permet de remplacer des céréales telles que le maïs ou l'orge dans les aliments de bovins laitiers. Bien qu'ayant un taux de fibres élevé, elles ne sont pas efficaces dans la stimulation de la rumination et ne peuvent pas se substituer aux fourrages.

- **Les tourteaux**

Ce sont des sous-produits solides (de la trituration) obtenus après extraction de l'huile des grains des oléagineux, représentent généralement 72% de la masse des graines (soja). Les deux tiers de la production mondiale de tourteaux sont constitués de soja et sont des principales sources de protéines en alimentation animale. Ils constituent la 2^{ème} classe d'aliment la plus importante après les céréales. Ils occupent une position de leader incontestable sur le marché. [7]

- **L'huile**

La principale différence de l'huile de soja par rapport aux autres huiles végétales se situe au niveau de la forme d'insaturation (C'est une source naturelle importante d'acides gras insaturés des familles des oméga-6 et des oméga-3) et de la présence d'acide linoléique en quantité appréciable. Cet acide gras étant très sensible à l'oxydation, il conviendrait d'éviter au maximum le contact de l'huile avec l'oxygène de l'air. [8]

L'huile de soja contient de l'acide oléique (23 %), de l'acide linoléique (54 %) et de l'acide alpha-linoléique (8 %). [7]

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 traces métalliques. [8]

- **La Lécithine**

Les lécithines sont des émulsifiants qui servent à lier les composants gras et huileux de la nourriture avec les composants aqueux. Ce sont des lipides contenant du glycérol et de l'acide phosphorique, présents dans tous les tissus animaux et végétaux (très abondantes dans le cerveau et le jaune d'œuf). La plus grande part de la fabrication

de lécithine est toutefois détenue par le soja. Dans l'huile des graines de soja il y a environ 2 % de lécithine. [9]

La lécithine joue un rôle métabolique très important. En effet, elle facilite le développement du système nerveux au cours de la croissance en augmentant le taux de bon cholestérol (graisse lipide) et en diminuant le taux de mauvais cholestérol. Dans certaines recettes de chocolat, elle est utilisée pour améliorer l'homogénéité des ingrédients ou comme additif dans la farine car elle améliore les propriétés de pétrissage de la pâte et ralentit le processus de vieillissement du produit de boulangerie ou pâtisserie. [10]

3. Extraction d'huile de soja

Les différentes étapes d'extraction de l'huile de soja sont présentées dans la figure 3

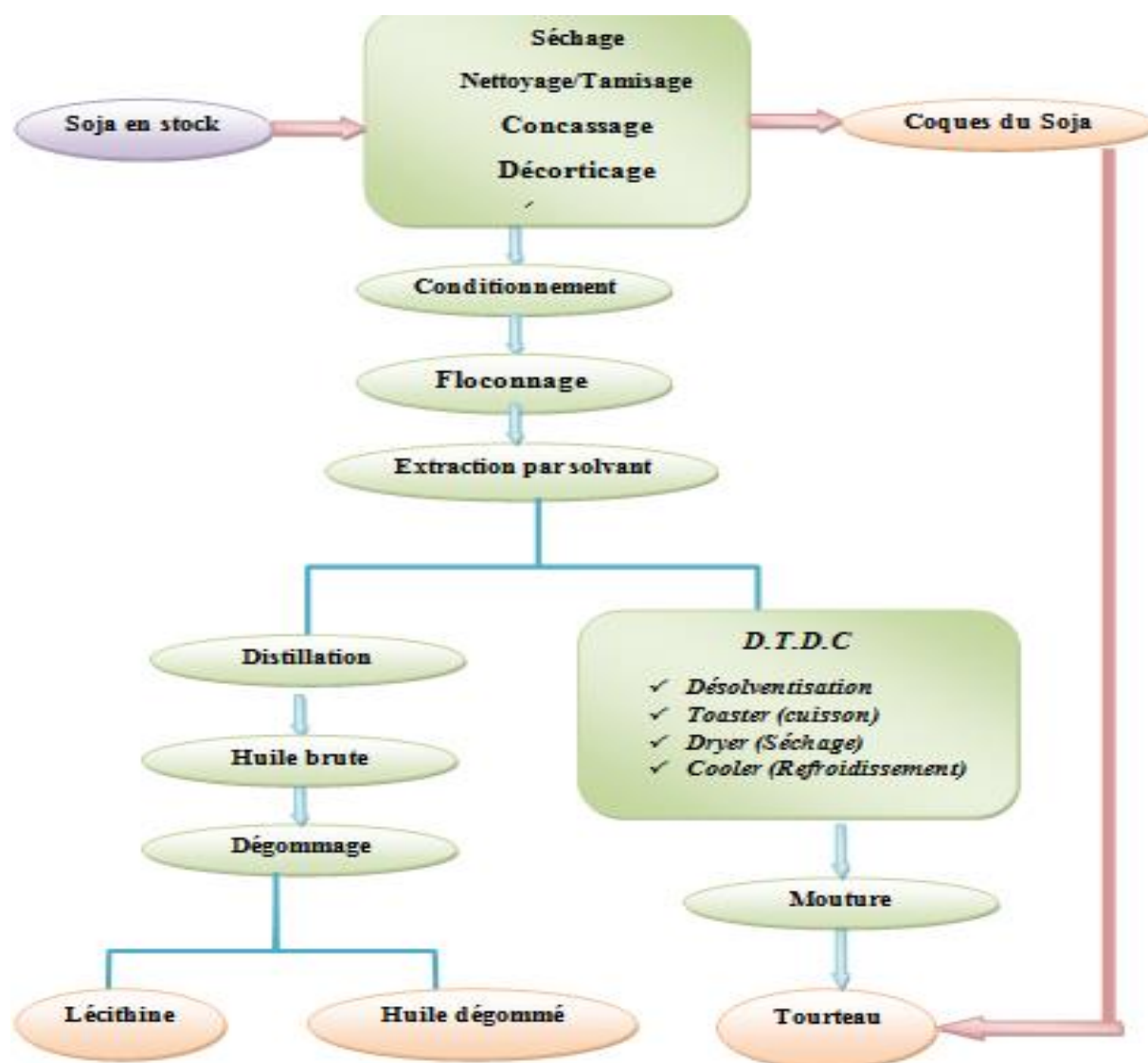


Figure 3 : Diagramme d'extraction d'huile de Soja

3.1 Les étapes de transformation des graines de soja

Les principales étapes d'extraction de l'huile de soja sont :

✓ **Réception et nettoyage de la graine**

Lorsque les graines arrivent à l'usine, elles se mettent dans des fosses afin de subir un nettoyage. Les fèves sont nettoyées pour éliminer la terre, les résidus végétaux et d'insectes ainsi que d'autres contaminants. Des machines qui nettoient et séparent, comprenant une trémie de réception, un ventilateur et un groupe de tamis vibrants, éliminent les contaminants [12]

✓ **Concassage**

Les fèves sont concassées par le passage entre deux cylindres crénelés qui fragmentent chaque graine en 2 puis en 4 morceaux et détachent la coque de l'endosperme afin de déchirer les cellules qui contiennent l'huile à extraire. [12]

✓ **Décorticage**

Le décorticage a pour but d'obtenir la partie de la graine la plus riche en huile. La pellicule qui représente environ 8 % du poids de la fève se sépare des morceaux de la fève et est emportée par un courant d'air lors d'une opération appelée aspiration. Après le décorticage, c'est la « chair » de la fève qui reste. [12]

✓ **Chauffage**

Les fragments d'endosperme sont tout d'abord soumis à une chaleur sèche de 65°C environ afin de les assouplir et de pouvoir ensuite les transformer en flocons sans créer trop de fines. [12]

✓ **Flaconnage**

Afin de faciliter l'extraction de l'huile, la chair passe à travers un groupe de cylindres rotatifs en acier (appareil à cylindres) et fournit des flocons d'environ 0,3 mm d'épaisseur. [12]

✓ **Extraction par solvant**

Au cours de l'opération d'extraction par solvant, les flocons sont lavés à contre-courant avec de l'hexane, avec une humidité de 9-10%.

Le mélange hexane-huile appelé miscella est séparé des flocons est ceci se fait dans un extracteur.

Nous nous trouvons, en fin d'opération, en présence, d'une part, d'un miscella plus ou moins riche en huile et, d'autre part, d'une farine d'extraction encore toute imprégnée de solvant qu'il faut récupérer appelé 'flocons blancs' ou encore flocons dégraissés.

Le mélange solvant-huile (miscella) obtenu sera séparé par distillation afin d'éliminer le solvant.

Après que le miscella est distillé puis filtré, l'huile brute obtenue est envoyée dans une colonne finisseuse dans laquelle elle l'est débarrassée des dernières traces de solvant (hexane) par l'injection de vapeur.

Après égouttage, les flocons partiellement épuisés d'huile (dégraissés) sont envoyées vers le DTDC (Desolventising, Toasting, Drying, Cooling) pour qu'il se transforme par la suite en farines d'extraction (tourteaux) qui sont par leurs tours envoyées dans une série des tubes sécheurs dans lesquels circule à contre-courant de la vapeur.

✓ **Desolvantisation**

Cette étape vise à éliminer l'hexane dans les flocons par ajout de vapeur directe après épuisement partiel au niveau de l'extracteur. [13]

✓ **Cuisson (Toastage)**

Cette opération de toastage est contrôlée avec précision pour éliminer toutes les traces d'hexane et détruire les facteurs antinutritionnels. Le toastage est effectué par l'application de sources de chaleur directes et indirectes. Il s'agit d'un cuisson humide à une température comprise entre 100 et 105°C, l'humidité varie entre 16 et 24%. [7]

✓ **Séchage**

Le tourteau sortant de la section de cuisson à une humidité variant de 16 à 24% est séché jusqu'à une humidité inférieure ou égale à 12%. Le séchage se fait avec l'air chaud. [14]

✓ **Refroidissement**

L'opération de refroidissement permet de refroidir les tourteaux sortant de l'opération de séchage à une température ambiante. [14]

✓ **Mouture**

L'étape finale de la transformation du soja est la mouture, dans laquelle le tourteau est passé à travers des tamis et moulu dans un broyeur à marteaux. On obtient

ainsi une taille uniforme des particules. Le produit final est un tourteau à forte teneur en protéine, contenant environ 48 % de protéine. [14]

Comme l'objectif de ce projet est l'optimisation de l'étape d'extraction solide-liquide, nous nous intéressons dans la partie qui suit à l'étude détaillée de cette étape.

4 . Extraction solide-liquide

4.1 Introduction

L'extraction solide-liquide appelée aussi l'extraction par solvant est l'une des opérations unitaires les plus anciennes. Elle est très employée particulièrement dans l'industrie agroalimentaire et des cosmétiques (sucre de betteraves, huiles, essence naturelles.....). C'est au cours du 18ème siècle que commence l'utilisation de solvant organique pour l'extraction des matières naturelles. En effet, en 1855, l'extraction par solvant a été mise en œuvre comme procédé industriel dans la récupération de l'huile de nombreuses graines lorsque l'opération mécanique s'avère peu commode (soja, maïs.....) ou pour récupérer davantage d'huile dans des tourteaux appauvris (grignon d'olive....).[17]

L'extraction par solvants des huiles et graisse est essentiellement réalisée industriellement en mettant en contact la matière oléagineuse à traiter avec un solvant approprié. On obtient ainsi une solution d'huile dans le solvant ou miscella dont la concentration varie suivant différents paramètres opératoires.

4.2 Principe

Le procédé d'extraction fait appel à la diffusion au sein du solide d'un fluide (liquide) porteur, dit solvant d'extraction qui est capable de « mettre en solution » un ou plusieurs composants solides, cristallisés ou liquides, dénommé soluté et génère à la fin une solution ou un extrait (solvant + soluté).

Le transfert de ces molécules se fait grâce à une diffusion sous l'effet d'un gradient de concentration en soluté entre la solution au voisinage intime de la phase solide et la phase liquide. A la fin, le système tend vers l'équilibre et la diffusion est quasi nulle.

A la fin de l'opération, le solide épuisé, appelé résidu, inerte ou insoluble, contient très peu ou pas de soluté.

Les solvants utilisés dans ces procédés de séparation des produits végétaux sont généralement l'eau, les alcools, les solvants organiques et/ou chlorés, etc.....

4.3 Mécanisme de l'extraction

L'extraction solide/liquide est réalisée par contact intime entre le solide et le solvant. Au cours de l'extraction, la concentration du soluté dans le solide varie sans interruption, ce qui explique un état non stationnaire de transfert de matière. Une série de processus successifs a lieu traduisant l'interaction entre le solide contenant initialement le soluté, et le solvant effectuant la séparation ; ces processus concernent :

- la diffusion du solvant au sein de la matrice solide.
- la dissolution du soluté dans le solvant.
- la diffusion du soluté dissous dans le solvant de la matrice solide vers la surface.
- le transfert par convection ou diffusion du soluté contenu dans la solution près du solide vers la masse restante du solvant.

4.4 Différents types d'extracteurs

Les extracteurs sont très nombreux se différencient selon le mode de transport du solide et la mise en contact des phases. Ils peuvent être classés selon plusieurs critères :

- leurs caractéristiques géométriques (taille, forme, système de transport . . .)
- leur capacité de traitement
- leur mode de fonctionnement (discontinu, continu, à Co ou contre-courant . . .)

4.4.1 Extracteurs discontinus

Les extracteurs discontinus traitent la phase solide par lots. Ils sont couramment utilisés pour le traitement de faibles tonnages et parmi ces extracteurs on peut citer :

- Extracteurs ouverts à lit fixes
- Extracteurs rotatifs
- Percolateur simple



Figure 4 : Extracteurs discontinus

4.4.2 Extracteurs continus

Industriellement, ce sont les extracteurs les plus utilisés, ils fonctionnent souvent à contre-courant car cela permet d'améliorer l'efficacité d'extraction, de réduire le taux de solvant et le temps d'extraction. Parmi ces Types d'extracteurs continus (avec mise en contact par percolation extracteurs) on peut citer :

- le tube en U extracteur d'immersion Hildebrandt verticale
- Extracteur à bande De Smet
- Crown Modèle II extracteur de boucle continue est celui utilisé dans l'industrie « Carthage Grains ». [11]



Figure 5 : Extracteur continu

4.5 Facteurs influençant les performances de l'extraction

L'opération d'extraction solide-liquide dépend de plusieurs paramètres dont on peut citer :

• Taille des particules

La taille fine des particules a un effet généralement positif sur l'opération d'extraction. En effet, le broyage du solide permet d'intensifier les phénomènes de transfert du solvant à travers l'augmentation de la surface spécifique (surface d'échange entre le solvant et le solide) mais également la réduction de la distance de pénétration dans le matériel.

• La nature du solvant

Un solvant d'extraction est choisi en fonction de :

- Ses propriétés physiques : densité, viscosité, point d'ébullition, chaleur spécifique, vitesse d'écoulement et de filtration, conditions de distillation et de concentration [15]
- Ses caractéristiques économiques et son prix de revient.
- sa sélectivité,
- Ayant une faible viscosité et non toxique, non inflammable, et non explosif.
- Son pouvoir extractant : sa capacité à pénétrer dans une matrice poreuse et à diffuser dans la structure végétale de telle sorte qu'il rencontre et entraîne les molécules cibles.

L'eau est le solvant le plus utilisé en Industrie Agroalimentaire. Elle est le solvant le plus universel puisqu'elle convient à l'extraction des sucres, de matières azotées et à celle des sels minéraux [16]

Les autres principaux solvants utilisés sont les alcools (méthanol, éthanol), les hydrocarbures (hexane) et les solvants halogénés.

La société « Carthage Grains » est l'une de nombreuses entreprises internationales qui utilise l'hexane (C_6H_{14}) comme un solvant organique qui est une molécule apolaire. Il est plus volatil (température d'ébullition basse), non miscible, moins dangereux. Il s'évapore pour récupérer l'extrait seul sous forme d'huile brute. Son point d'évaporation étant inférieur à celui des matières grasses à extraire, il est donc très facile de séparer ces deux composés par distillation. C'est un solvant donc facile à régénérer. En plus l'hexane est de prix convenable.

Le principe de l'extraction repose sur la nature de la molécule d'hexane. En effet, les composés apolaires, comme les corps gras, sont insolubles dans les composés polaires comme l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires tels que l'hexane.

- **La température**

Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction et ceci pour quatre principales raisons :[17]

- La chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires
- La gamme des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire.
- Enfin, elle diminue la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite non seulement le passage du solvant à travers la masse de substrat solide, mais aussi les opérations ultérieures de séparation.

La limite supérieure de la température est imposée par le point d'ébullition du solvant éviter les risques de dégradation thermique du soluté ainsi que les risques d'extraire des composés nuisibles [17]

- **Temps de séjour**

Les quantités de substances extraites sont fonction du temps de séjour du matériel au sein du solvant (temps nécessaire à la pénétration du solvant à l'intérieur des vacuoles, dissolution du composé etc....). Généralement, une élévation de la température traduisant l'agitation moléculaire permet de diminuer les temps de contact et ce, sans diminution notable du rendement

- **L'agitation**

L'agitation mécanique des particules dans le solvant, qui permet leur maintien en suspension et l'homogénéisation du milieu, a un effet toujours favorable sur l'opération. [17]

5. Conclusion

Cette étude bibliographique nous avons mis l'accent sur les différentes sources d'huile, sur les différentes compositions chimiques d'huile de soja. L'extraction de l'huile de soja passe par plusieurs étapes. L'opération la plus importante est l'extraction par solvant organique qui est généralement d'après cette étude l'hexane. Le rendement de cette opération influe sur le rendement de tout le procédé d'extraction. Il dépend de plusieurs paramètres tels que le temps de séjour, la taille des particules, les températures, la nature et la quantité de solvant..

Chapitre II : Matériel et méthodes

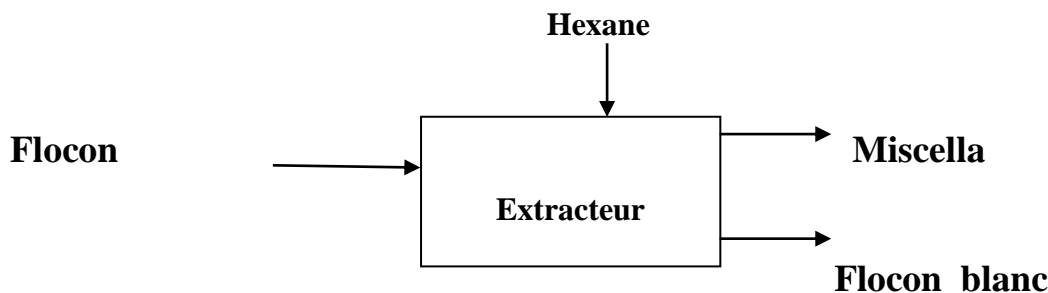
Ce travail a pour l'objectif d'optimisation de l'opération d'extraction solide-liquide. Ceci passe par l'analyse de la quantité de l'huile dans les différents flux d'entrée et sortie pour cette opération en faisant varier les paramètres opératoires. Ainsi, ce chapitre est consacré à la présentation différente points d'échantillonnages. Ainsi que les différentes analyses réalisées.

1 Prélèvements des échantillons

1.1. Description de l'opération d'extraction

La séparation hexane-huile des flocons se fait dans un extracteur de type Crown. Au cours de cette opération, les flocons sont lavés à contre-courant avec de l'hexane. Le mélange hexane-huile appelé miscella est séparé des flocons. Nous nous trouvons, à la fin d'opération, en présence,

- d'un miscella plus ou moins riche en huile
- d'une farine d'extraction encore toute imprégnée de solvant qu'il faut récupérer appelé 'flocons blancs'



2.2. Description des prélèvements

Tous les prélèvements des échantillons doivent être homogènes et obtenues sans avoir modifier les caractéristiques physico-chimiques de l'huile comme le montre le tableau 4. On a effectué les analyses sur l'huile :

- A l'entrée de l'extracteur [A]
- A la sortie de l'extracteur [Full Miscella] et [Flocon blanc].

Tableau 4: Résumé d'échantillonnage des essais

Phase	Produit	Technique d'échantillonnage	Outils d'échantillonnage	Point de prélèvement/Contenant	Echantillon pour laboratoire		Echantillon pour essai
					Prélèvement	Fréquence d'échantillonnage	Préparation
Extraction	Compartiment [A]	Echantillonnage dynamique manuel	vanne manuelle & Flacon en verre avec couvercle étanche	Entrée Extracteur	Remplir le flacon en verre de volume 300 ml et le fermer rapidement avec le couvercle étanche aux gaz. Si nécessaire mettre un papier en plastique sur l'ouverture et le serrer avec le couvercle.	Chaque 2 heures	Homogénéiser l'échantillon pour laboratoire et prélever rapidement la prise d'essai pour éviter l'évaporation de l'hexane.
Extraction	Flocons blancs (dégraissés) [FB]	Echantillonnage dynamique manuel	Pelle à main & sacs en plastique étanches à l'air et à l'humidité	Sortie Extracteur	Prélever à partir de la vanne environ 1 litre d'huile dans un flacon en verre avec couvercle étanche à l'air et l'humidité. et effectuer un échantillon global	Chaque 2 heures	Homogénéiser l'échantillon pour laboratoire et prélever la prise d'essai.
Extraction	Compartiment Miscella [FM]	Echantillonnage dynamique manuel	vanne manuelle & Flacon en verre avec couvercle étanche	Sortie Extracteur	Remplir le flacon en verre de volume 500ml et le fermer rapidement avec le couvercle étanche aux gaz. Si nécessaire mettre un papier en plastique sur l'ouverture et le serrer avec le couvercle.	Chaque 2 heures	Homogénéiser l'échantillon pour laboratoire et prélever rapidement la prise d'essai pour éviter l'évaporation de l'hexane.

2. Analyses physicochimiques

2.1 Détermination du taux d'humidité et la matière volatile

▪ Principe

L'humidité et la matière volatile sont déterminés par dessiccation d'une prise d'essai à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ dans une étuve à pression atmosphérique jusqu'à masse constante selon la norme NT 783- 2 :2009.

▪ Matériels

- Balance analytique
- Nacelle fond plat avec couvercle bien adapté en matériau inoxydable
- Etuve électrique réglable $103\pm 2^\circ\text{C}$ qui permet une bonne circulation d'air entre les plateaux.
- Dessiccateur muni d'un agent déshydratant efficace.

▪ Mode opératoire

- Peser la vase et son couvercle vide (m_0).
- Puis ajouter immédiatement environ 5 g de l'échantillon et pesé l'ensemble (m_1).
- Placer la vase et son couvercle et l'échantillon dans l'étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$.
- Après 4 heures, laisser refroidir dans le dessiccateur et peser (m_2).

▪ Calcul des résultats

La teneur en eau et matière volatiles en pourcentage de masse ce calcule comme suit :

$$H = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - m_0)} (\%) \quad (1)$$

Avec

m_0 : masse de creuset vide en g

m_1 : masse de l'échantillon avant étuvage en g

m_2 : masse de l'échantillon après étuvage en g

2.2 Détermination de teneur en matière grasse

○ Principe

Cette méthode est destinée pour la détermination de quantité de l'huile dans la graine et la quantité restante dans les tourteaux après extraction selon la norme ISO 5913- 3 :2007. Malgré l'extraction par hexane on trouve une quantité résiduelle de matière grasse qui peut être évaluée par la méthode soxhlet.

○ Matériels

- Appareil SOXHLET.
- Etuve à 105 °C.
- Balance analytique.
- Cartouche d'extraction, ballon, papier filtre.

○ Mode opératoire

- Peser 5g (Pe) de l'échantillon préparé.
- Placer cette quantité dans un papier filtre et le tout dans la cartouche d'extraction.
- Boucher l'ensemble par du coton, puis tarer un ballon séché et noter le poids P.
- Ajouter la quantité d'hexane nécessaire dans le ballon.
- Placer la cartouche dans l'appareil SOXHLET et placer le ballon dans chauffe- ballon, (L'extraction dure 6 heures).
- Retirer la cartouche et passer à la distillation de l'hexane contenu dans le ballon, jusqu'à la disparition du solvant.
- Faire Sécher le ballon dans l'étuve. Une fois sec, le ballon est refroidi et pesé P2.

○ Calcul des résultats

La teneur en matière grasse se calcule avec la formule suivante :

$$\% \text{ MG} = \frac{\text{P2} - \text{P1}}{\text{Pe}} \times 100 \quad (2)$$

Avec

P1 = masse de ballon vide en g

P2 = masse de ballon après l'extraction en

Pe = prise d'essai en g

3. Calcul du rendement de l'extracteur

Le rendement est exprimé en pourcentage (%) et représente la capacité d'un extracteur d'huile à extraire plus ou moins d'huile.

Il se calcule en faisant la division entre le débit d'huile final et le débit de l'aliment mis dans l'extracteur (en tonne/heures) (le tout multiplié par 100 pour en faire un pourcentage).

La formule mathématique est :

Rendement (en %) = $100 * \text{débit d'huile en sortie de l'extracteur (en tonne/heures)} / \text{débit de l'aliment mis dans l'extracteur (en tonne/heures)}$

Pour déterminer ce rendement il faut calculer d'abord le débit de sortie de l'extracteur.

Pour calculer ce dernier il faut faire un bilan de matière

$$\text{De} * \text{T} = \text{Ds} * (\text{FM} + \text{FB}) \implies \text{Ds} = \text{De} * \text{T} / (\text{FM} + \text{FB}) \quad (3)$$

Avec

De : débit à l'entrée de l'extracteur (débit d'alimentation) en t/h

T : teneur en huile dans le flocon = 18%

Ds : débit de sortie de l'extracteur en t/h

FM : pourcentage d'huile dans miscella a la sortie d l'extracteur en %

FB : pourcentage d'huile dans flocon blanc en %

4. Conclusion

Dans le cadre de notre chapitre nous avons mis l'accent sur l'échantillonnage, le calcul de rendement et aussi les déférents matériels et méthodes qui sont utilisé dans notre projet. Les résultats de ces analyses seront présentés et exploités dans le chapitre III.

Chapitre III : Résultats et discussions

Carthage grains est une société spécialisée dans la trituration des graines de soja et l'extraction d'huile brute, donc son objectif principal est d'extraire la quasi-totalité d'huile à partir des graines, d'éliminer le plus possible des coques, afin de produire de tourteau de soja de plus en plus riche en protéines, tout en éliminant les facteurs antinutritionnels par une cuisson adéquate. Dans cette étude, nous allons se concentrer dans le volet d'optimisation des paramètres d'extraction, afin d'extraire la quasi-totalité d'huile et par suite améliorer les rendements et minimisant les pertes. Les paramètres d'extraction d'huile de soja par solvant organique considérés, sont les suivants :

- Le débit d'alimentation en flocon (tonne /heure).
- La température du solvant (hexane) (°C).
- La température de flocon (°C).
- L'épaisseur de flocon (mm).

Pour déterminer la valeur optimale et l'effet de chaque paramètre sur le rendement d'extraction. Dans chaque essai on a modifié un paramètre et on a fixé les autres.

1 Effet du débit d'alimentation sur le rendement d'extraction

Afin de déterminer la valeur optimale et l'effet du débit d'alimentation sur l'opération d'extraction, on a fait varier ce paramètre de 40t/h à 80t/h comme l'indique le tableau en annexe 6 et on a fixé les autres. Les consignes des paramètres fixes sont indiquées dans le tableau 5 :

Tableau 5 : Consignes des paramètres fixes

Paramètres	Température flocon	Température hexane	Epaisseur flocon moyen
Consigne	56 °C	64 °C	4.36 m

On mesure ensuite le pourcentage d'huile :

- dans l'échantillon du Miscella à l'entrée de l'extracteur,
- dans Miscella a la sortie de l'extracteur,
- dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur

Ces mesures nous permettent par la suite de faire le calcul du rendement de l'extracteur.

La figure 6 présente les résultats obtenus décrivant la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella dans le compartiment A en fonction du débit d'alimentation.

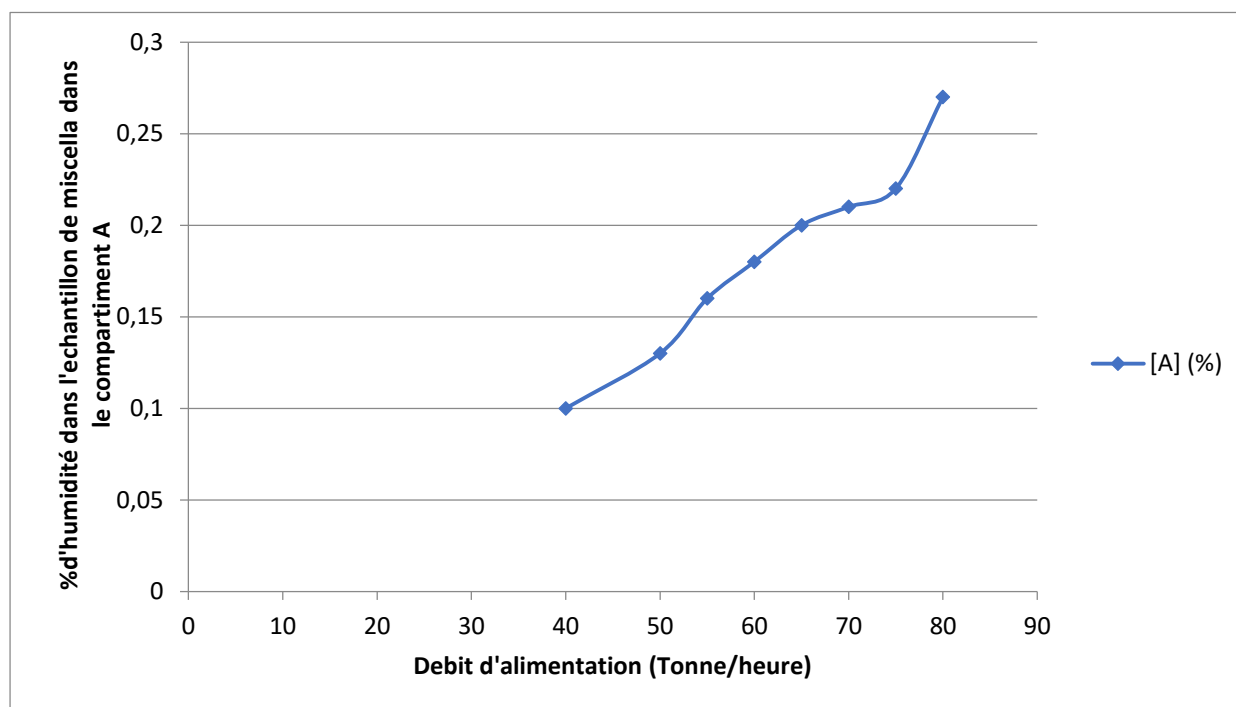


Figure 6 :Variation du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entré de l'extracteur [A] en fonction de débit d'alimentation

La figure 7 présente les résultats obtenus décrivant la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella à la sortie de l'extracteur.

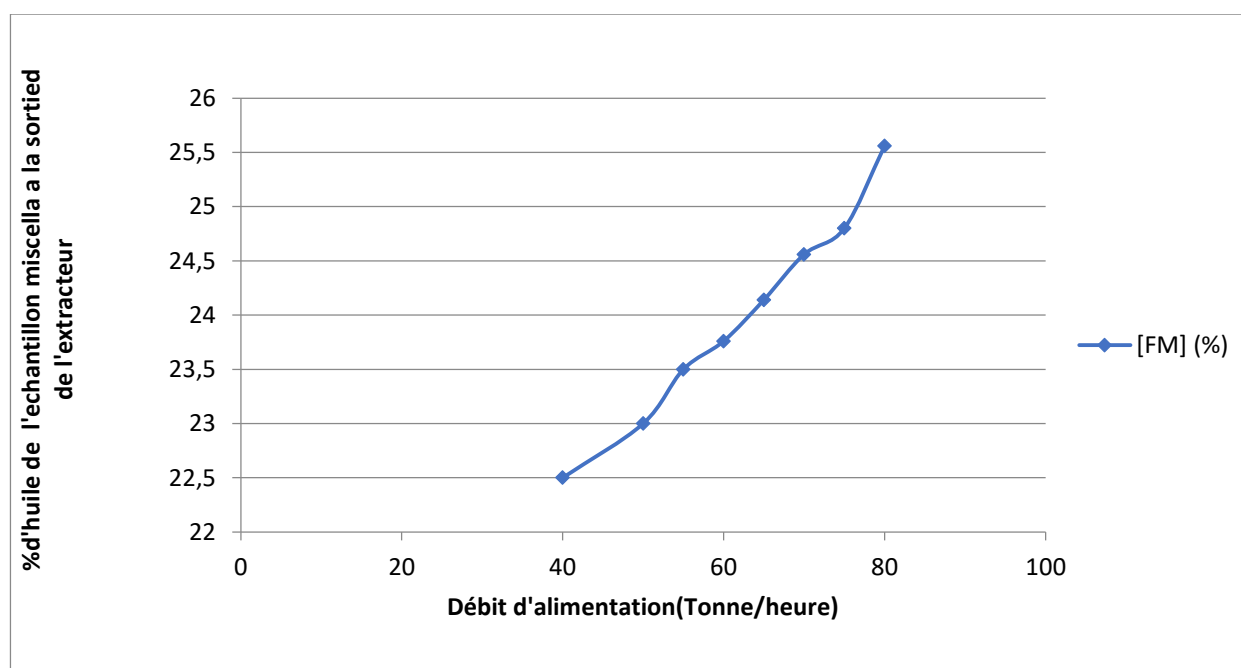


Figure 7 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a la sortie de l'extracteur [FM] en fonction de débit d'alimentation

L'augmentation du débit d'alimentation a entraîné une augmentation linéaire de la teneur en huile dans le Miscella riche (figures 7) et Miscella pauvre (compartiment A) (figure 6).

La figure 8 présente les résultats obtenus décrivant la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella à la sortie de l'extracteur

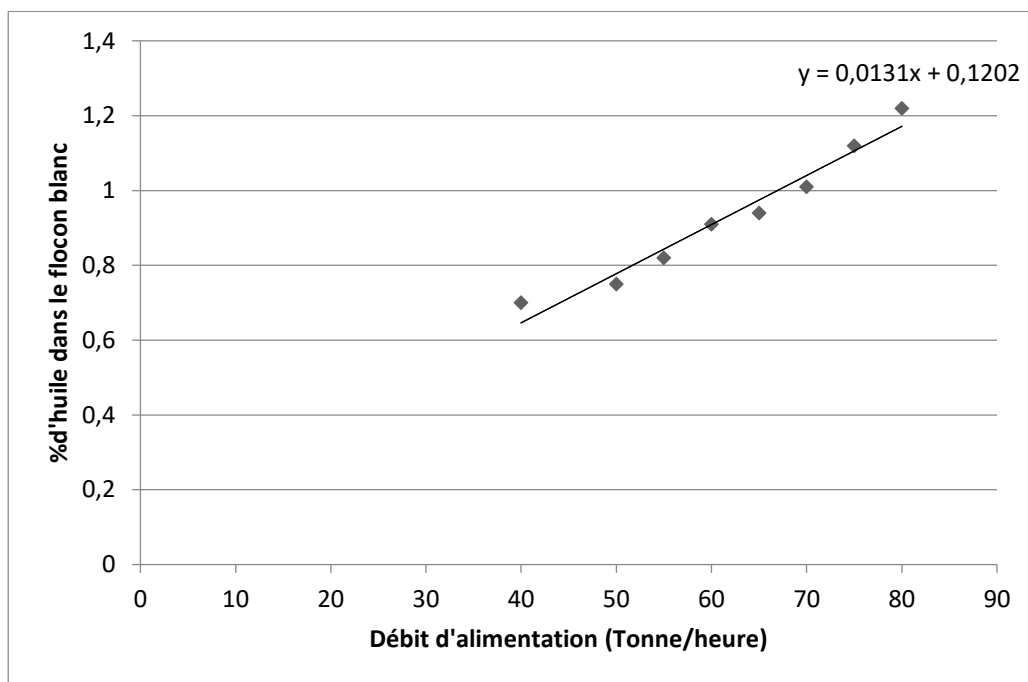


Figure 8 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon de flocon blanc [FB] en fonction de débit d'alimentation

L'augmentation du débit d'alimentation a entraîné une augmentation presque linéaire de la teneur en matière grasse dans le flocon dégraissé (figure 8) ; dont l'équation est la suivante :

$$y = 0,0131x + 0,1202$$

La teneur de la matière grasse augmente dans le flocon blanc en augmentant le débit d'alimentation. En effet, en augmentant le débit d'alimentation tout en gardant le même débit de solvant, on fait diminuer le taux de solvant. Plus le taux de solvant diminue plus la quantité extraite diminue.

En effet, la figure 8 montre que pour avoir une teneur en matière grasse dans le flocon blanc inférieure ou égale à 1 % (valeur désirée par l'industriel) il faut travailler avec un débit d'alimentation inférieur ou égale à 70 tonne/heure. Dans le cas contraire on pourra penser à augmenter le débit de solvant ou augmenter le temps de séjour.

Toutes ces constatations peuvent être confirmées en calculant le rendement de l'extraction en fonction du débit d'alimentation. La figure 9 présente les résultats obtenus décrivant la variation de rendement de l'extracteur.

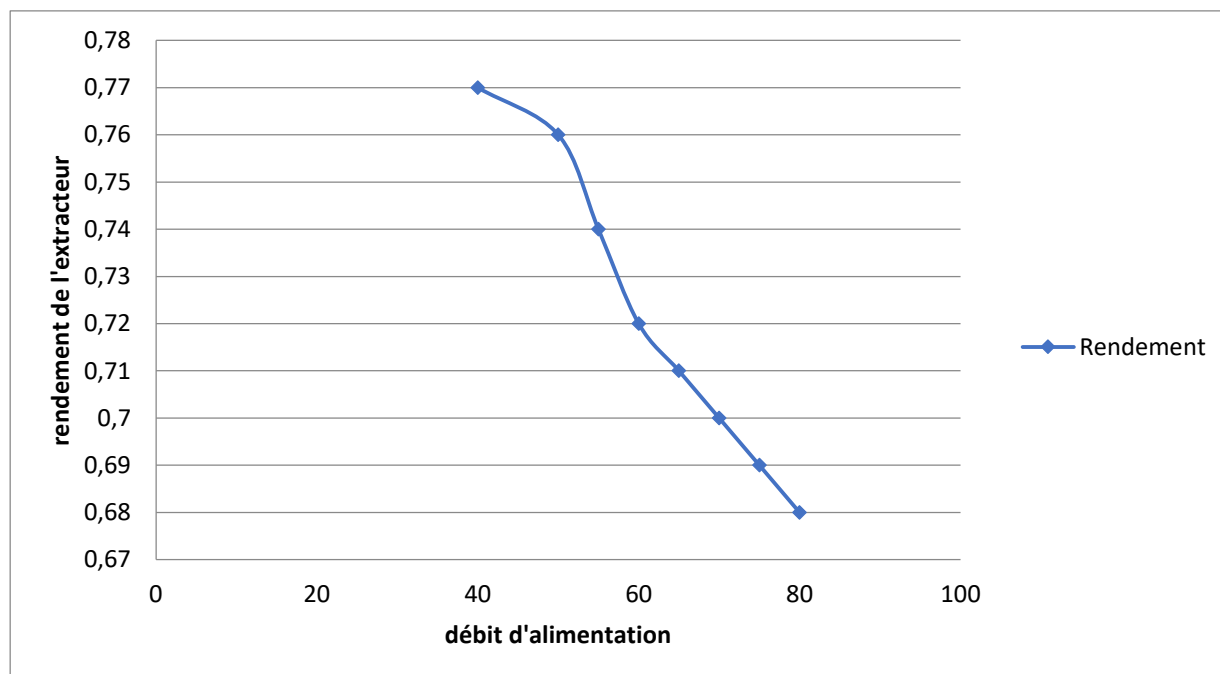


Figure 9: Variation de rendement de l'extracteur en fonction de débit d'alimentation

D'après la figure 9 on remarque que le rendement de l'extracteur diminue progressivement avec l'augmentation de débit d'alimentation, ce qui est en parfait accord l'augmentation de la teneur en huile dans le flocon blanc (perte) donc l'augmentation du débit d'alimentation a un effet négatif sur le rendement de l'extracteur puisqu'il provoque l'augmentation de la teneur en huile dans le flocon blanc. Plus le taux de solvant diminue, plus le rendement d'extraction diminue.

2. Effet de la température du solvant (hexane) sur le rendement d'extraction

Afin de déterminer l'effet de la température sur l'opération d'extraction, On a fait varier la température du solvant de 56C° à 66C° comme l'indique le tableau en annexe 8 et on a fixé les autres. Les consignes des paramètres fixes sont indiquées dans le tableau 6.

Tableau 6 : Consignes des paramètres fixes

Paramètres	Le débit d'alimentation (Tonne/heure)	Température de flocon (°C)	Epaisseur flocon (mm)
Consigne	78	56	0.34

Puis on mesure le pourcentage d'huile dans l'échantillon du Miscella à l'entrée de l'extracteur, le pourcentage d'huile dans Miscella a la sortie de l'extracteur ainsi que le pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur.

La figure 10 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella dans le compartiment A

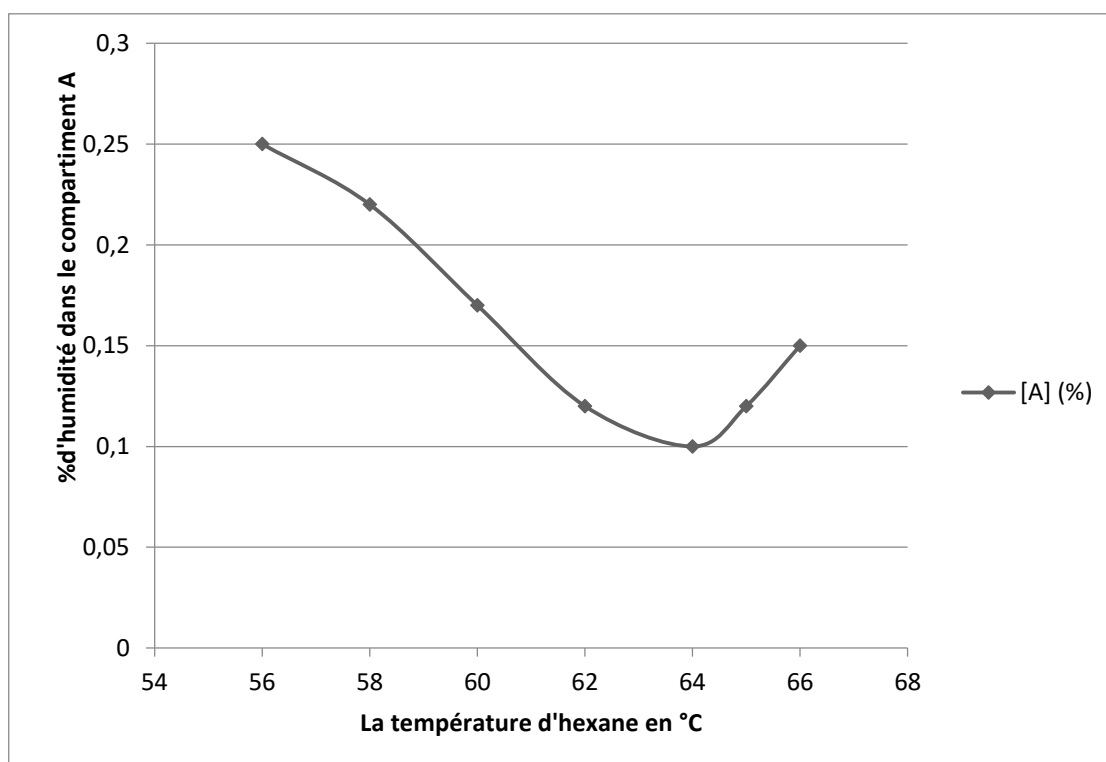


Figure 10: Evolution du pourcentage d'huile dans compartiment A en fonction de la température de solvant

La figure 10 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella a la sortie de l'extracteur.

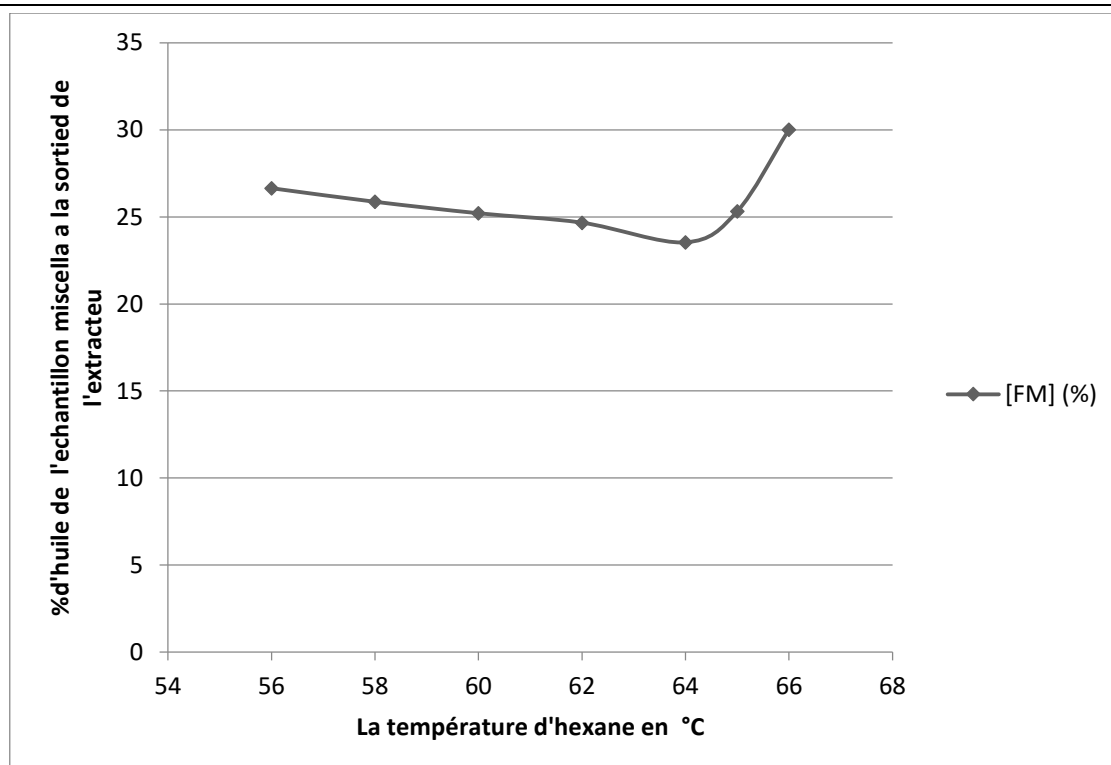


Figure 11 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella [FM] en fonction de la température de solvant

Les résultats obtenus montrent que l'augmentation de la température du solvant (hexane) jusqu'au 60°C entraîne une diminution remarquable de la teneur en huile dans le miscella concentré (figures 11) et miscella compartiment A (figure 10).

Au-delà d'une température de 60 °C, la teneur en huile augmente progressivement puisque c'est la température plus proche à la température d'ébullition du solvant (hexane) qui facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires par dénaturation.

La figure 12 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur

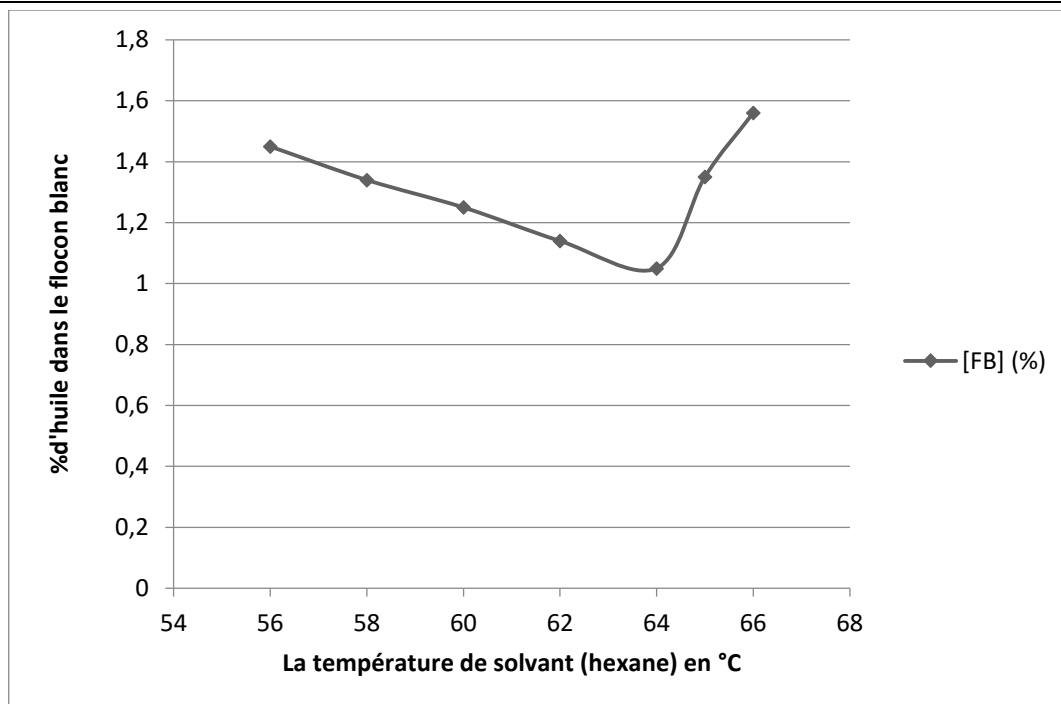


Figure 12 : Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon de flocon blanc [FB] en fonction de la température de solvant

L'augmentation progressive de la température du solvant (hexane) jusqu'au 64°C entraîne une diminution de la teneur en matière grasse dans le flocon épuisé jusqu'au 0.1 % (figure 10) (valeur désiré).

Au-delà d'une température de 60 °C, la teneur en matière grasse augmente progressivement.

Donc pour avoir un minimum de matière grasse dans le flocon épuisée il faut travailler dans un intervalle de température proche de la température d'ébullition du solvant (hexane) car la solubilité augmente avec la température, mais il ne faut pas dépasser 64 °C pour éviter l'évaporation sous vide de l'hexane au niveau de l'extracteur car cette évaporation diminue la percolation et par conséquent la solubilité du corps gras dans le solvant.

Donc l'augmentation de la température de solvant jusqu'à la température d'ébullition a un effet positif sur le rendement d'extracteur puisqu'elle diminue de la teneur en huile dans le flocon blanc.

Ces résultats sont en parfait accord avec les résultats publiés par KARLESKIND en 1992 [18] qui a montré qu'il est souhaitable de travailler à des températures inférieures à 60°C afin d'améliorer la diffusion.

La figure 13 présente les résultats obtenus décrivant la variation de rendement de l'extracteur

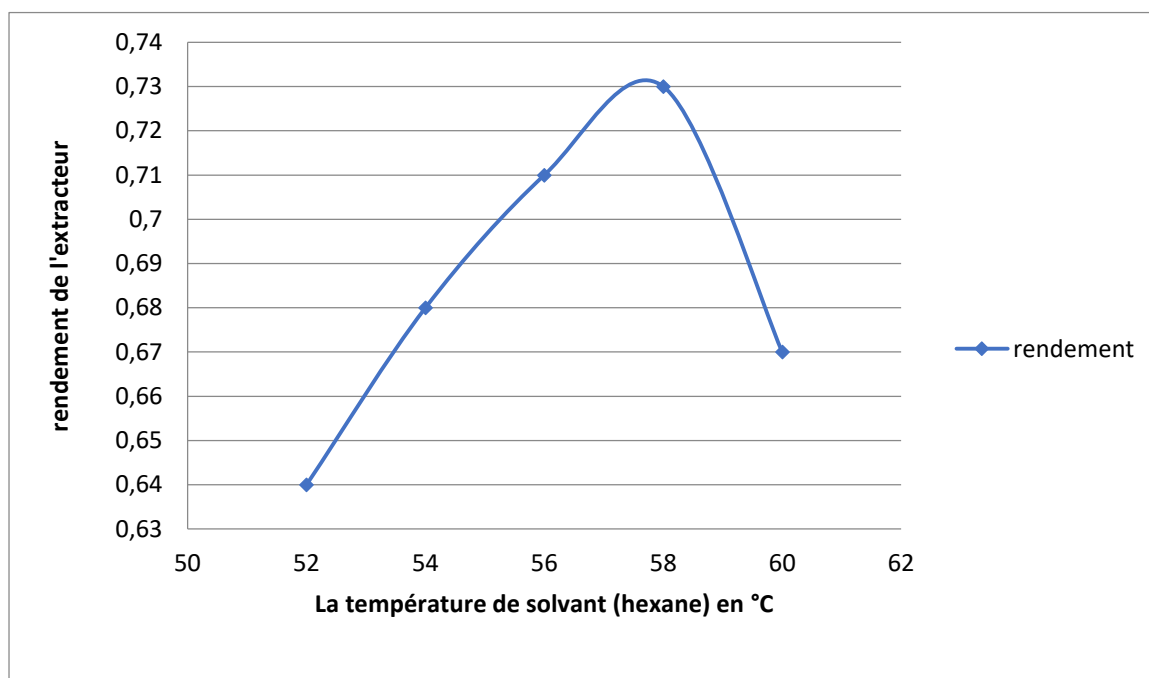


Figure 13 : Variation de rendement de l'extracteur en fonction de la température de solvant

D'après la figure 12 on remarque que le rendement de l'extracteur augmente progressivement avec l'augmentation de température de solvant jusqu'à 58°C puis il commence à diminuer, ce qui est en parfait accord avec l'augmentation de la teneur en huile dans le Miscella donc l'augmentation de température de solvant a un effet positive sur le rendement de l'extracteur puisqu'il provoque la diminution de la teneur en huile dans le flocon blanc.

En fait l'augmentation de la température fait diminuer la viscosité des solvants d'extraction, ce qui facilite le passage du solvant à travers la masse de substrat solide. La limite supérieure de la température est imposée par le point d'ébullition du solvant afin d'éviter les risques de dégradation thermique du soluté ainsi que les risques d'extraire des composés nuisibles [17]

3. Effet de la température du flocon à l'entrée de l'extracteur sur le rendement d'extraction

On a fait varier la température du flocon de 52°C à 60°C comme l'indique le tableau en annexe 10. Puis on mesure le pourcentage d'huile dans l'échantillon du Miscella à l'entrée de l'extracteur, le pourcentage d'huile dans Miscella à la sortie de l'extracteur, le pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur.

Les consignes des paramètres fixes sont indiquées dans le tableau 7.

Tableau 7 : Les consignes des paramètres fixes

Paramètres	Le débit d'alimentation (Tonne/heure)	Température de solvant (hexane) en °C	Epaisseur flocon (mm)
Consigne	78	64	0.34

La figure 14 et 15 présentent les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella dans le compartiment A et l'échantillon de Miscella à la sortie de l'extracteur.

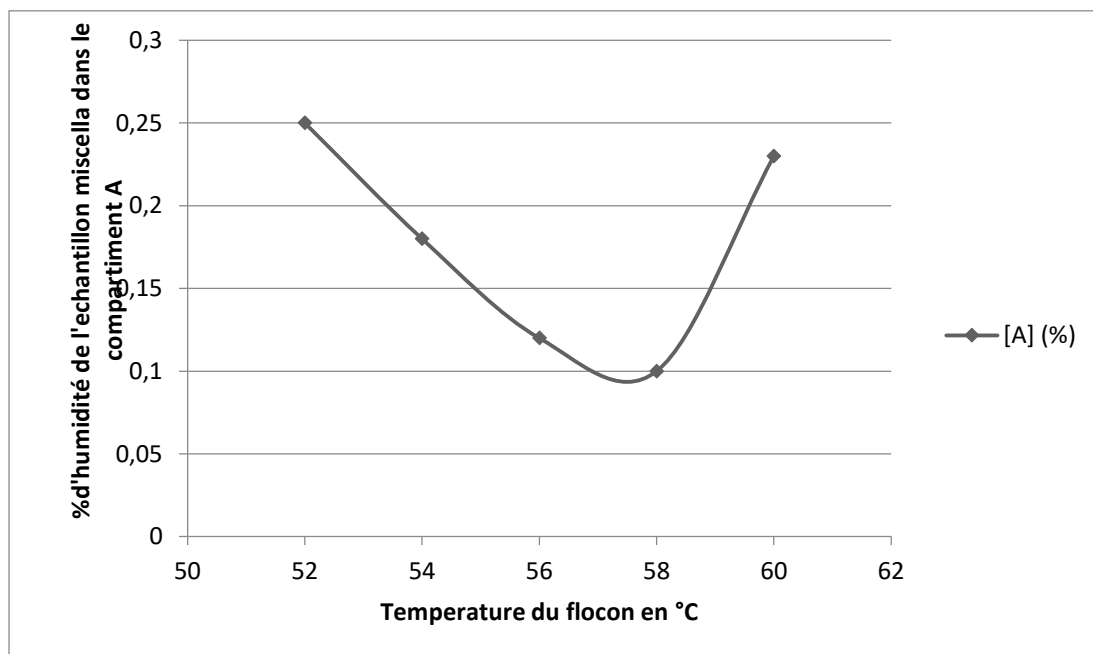


Figure 14: Evolution du pourcentage d'huile de l'échantillon miscella dans le compartiment A en fonction de la température du flocon

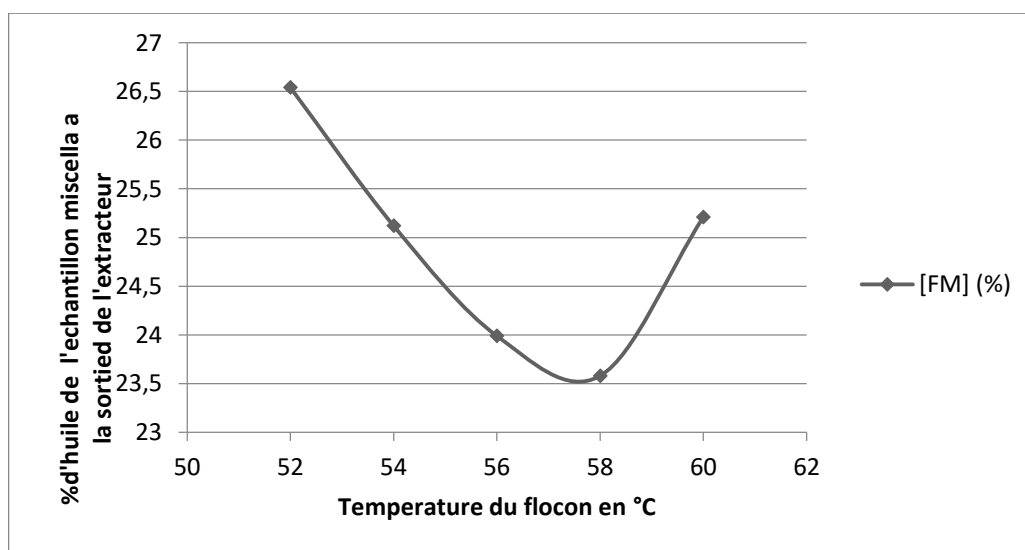


Figure 15 : Evolution du pourcentage d'huile de l'échantillon miscella [FM] en fonction de la température de flocon

L'augmentation de la température du flocon jusqu'à 58°C entraîne une diminution de la teneur en huile dans le miscella concentré (figures 14) et miscella compartiment A (figure 13) puisque le contact entre le solvant et du flocon à une température trop élevée entraîne une ébullition du solvant.

La figure 15 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur

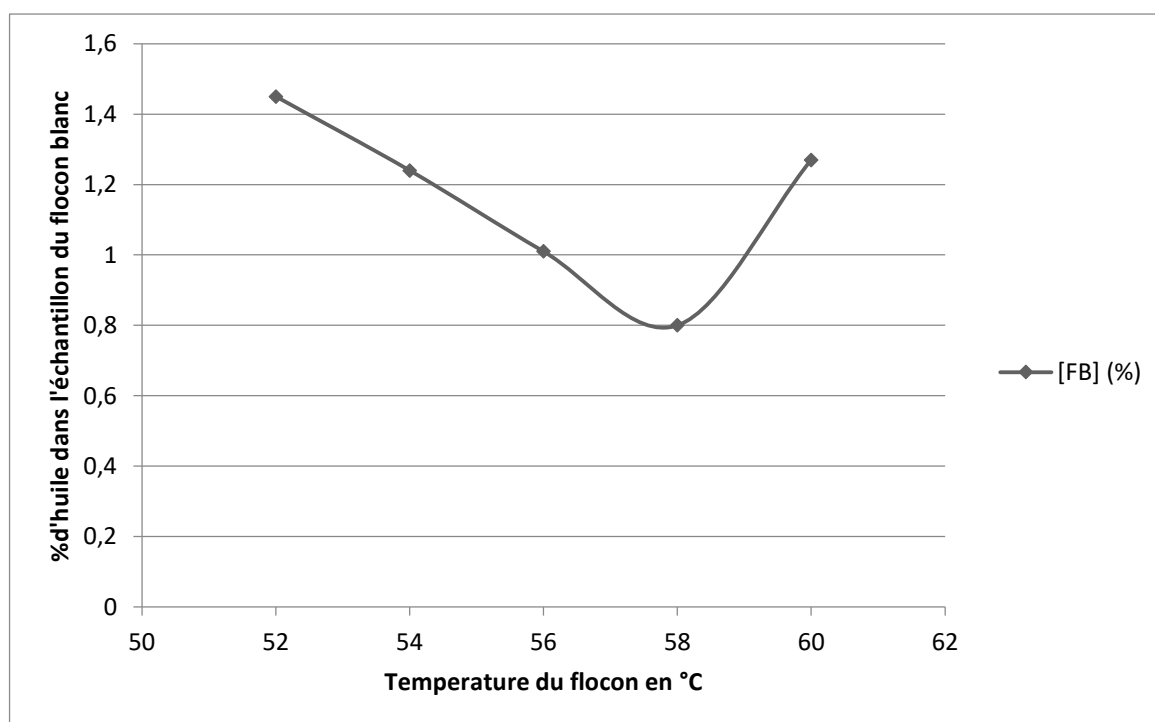


Figure 16 : Evolution du pourcentage d'huile dans le flocon blanc [FB]

L'augmentation progressive de la température du flocon jusqu'à 58°C entraîne une diminution de la teneur en matière grasse dans le flocon épuisé jusqu'à 0.1 % (figure 13) (valeur désirée).

Au-delà d'une température de 58 °C, la teneur en matière grasse commence à augmenter progressivement. Donc pour avoir un minimum de matière grasse dans le flocon épuisée il faut travailler à une température comprise entre 56 et 58 °C. Mais il ne faut pas dépasser 58 °C car le contact entre le solvant et du flocon à une température trop élevée entraîne une ébullition du solvant et par conséquent une diminution de la percolation et de la solubilité du corps gras dans le solvant.

Pour mieux interpréter ces variations on s'est amené au calcul du rendement en fonction de la température du flocon.

La figure 16 présente les résultats obtenus décrivant la variation de rendement de l'extracteur

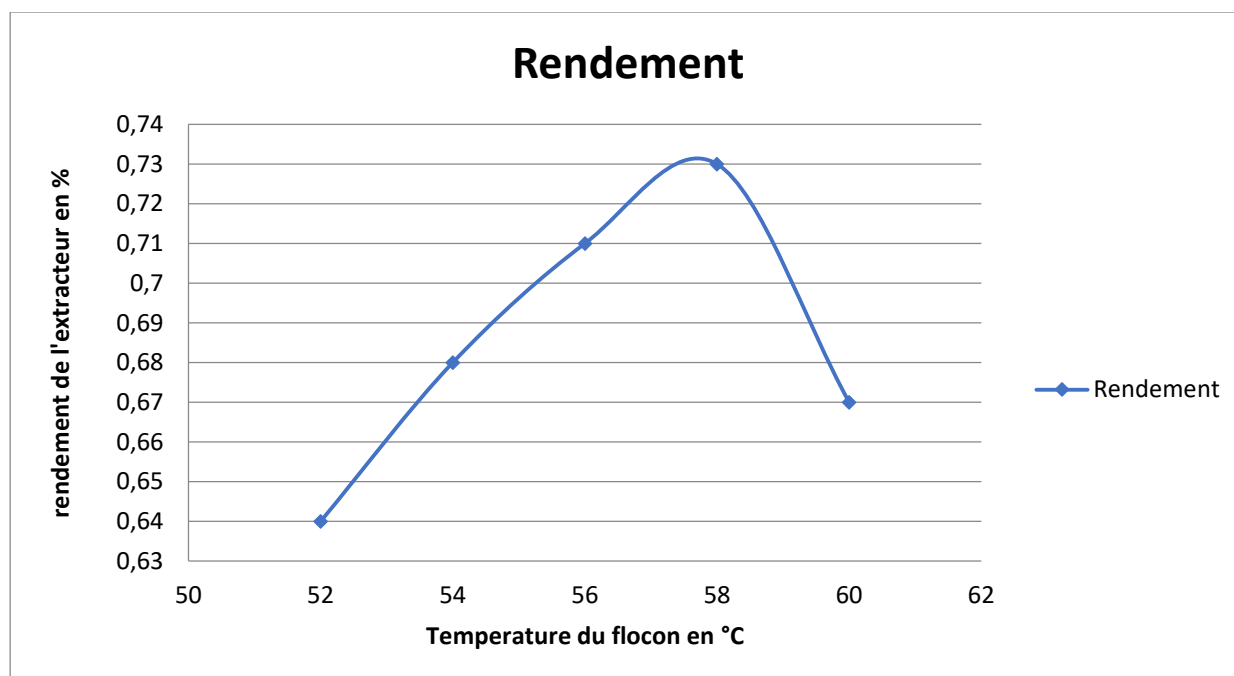


Figure 17: Variation de rendement de l'extracteur en fonction de la température de flocon

D'après la figure 17 on remarque que le rendement de l'extracteur augmente progressivement avec l'augmentation de température de flocon jusqu'à 58°C puis il diminue, ce qui est en analogie avec la diminution de la teneur en huile dans le flocon blanc. Ainsi, on peut conclure que l'augmentation de température de flocon a un effet positif sur le rendement de l'extracteur puisqu'il donne la diminution de la teneur en huile dans le flocon blanc pour des températures ne dépassant pas 58°C.

L'étude réalisée par plusieurs travaux de recherches ont montré qu'un préchauffage préalable des graines semble favoriser une augmentation de rendement suivant des intervalles de températures qui varie en fonction de l'huile [18][19].

Dans la plupart des cas, les gammes élevées de température sont favorables au rendement d'extraction car la chaleur facilite l'extraction en perméabilisant les parois cellulaires. Les gammes des hautes températures usuelles, augmente la solubilité des matières à extraire.[17]

4. Effet de l'épaisseur du flocon dans l'extracteur sur le rendement d'extraction

On a fait varier l'épaisseur du flocon de 0.28mm à 0.40mm comme l'indique le tableau en annexe 12. Puis on a mesuré le pourcentage d'huile dans l'échantillon du Miscella à l'entrée de l'extracteur, pourcentage d'huile dans Miscella à la sortie de l'extracteur, le pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur.

Les consignes des paramètres fixes sont indiquées dans le tableau 8.

Tableau 8 : Les consignes des paramètres fixes

Paramètres	Le débit d'alimentation (Tonne/heure)	Température de solvant (hexane) en °C	température de flocon (°C)
Consigne	78	64	58

La figure 18 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans l'échantillon de Miscella dans le compartiment A

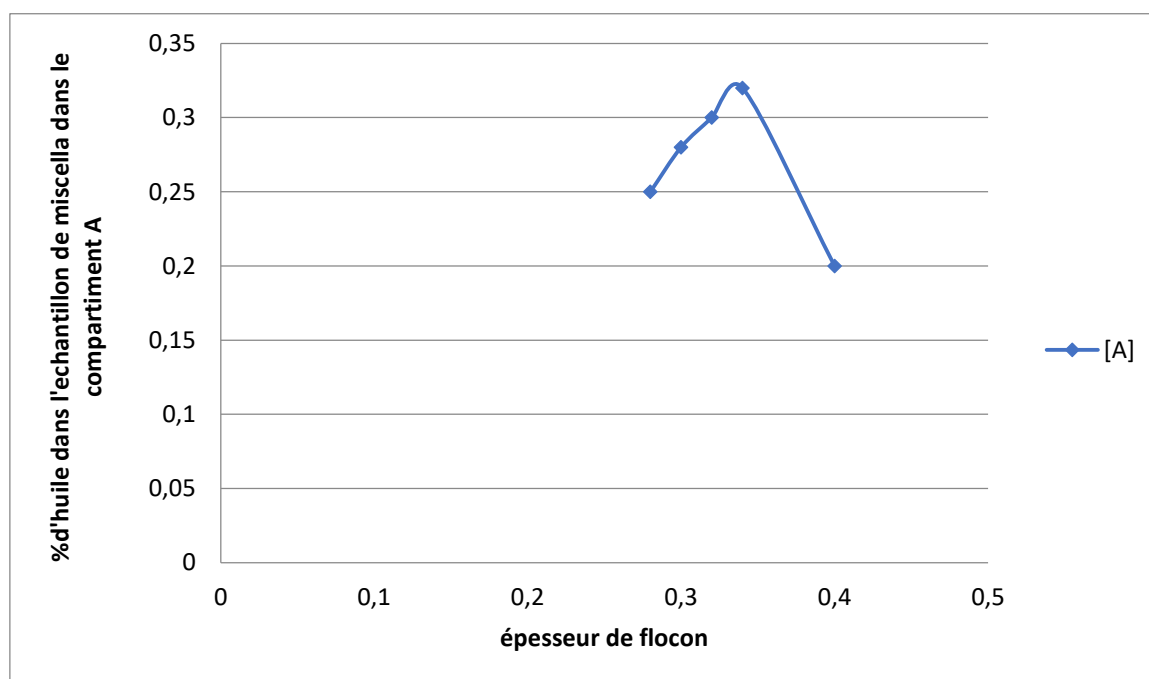


Figure 18: Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entrée de l'extracteur en fonction de l'épaisseur de flocon

La figure 19 présente les résultats obtenus pour la variation de pourcentage d'huile dans le flocon blanc à la sortie de l'extracteur

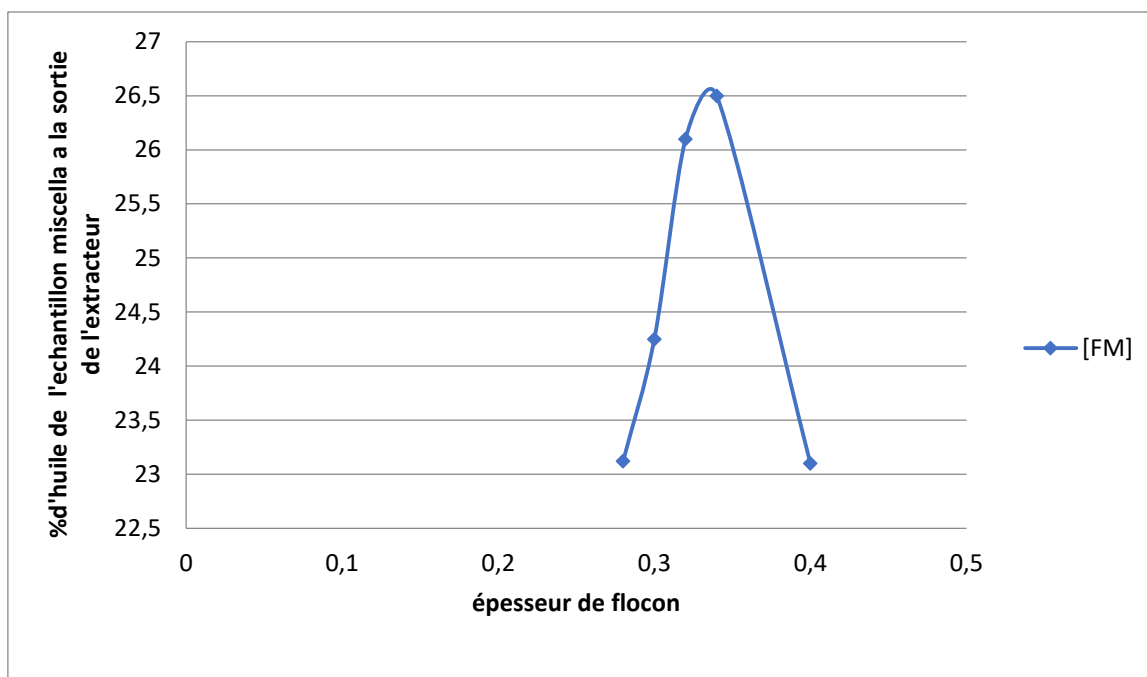


Figure 19: Evolution du pourcentage d'huile dans l'échantillon du Mscella a la sortie de l'extracteur en fonction de de l'épaisseur de flocon

L'augmentation de l'épaisseur du flocon jusqu'au 0,34 mm entraîne une augmentation de la teneur en huile dans le Miscella concentré (figures 17) et Miscella compartiment A (figure 18) puisque l'épaisseur de flocon est dans les normes (0,28mm à 0,36mm)

Au-delà 0,40mm la teneur en huile diminue puisque la taille de flocon est grande, et le solvant trouve une difficulté de passage et de pénétration à l'intérieur des alvéoles d'huile du flocon.

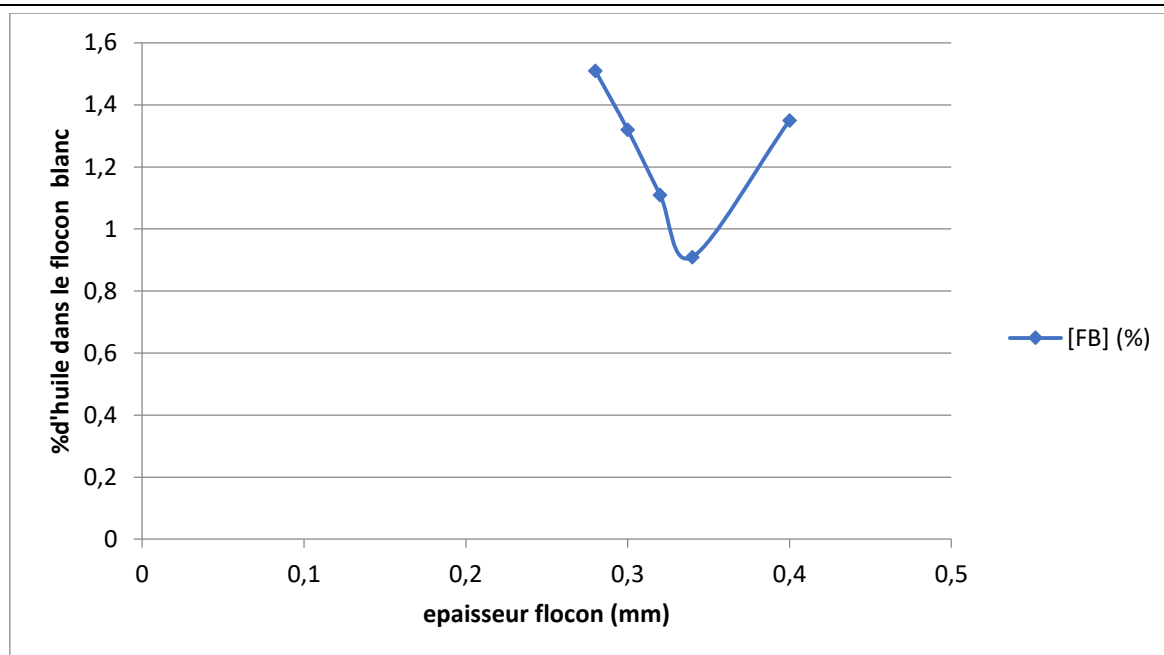


Figure 20 : Evolution du pourcentage d'huile dans le flocon blanc en fonction de l'épaisseur du flocon

L'augmentation progressive de l'épaisseur du flocon jusqu'au 0.34 entraîne une diminution de la teneur en matière grasse dans le flocon épuisé jusqu'au 0.1 % (figure 16) (valeur désiré).

Au-delà de l'épaisseur de 0.34 mm, la teneur en matière grasse commence à augmenter pour atteindre une valeur de 1.35 % pour une épaisseur de 0.4 mm.

En effet, pour des faibles épaisseurs la teneur en matière grasse restante reste élevée à cause de la fragilité du flocon qui se transforme par effet mécanique et frottement en fine particule qui engendre par la suite une difficulté de percolation et de passage du solvant au niveau de l'extracteur. Au-delà de 0.34 mm la matière grasse commence à augmenter de nouveau à cause de la difficulté de passage et de pénétration du solvant à l'intérieur des alvéoles d'huile du flocon.

La figure 20 présente les résultats obtenus décrivant la variation de rendement de l'extracteur

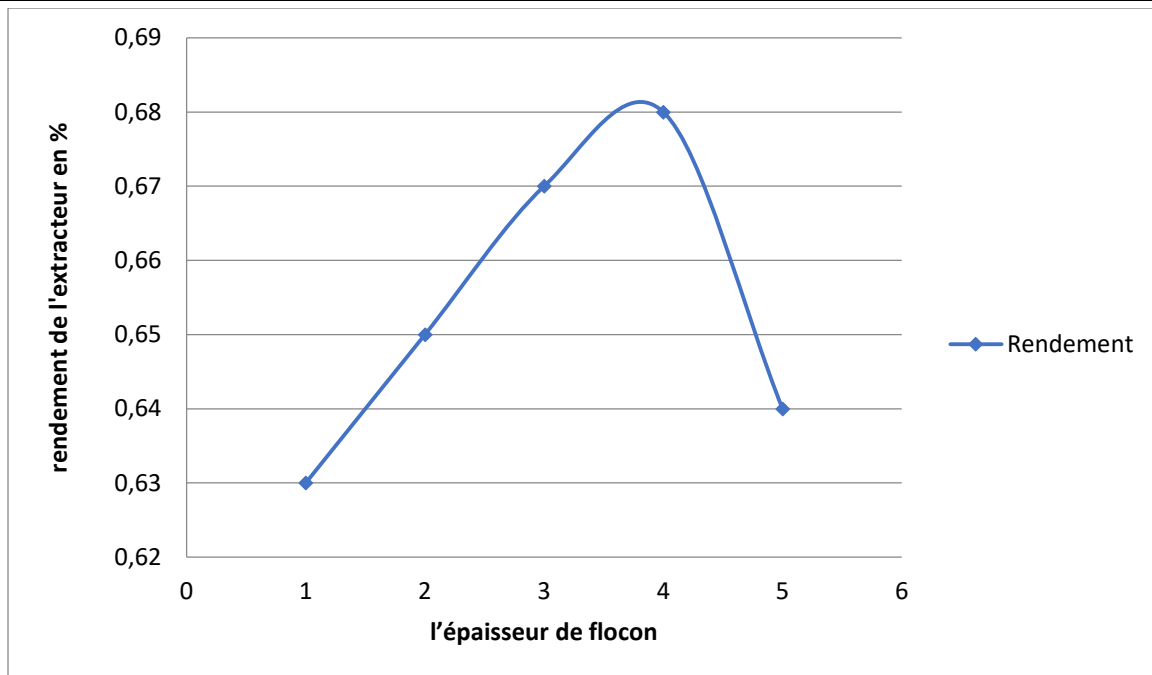


Figure 21 : Variation de rendement de l'extracteur en fonction de l'épaisseur de flocon

D'après la figure 20 on remarque que le rendement de l'extracteur augmente progressivement avec l'augmentation de l'épaisseur de flocon jusqu'à 34mm puis il diminue, à cause de la difficulté de passage et de pénétration du solvant à l'intérieur des alvéoles d'huile du flocon.

Ce qui provoque la diminution de la teneur en huile dans le flocon blanc donc l'augmentation de température de flocon a un effet positif sur le rendement de l'extracteur puisque de la teneur en huile dans le flocon blanc diminue.

5. Conclusion

L'étude menée a permis de déterminer les paramètres optimaux d'extraction qui sont :

- le débit optimal d'alimentation de l'extracteur ne doit pas dépasser 70 tonne/heure,
- la température optimale du solvant (hexane) est de l'ordre de 64°C (la température la plus proche du point d'ébullition du solvant sous vide),
- la température optimale du flocon est comprise entre 56°C et 58°C
- et l'épaisseur optimale du flocon est comprise entre 0.32 mm et 0.34 mm

Conclusion générale

L'extraction d'huile de soja doit garantir au consommateur un produit d'aspect engageant, neutre de gout, résistant à l'oxydation adapté à l'emploi désiré et débarrassé de ses substances toxique ou nocives. L'huile à extraite doit contenir le minimum de trace d'hexane.

Les paramètres d'extraction influencent fortement sur le procédé d'extraction. Cette étude a montré la température du solvant, le débit d'alimentation, l'épaisseur et la température du flocon ont une grande influence sur l'opération d'extraction.

Les paramètres optimaux sont comme suit :

- le débit optimal d'alimentation de l'extracteur ne doit pas dépasser 70 tonne/heure,
- la température optimale du solvant (hexane) est de l'ordre de 64°C (la température la plus proche du point d'ébullition du solvant sou vide),
- la température optimale du flocon est comprise entre 56°C et 58°C
- l'épaisseur optimale du flocon est comprise entre 0.32 mm et 0.34 mm.

Comme perspectives à ce travail on propose :

- D'étudier l'effet d'autre paramètre qui agit sur le rendement aussi comme le solvant, le débit de solvant, le temps de séjour.
- Etudier l'effet des paramètres sur la qualité d'huile extraite.

Références bibliographiques

- [1] ((Le CETIOM) : institut technique des oléagineux, édite chaque année des publications pratiques sur les techniques de production du Soja).
- [2] ((Anonyme., (1991, 1998,2009.) Mémento de l'agronome. CIRAD GREET, ministère de l'éducation nationale).
- [3] (Ignace DEBRUYNE Soja: transformation et aspects industriels American Soybean Association).
- [4] (Www.planteoscope.com[http://www.fao.org/docrep/i9166f/i9166_chapitre 4 oléagineux](http://www.fao.org/docrep/i9166f/i9166_chapitre_4_oleagineux)).
- [5] (Ladouzi H(2011) l'optimisation du procédé de raffinage et de décoloration de l'huile de soja).
- [6] (Platon, J. F. (1988). Raffinage de l'huile de soja. (American Soybean Association N°19: 3- 30).
- [7] (Geneviève Laffont. (2000) ; Les vertus du soja .p:141-142)
- [8] (Platon, (1988). (Platon, J. F.(1988) ; Raffinage de l'huile de soja. American Soybean Association, p225)
- [9] (Robert Paul, (1984) ; (Le petit Robert1. Dictionnaire, p.1080))
- [10] (Morelle Jean, (1965) ; Chimie et biochimie des lipides, volume 1. Edition VARIA, Paris, p 283-298).
- [11] (Rachel Poirot (2007) méthodologie pour le passage en continu d'extraction de soluté de matière végétale p 8-16-17)
- [12] (Laisney, J. (1992). Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras Volume1. Ed. Tec et doc. Lavoisier. pp: 695-768).
- [13] (David R.Erickson (1978) Practical Handbook of soybean Processing and utilization p 75-61).
- [14] (Rex Newkirk, Ph. D. (2010).Guide de l'industrie de l'alimentation animale 1ère édition, 2010.P-12-13-14).

-
- [15] (Vigneron, M. (1954). Fractionnements par solvants. Paris, VIGOT Frères).
- [16] (Binbenet, J. J., A. Duquenoy, et al. (1993). Génie des procédés alimentaires des bases aux applications. Paris).
- [17] (Hamsi nouria, Contribution à l'étude de l'optimisation de l'extraction solide-liquide des lipides par Soxhlet du caroubier (*Ceratonia siliqua*) de la région de Tlemcen, thèse UNIVERSITE ABOU BAKKR BELKAID-TLEMCEN Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers (2013))
- [18] (KARLESKIND ALAIN, manuel des corps gras Tome II, Ed. Tec. Doc. Paris (1992))
- [19] Natacha ROMBAUT, Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin, université de technologie de Compiègne, 2013

Annexe

Tableau 9 : Résultats moyens obtenues pour la variation de débit d'alimentation

Débit d'alimentation (tonne /heure)	Résultat d'analyse			Le rendement d'extracteur (%)
	[A] (%): Le pourcentage d'huile dans l'échantillon du miscella a l'entrée de l'extracteur.	[FM] (%) : pourcentage d'huile dans miscella a la sortie d l'extracteur	[FB] (%): pourcentage d'huile dans flocon blanc	
40	0.10	22.5	0.70	0.77
50	0.13	23	0.75	0.76
55	0.16	23.5	0.82	0.74
60	0.18	23.76	0.91	0.72
65	0.20	24.14	0.94	0.71
70	0.21	24.56	1.01	0.70
75	0.22	24.8	1.12	0.69
80	0.27	25.56	1.22	0.67

Tableau 10 : Résultats obtenues pour la variation de la température du solvant (hexane)

température du solvant (hexane)	Résultat d'analyse			Le rendement d'extracteur (%)
	[A] (%)	[FM] (%)	[FB] (%)	
56	0.25	26.65	1.45	0.64
58	0.22	25.87	1.34	0.67
60	0.17	25.21	1.25	0.68
62	0.12	24.67	1.14	0.70
64	0.10	23.54	1.05	0.73
65	0.12	25.32	1.35	0.66
66	0.15	30.02	1.56	0.57

Tableau 11 : Résultats obtenues pour la variation de la température du flocon

température de flocon (°C)	Résultat d'analyse			Le rendement d'extracteur (%)
	[A] (%)	[FM] (%)	[FB] (%)	
52	0.25	26.54	1.45	0.64
54	0.21	25.01	1.24	0.68
56	0.12	24.23	1.11	0.71
58	0.10	23.58	0.92	0.73
60	0.23	25.21	1.27	0.67

Tableau 12 : Résultats obtenues pour la variation de l'épaisseur du flocon dans l'extracteur

épaisseur flocon (mm)	Résultat d'analyse			Le rendement d'extracteur (%)
	[A] (%)	[FM] (%)	[FB] (%)	
0.28	0.25	23.12	1.51	0.63
0.30	0.28	24.25	1.32	0.65
0.32	0.30	26.1	1.11	0.67
0.34	0.32	26.5	0.91	0.68
0.40	0.20	25.89	1.35	0.64

**Graine de soja****graines concassées de soja**



Flocon



Flocon blanc

