

MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

4/78

1er

UNIVERSITÉ D'ALGER

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

Département Génie Chimique

PROJET DE FIN D'ETUDES

Sujet : DECOLORATION D'UNE
HUILE ALIMENTAIRE

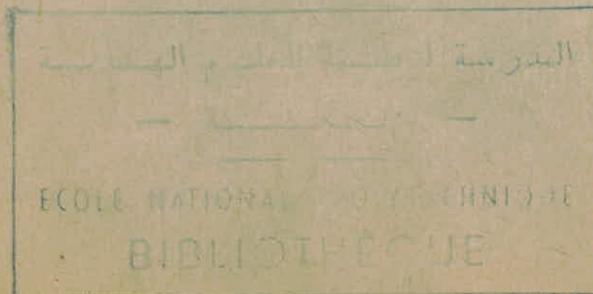
rétention de l'huile dans les gâteaux de terres décolorantes

Proposé par :

Etudié par :

M. TASSART

S. DJERID



Année Universitaire : 1977-78

mes parents qui m'ont tout donné,

 la mémoire de notre regretté Professeur de

C O 1 6 Mr M I L K

 Mes Frères et Soeurs,

 T ous eux qui Me Sont hers.

Ce projet de fin d'Etudes a été proposé par Mr M. T A S S A R T, qu'il veuille bien trouver dans ce modeste ouvrage, avec mes chaleureux remerciements, l'expression de ma reconnaissance la plus profonde pour sa collaboration et ses précieux conseils.

Je tiens à remercier tous ceux qui m'ont aidée à réaliser ce Projet, et plus particulièrement Mr AMADEI & Mr DESCHAMPS, et Mr DUCHANOV.

Je remercie également tous les professeurs et assistants qui ont contribué à ma formation ainsi que tous ceux qui ont bien voulu examiner ce travail.

Mes vifs remerciements s'adressent également aux responsables de la S.O.G.E.D.I.A. (U.P.5) qui ont bien voulu me fournir les matières premières nécessaires à cette étude expérimentale ; et en particulier Mr ZAIDI et Mr

Je remercie enfin Mesdemoiselles S. BENOUGUEF, D. LABGAA, Mr D. HAMIDI pour leur aide précieuse, sans oublier tous mes camarades étudiants et amis, en particulier Mr R. DERICHE, pour leur aide morale et la sympathie qu'ils m'ont sans relâche témoignée.

MEMBRES DU JURY

Président

Mr. YOUSFI professeur à l'U.S.T.A.

Examineurs

Mlle. ALIA maître assistante à l'E.N.P.A.

Mrs. CHITOUR maître de conférences à l'E.N.P.A.

DOUEHANOV maître assistant à l'E.N.P.A.

TASSART maître assistant à l'E.N.P.A.

Invité

Mr. ZEROUROU ingénieur à l'U.P. 5 de la ¹¹SOGEDIA.

FILTRATION

Introduction

I La fabrication de l'huile alimentaire

- I . 1 . Généralités
- I . 2 . La couleur des huiles
- I . 3 .

II Décoloration et filtration : synthèse bibliographique

II.1. Décoloration :

- II. 1 . 1 . La décoloration par adsorption
- II. 1 . 2 . Les modifications chimiques de l'huile au cours de la décoloration .
- II. 1 . 3 . Paramètres relatifs à l'huile
- II. 1 . 4 . Paramètres relatifs à l'agent adsorbant
- II. 1 . 5 . Paramètres relatifs au mode opératoire

II.2. Filtration rétention de filtrat dans les gâteaux de filtration

- II. 2 . 1 . Définition **et principe** de la filtration
- II. 2 . 2 . Analyse de la filtration
- II. 2 . 3 . Considérations théoriques sur la rétention d'un liquide dans un gâteau de filtration
- II. 2 . 4 . Rétention de l'huile végétale dans les gâteaux de terre décolorante

III. Etude expérimentale

- ~~III. 1~~ - 1 *Conduites opératoires*
- III. 2 . Appareillage
- III. 3 . Mode opératoire
- III. 4 . Résultats expérimentaux

IV Analyse des résultats et recommandations

- IV. 1 . Reproductivité des résultats
- IV. 2 . Influence du pourcentage de terre décolorante
- IV. 3 . Influence de l'humidité de la terre
- IV. 4 . Influence de l'activité de la terre
- IV. 5 . Influence de la température de filtration

V Conclusion .

I N T R O D U C T I O N

Dans l'industrie des corps gras, la filtration se rencontre à tous les stades de l'élaboration des huiles, de leur raffinage et de leur transformation. Son application la plus importante dans la technologie des huiles se trouve indiscutablement dans l'opération de décoloration sur des terres, généralement activées, qui agissent comme adsorbants des substances colorées : on mélange une certaine quantité de terres avec l'huile dans des conditions optimales afin d'obtenir, après filtration de cette liqueur, une huile décolorée au degré désiré.

La rentabilité d'un procédé industriel est devenue de nos jours l'un des problèmes cruciaux.

Le processus de décoloration proprement dit, généralement réalisé en continu, n'influence guère le coût de fabrication de l'huile à ce stade du raffinage. Par contre, le type de filtres et le système même de filtration doivent être judicieusement choisis pour réduire le coût total de fabrication qui est relativement important.

Les principaux facteurs qui influent sur ce coût sont les suivants :

- La quantité d'huile retenue dans les terres épuisées.
- L'entretien des éléments filtrants.
- La main d'oeuvre pour le nettoyage des filtres.

Cela justifie l'étude des facteurs qui influencent la couleur de l'huile obtenue et sa rétention dans les terres lors de la filtration qui suit la décoloration.

Notre projet est une première contribution à la connaissance de l'influence de ces différents facteurs ; le but recherché en fin de compte sera de récupérer au maximum l'huile retenue et cela en évitant toute oxydation, car nous devons obtenir une huile possédant les propriétés organoleptiques désirées par le consommateur et une bonne stabilité.

Ce rapport présente successivement :

- quelques notions sur la fabrication des huiles alimentaires.
- une synthèse bibliographique sur la décoloration de l'huile et sa rétention dans les gâteaux de filtration.
- L'étude expérimentale que nous avons effectuée :
 - 1- à différents pourcentages de terre adsorbante humide.
 - 2- avec une terre séchée.
 - 3- avec une terre séchée et acidulée.
 - 4- à deux températures de filtration.

{Dans les trois derniers cas, le pourcentage de terre sera maintenu constant}.

- Les résultats obtenus.
- L'analyse de ces résultats.
- quelques recommandations pour la poursuite de cette étude et la conclusion.

I - LA FABRICATION DES HUILES ALIMENTAIRES

Les matières premières de l'huilerie sont les graines oléagineuses (arachides, colza, maïs, coton etc...) et les fruits à pulpe (fruits de palme, olive...). La qualité des produits finis dépend de la qualité de la matière première, de sa conservation et de sa préparation.

I -1- GENERALITES :

Le Schéma (Fig.1.) indique d'une façon générale toutes les phases de l'élaboration de l'huile à partir des graines et des fruits oléagineux. Ce sont dans l'ordre :

- La préparation de la graine : nettoyage, décortiquage et broyage.
- L'extraction par pression qui est un procédé purement mécanique.
- L'extraction par solvant de l'huile résiduelle contenue dans les tourteaux provenant de la pression mécanique.
- Le raffinage qui consiste à traiter les huiles pour leur donner la qualité requise (pour la consommation et la conservation); en général il comprend les opérations suivantes :
 - 1 - La démucilagination qui vise l'élimination des phospholipides et d'autres substances pouvant gêner les opérations postérieures.
 - 2 - La neutralisation qui débarrasse les corps gras des acides gras libres qu'ils contiennent.
 - 3 - La décoloration pendant laquelle des matières colorantes sont soit éliminées, soit transformées.
 - 4 - La désodorisation qui donne le goût et l'arôme neutres désirés.

Sur la (Fig.2.), nous avons schématisé les principales étapes de la fabrication de l'huile alimentaire rencontrées à la S.O.G.E.D.I.A.(U.P.5.).

Dans tout ce qui va suivre, seule la troisième étape du raffinage (la décoloration qui est toujours suivie d'une filtration) nous intéresse.

I -2- D'OU PROVIENT LA COLORATION DES HUILES BRUTES ?

On attribue la coloration de l'huile brute aux divers non-glycérides qui la constituent (les acides gras des glycérides sont incolores). Les pigments colorés sont classés en deux groupes

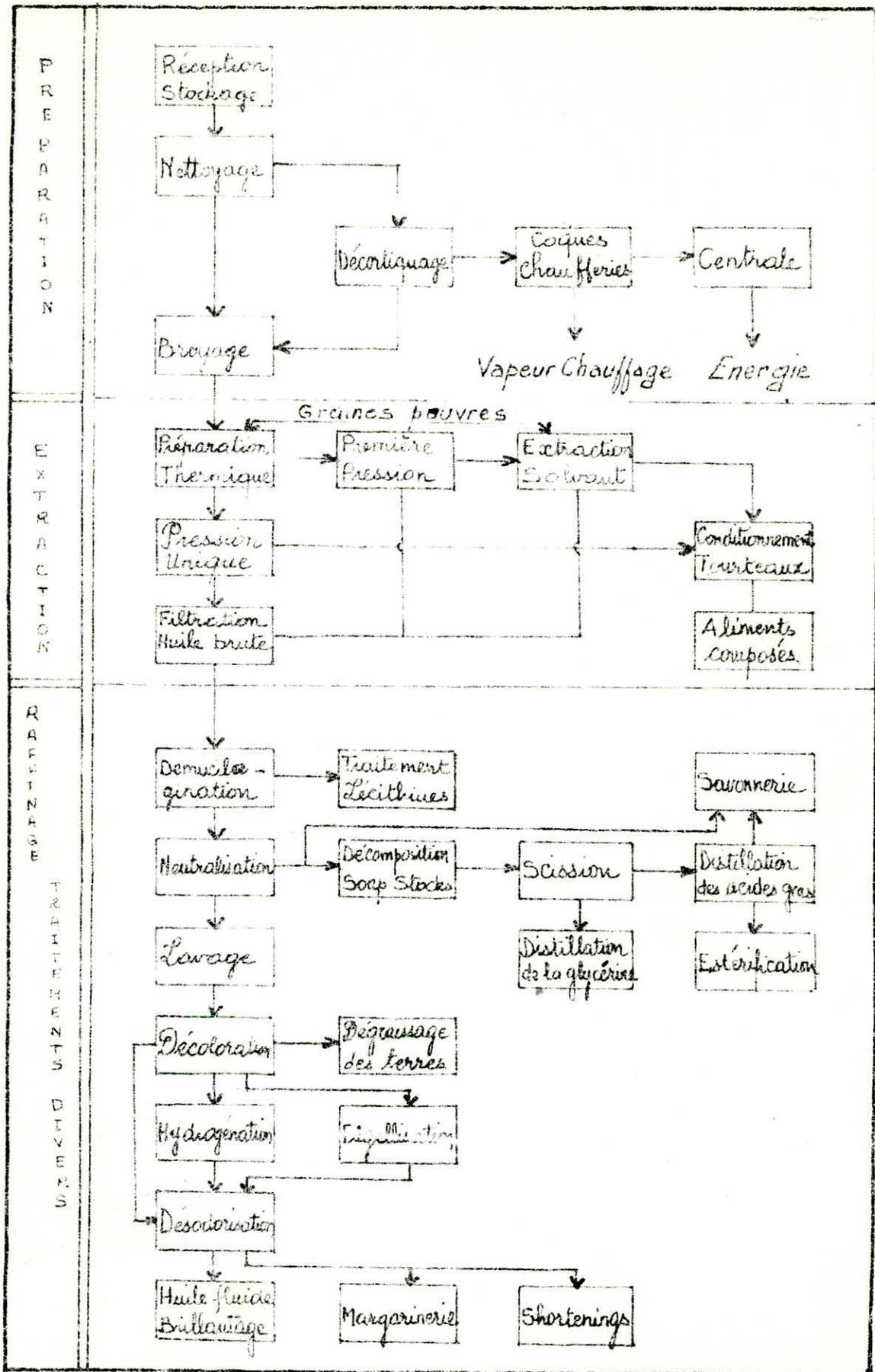


Schéma général de la production des corps gras à partir des graines oléagineuses

Fig-1

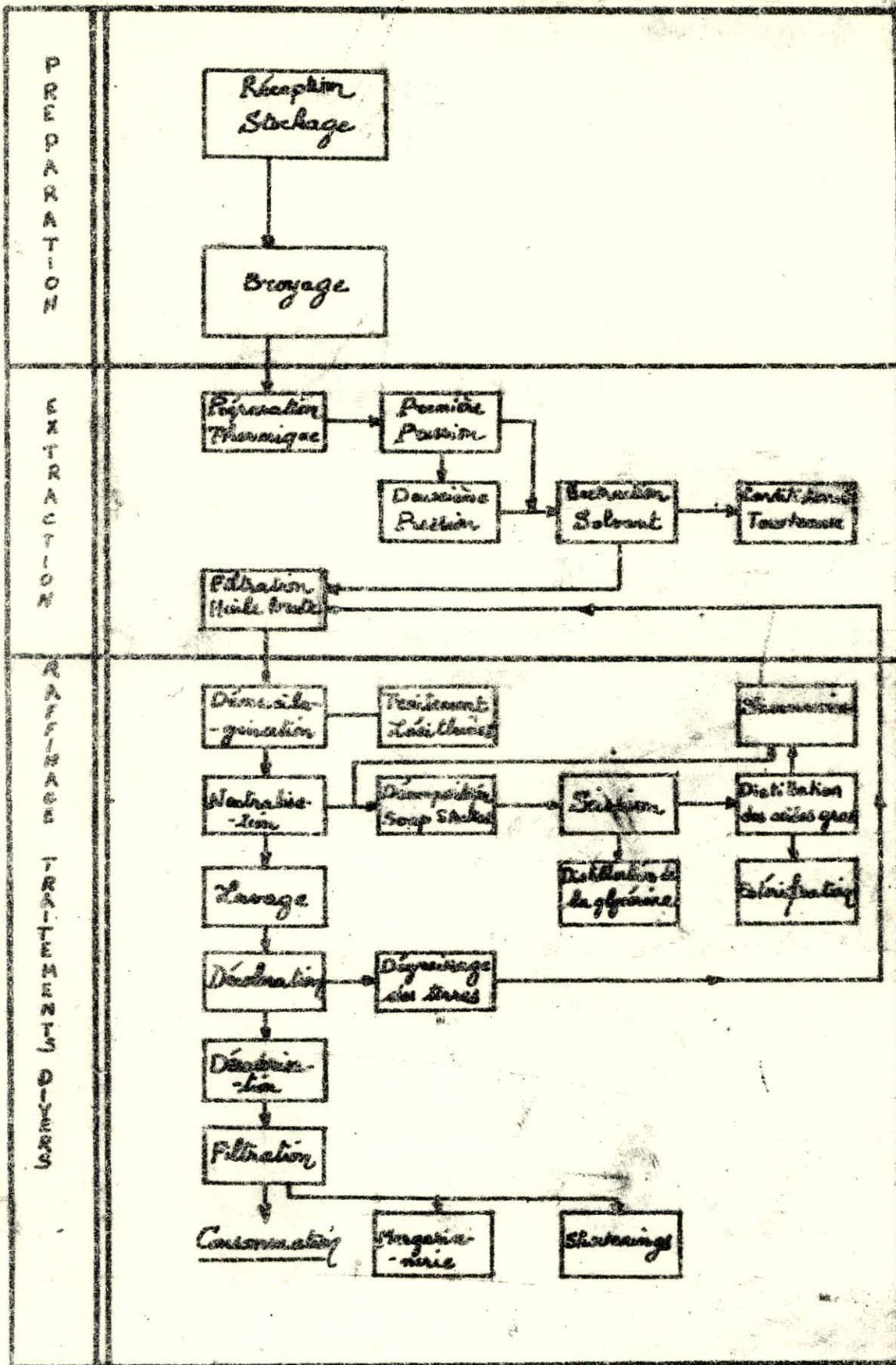


Schéma général de la production des corps gras à partir des graines oléagineuses

Fig. 2 -

- Les pigments végétaux naturels comme les caroténoïdes, les chlorophylles et certains anthocyanosides.
- Les pigments dégradés qui prennent naissance au cours des traitements industriels, de structure fort mal connue ; ils proviennent généralement de la dégradation des non-glycérides de l'huile.

Ces pigments, pondéralement peu importants mais très actifs, nécessitent un traitement spécial qui n'est autre que la décoloration. Comme agents de blanchiment, on emploie des matières adsorbantes, terres activées et naturelles, ainsi que les charbons actifs. Des raisons pratiques : Prix de revient plus faible et séparation plus aisée après décoloration font que les terres activées sont préférées aux charbons et presque exclusivement employées.

I -3- FILTRATION :

Le processus de décoloration est suivi d'une séparation des agents de blanchiment par filtration ; à ce stade les problèmes ne sont pas négligeables (colmatage etc...). Ils pourraient être allégés par la diminution des quantités de terres utilisées ; ce qui nécessite un lavage des huiles neutralisées.

La filtration des huiles blanchies doit se faire à l'abri de l'air, d'autant plus que les terres utilisées sont d'excellents catalyseurs d'oxydation. La rapidité de l'opération est un élément essentiel de sa bonne réussite et les meilleures conditions seraient réunies s'il était possible d'éliminer la terre au fur et à mesure de son dépôt afin d'éviter l'action néfaste des couches plus anciennes sur l'huile qui les traverse, action se traduisant par une réversion de couleur et par la formation de peroxydes et d'autres produits d'oxydation (1).

II - APPROCHE THEORIQUE :

II -1- DECOLORATION :

On a déjà vu dans I-2 à quoi est due la couleur d'une huile végétale.

II -1-1- LA DECOLORATION PAR ADSORPTION :

Le processus de la décoloration par les agents adsorbants est fort complexe car l'adsorption physique réversible peut s'adjoindre de la chimisorption irréversible tandis que se superposent diverses réactions secondaires soit d'origine thermique, soit d'origine chimique ; ce sont principalement des réactions d'oxydation.

La chimisorption a lieu lorsque les liaisons qui retiennent la soluté à la surface du solide sont de véritables liaisons chimiques (électrovalence ou covalence).

L'adsorption physique est ^{un} partage du corps dissous (le pigment) entre l'adsorbant et le solvant (l'huile). Les molécules du corps dissous sont fixées à la surface du solide par des forces de Van der Waals. A une température donnée, la réaction qui est réversible, tend vers une position d'équilibre. L'effet d'un traitement de décoloration peut être exprimé soit par la couleur (C) du produit traité, soit par la quantité de couleur (X) éliminée. Ces deux quantités dépendent en partie de la couleur initiale (C+X) de l'échantillon. On peut également exprimer les résultats obtenus en rendement de décoloration, rapport entre la couleur enlevée (X) et la couleur initiale (C+X).

Des diverses formules qui ont été proposées jusqu'à ce jour, la relation de Freundlich s'est révélée la plus facilement utilisable dans la pratique. Elle s'exprime par l'équation : $\frac{X}{M} = KC^n$ qui transformée en relation logarithmique s'écrit :

$$\text{Log } \frac{X}{m} = \text{Log } K + n \text{ Log } C$$

et se représente graphiquement par une droite.

K et n sont des constantes caractéristiques dépendant à la fois de l'adsorbant et de l'adsorbat.

K est une mesure de l'activité de l'adsorbant, il exprime la quantité de corps dissous adsorbable par la quantité unitaire d'agent adsorbant.

(X) représente la quantité de couleur enlevée par m% d'adsorbant pour atteindre la couleur finale C.

On représente généralement l'isotherme par la variation de couleur restante (C) en fonction de la quantité (m) de terre utilisée (Fig.3.), soit : $C = f(m)$

La représentation graphique selon Freundlich de l'isotherme de la (Fig.3.) conduit à la courbe de la (Fig.4.). Les points expérimentaux de cette courbe ne s'alignent pas rigoureusement sur une droite, la relation de Freundlich n'est donc pas intégralement satisfaisante. Ceci est dû principalement aux phénomènes de chimisorption.

Examinons quelle est la nature de cette chimisorption avant de passer en revue les paramètres qui déterminent la qualité de la décoloration.

II - 1-2- LES MODIFICATIONS CHIMIQUES DE L'HUILE AU COURS DE LA DECOLORATION :

Les propriétés chimiques de l'huile dépendent essentiellement de celles des acides gras des glycérides qui la constituent.

Les principaux constituants des glycérides sont les acides : oleiques, linoléique et linoléique.

L'utilisation de terres activées entraîne des modifications du spectre U.V. (à 230, 270 nm) d'huile polyinsaturées, en raison de l'apparition de système polyéniques conjugués. Ces modifications proviennent essentiellement de l'apparition de groupements chromophores résultant de la conjugaison de plusieurs doubles liaisons éthyléniques ou autres sur la chaîne des acides gras insaturés.

Ainsi se manifestent à 232 nm des absorptions dues à des systèmes diéniques conjugués, à 260, 268, 282 nm celles relatives à l'ensemble des systèmes triéniques conjugués et à 305 et 316 nm (maximum autour de 268nm) sont particulièrement caractéristiques des traitements de décoloration par les terres activées. L'apparition d'absorption notable à ces dernières longueurs d'onde se trouve conditionnée par trois éléments fondamentaux. Ce sont :

- Le degré d'insaturation des acides gras du glycéride.
L'accumulation de doubles liaisons sur leurs chaînes a un effet directement favorable ; d'autre part les phénomènes d'oxydation se trouvent facilités.
- L'état d'oxydation du glycéride : par exemple présence d'hydroperoxydes qui se déshydratent lors du terrage et peuvent donner certains groupements cétoniques conjugués.

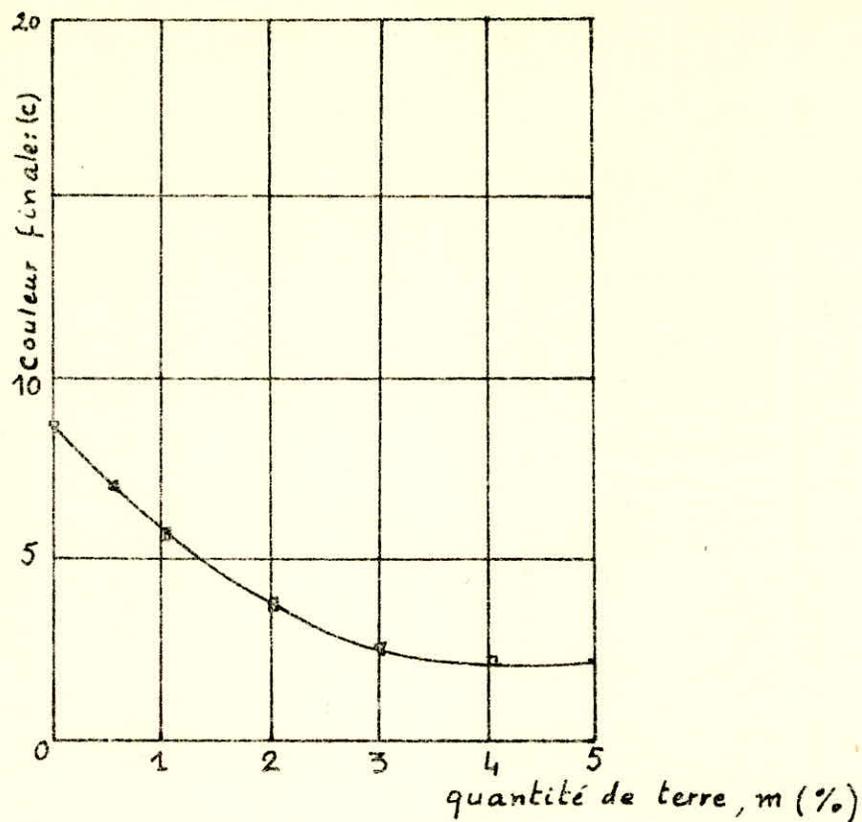


Fig. 3 Isotherme de décoloration $c = f(m)$ d'une huile par des terres activées.

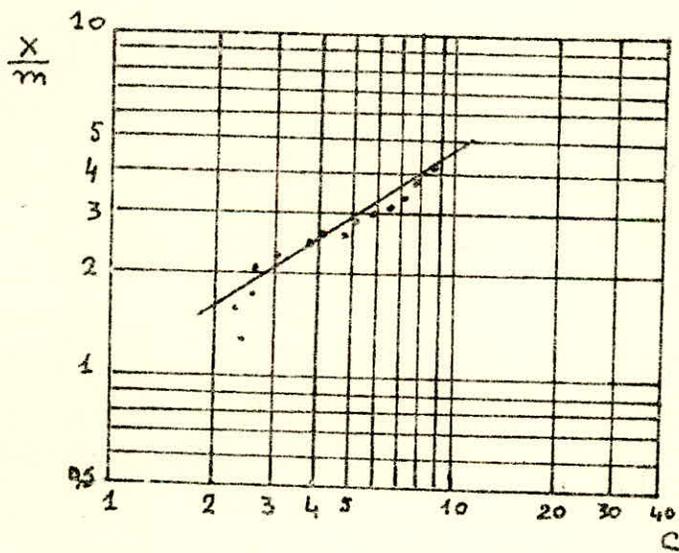
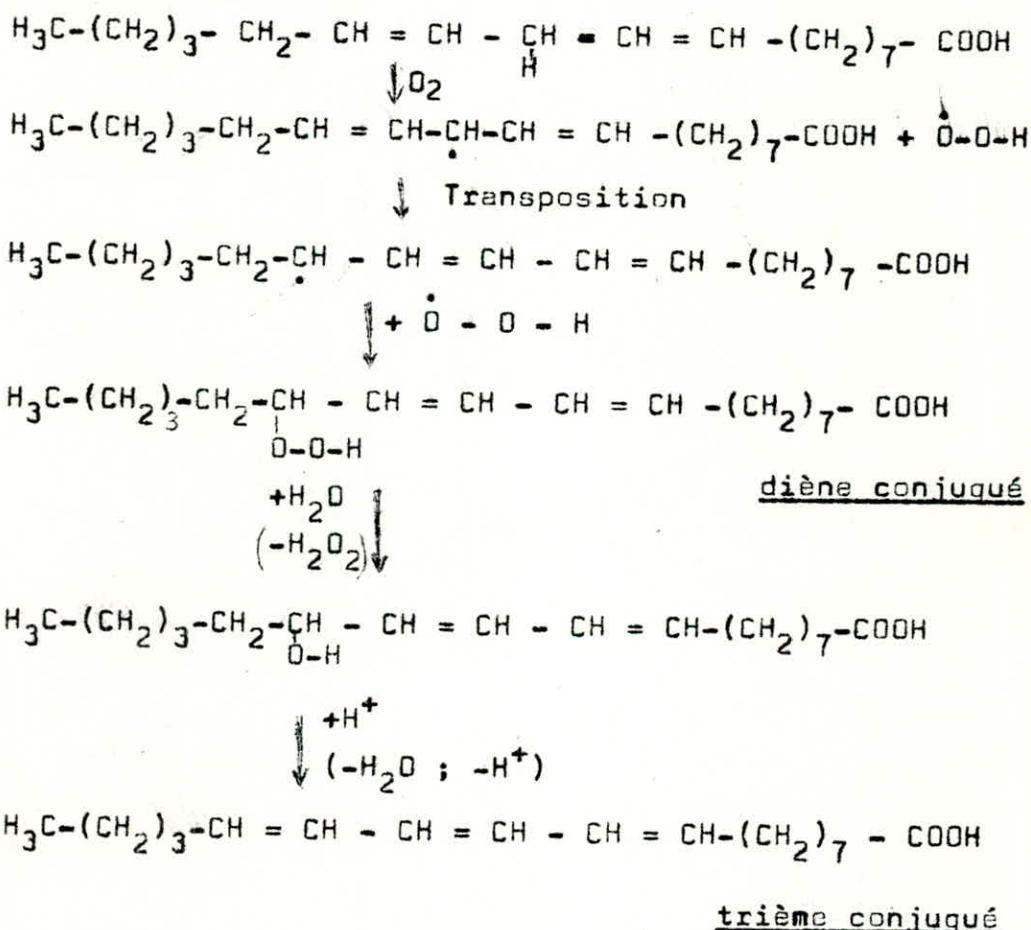


Fig. 4 Isotherme selon Freundlich.

- La présence de protons H^+ , résultant de l'activation par un acide minéral fort, sur les terres adsorbantes(2).
Les réactions probables :

La fixation de l'oxygène se fait, par un processus radicalaire, en α de la double liaison. Le radical intermédiaire, conjugué, conduit par transposition, à une migration de la double liaison, aboutissant éventuellement à un diène conjugué (cas des acides linoléique et linolénique) ou à un triène conjugué (cas de l'acide linoléique) qui absorbe différemment en U.V.

Exemple : acide linoléique (diène non conjugué au départ).



L'acide linolénique (triène non conjugué) conduirait à un tétraène conjugué (huile de Soya, lin, colza).

Les cétones absorbent entre 260 et 280 nm. On attribue donc à des composés cétoniques formés généralement au cours de l'oxydation l'absorption (difficile à observer directement) à 270 - 275 nm que l'on constate dans les corps gras oxydés.

Les paramètres conditionnant l'apparition des systèmes conjugués sont relatifs pour une part à l'huile traitée, pour une autre part à l'agent adsorbant utilisé ainsi qu'à son mode d'emploi (3). On comprend d'après ce qui précède que le blanchiment par les agents d'adsorption des corps gras est l'une des phases les plus complexes du raffinage. Le résultat de l'opération dépend de nombreux paramètres inhérents soit :

- au produit à décolorer : l'huile.
- à l'agent de décoloration.
- aux conditions opératoires.

II -1-3- PARAMETRES RELATIFS A L'HUILE (3)

a - Son degré d'oxydation :

Une huile obtenue dans de bonnes conditions, à partir de graines fraîches, conservées avec soin ne donnera pas ou extrêmement peu de systèmes conjugués après terrage même par des quantités importantes de terre activée. Une huile fortement oxydée donnera lors du traitement par les terres une très forte absorption à 270 nm.

b - Sa Nature et sa composition en acides gras :

Les absorptions U.V. varient avec la composition des fractions non glycéridiques des lipides, la structure des glycérides et le degré d'insaturation des acides gras.

c - Ses impuretés (savons, phospholipides...)

Elles diminuent le pouvoir décolorant des terres en s'adsorbant préférentiellement aux pigments.

II - 1-4- PARAMETRES RELATIFS A L'AGENT ADSORBANT :

a - La granulométrie des terres activées:

Les dimensions particulières très faibles ($\leq 1\mu$) favorisent aussi bien l'adsorption des pigments que la formation de systèmes polyéniques conjugués.

b - Emploi des charbons actifs :

Les dimensions des particules de charbon sont en général faibles, les surfaces spécifiques importantes, ils possèdent donc un pouvoir décolorant élevé. En raison de l'absence de protons H^+ dans leur structure ils n'entraînent pas la formation de systèmes conjugués. Mais pour éviter leur difficulté d'élimination par filtration, nous devons les employer en mélange avec des terres activées ou naturelles.

c - Pourcentage de terre activée (par rapport à l'huile).

Tant qu'il est faible, pouvoir décolorant et formation de triènes lui sont proportionnels. Cependant, à partir d'une certaine proportion de terre, proportion qui dépend principalement du type d'huile, le pouvoir décolorant atteint rapidement une valeur limite.

II - 1-5- PARAMETRES RELATIFS AU MODE OPERATOIRE :

a - L'agitation :

La dispersion de la terre dans l'huile à décolorer doit être aussi parfaite que possible.

b - La durée de contact :

En discontinu, l'agent d'adsorption étant ajouté à l'huile déjà portée à température, une décoloration totale est obtenue en un temps de contact de l'ordre de 15 à 20 minutes (Fig.5).

La prolongation de la durée de chauffage peut conduire d'une part à des réversions de couleur, en particulier aux faibles concentrations en terres (4), et d'autre part à des absorptions à 270 nm.

c - La température :

L'adsorption étant généralement un phénomène exothermique, la décoloration est d'autant meilleure que la température est plus basse.

D'après les essais de M. NAUDET, l'optimum paraît se situer entre 80 et 90°C.

Un gain est bien enregistré lorsque la décoloration se fait à 60°C mais en raison des difficultés techniques de filtration, il est préférable de travailler entre 80 et 90°C.

La réversion de couleur assez peu sensible à 60 et 80°C croît très rapidement en fonction de la température (Fig.6) (4). D'après les travaux de Drap et NAUDET (5), l'absorption à 270 nm augmente avec la température.

d - Le vide (ou le gaz inerte)

Dans certains cas, les oxydations peuvent résulter d'un mauvais vide, ce qui conduit à des absorptions à 268 et 315 nm. La décoloration doit donc se faire sous un bon vide ou encore sous gaz inerte (5).

II - 2- FILTRATION :

II - 2-1- DEFINITIONS ET PRINCIPES :

• La filtration : est l'opération qui consiste à séparer d'un mélange hétérogène fluide (gazeux ou liquide) les particules solides au moyen d'une paroi filtrante.

• La liqueur : est le mélange hétérogène fluide-solide dont on veut recueillir les particules solides.

• Le gâteau : est la couche sédimentaire que forment les corpuscules en suspension quand ils s'arrêtent à la surface de la paroi poreuse.

• Le filtrat : est le fluide recueilli après la filtration, plus ou moins débarrassé des particules solides.

Le gâteau au travers duquel passe le liquide, est constitué par un empilement au hasard de particules de dimensions, de forme et de nature souvent fort variables.

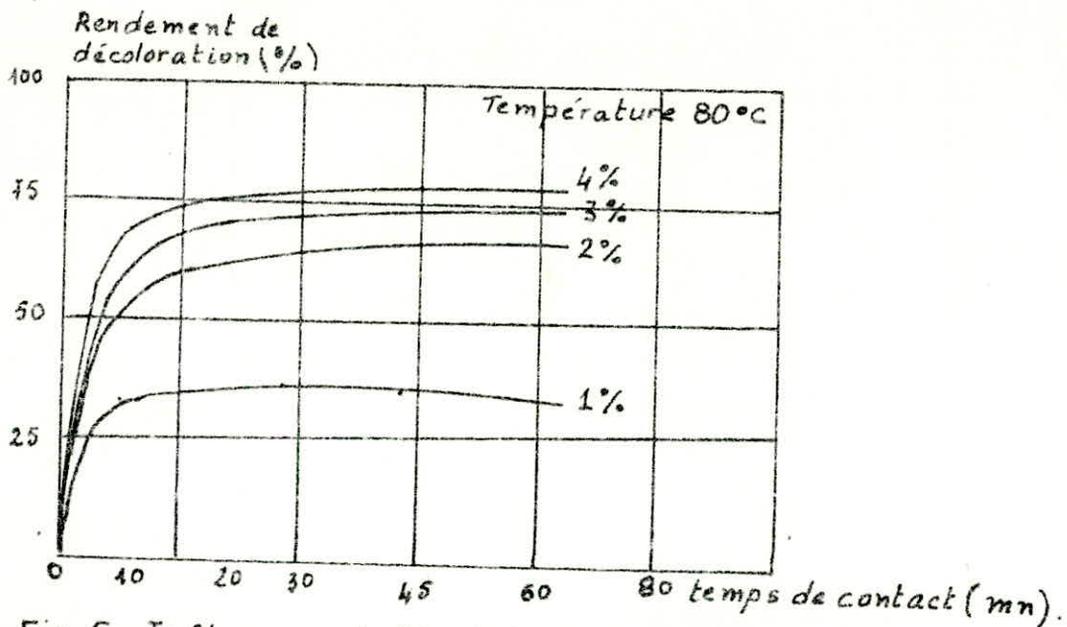


Fig. 5 Influence du % de terre sur le rendement de décoloration d'une huile neutre.

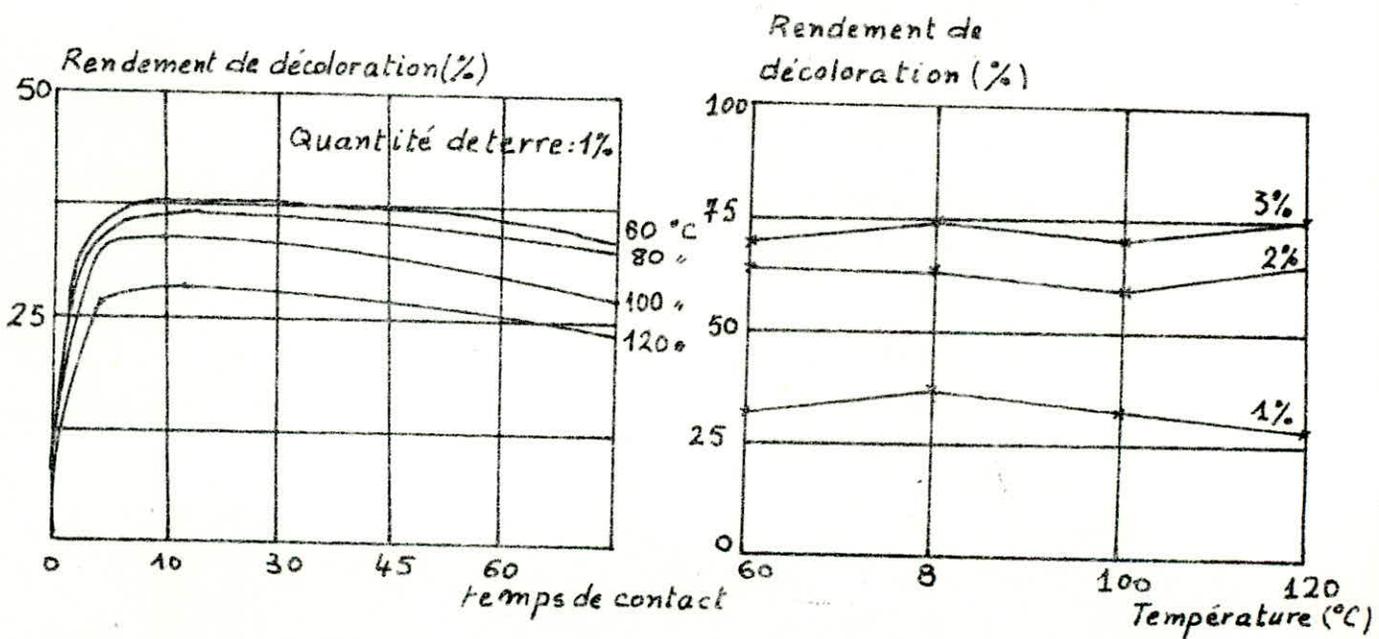


Fig. 6a Rendement de décoloration par 1% de terre d'une huile neutralisée en fonction du temps et à diverses températures.

Fig. 6b Influence de la température sur le rendement de décoloration d'une huile par des quantités croissantes de terre.

Fig. 6

Les vides ou interstices entre les différentes particules, qui représentent la porosité du milieu, forment des canaux tortueux de sections variables et irrégulières, présentant de nombreux points de communication entre eux ; le fluide est donc constamment accéléré et décéléré. En fait la perte de charge est constituée d'un terme de traînée et d'un terme d'énergie cinétique.

II -2-2- ANALYSE DE LA FILTRATION :

II -2-2-1- Vitesse de passage du fluide à travers le gâteau.

Le débit $\left(\frac{dv}{dt}\right)$ à travers la surface (A) du filtre a pour expression :

$$\frac{dv}{dt} = A \cdot V_0 \quad (1)$$

V_0 : vitesse de passage du liquide à travers le gâteau (ou vitesse spécifique).
Considérons un lit formé de particules de diamètre moyen D_p ; par analogie à l'écoulement dans un tube, on peut définir un facteur de friction par :

$$\frac{P_0 - P_1}{V_0} = \frac{L}{D_p} 4F$$

$P_0 - P_1 = \Delta P$: perte de charge

V_0 : vitesse superficielle (on l'appelle aussi vitesse spécifique).

L : largeur du lit.

En écoulement laminaire, les pertes d'énergie cinétique sont en général peu importantes par rapport aux pertes par friction. Pour cette raison, on propose le modèle suivant. On imagine que le lit est fait d'un tube de section variable et que l'écoulement obéit à la loi de Hagen-Poiseuille :

$$\langle V \rangle = \frac{(P_0 - P_1) D_e^2}{32 \mu L} \quad (2)$$

La vitesse moyenne $\langle V \rangle$ est reliée à la vitesse spécifique par la relation :

$$V_0 = \langle V \rangle \epsilon \quad (3)$$

le diamètre équivalent : $D_e = 4 \frac{S}{Z} = 4 \frac{\text{(Section de l'écoulement)}}{\text{(périmètre mouillé)}}$.

mais $\frac{S}{Z} = \frac{\text{volume disponible pour l'écoulement}}{\text{surface mouillée}}$.

$$\text{et } \frac{S}{Z} = \frac{\frac{\text{volume des vides}}{\text{volume du lit}}}{\frac{\text{surface mouillée}}{\text{volume du lit}}} = \frac{\epsilon}{a} \quad \text{donc } D_e = 4 \frac{\epsilon}{a} \quad (4)$$

où $\epsilon =$ fraction du vide = porosité.

La surface mouillée par unité de volume est reliée à la surface spécifique :

$$a = a_v (1 - \epsilon) \quad (5)$$

où $a_v =$ surface spécifique = $\frac{\text{surface des particules}}{\text{volume total des particules}}$.

La surface spécifique est reliée au diamètre des particules par la relation :

$$D_p = 6 / a_v \quad (6)$$

substituant les expressions (3), (4), (5) et (6) dans l'équation (2), on obtient :

$$V_o = \frac{(P_o - P_L) \varepsilon^3}{2 \mu L a_v^2} = \frac{(P_o - P_L) \varepsilon^3}{2 \mu L a_v (1 - \varepsilon)^2}$$

ou

$$V_o = \left(\frac{P_o - P_L}{L} \right) \frac{D_p^2}{72 \mu} \frac{\varepsilon^3}{(1 - \varepsilon)^2} \quad (7)$$

Le diamètre équivalent tel que défini est trop grand par rapport au diamètre effectif qui sert à l'écoulement ; une partie des vides n'est pas utilisée pour l'écoulement. Egalement le chemin parcouru est beaucoup plus long que L. Ainsi la formule théorique (7) a été corrigé à l'aide de données expérimentales :

$$V_o = \left(\frac{P_o - P_L}{L} \right) \frac{D_p^2}{150 \mu} \frac{\varepsilon^3}{(1 - \varepsilon)^2} \quad (8)$$

Cette formule s'appelle équation de Blake-Kozeny. Elle est valable si :

- 1) - $\varepsilon < 0,5$
- 2) - $\frac{D_p G_o}{(1 - \varepsilon)} / \mu < 10$ où $G_o = \rho V_o$: vitesse massique spécifique.

Comme de façon générale, les particules qui forment un gâteau sont très petites, l'écoulement pourra être considéré laminaire et l'équation de Blake-Kozeny peut s'appliquer.

Utilisant : $D_p = 6/a_v$, on obtient :

$$V_o = \frac{\Delta P}{L} \cdot \frac{36}{150 \mu a_v^2} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1 - \varepsilon)^2}$$

Le facteur 150 apparaît suite aux corrections empiriques ; comme il est un peu faible pour la plupart des procédés de filtration, on utilise généralement 180. L'équation peut donc s'écrire (compte tenu de la relation (1)) :

$$V_o = \frac{\Delta P}{5L \mu a_v^2} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1 - \varepsilon)^2} = \frac{1}{A} \cdot \left(\frac{dv}{dt} \right) \quad (9)$$

V_o : vitesse superficielle

L : épaisseur du gâteau

ε : porosité

a_v : surface spécifique

A : aire du gâteau

V : volume de filtrat recueilli

t : temps

$\frac{dv}{dt}$: taux de filtration

avant d'intégrer l'équation (9), il faut connaître la dépendance des termes :

ΔP , L , a_v et ε .

L'épaisseur du gâteau peut être reliée au volume de filtrat recueilli par un bilan de masse. $LA(1-\epsilon) \rho_s = (V + \epsilon LA) \rho \frac{W}{1-\omega}$ (10)

ρ_s = masse spécifique des particules solides

ρ = masse spécifique du filtrat

ω = fraction massique de solide dans la liqueur.

ϵLA = volume de filtrat retenu par le gâteau. A toutes fins pratiques, ce terme est négligeable par rapport à V et l'équation (9) devient :

$$\left(\frac{dv}{dt} \right) = \frac{\Delta P A^2}{\mu \alpha \omega V (1-\omega)} \quad (11)$$

où α : la résistance spécifique du gâteau qui est définie par :

$$\alpha = \frac{5(1-\epsilon) a_v^2}{\rho_s \epsilon^3} \quad (12)$$

La résistance spécifique du gâteau peut varier même si la perte de charge ΔP est gardée constante (cas d'une filtration à pression constante) à cause de variations possibles de la porosité ϵ et de la surface spécifique a_v .

ϵ peut varier à cause des variations des contraintes intérieures qui sont directement proportionnelles à $\Delta P/L$ où L est l'épaisseur du gâteau qui varie avec le temps.

De plus ϵ et a_v sont affectées par le degré de floculation des particules solides dans la liqueur. Ce degré de flocuration est fonction de la turbulence dans l'écoulement de l'alimentation et peut donc dépendre du débit de filtration. Si α ne varie pas en fonction de ΔP , alors le gâteau est dit incompressible.

Resistances additionnelles :

L'équation (11) ne tient pas compte des résistances suivantes :

- Résistance du médium filtrant (toile, tamis etc...)
- Résistance des diverses conduites.

Volume Fictif :

Le volume fictif V_f est défini comme le volume de filtrat nécessaire pour battre un gâteau fictif de résistance égale à la résistance des toiles filtrantes et des conduites.

Après correction empirique l'équation (11) devient :

$$\frac{dv}{dt} = \frac{A^2 \Delta P}{\alpha \mu \rho \omega (V + V_f) (1-\omega)} \quad (13)$$

où $W = \frac{\omega \rho}{(1-\omega)}$ représente le poids de solide dans la liqueur par unité de volume.

- Pour que la correction faite ait réellement un sens, il faut que la résistance additionnelle principale vienne des toiles filtrantes et que l'écoulement au travers des toiles soit du même type qu'au travers du gâteau.
- La résistance des toiles filtrantes peut varier considérablement au cours de l'opération de filtration. Initialement, les toiles étant propres, la résistance est faible ; mais à mesure que la filtration procède, les pores des toiles se bouchent et il en résulte une augmentation considérable de la résistance.

Aussi il ne faudra pas trop s'étonner du peu de précision avec laquelle on peut déterminer expérimentalement V_f .

II - 2-2-2- FILTRATION A DEBIT CONSTANT :

Soient α = résistance spécifique = constante.

$$\text{et } \frac{dv}{dt} = \text{constante} = \left(\frac{dv}{dt}\right)_c$$

Cette équation donne après intégration :

$$\frac{V + V_f}{t + t_f} = \left(\frac{dv}{dt}\right)_c \quad (14)$$

Le volume de filtrat varie donc linéairement avec le temps.

la relation (13) donne :

$$\Delta P = \frac{\rho \omega \mu \alpha}{A^2 (1 - \omega)} \cdot \left(\frac{dv}{dt}\right)_c \cdot (V + V_f) \quad (15)$$

Cette équation est de la forme :

$$\Delta P = C (V + V_f)$$

Or $(V + V_f)$ est donné par la relation (14) ; la relation (15) devient donc :

$$\Delta P = \frac{\rho \omega \mu \alpha}{A^2 (1 - \omega)} \left(\frac{dv}{dt}\right)_c^2 (t + t_f) \quad (16)$$

qui est de la forme :

$$P = K (t + t_f)$$

Les équations (15) et (16) nous indiquent que la perte de charge varie linéairement avec le filtrat recueilli et le temps.

Les constantes peuvent être déterminées des courbes de ΔP en fonction du volume ou du temps.

cas limite ; Si V et t sont grands par rapport à V_f et t_f

alors : $P = C.V$

et $P = K.t$

II -2-3- CONSIDERATIONS THEORIQUES SUR LA RETENTION D'UN LIQUIDE DANS UN GATEAU DE FILTRATION : (6)

a - Forces de rétention capillaire :

Si l'on considère qu'un gâteau est traversé par des pores de diamètre d_p constant et initialement remplis de liquide de masse volumique ρ et de tension superficielle σ , la force de succion capillaire est égale à :

$$F = \sigma d_p \cos \theta$$

La valeur de $\cos \theta$ est égale à l'unité dans le cas d'un mouillage total et la pression correspondante vaut alors :

$$\Delta P = \frac{4\sigma}{d_p}$$

Nous remarquons que cette pression est indépendante de la viscosité du fluide. Ceci a été prouvé dans le cas de la rétention de l'eau dans un gâteau de particules de verre.

Les forces de pesanteur sont souvent négligeables par rapport aux forces capillaires. L'élimination du liquide interstitiel doit nécessairement s'effectuer par certaines techniques.

La rétention de l'huile dans les terres décolorantes, après filtration, s'échelonne entre 40 à 60% des terres mises en oeuvre et parfois même plus. Les techniques utilisées pour récupérer partiellement cette huile avant la vidange du filtre sont basées sur l'utilisation d'un fluide, gazeux ou liquide, "POUSSANT" l'huile hors des pores du gâteau.

- Une première technique fait appel à des gaz inertes tels que l'azote ou le dioxyde de carbone mais elle est peu pratiquée ; l'huile résiduelle dans le gâteau après passage du gaz est de l'ordre de 30% .
- En remplaçant le gaz inerte par de la vapeur d'eau, on peut atteindre une teneur en huile d'environ 25% .
- Une troisième technique consiste en une circulation en circuit fermé de l'eau à 95° C pour donner un gâteau dont la teneur en huile peut être de l'ordre de 15% .
- Un dernier système est basé sur l'utilisation d'un solvant à la place de l'eau et le gâteau de terres décolorantes ne renferme plus que 4 à 5% à la fin de son extraction.

b - L'équation du débit de filtration :

On a vu que l'équation générale de la filtration s'écrit :

$$\frac{dv}{dt} = \frac{A \cdot B_c}{\mu} \cdot \frac{\Delta P}{L} \quad (17)$$

A : Surface de filtration

B_c : Perméabilité au liquide lorsque tous les pores du gâteau sont remplis de ce liquide.

μ : viscosité dynamique du liquide.

$\frac{dv}{dt}$: débit instantané

Bo est défini suivant l'équation de KOZENY-CARMAN comme suit :

$$BO = \frac{1}{h_k \cdot a_v^2} \cdot \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2} \quad (18)$$

ϵ : porosité du gâteau.

a_v : surface spécifique par unité de volume du solide.

h_k : constante de KOZENY-CARMAN ($h_k = 5$ pour des milieux poreux de texture uniforme et pour une porosité inférieure à 0,7 - 0,8).

Le gaz qui passe dans le gâteau, va pousser devant lui le liquide "capillaire" et à un moment donné le pore traversé sera "vidé". Le débit liquide ($\frac{dv}{dt}$) qui en sera donc diminué peut être calculé en remplaçant dans l'équation (17) BO par B_1 défini par la relation suivante :

$$B_1 = BO \cdot He^n \quad (19)$$

He : saturation effective du gâteau, définie par le rapport du volume du liquide mobile dans le gâteau au cours de son élimination à la somme du volume de ce liquide mobile et du volume de gaz contenu dans les pores.

n : exposant qui varie avec les dimensions des particules. La saturation est définie par le rapport entre le volume des pores occupé par le liquide et le volume total des pores. Elle est égale à l'unité lorsque tous les pores sont remplis et égale à zéro dans le cas d'un gâteau anhydre.

La saturation résiduelle (H_r) est le rapport entre le volume de liquide non éliminable et le volume total des pores.

c - Equation de la saturation résiduelle :

L'expérience a montré que la saturation résiduelle est une fonction de la perméabilité BO, de la tension superficielle σ du liquide ainsi que du gradient de pression hydraulique $\frac{\Delta P}{L}$. Le résultat d'une analyse dimensionnelle de ces trois paramètres a donné la combinaison suivante :

$$Nc = \frac{BO}{\sigma \cos \epsilon} \cdot \left(\frac{\Delta P}{L} \right)$$

Nc : nombre de capillarité qui exprime le rapport entre les forces poussant le fluide à travers le gâteau et les forces de rétention du fluide qui tendent à l'y maintenir.

expérimentalement, on constate une relation du type :

$$H_r = K \cdot Nc^{-n'} \quad (20)$$

où $K = 0,025$
 $n' = 0,264$ } Pour des gâteaux de filtration d'une épaisseur inférieure à 5 cm.

II -2-4- RETENTION DE L'HUILE VEGETALE DANS LES GÂTEAUX DE TERRES DECOLORANTES :

Les principaux paramètres qui influent sur la rétention de l'huile dans les gâteaux de terres décolorantes sont :

a - L'acidité de la terre décolorante :

Fahn et Fenderl ont pu conclure d'après leurs travaux que la rétention de l'huile augmente avec l'acidité de la terre. [6]

b - La granulométrie de la terre décolorante :

Lorsque la dimension des particules augmente, la rétention de l'huile diminue. voir (Fig.7).

c - La teneur en eau de l'huile et l'humidité de la terre :

- Dans le cas d'une huile renfermant 0,06% d'eau et d'une terre anhydre, la rétention de l'huile est peu influencée ; elle est légèrement supérieure à celle qui est donnée par une huile contenant de l'eau (0,06%) et une terre humide (10% d'eau).

- Dans le cas d'une huile anhydre et d'une terre humide (10% d'eau), la rétention est plus faible (-15%). voir tableau (Fig.8).

Les propriétés chimiques des terres A et B sont regroupées dans le tableau suivant :

type de terre	Acidité (1)	PH (2)
A	0,9	5,5
B	1,4	4

(1) l'acidité est exprimée en ml de NaOH 0,01 N par g de terre.

(2) le PH est déterminé après dispersion d'un g de terre dans 10 ml d'eau distillée.

Après avoir passé en revue les paramètres qui influent sur la décoloration et la rétention de l'huile, il s'agit à présent de faire un choix judicieux des conditions opératoires.

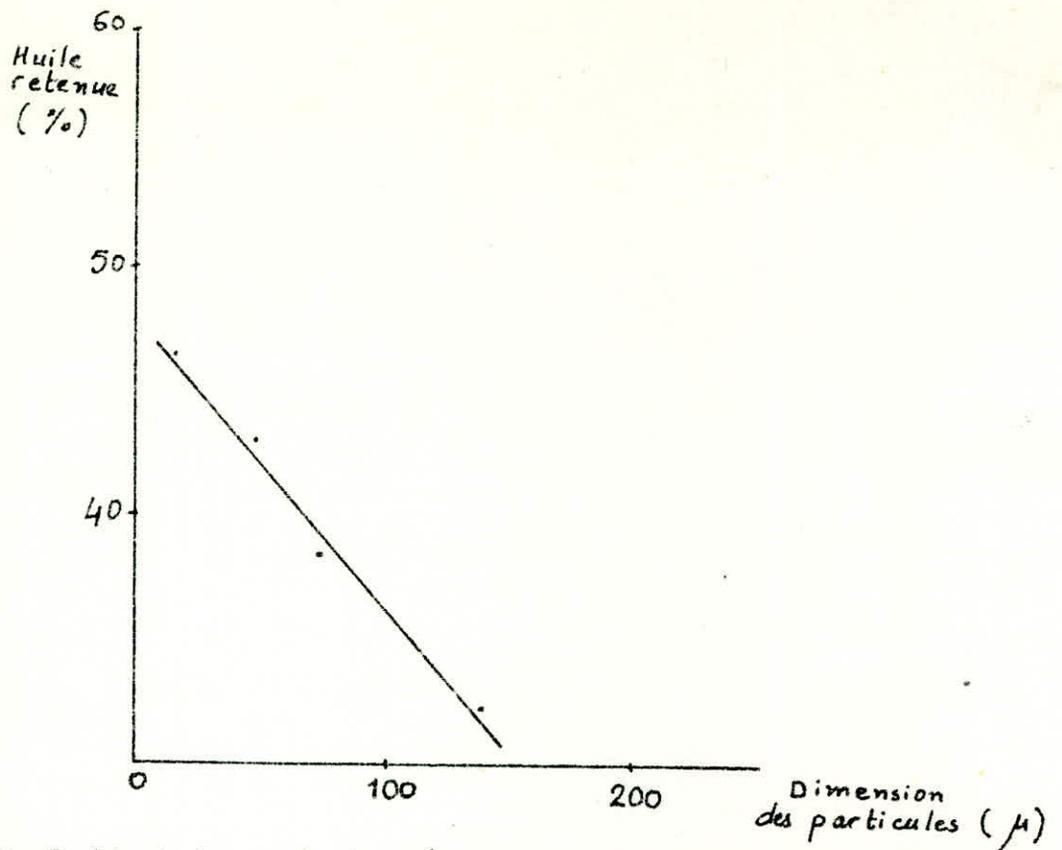


Fig. 7 Variation de la rétention de l'huile en fonction des différentes fractions granulométrique de la terre B.

Teneur en eau de l'huile (%)	Huile retenue	
	Terre A anhydre	Terre A 10% d'eau
0	41,25	34,52
0.06	42,40	41,98

Fig. 8 Influence de la teneur en eau de l'huile sur la rétention de l'huile lors de l'emploi de la terre A.

CONCLUSION

La synthèse bibliographique qui vient d'être effectuée n'est pas exhaustive; nous pensons avoir rapporté l'essentiel de ce qui a été fait au sujet de la decoloration des huiles alimentaires par adsorption sur des terres activées. On a relevé le grand nombre de paramètres dont dépend cette opération (paramètres relatifs à l'huile elle-même , à l'agent adsorbant et aux conditions opératoires).

En ce qui concerne la rétention de l'huile dans les gâteaux de terres décolorantes, la littérature est très rare. Nous n'avons trouvé qu'une seule étude sur ce sujet: mais dans leur papier (cf. II-2-4) les auteurs présentent d'un côté une relation qui donne la quantité d'huile retenue dans ce type de gâteau , de l'autre des résultats expérimentaux dans différentes conditions. (Propres à l'huile, à la terre et à l'opération elle même). Ils ne mettent pas à l'épreuve leurs relations théoriques ou semi-empiriques en comparant les résultats qu'elles proposent aux valeurs obtenues d'après les mesures expérimentales. Ils n'en testent pas la validité. Aussi, ne fournissent-ils aucune explication aux résultats obtenus.

III - ETUDE EXPERIMENTALE

Dans le cadre de ce projet, nous ne pouvons faire qu'une étude expérimentale assez restreinte. Nous devons fixer le choix des paramètres, à faire varier en vue d'en étudier l'influence sur la rétention (et la décoloration éventuellement). Nous avons préféré travailler sur des appareils à l'échelle semi-pilote pour pouvoir étudier la compressibilité du gâteau de filtration (ce que nous ne pouvons pas avoir au laboratoire).

Ce travail est effectué en relation avec l'U.P.5. de la S.O.G.E.D.I.A. Nous choisissons de faire tous nos essais de décoloration à la température (80°C), avec une durée de (30 Mn) et sous une pression de (400 mm Hg) qui représentent les conditions opératoires utilisées pour la fabrication de l'huile à l'U.P.5. Nous chercherons à filtrer la liqueur (huile + terre à la pression de fonctionnement de cette unité de production (4 bar). Le séchage des gâteaux de terre décolorante sera effectué pour la même raison, à l'air comprimé. En conséquence le but de notre étude expérimentale sera de mettre en évidence l'influence, sur la rétention d'huile dans les gâteaux de terre décolorantes et sur la décoloration en même temps, des facteurs suivants :

Température de filtration, pourcentage de terre activée utilisé, et aussi humidité de la terre et son acidité, compte tenu de ce que nous savons déjà ()

III - 1- Les conditions opératoires.

La liste des manipulations que nous avons effectuées et les conditions opératoires correspondantes, sont résumées dans le tableau suivant :

N°	C.O	T E R R E		HUILE COMPOSITION	DECOLORATION			FILTRATION			
		% A	% H.		% Terre	T (°C)	t (mn)	P (mmHg)	T (°C)	Nbre de cadres	Tp. séché
M 1			13,5	3	40 % COLZA + 60 % tournesol	82	30	400	40	4	2,5
M 2			"	2	"	81	30	300	40	4	2,5
M 3			"	1	"	81	30	400	40	3	2,5
M 4			"	4	"	82	"	-	-	-	-
M 5			"	3	100 % COLZA	82	"	400	40	5	4
M 6			"	"	"	80	"	"	"	"	"
M 7			"	"	"	81	"	"	30	"	"
M 8			0	"	"	82	"	"	40	"	"
M 9			0	"	"	"	"	"	"	"	"

A: acidité
H: humidité

III-2-Appareillage.

III-2-1-Décoloration:

Comme il est nécessaire de travailler sous vide (ou en atmosphère inerte) et de façon isotherme, au cours de la décoloration de l'huile, nous avons utilisé un réacteur discontinu pilote.

Les éléments de cette unité qui nous ont été utiles (fig.) sont:

- Le réacteur (1) qui a un diamètre de 450 mm. Sa forme cylindrique permet une agitation efficace;
 - La cuve, avec double enveloppe est émaillée. Son volume nominal est de 63 litres (le volume total étant de 76 litres)
- Le robinet (2) situé au fond de la cuve permet la prise d'échantillons au cours de la décoloration.
- Le couvercle en verre (3) permet l'introduction de la terre activée dans le réacteur.
- L'agitateur à turbine P.T.F.E. (4) a une vitesse réglable de 155 à 775 trs/mn.
 - Le chauffage qui est réalisé par une circulation d'huile caloporteuse dans la jaquette de la cuve; la température du milieu réactionnel est régulée par action proportionnelle et intégrale.

Un groupe de vide permet de maintenir la pression désirée dans le réacteur; ce groupe et une bouteille d'azote sont reliés à l'unité par le montage (8) qui permet de créer le vide ou une atmosphère inerte dans la cuve, ou encore de la relier à l'atmosphère.

III-2-2-Filtration:

L'unité de filtration utilisée est destinée à l'étude des opérations sur filtre-presse en fonction de la température; de la pression de la formation d'une précouche et de l'emploi d'adjuvant de filtration (fig.)

1- Le filtre-presse : a une ossature en acier mécano-soudé sur laquelle on dispose alternativement les cadres, les toiles filtrantes et les plaques. Le serrage de l'ensemble est réalisé à l'aide d'un verrin hydraulique.

On dispose de 2 jeux d'éléments constitués chacun de:

- 1 plaque de tête
- 9 plaques intermédiaires
- 1 plaque de queue
- 10 cadres

Les plaques sont intercalées comme suit:

1 plaque de type filtrant, 1 cadre, 1 plaque de type filtrant etc...

On choisit le nombre d'éléments que l'on utilise de façon à disposer de la surface filtrante nécessaire pour l'essai que l'on effectue

- Le jeu N°1 est en bois exotique (Niangon),
- Le jeu N°2 est en aluminium.

Ces éléments sont prévus pour une filtration de type fermé:

l'écoulement du filtrat se fait à une seule extrémité de l'appareil.

Le filtre repose sur un chassis et a une hauteur commode pour les manipulation. Il est fourni avec un jeu de toiles en coton et un jeu de toiles en tissu synthétique (polypropylène)

2-Sur une platine au niveau du sol et autour du filtre-presse sont montés;

- 1 bac de 50 litres environ en acier inoxydable équipé d'une agitation pour la préparation de la solution d'adjuvant.

- Une pompe centrifuge(17) pour le transfert de cette solution.

- Un bac de 30 litres environ en acier inoxydable équipé :

.d'une agitation pour l'homogénéisation (22) de la liqueur à filtrer.

.d'un thermoplongeur électrique régulé par thermostat pour chauffage de cette liqueur.

.d'un thermomètre pour mesurer la température(21)

- Une pompe volumétrique(16) pour l'alimentation du filtre -presse avec liqueur à filtrer. Cette pompe est équipée d'un by-pass (7) pour le réglage de la pression de refoulement.

- Un bac de 50 litres environ en acier inoxydable pour recueillir le filtrat.

La liaison des éléments entre eux est faite par les canalisations en acier inoxydable. Celles-ci sont équipées de la robinetterie nécessaire (vannes, clapets etc...) et d'un débitmètre placé à la sortie du filtrat.

-Un coffret de commande :discontracteurs, boutons de télécommande etc...)

Quelques améliorations ont été apportées au niveau du bac contenant la liqueur:

. Nous avons placé un serpentin pour un refroidissement plus rapide de la liqueur.

. L'agitateur tel qu'il nous a été livré n'assurait pas une agitation parfaite et une bonne homogénéisation de la liqueur (à cause de sa grande viscosité) : nous l'avons donc remplacé par une tige munie de deux hélices marines afin de réaliser les essais de décoloration, filtration sur cet appareillage nous avons mis au point un certain protocole opératoire.

III-3- Mode opératoire

III-3-1- Décoloration

Avant chaque manipulation il faut fermer le robinet de fond de cuve.

Le couvercle en verre étant ouvert ; on introduit l'huile brute (neutralisée et séchée) dans le réacteur.

Quand l'appareil est mis en marche/

1) On met le bouton "KLAKON" sur "ARRÊT" et le bouton "GENERAL" sur "MARCHÉ" la lampe rouge du bouton "KLAKON" et la lampe verte du bouton "GENERAL" s'allument.

2) On ouvre le robinet d'eau pour alimenter les serpentins; la lampe rouge "KLAKON" s'éteint. On met alors le bouton correspondant sur "MARCHÉ".

3) On met en marche le compresseur.

4) On ouvre la vanne jusqu'à 1,2 (alimentation de l'huile chauffante).

5) On ouvre la vanne de la solution d'adjuvant (à l'aide du bouton "ADJUVANT").

6) On ouvre la vanne de la solution de décoloration (à l'aide du bouton "DÉCOLORATION").

7) On ouvre la vanne de la solution de filtration (à l'aide du bouton "FILTRATION").

- 5) On fixe la consigne de température sur 30 ° C à l'aide de l'aiguille rouge . On met le bouton de régulation sur "MANUEL".
 - 6) On met en marche le chauffage de l'huile caloporteuse et on règle la consigne de chauffe à 100° C.
 - 7) On ferme le couvercle en verre (3).
 - 8) On ferme toutes les vannes qui font rentrer de l'air dans le réacteur.
 - 9) On ouvre la vanne qui communique avec le système , c'est à dire qui permet l'introduction d'azote ou la création du vide dans le réacteur.
 - 10) On ouvre le robinet du vide et on ferme ceux de l'azote et de l'air.
 - 11) On met en marche le groupe de vide, et on fixe la pression à 400 mm de mercure.
 - 12) Quand la température indiquée est 75 ° C, on branche la régulation automatique.
 - 13) Lorsque la température désirée est atteinte, on casse le vide en ouvrant le robinet d'azote.
 - 14) On prélève un échantillon d'huile par le robinet de fond de cuve(2),
 - 15) On ouvre le couvercle en verre (3), et on introduit la terre dans le réacteur(1), on déclanche à ce moment le chronomètre . Le couvercle (3) est refermer aussitôt.
 - 16) On ferme le robinet d'azote et on ouvre celui du vide (8).
 - 17) On prend 6 échantillons environ au cours de la décoloration ; pour cela il faudra ouvrir et fermer à chaque fois le robinet d'azote et celui du vide(8).
 - 18) Au bout de 30 mn on arrête la chauffe et on débranche la régulation de température.
 - 19) Pendant le refroidissement de l'huile , on prélève encore quelques échantillons.
 - 20) Lorsque la température désirée est atteinte (45° C généralement), on arrête le vide et on ouvre le robinet d'air. On soutire alors la liqueur (huile + terre) prête à être filtrée.
- Le réacteur est lavé avec de l'eau savonneuse après chaque opération.

III- 3-2- Filtration

Pendant le refroidissement de l'huile dans le réacteur, on place les toiles en coton sur les plaques. Il faut vérifier que les orifices des plateaux et cadres sont bien en face et se trouvent dans le même prolongement.

On serre le filtre -presse et on procède comme suit :

- 1) On branche le courant électrique en mettant le commutateur "GENERAL" sur "MARCHE".
- 2) Dès que la liqueur est placée dans le bac "Suspension" On met en marche

l'agitation (22) en plaçant le bouton agitateur 1 en marche, la lampe témoin rouge s'allume). Ceci évite la décantation de la terre au fond du bac.

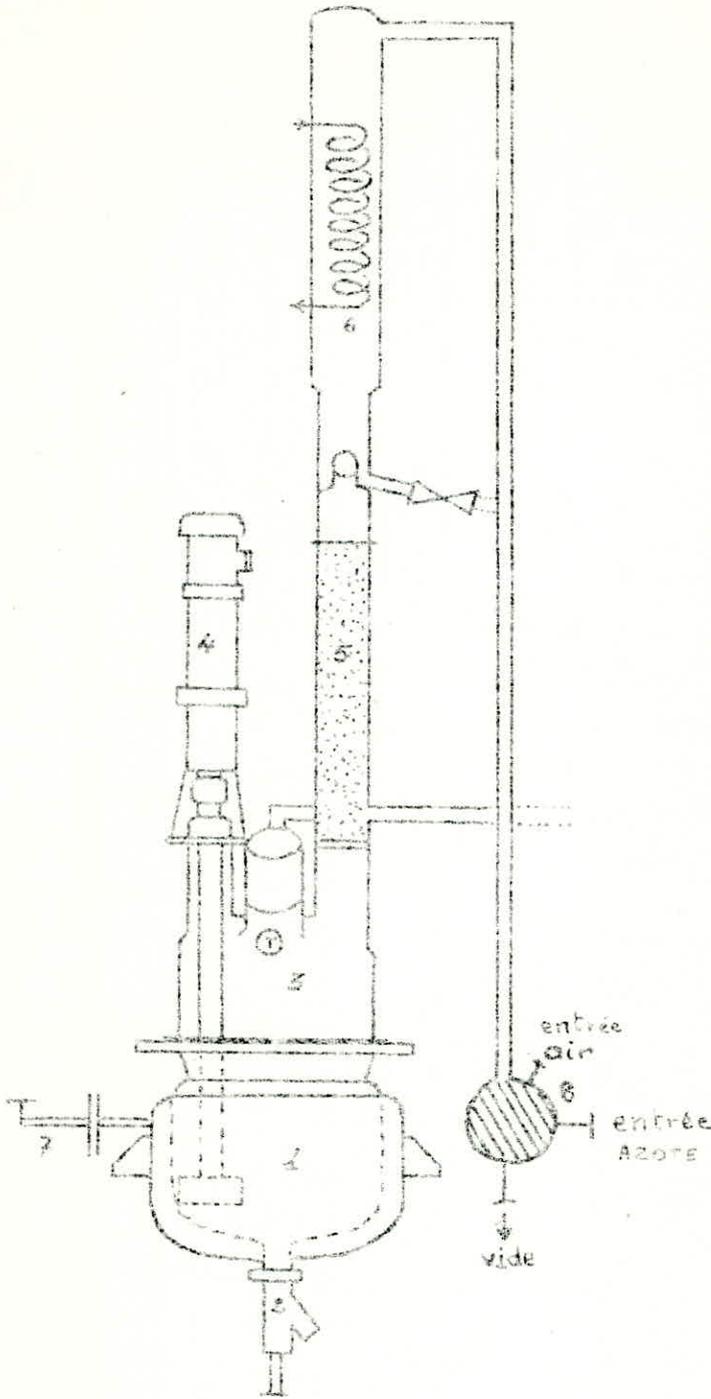
- 3) On met le bouton "thetmoplonneur" sur marche et on fixe la température désirée.
- 4) On ouvre le ribinet d'eau qui alimente le serpentin (24) quand un refroidissement est nécessaire.
- 5) Quand la température désirée est atteinte, on met le bouton pompe P.C.M.(16) sur "MARCHE" après avoir ouvert le by-pass(7) pour réglage de la pression de refoulement et la vanne (15) de sortie de la suspension.
- 6) Au bout de dix minutes, on ouvre la vanne(1) d'alimentation du filtre et on ferme le by-pass. On ouvre aussi les vannes (4) et (5) de sortie du filtrat. Pour que l'huile passe dans le débitmètre (19), on ferme le by-pass (7) qui est situé en parallèle, ce qui nous donne une lecture directe du débit. Toutes les autres vannes restent fermées.
- 7) Dès que la bille du débitmètre (19) se déplace, c'est à dire dès que le filtrat commence à couler, on déclanche le chronomètre. Nous relevons les valeurs de la pression en amont du filtre en fonction du temps. Nous effectuons aussi quelques mesures directes du débit pour vérifier s'il ne varie pas.

L'appareil est nettoyé après chaque opération.

Quand le bac contenant la liqueur est complètement vidé, on laisse la pompe (16) en marche pendant 15 mn pour éliminer le maximum d'huile contenue dans les plaques, cadres et canalisations.

Cette opération terminée on procède à un séchage du gâteau. Pour cela on ferme la vanne (1) d'entrée de la liqueur, et on ouvre la vanne (3) d'entrée d'air comprimé, les vannes de sortie du filtrat (4) et (5) restent ouvertes. Le temps de séchage est de 4 heures, (la pression d'air comprimé est de 1,5 bar).

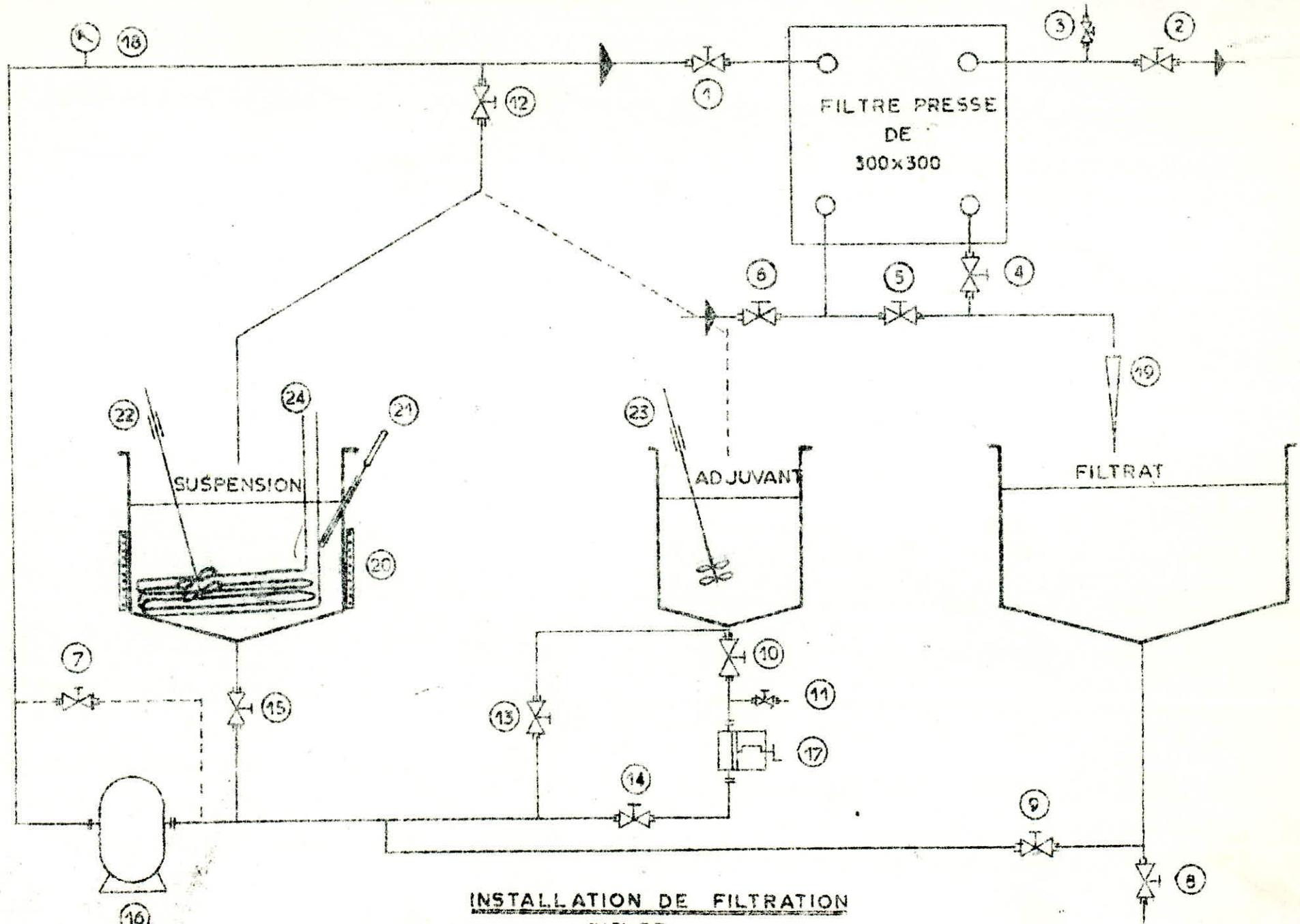
reacteur en acier vitrifié



1. Réacteur en acier vitrifié
2. Robinet fond de cuve
3. Couvercle verre
4. Agitation
5. Colonne avec garnissage
6. Condenseur
8. système d'entrée des gaz

FIGURE

-29-



INSTALLATION DE FILTRATION
FIGURE --

NOMENCLATURE

Rep.	Désignation
1	Alimentation filtre
2	Sortie lavage
3	Séchage air comprimé
4	Sortie filtrat (lavé)
5	Sortie filtrat (laveur)
6	Entrée lavage
7	By-pass
8	Evacuation filtrat
9	Retour filtrat sur bac suspension (recyclage) ou sur le bac d'adjuvant (remplissage).
10	Alimentation pompe doseuse
11	Air comprimé
12	Recyclage précouche ou suspension
13	précouche
14	Alluvionnage
15	Sortie suspension
16	Pompe filtration
17	Pompe doseuse
18	Contrôle de pression
19	Debimètre
20	Ceinture chauffante
21	Contrôle de température
22	Agitateur suspension
23	Agitateur précouché
24	Serpentin de refroidissement

III - ~~33~~ MESURES ET ANALYSES :

III ~~3~~ 4-1- Couleur de l'huile :

La mesure de la couleur des échantillons d'huile que nous prenons au cours de la décoloration et du refroidissement a été effectuée à la S.O.G.E.D.I.A. (U.P.G.) à l'aide de verres lovibond. C'est une méthode de mesure qui réalise l'égalité de sensation colorée par superposition de filtres colorés, additifs (rouge, jaune et bleu). La transformation complète d'une couleur Lovibond globale en valeurs tuchromatiques (brillance) est alors faite en ayant recours à des abaques ().

III ~~3~~ 4-2- Rétention d'huile dans les gâteaux de terre décolorante :

La mesure de la rétention d'huile dans les gâteaux de filtration est faite par extraction en Soxhlet. On emplit une cartouche avec une masse de terre variant de 10 à 20g et on extrait pendant 4 heures, le solvant utilisé étant l'héxane. L'extraction est suivie d'une distillation de l'héxane (pendant 4 heures) puis d'un séchage de l'huile.

III ~~3~~ 4-3- Acidité :

Cette analyse consiste à doser la quantité d'acides gras libres présents dans l'huile ; c'est un témoin du degré d'altération de l'huile.

L'huile est mélangée avec de l'alcool neutralisé par de la soude N/10. Le mélange est titré avec la même solution de soude.

III ~~3~~ 4-4- Humidité de l'huile :

Une certaine quantité d'huile humide est pesée, puis placée à l'étuve réglée à 103°C pendant 30 Mn. Après refroidissement dans un dessiccateur, elle est de nouveau pesée. Le pourcentage d'humidité est déduit de la différence de poids relevée. Tout comme l'acidité, l'humidité est faite avant et après la décoloration.

III ~~3~~ 4-5- Indice de peroxyde de l'huile :

L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. On ajoute à l'huile (2g), 25 ml d'un mélange (3 parties acide acétique + 2 parties chloroforme) et 1 ml d'une solution saturée d'iodure de potassium. On agite le mélange, on le laisse reposer à l'obscurité pendant 5mn puis on reprend par 75ml d'eau distillée.

L'iode libérée est titrée par une solution de thiosulfate N/100 en présence d'amidon. Cette analyse se fait après la décoloration.

III 33-6- Traces de savon dans l'huile :

On ajoute à 40g d'huile placés dans une ampoule à décanter, 50ml d'une solution (97ml acétone + 3ml eau) précédemment neutralisée par l'acide chlorhydrique N/100. L'une des deux phases qui se forment (la phase huileuse) est reprise dans une autre ampoule à décanter avec 50ml de la solution (acétone + eau). Les deux phases acétoniques rassemblées sont ensuite titrées par l'acide chlorhydrique N/100. L'analyse se fait après décoloration.

III 33-7- Autres mesures :

Au cours des manipulations nous faisons également des mesures de viscosité de l'huile, d'épaisseur des gâteaux...

Préparation de la terre séchée:

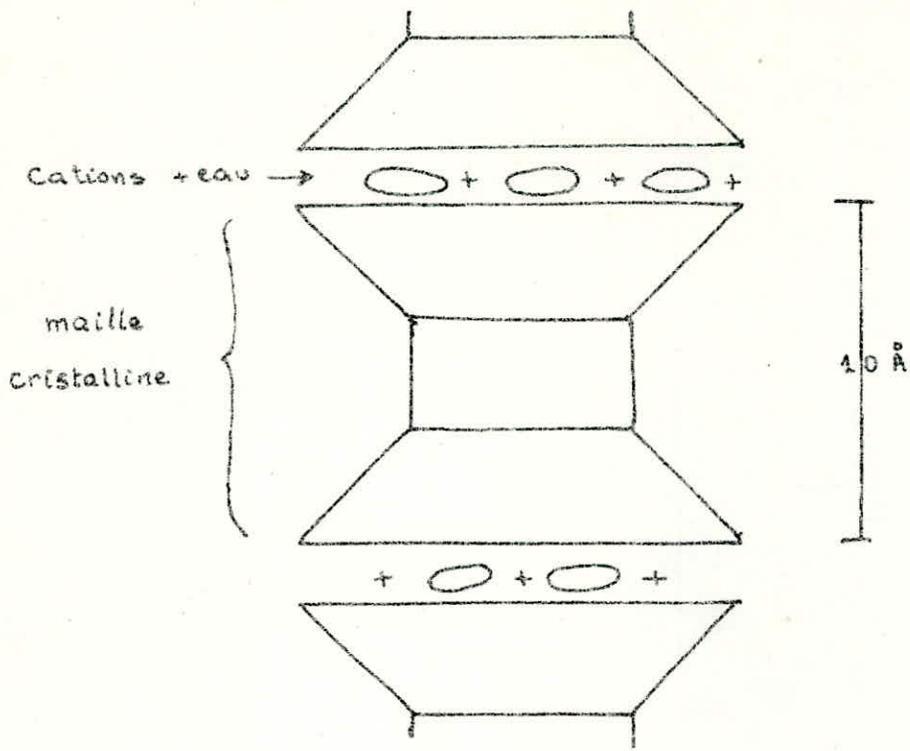
La terre est séchée à l'étuve à une température de 240 ° C pendant 2 heures; ensuite elle est refroidie dans un dessicateur. Cette température correspond à la deuxième déshydratation de la terre (voir fig.).

Préparation de la terre séchée et acidulée:

La terre est mise en contact avec l'acide chlorhydrique 5 N et est portée à l'ébullition pendant 4 heures . Après filtration sur büchner, les terres sont lavées à 2 reprises sous forte agitation dans une grande quantité d'eau de façon à éliminer l'excès d'acidité. Nous prenons 10 volumes d'eau pour 1 volume de terre. Le lavage se fait à 20 °C pendant $\frac{1}{2}$ heure; il est suivi d'une filtration sur büchner . Les terres ainsi récupérées sont séchées à l' étuve à 135 ° C puis broyées dans un mortier. Après broyage elles sont séchées de nouveau à 135° C et enfin refroidies dans un dessicateur.

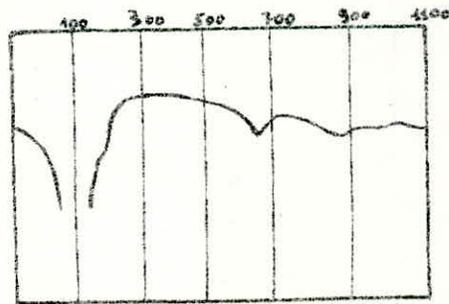
Remarque: Comme la durée de filtration sur büchner était trop grande, la terre est restée au contact de l'acide une nuit entière.

Nous ne devons pas aller au-delà d'une température de 250°C pour le séchage de la terre décolorante, car à cette température, sa structure cristalline est détruite.



Structure de la bentonite

fig.



Smectite Nagnia

Courbe thermique différentielle.
(A.T.D.)

fig.

III-4 Résultats expérimentaux.

Les résultats expérimentaux de décoloration et de filtration obtenus par mesures directes ou après calculs sont reportés dans les tableaux 1 à 18 et sur les courbes fig. à .

Le tableau suivant indique les courbes et tableaux correspondants à chaque manipulation.

MANIP.	DÉCOLORATION		FILTRATION	
	N° tableau	courbe	N° tableau	courbe
M1	1	11	10	fig 14
M2	2	11	11	fig 15
M3	3	11	12	fig 16
M4	4	11	---	-
M5	5		13	fig 17
M6	6	12	14	fig 18
M7	7		15	fig 19
M8	8	12	16	fig 20
M9	9	12	17	fig 21

D'après ce qui a été dit dans la revue bibliographique nous pouvons déjà prévoir certains résultats :

- 1) quand le pourcentage de terre augmente, la surface spécifique de la terre est plus importante et par conséquent le pouvoir décolorant augmente. D'autre part ; les particules qui sont proches de la paroi filtrante sont plus tassées (à cause de la pression mécanique) , la porosité diminue et il en est de même pour la quantité d'huile se trouvant dans les interstices.
- 2) Pour la terre humide, les pores des particules contiennent déjà un certain pourcentage d'eau, l'huile va donc occuper le volume libre des pores . Mais pour une terre séchée, les pores seront entièrement remplis d'huile; il faudra donc s'attendre à ce que la rétention d'huile soit plus grande pour une terre séchée.
- 3) Quand la terre est acidulée par les protons H^+ , certains constituants de l'espace interfollaire sont remplacés par des protons H^+ . L'adsorption des pigments s'en trouve ainsi améliorée.

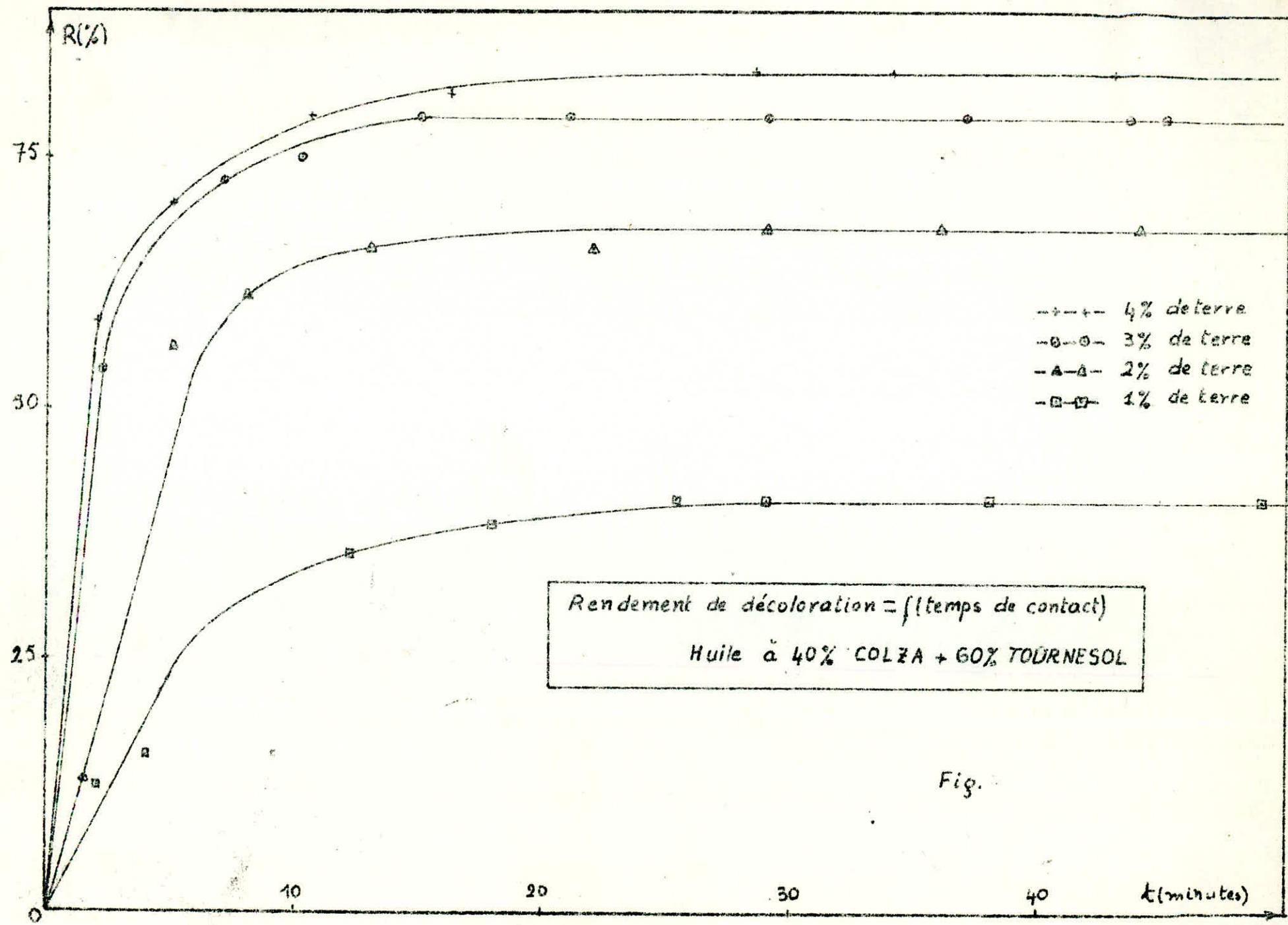
TABLEAU DES RESULTATS D'ANALYSES

Analyse N° Manip.	Huile brute séchée lavée			Huile décolorée et filtrée						Gâteau	
	C _i	% H	% A	C _f	$\frac{x}{m}$	% H	% A	T.S.	I.P.	L	% Re
M1	22,18	0,37	0,19	4,58	5,86	0,47	0,17	15,2	4,75	2,3	22,34
M2	22,18	0,37	0,19	7,06	7,56	0,49	0,16	10,7	6,12	1,7	23,20
M3	22,18	0,37	0,19	13,08	9,10	0,45	0,15	9,8	7,25	1	21,50
M4	22,18	0,37	0,19	3,62	4,64	-	-	-	-	-	-
M5	33,72	0,5	0,47	12,49	7,07	0,92	0,19	7,6	4,25	2,3	21,07
M6	33,72	0,5	0,47	11,92	7,26	0,94	0,19	7,6	3,95	2,2	21,08
M7	33,72	0,5	0,47	13,1	6,87	0,90	0,20	7,6	4,75	2	24,23
M8	33,72	0,5	0,47	9,96	7,92	0,01	0,21	7,6	5,12	2,2	27,41
M9	32,79	0,42	0,42	7,57	8,40	0	0,23	7,6	5,6	0,5	33,93

C_i : couleur initiale de l'huile
 C_f : couleur finale de l'huile
 A : acidité (en acide oleique)
 H : humidité
 T.S. : traces de savon (en oléate de sodium)
 I.P. : indice de peroxyde (en m.éq/kg).
 L : épaisseur du gâteau (en mm).
 Re : rétention d'huile.

Manipulation	$K (g/cm^2s)$	$K \cdot t_f (g/cm^2)$	$t_f (s)$	$A (cm^2)$	$\left(\frac{dV}{dt}\right)_c (cm^3/s)$	w	$\alpha (cm/g)$	$a_v (cm^3)$	$dp (cm)$
M_1	4,59	1019,70	222	4580,4	25	0,03	$1,82 \cdot 10^7$	1123,4	0,0053
M_2	2,34	1142,06	488	4580,4	25	0,02	$1,40 \cdot 10^7$	985,3	0,0061
M_3	1,32	917,73	695	3435,3	25	0,01	$0,90 \cdot 10^7$	790,0	0,0076
M_4	2,14	1111,47	519	5725,5	25	0,03	$1,24 \cdot 10^7$	927,3	0,0065
M_5	2,55	1172,65	460	5725,5	25	0,03	$1,48 \cdot 10^7$	1013,0	0,0060
M_7	3,67	1091,08	297	5725,5	23,8	0,03	$1,69 \cdot 10^7$	1082,5	0,0055
M_8	1,53	1142,06	746	5725,5	24,4	0,03	$0,93 \cdot 10^7$	803,0	0,0075
M_9	0,31	1091,08	3519	5725,5	25	0,03	$0,18 \cdot 10^7$	353,3	0,0170

TABEAU : RESULTATS DE FILTRATION .



Rendement de décoloration = f(temps de contact)
 Huile à 40% COLZA + 60% TOURNESOL

Fig.

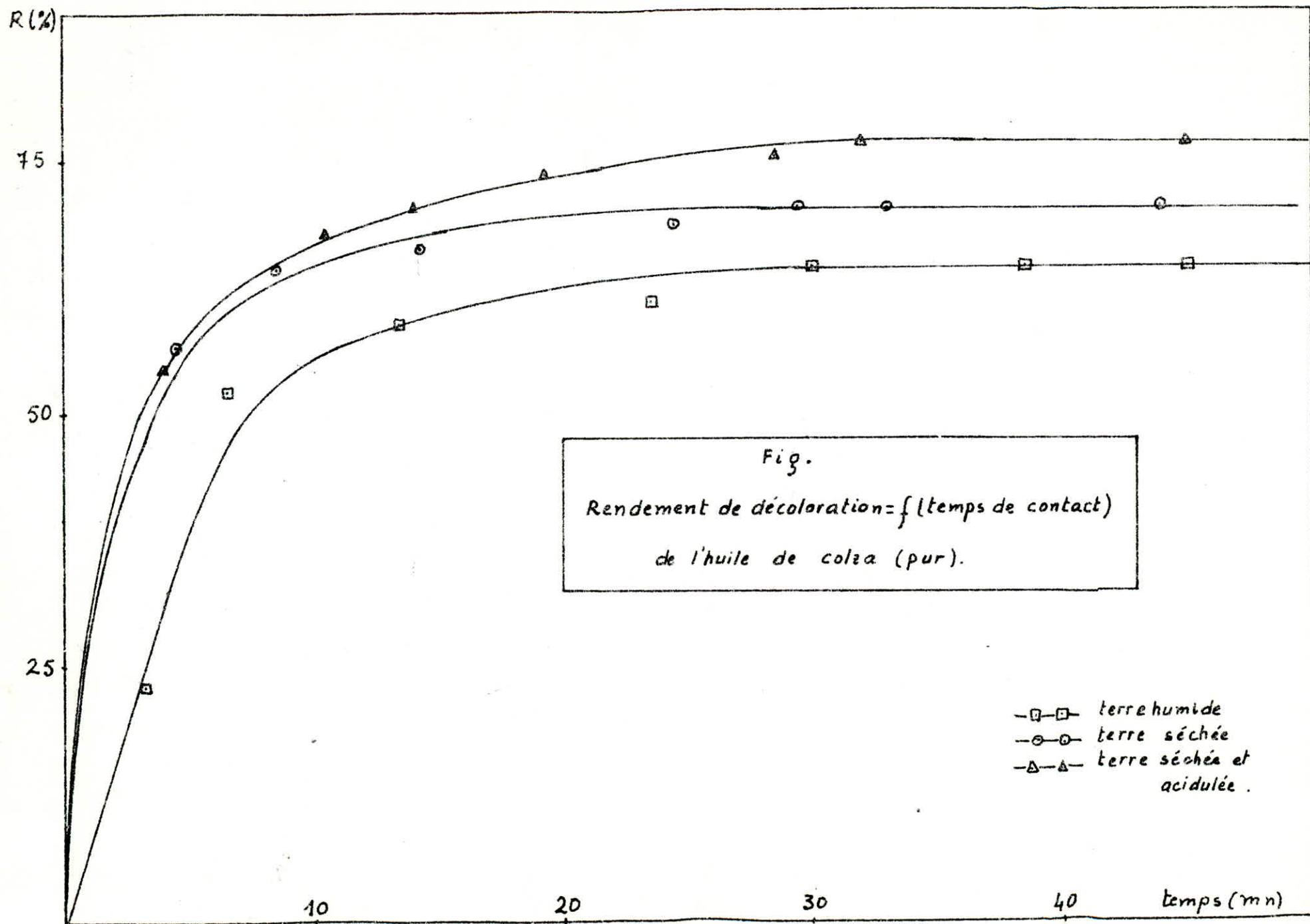
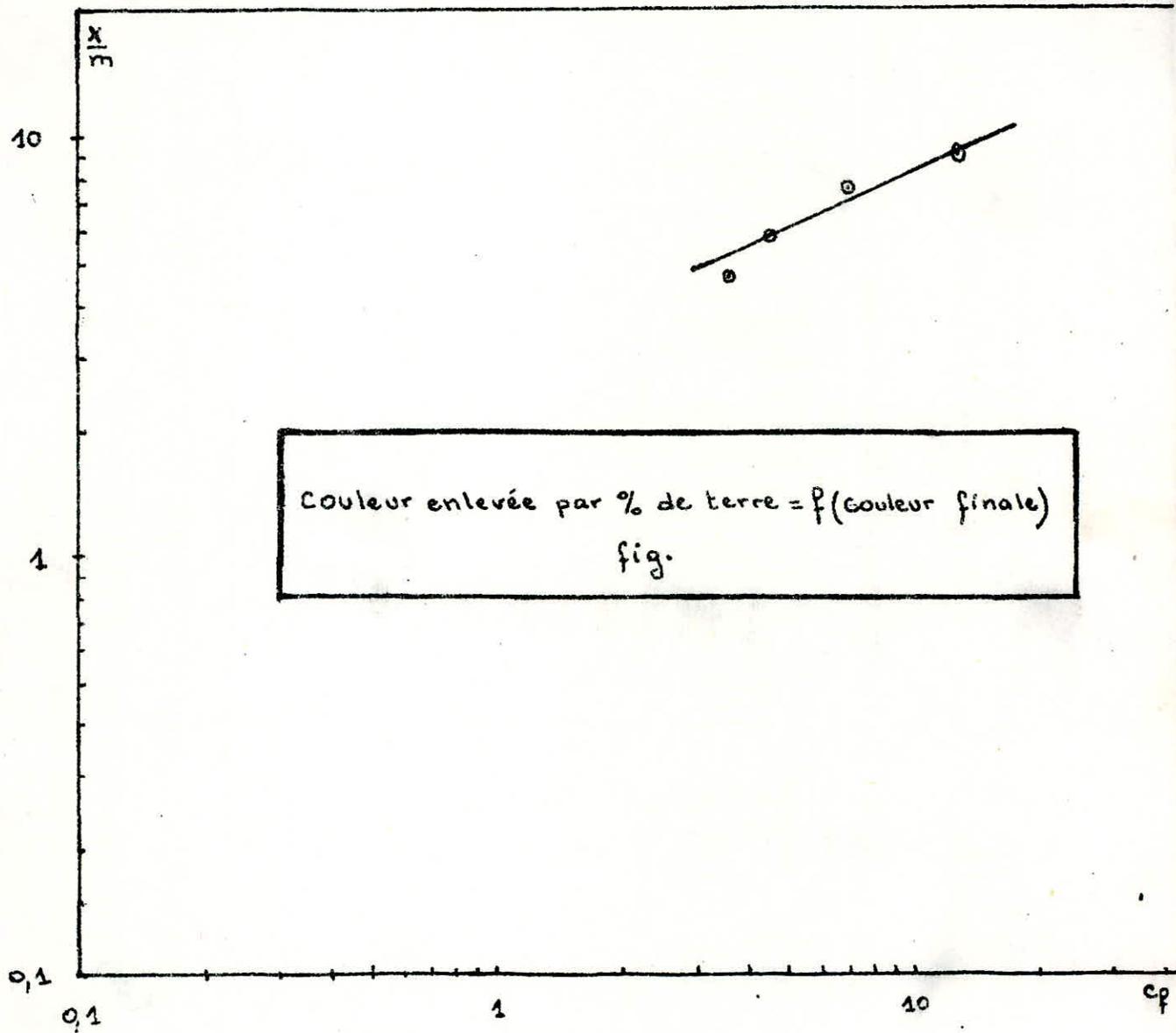


Fig.
 Rendement de décoloration = f (temps de contact)
 de l'huile de colza (pur).

- terre humide
- terre séchée
- △-△- terre séchée et acidulée.



isotherme de Freundlich

IV - ANALYSE DES RESULTATS ET RECOMMANDATIONS

IV - 1 - Reproductivité :

Les manipulations M5 et M6 ont les mêmes conditions opératoires. Elles ont été faites pour la détermination des erreurs sur les différentes mesures (voir tableau des résultats d'analyses).

Par exemple : pour la M5 : % Re = 21, 07.
pour la M6 : % Re = 21, 08.

Ainsi (% Re) = \pm 0,01

de même on obtient :

- $\Delta (C_f) = \pm 0,57$
- $\Delta (\% H) = \pm 0,02$
- $\Delta (\% A) = \pm 0,01$
- $\Delta (T, S.) = \pm 0,01$
- $\Delta (I. P.) = \pm 0,3$

En général, les résultats sont voisins, les écarts sont dûs en partie aux erreurs faites sur les conditions opératoires, car celles-ci fluctuent un peu au cours d'une manipulation.

- En effet :
- pour la température de décoloration : $\Delta (T) = \pm 4^{\circ}E$
 - pour le temps de décoloration : $\Delta (t) = \pm 1 \text{ mn.}$
 - pour la pression du vide : $\Delta (P) = \pm 10 \text{ mm Hg}$
 - pour la température de filtration : $\Delta (T) = \pm 5^{\circ}C$

Nous avons constaté que la température de sortie du filtrat baissait à chaque fois de $5^{\circ} C$, ceci est dû au refroidissement de l'huile dans les canalisations.

- Il était important de bien standardiser la phase de séchage des gâteaux de filtration à l'air comprimé : sinon quelle fiabilité accorder aux mesures de rétention d'huile et comment interpréter les résultats ?

La valeur de (%Re) obtenue montre que ce problème a été bien résolu.

- L'Examen des courbes de décoloration montre que la couleur reste constante après les 30 mn d'adsorption à $80^{\circ} C$: cela signifie qu'il ne se produit aucun phénomène de réversion de couleur (pig.) pendant la phase de refroidissement qui précède la filtration du mélange d'huile-terre.

Nous ne pouvons pas comparer les résultats des manipulations : M1, M2, M3, M4 avec ceux des manipulations : M5, M6, M7, M8 et M9 car les compositions des huiles sont différentes (40% colza + 60% tournesol pour le premier lot et 100% colza pour le deuxième lot).

Ces quelques points nous permettent de dire que le protocole opératoire utilisé est suffisamment au point pour que nous puissions analyser maintenant les résultats obtenus et faire la part des différents paramètres pour expliquer les résultats obtenus.

IV - 2 - Influence du pourcentage de terre décolorante :

IV - 2 - 1 - Décoloration :

La courbe (fig.) montre que le rendement de décoloration augmente avec le pourcentage de terres adsorbantes. Le pouvoir décolorant est donc amélioré par un accroissement de la quantité de terres décolorantes, ce qui est en accord avec les données bibliographiques.

Cette conclusion peut s'expliquer par une augmentation de la surface spécifique et par conséquent par une élévation du nombre de sites actifs lors d'un accroissement du pourcentage de terres.

Cependant, cette conclusion n'est valable que pour un pourcentage de terres activées compris entre 1 et 4%. Car nous n'avons pas été au-delà de 4%.

Par ailleurs, nous remarquons une diminution des indices de peroxyde en fonction des % croissants de terre. Cette diminution est certainement due à l'influence conjuguée de la chaleur et de l'effet déshydratant de la terre.

Il serait intéressant d'étudier l'influence du pourcentage de terre sur la décoloration de l'huile (en allant au delà de 4%). On pourrait alors déterminer la quantité minimale de terre qui donne une valeur optimale au pouvoir décolorant (comme le confirme la bibliographie).

IV - 2 - 2 - Filtration :

Pour pouvoir comparer la rétention d'huile dans les gâteaux de terres décolorantes, il aurait fallu travailler avec le même nombre de cadres ; ce qui n'est pas le cas puisque nous avons utilisé 4 cadres pour les manipulations M1 et M2 et 3 cadres seulement pour la M4.

En comparant les manipulations M1 et M2 nous constatons que la rétention d'huile diminue quand le pourcentage de terre augmente. Ce problème est assez complexe puisque la quantité de pigments adsorbés croît lorsque le pourcentage de terre augmente ; ce qui peut d'ailleurs influencer la valeur de la porosité, car en réalité la valeur de la porosité ne reste pas constante dans le gâteau de terre décolorante (à cause de la pression mécanique qu'exerce le fluide sur les particules et les particules elles-mêmes sur celles qui sont immédiatement devant elles, on peut observer un tassement des particules en amont de la toile (se traduisant par une augmentation de la pression mécanique à ce niveau) et par conséquent à une diminution de la porosité.

IV - 3- INFLUENCE DE L'HUMIDITE DE LA TERRE :

IV - 3-1- Décoloration :

En comparant la manipulation M5 (ou M6) avec la M8, nous constatons que la pouvoir décolorant de la terre humide est inférieur à celui de la terre sèche ; ce qui est normal puisque la capacité d'adsorption diminue quand des molécules d'eau sont fixées par la terre adsorbantes. Ces molécules occupant un volume assez important dans la zone interfoliaire de la terre empêchent l'adsorption des pigments colorés. Pour une terre sèche, le départ de ces molécules d'eau favorise l'adsorption des pigments colorés.

IV - 3-2- Rétention :

Les résultats de ces mêmes manipulations montrent que la rétention d'huile dans les gâteaux de filtration est plus importante pour une terre sèche.

Lorsque la terre est séchée, l'eau contenue dans les pores s'évapore, et l'huile, en contact avec la terre les remplit. Dans le cas contraire, c'est-à-dire pour une terre humide, les pores contiennent déjà une certaine quantité d'eau et l'huile n'occupera alors que le volume libre de ces pores.

Une augmentation de la rétention d'huile dans le cas d'une terre sèche est donc mise en évidence.

Nous n'avons pas pu étudier, faute de temps, l'influence de l'humidité de l'huile sur la décoloration et sur la rétention d'huile ; cette étude semble pourtant intéressante puisque l'humidité de l'huile influe sur la décoloration et sur la rétention de l'huile.

IV - 4 - INFLUENCE DE L'ACTIVITE DE LA TERRE :

IV - 4-1- Décoloration :

D'après les résultats enregistrés pour la M8 et la M9, nous pouvons conclure à une amélioration du pouvoir décolorant lorsque la terre adsorbante est activée par un acide minéral (en l'occurrence HCl).

Lorsque la terre est activée par un acide minéral, la surface de la terre est accrue par départ de cations (Ca^{2+} , Mg^{2+} ...) se trouvant préalablement dans la zone interfoliaire. La structure lamellaire de la montmorillonite permet alors la formation de plans constitués de silice tétraédrique donnant des interfaces riches en atomes d'oxygène. Ces interfaces sont particulièrement aptes à fixer les protons H^+ qui ont une influence sur l'abaissement de coloration des huiles.

REMARQUE :

Au cours de la filtration, nous avons pu remarquer qu'une quantité de terre assez importante avait pris en masse, bien que nous l'ayons broyée après séchage. Nous pensons que la décoloration de l'huile aurait été plus grande si la terre avait été convenablement séchée et broyée et qu'un séchage en lit fluidisé apporterait satisfaction à ce problème. Cette prise en masse peut être due également au temps d'activation, car en effet la terre est restée au contact de la solution acide (à 20°C) une nuit entière.

Le prolongement du temps d'activation (même à température ambiante) peut avoir une influence sur la destruction de la structure cristalline de la terre adsorbante. Ce phénomène de floculation nous empêche d'effectuer des appréciations quantitatives sur l'influence de l'activité de la terre sur la décoloration de l'huile. (ceci est confirmé par les résultats de calculs de filtration, voir tableau).

IV - 5 - INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE FILTRATION :

Nous avons travaillé à deux températures de filtration :

- T = 40°C pour la M5 et la M6
- T = 30°C pour la M7

La courbe enregistrée pour T = 30°C n'a pas la même allure que celles qui sont enregistrées pour T = 40°C. Nous constatons en effet que la perte de charge augmente considérablement avec le temps : à cette température la viscosité de l'huile est plus grande (voir les données sur μ) et le gâteau devient compréssible.

Quant aux autres courbes (T = 40°C) nous constatons que la perte de charge atteint une limite nous pensons que nous avons alors atteint une épaisseur limite du gâteau ; cela est dû à un appauvrissement de la liqueur en particules solides en fin de filtration.

Nous pouvons enfin déduire que la filtration à basse température pose des problèmes à cause de la viscosité de l'huile. Nous aurions aimé réaliser des filtrations à des températures beaucoup plus élevées, mais l'appareil n'étant pas fermé, nous avons préféré éviter l'oxydation de l'huile en travaillant à basse température.

V . CONCLUSION

Ce travail n'est qu'une première contribution à l'étude des paramètres qui influent sur la décoloration d'une huile alimentaire et sa rétention dans les gâteaux des terres décolorantes utilisées par l'unité de production 5 de la S.O.G.E.D.I.A. située au port d'Alger.

Nous pouvons dire que les résultats obtenus concordent, du point de vue qualitatif, avec les données bibliographiques rassemblées .

D'après les quelques essais expérimentaux réalisés à l'échelle pilote on aperçoit les comportements suivants :

- l'augmentation du pourcentage de terre décolorante améliore la décoloration et diminue la rétention de l'huile dans le gâteau;
- l'augmentation de l'humidité de la terre décolorante diminue la qualité de la décoloration et diminue la rétention de l'huile dans le gâteau;
- l'augmentation de l'activité de la terre décolorante améliore la décoloration et augmente la rétention de l'huile dans le gâteau;
- l'augmentation de la température de filtration n'a pas donné de résultat significatif .

Compte tenu des difficultés rencontrées au cours de ce travail nous suggérons quelques recommandations à ceux qui approfondiront cette étude ; il serait souhaitable de travailler :

- avec de plus forts pourcentages de terre
- avec un appareil qui permette de suivre visuellement l'évolution du gâteau
- en faisant varier l'humidité de l'huile
- avec des terres de différentes activités et un bon procédé de séchage adéquat .

=====

ANNEXE

- T A B L E A U - 1 -

- M - 1

T (m n)	Y	C	X	R
0	60	22,18	0	0
2,20	79	10,24	19,94	53,8
7	87	6,05	16,13	72,7
10,15	88	5,55	16,63	75
15	90	4,58	17,60	79,3
21	90	4,58	17,60	79,3
29	90	4,58	17,60	79,3
37	90	4,58	17,60	79,3
45	90	4,58	17,60	79,3

- T A B L E A U - 2 -

- M - 2 -

T (mn)	Y	C	X	R
0	60	22,18	0	0
1,5	64,12	19,30	2,88	13
5	80	9,69	12,49	56,31
8	82	8,62	13,56	61,2
13	84	7,57	14,61	65,9
22	84	7,57	14,61	65,9
29	85	7,06	15,12	68,2
36	85	7,06	15,12	68,2
44	85	7,06	15,12	68,2

T : temps de contact

Y : brillance de l'huile

C : couleur de l'huile = $100 \text{ Log } \frac{1}{Y}$

X : couleur éliminée

R : rendement de décoloration = $\frac{100 \text{ x}}{c + x}$

- T A B L E A U - 3 -

- M - 3 -

T (m n)	Y	C	X	R
0	60	22,18	0	0
2	64,	29,38	2,80	12,6
4	65	18,71	3,47	15,6
12,2	72	14,27	7,91	35,6
18	73	13,67	8,51	38,4
25,4	74	13,08	9,1	41,0
29	74	13,08	9,1	41,0
38	74	13,08	9,1	41,0
49	74	13,08	9,1	41,0

- T A B L E A U - 4 -

- M - 4 -

T (mn)	Y	C	X	R
0	60	22,18	0	0
2	81	9,15	13,03	58,7
5	86	6,55	15,63	70,5
10,5	90	4,58	17,60	79,3
16,2	91	4,10	18,08	81,5
21	92	3,62	18,56	83,7
28,5	92	3,62	18,56	83,7
34	92	3,62	18,56	83,7
43	92	3,62	18,56	83,7

T : temps de contact

Y : brillance de l'huile

C : couleur de l'huile = $100 \cdot \log \frac{1}{y}$

X : couleur éliminée

R : rendement de décoloration = $\frac{100 \cdot x}{C + x}$

T A B L E A U - 5 -

- M 5 -

t (mm)	Y	C	X	R (%)
0	46	33,72	0	0
2	54	26,76	6,96	20,6
6	68	16,75	16,97	50,3
12,25	72	14,27	19,45	57,7
22,5	74	13,08	20,64	61,2
29,5	75	12,49	21,23	63
38,5	75	12,49	21,23	63
45	75	12,49	21,23	63

T A B L E A U - 6 -

- M 6 -

t (mm)	Y	C	X	R (%)
0	46	33,72	0	0
3,33	56	25,18	8,54	23,3
6,5	69	16,62	17,60	52,2
13,41	73	13,67	20,05	59,5
23,66	74	13,08	20,64	61,2
30	76	11,92	21,80	64,6
38,5	76	11,92	21,80	64,6
45	76	11,92	21,80	64,6

t : temps de contact

Y : brillance de l'huile

C : couleur de l'huile = $100 \log \frac{1}{y}$

X : couleur éliminée

R : rendement de décoloration = $\frac{100x}{c+x}$

T A B L E A U - 7 -

- M 7 -

t (mm)	Y	C	X	R (%)
0	46	33,72	0	0
5,5	60	22,18	11,54	34,2
11,75	68,5	16,43	17,29	51,3
17,91	73	13,67	20,05	59,5
23,5	73,5	13,37	20,35	60,3
28,25	74	13,1	20,62	61,2
35	74	13,1	20,62	61,2
46	74	13,1	20,62	61,2

T A B L E A U - 8 -

- M 8 -

t (mm)	Y	C	X	R (%)
0	46	33,72	0	0
4,5	71,5	14,57	19,15	56,8
8,5	76	11,92	21,80	64,6
14,33	77	11,35	22,37	66,3
24,5	78,5	10,51	23,21	68,8
29,5	79,5	9,96	23,76	70,5
33	79,5	9,96	23,76	70,5
44	79,5	9,96	23,76	70,5

t : temps de contact

Y : brillance de l'huile

C : couleur de l'huile = $100 \log \frac{1}{y}$

X : couleur éliminée

R : rendement de décoloration = $\frac{100x}{c+x}$

T-A B L E A U - 9 -

- M 9 -

t (mm)	Y	C	X	R (%)
0	47	32,79	0	0
4	71	14,87	17,92	54,6
10,25	78,5	10,51	22,28	67,9
14	80	9,69	23,12	70,5
19,25	82	8,62	24,17	73,7
28,5	83	8,09	24,70	75,3
32	84	7,57	25,22	76,9
45	84	7,57	25,22	76,9

t : temps de contact

Y : brillance de l'huile

C : couleur de l'huile = $100 \log \frac{1}{y}$

X : couleur éliminée

R : rendement de décoloration = $\frac{100x}{c-x}$

TABLEAU - 10 -

- M 1 -

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_c = \frac{1}{40} \text{ l/sec.}$$

t (sec)	ΔP (bar)
5	0,8
25	1,5
75	1,4
105	1,5
135	1,6
150	1,7
180	1,8
195	1,9
220	2,0
240	2,1
265	2,2
285	2,3
315	2,4
335	2,5
360	2,6
380	2,7
405	2,8
420	2,9
450	3,0

t (sec)	ΔP (bar)
470	3,1
495	3,2
520	3,3
540	3,4
575	3,5
600	3,6
620	3,7
645	3,8
665	3,9
690	4,0
715	4,1
730	4,2
750	4,3
770	4,4
795	4,5
810	4,6
835	4,7
855	4,8
870	4,9

t (sec)	ΔP (bar)
895	5,0
915	5,1
930	5,2
950	5,3
975	5,4
1005	5,5
1035	5,6
1080	5,7
1115	5,8
1185	5,9
1230	6,0

T A B L E A U - 11 -

- M 2 -

$$\left(\frac{dv}{dt}\right) = \frac{2 \cdot 4}{40} = 0,2$$

t (sec)	ΔP (bar)
5	0,8
13	1
30	1,2
70	1,3
120	1,4
155	1,5
165	1,5
210	1,6
250	1,7
290	1,8
335	1,9
375	2,0
420	2,1
470	2,2
520	2,3
565	2,4

t (sec)	ΔP (bar)
600	2,5
650	2,6
685	2,7
740	2,8
780	2,9
810	3,0
850	3,1
880	3,2
920	3,3
950	3,4
1010	3,5
1045	3,6
1120	3,7
1170	3,8

T A B L E A U - 1 2 -

- M - 3 -

$$\left(\frac{dV}{dt}\right) = \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt}$$

t (sec)	Δ P (bar)
5	6,8
15	1,5
210	1,2
300	1,3
380	1,4
460	1,5
540	1,6
645	1,7
720	1,8
780	1,9

t (sec)	Δ P (bar)
855	2,0
930	2,1
990	2,2
1050	2,3
1140	2,4
1215	2,5
1440	2,6
1590	2,7
1695	2,8
1770	2,9

TABLEAU - 13 -

- M - 5 -

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_c = \frac{1}{40} \text{ l/Sec.}$$

t (sec)	ΔP (bar)
5	1,0
17	1,2
35	1,3
120	1,4
195	1,5
240	1,6
300	1,7
350	1,8
390	1,9
440	2,0
475	2,1
525	2,2
590	2,3

t (sec)	ΔP (bar)
630	2,4
685	2,5
735	2,6
800	2,7
835	2,8
885	2,9
920	3,0
965	3,1
1005	3,2
1040	3,3
1080	3,4
1145	3,5
1220	3,6

T A B L E A U - 1 4 -

- M - 6 -

$$\left(\frac{dV}{dE}\right)_c = \frac{1}{42} \text{ l/sec.}$$

t (sec)	ΔP (bar)
10	0,8
19	1,0
25	1,1
37	1,2
65	1,3
107	1,4
145	1,5
185	1,6
220	1,7
260	1,8
300	1,9
325	2,0
365	2,1
410	2,2
445	2,3
495	2,4

t (sec)	ΔP (bar)
540	2,5
585	2,6
623	2,7
665	2,8
700	2,9
750	3,0
787	3,1
818	3,2
852	3,3
890	3,4
930	3,5
960	3,6
1000	3,7
1030	3,8
1063	3,9

T A B L E A U - 15 -

- M - 7 -

$$\left(\frac{dV}{dt}\right)_c = \frac{1}{40} \text{ g/sec.}$$

t (sec)	ΔP (bar)	t (sec)	ΔP (bar)
20	1,1	730	4,5
42	1,3	765	4,7
95	1,5	790	4,9
150	1,7	820	5,1
205	1,9	855	5,3
255	2,1	885	5,5
303	2,3	915	5,7
358	2,5	944	5,9
395	2,7	973	6,1
437	2,9	997	6,3
485	3,1	1025	6,5
510	3,3	1054	6,7
555	3,5	1078	6,9
585	3,7	1102	7,1
620	3,9	1130	7,3
660	4,1	1152	7,5
695	4,3	1162	7,6

TABLEAU - 16 -

- M - 8 -

$$\left(\frac{dv}{dt}\right)_c = \frac{1}{42} \text{ l/sec.}$$

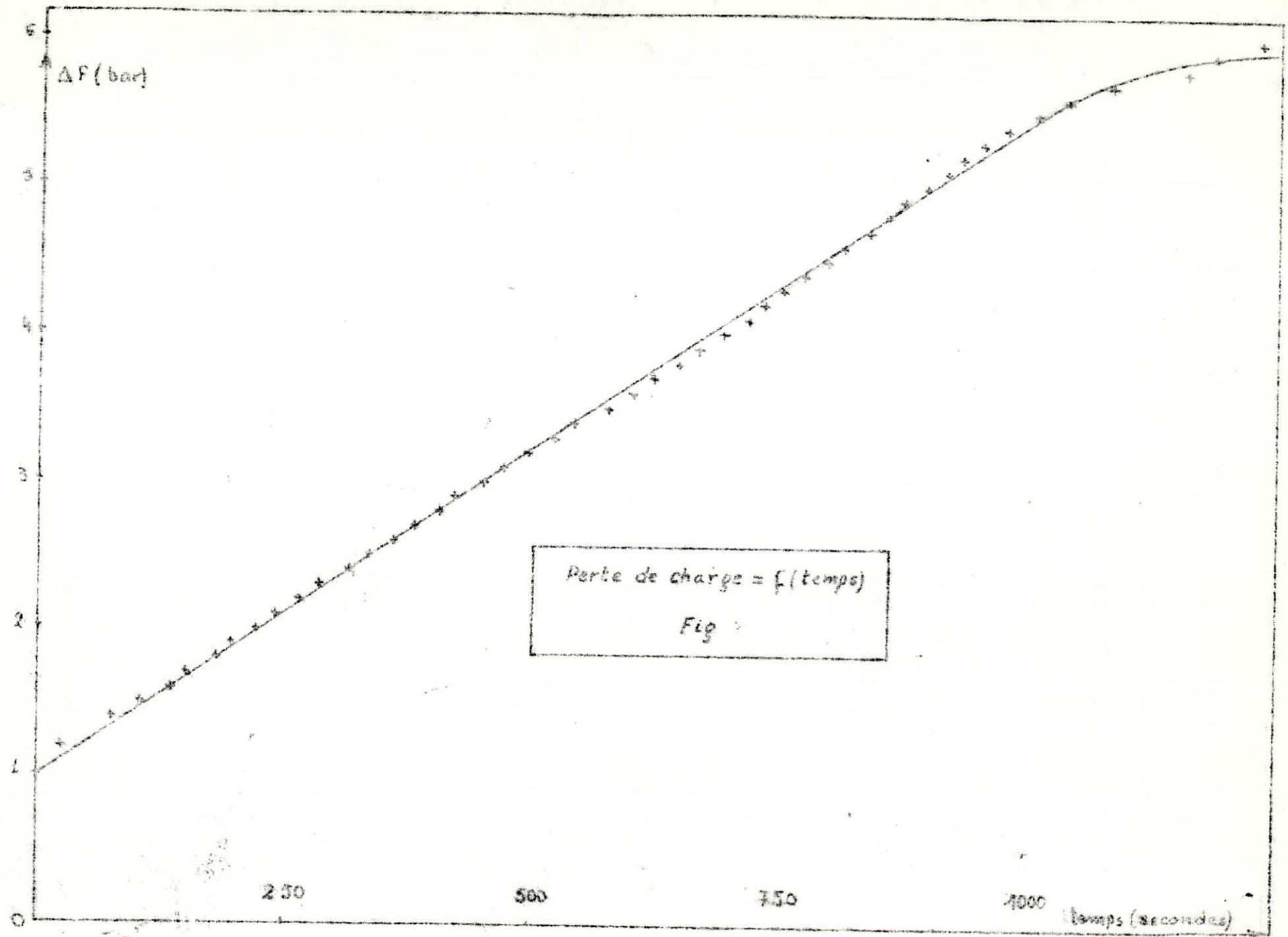
t (sec)	ΔP (bar)
5	0,8
23	1,0
33	1,1
43	1,2
92	1,3
195	1,4
255	1,5
320	1,6
405	1,7
465	1,8
535	1,9
600	2,0
670	2,1
735	2,2
810	2,3
970	2,4
1210	2,5

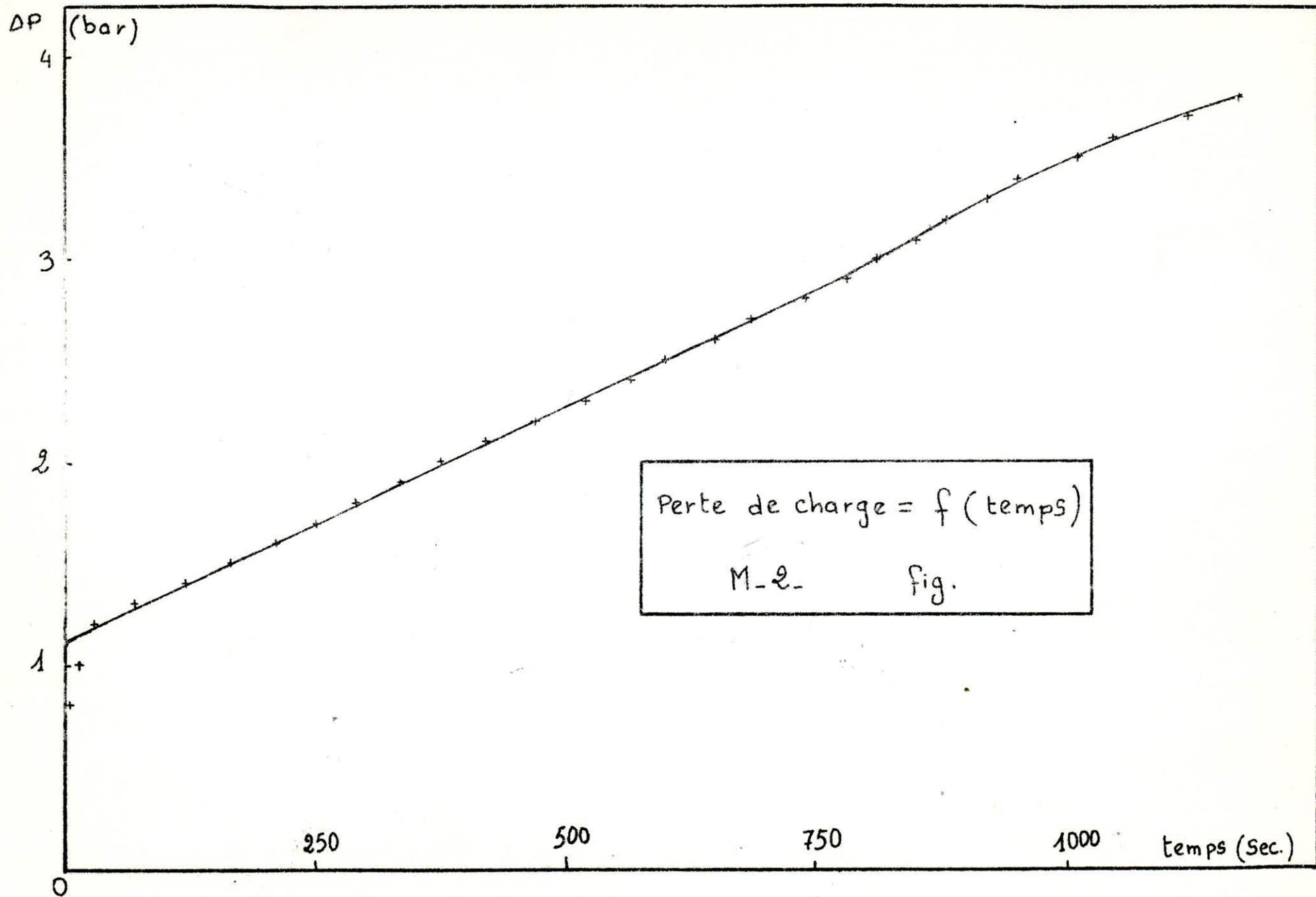
TABLEAU - 17 -

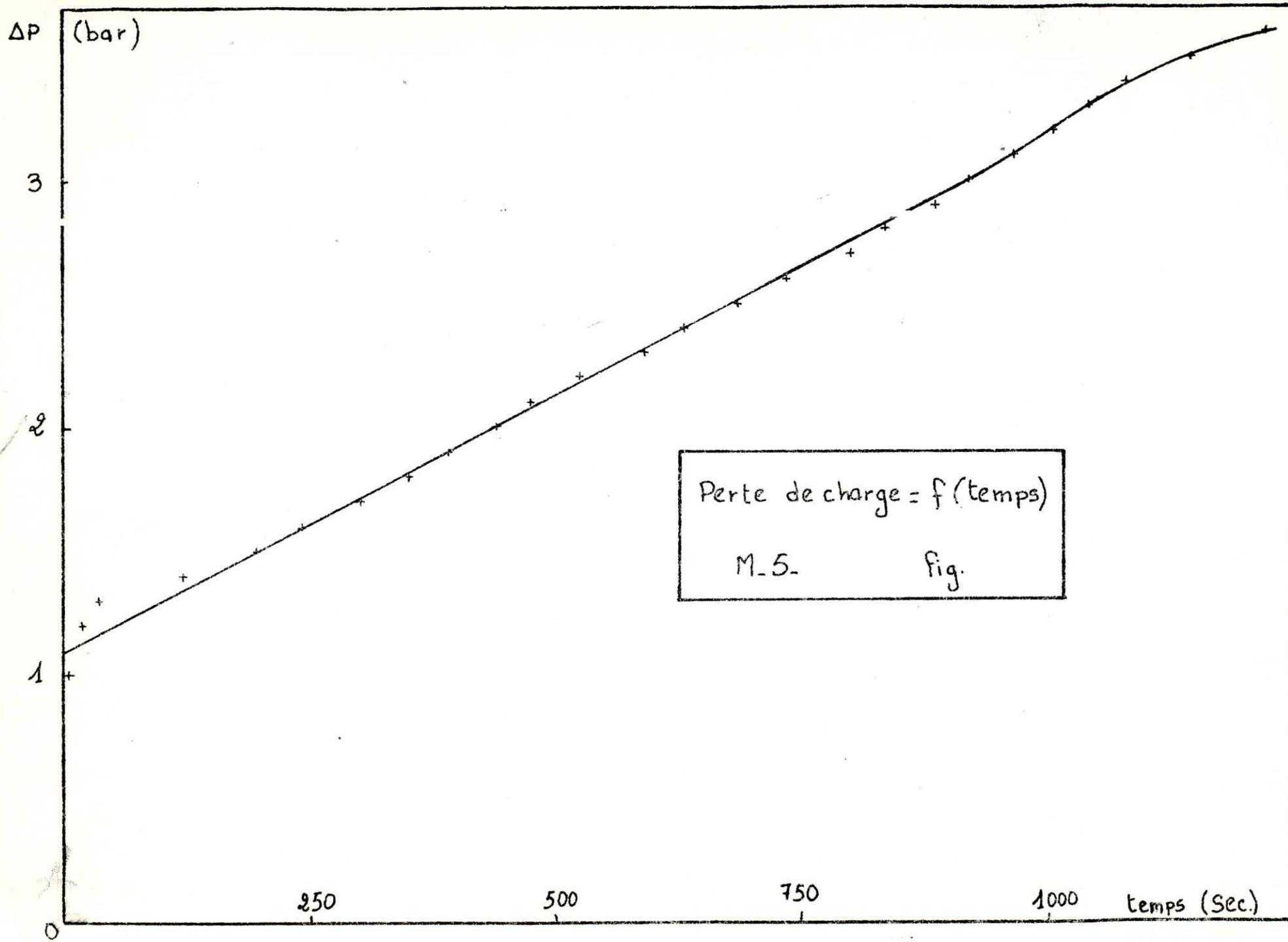
- M - 9 -

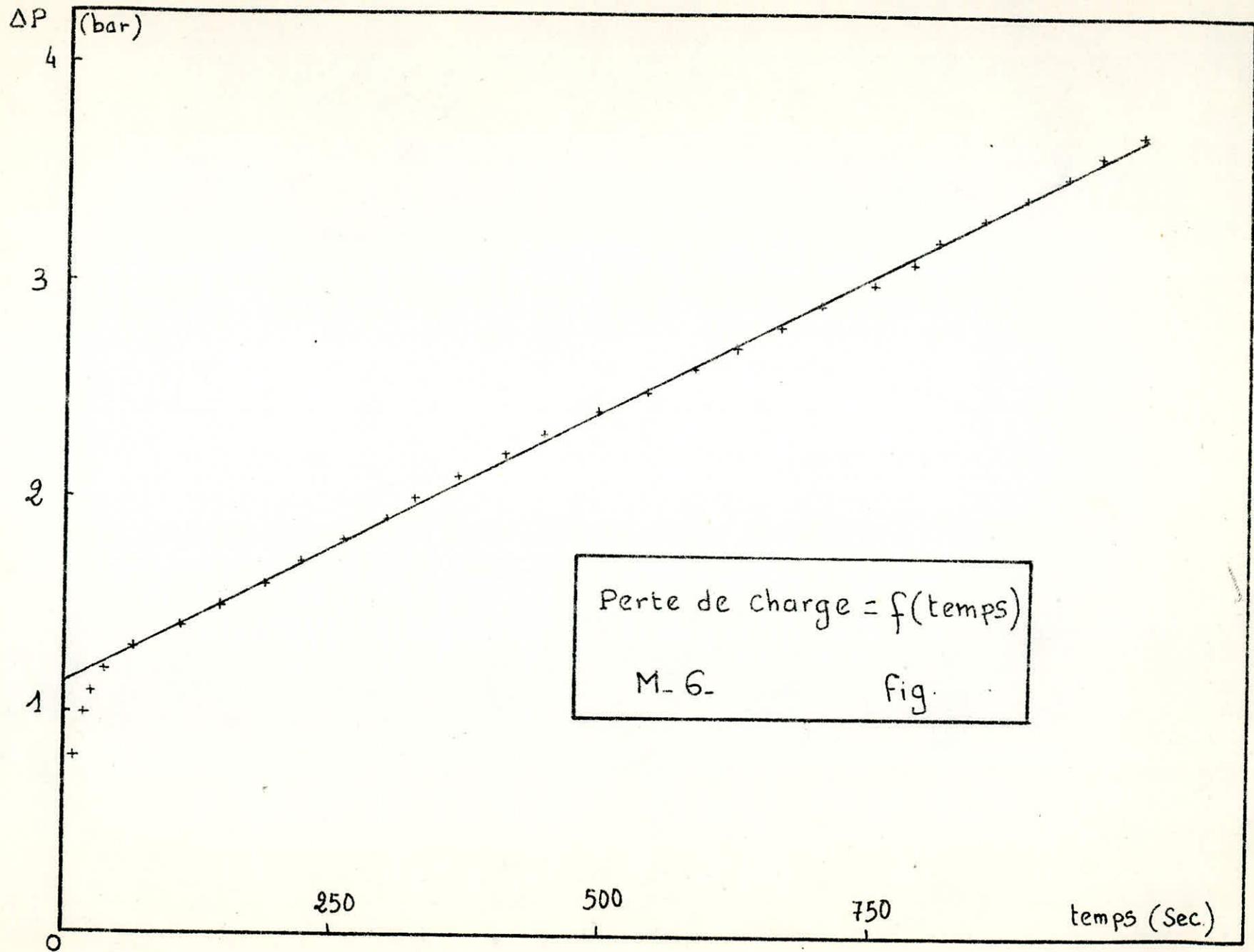
$$\left(\frac{dv}{dt}\right)_c = \frac{1}{42} \text{ l/sec.}$$

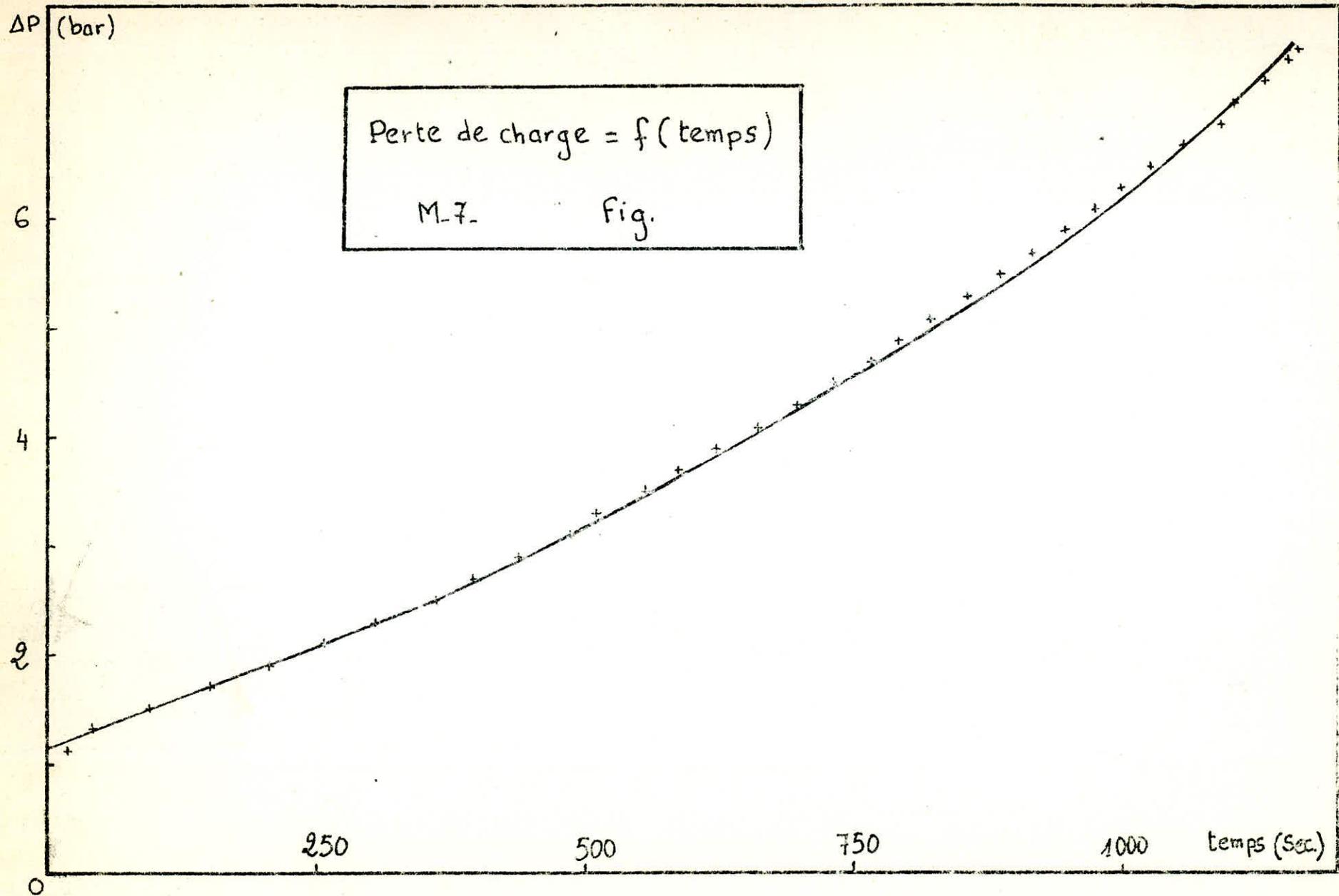
t (sec)	ΔP (bar)
15	0,8
22	0,9
37	1
75	1,1
420	1,2
690	1,3
960	1,4

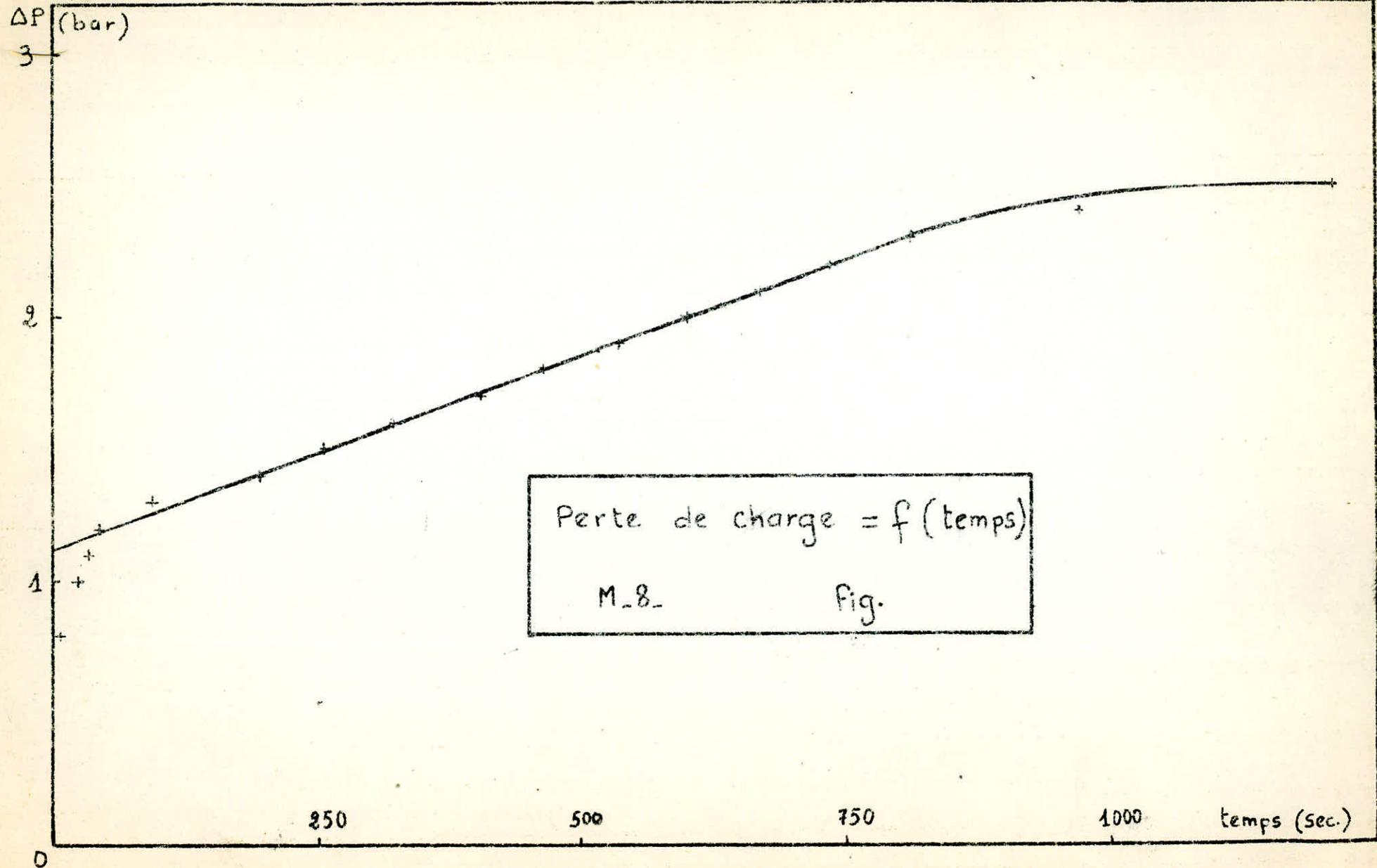


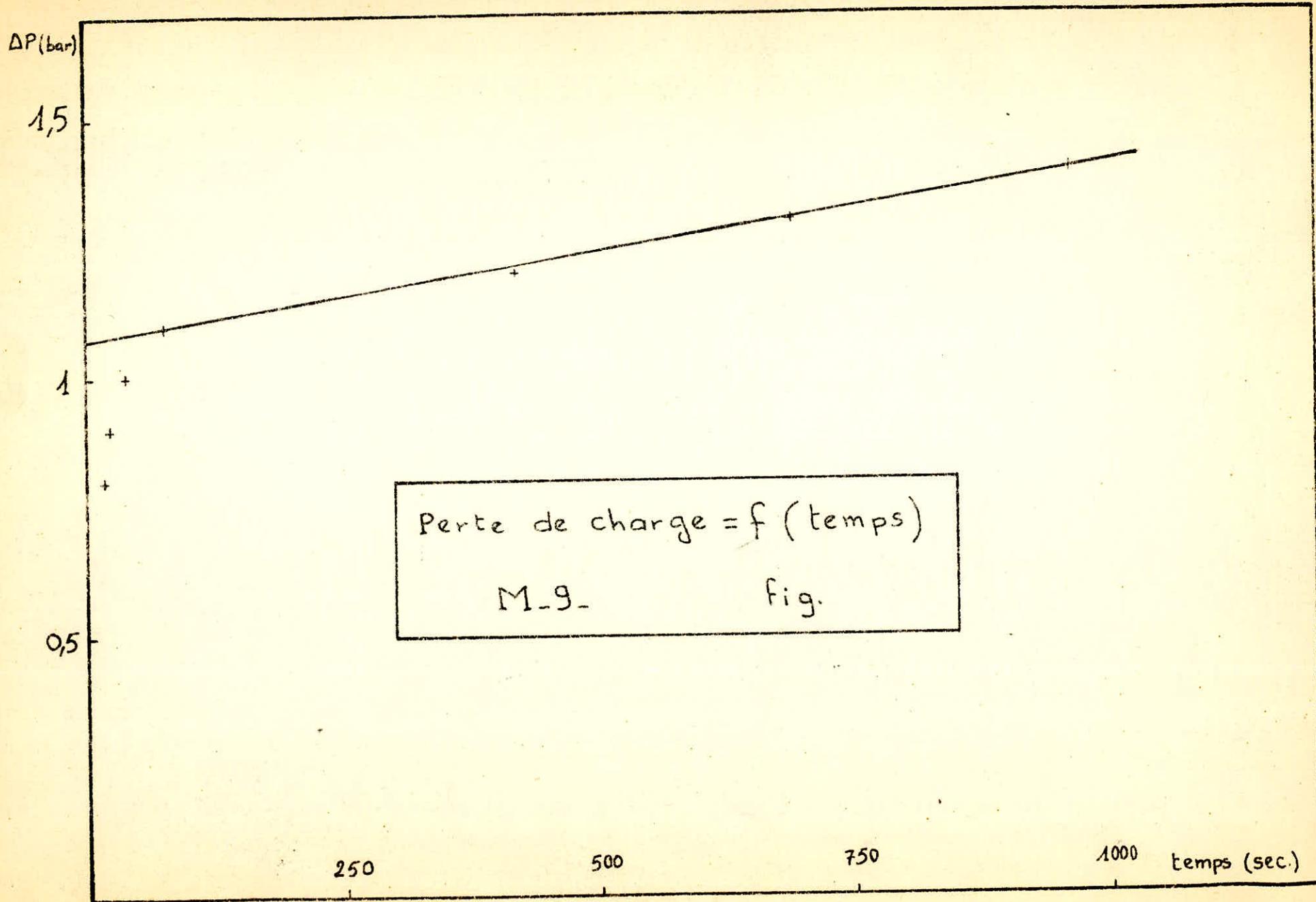












Perte de charge = f (temps)
M-9- fig.

