

Etude statistique de l'extraction de l'huile de grignon d'olive par l'alcool éthylique

Smail MEZIANE¹, Hocine KADI¹ et Hocine FELLAG²

1. Laboratoire de chimie appliquée et génie chimique, Faculté des sciences, Université Mouloud Mammeri, 15000, Tizi-Ouzou, Algérie

2. Laboratoire de mathématiques pures et appliquées, Faculté des sciences, Université Mouloud Mammeri, 15000, Tizi-Ouzou, Algérie

Pour toute correspondance : smmeziane@yahoo.fr

Résumé

L'analyse statistique des résultats de la récupération par l'alcool éthylique de l'huile à partir du grignon d'olive a permis de déterminer les paramètres et leurs interactions pouvant influencer sur la masse d'huile extraite. Elle montre que l'extraction de cette huile résiduelle dépend :

- des paramètres : taille des particules, température, temps d'extraction et du rapport liquide/solide
 - des interactions entre les paramètres : taille des particules - rapport liquide/solide, taille des particules - temps d'extraction et taille des particules - température.
- Le modèle mathématique élaboré en fonction des paramètres et des interactions influents donne des résultats en accord avec ceux trouvés expérimentalement.

Mots clés : extraction de l'huile - grignon d'olive - alcool éthylique - modélisation statistique

I - Introduction

Le grignon d'olive, de par sa disponibilité en grande quantité et sa teneur en huile qui peut dans certains cas dépasser 8 % (COI, 1989 ; Di Giovacchino, 1991 ; Kmiecik et al., 1991 ; Uzzan, 1992), présente un intérêt économique certain. Sa valorisation passe évidemment par la récupération de son huile résiduelle au moyen d'une extraction par solvant. Dans tous les travaux qui lui ont été consacrés, l'hexane commercial apparaît comme le solvant le plus couramment utilisé.

L'alcool éthylique utilisé pour l'extraction de l'huile des graines oléagineuses a fait l'objet de plusieurs études (Beckel et al., 1948 ; Hron and Koltun, 1984 ; Hron et al., 1984 ; Hron et al., 1992 ; Abraham et al. 1988 ; Rittner, 1992 ; Sato et al., 1934 ; Sullivan et al., 1982 ; Meziane et al., 2006 ; Meziane et al., 2008). Il se présente comme une alternative à l'hexane (Hron et al., 1984 ; Hron et al., 1992) surtout pour les pays producteurs d'alcool éthylique et importateurs d'hexane (Rittner, 1992). Ce solvant porté à la température d'ébullition ou à des températures proches de celle-ci, sous de faibles pressions, s'est avéré un bon extractant des huiles végétales. Par contre, la solubilité de l'huile dans celui-ci est faible à la température ambiante et diminue d'une façon significative avec sa concentration (Sato et al., 1934).

D'après certains auteurs (Sullivan et al., 1982), l'énergie consommée dans un processus d'extraction avec l'alcool serait moins importante que celle utilisée dans un processus d'extraction avec l'hexane.

Peu de travaux (Meziane et al., 2006 ; Meziane et al., 2008) dans la littérature traitent de la récupération de l'huile à partir du grignon d'olive en utilisant l'alcool éthylique. Dans ce travail, nous nous proposons d'utiliser ce solvant pour réaliser une étude paramétrique dans le but d'élaborer un modèle mathématique statistique (Kadi et al., 2001). Ce modèle, qui sera une relation empirique issue de nos résultats expérimentaux, permettra de prévoir la masse d'huile extraite dans certaines conditions opératoires.

II - Matériel et méthodes

L'étude a porté sur un échantillon de grignon provenant d'une huilerie à chaîne continue. Les olives sont de la variété « chemlal ». Cet échantillon est caractérisé par une humidité de 5.9 % et une teneur en huile égale à 6.50 %. L'extraction est réalisée en batch dans un réacteur cylindrique et isotherme d'une capacité de 600 ml ($\varnothing_r = 85$ mm ; $h = 106$ mm). Il est muni d'un agitateur mécanique dont la turbine d'agitation en acier inoxydable est équipée de 4 lames inclinées à 45°. Le diamètre de chaque lame est de 51 mm. Le solvant utilisé est l'alcool éthylique 96.0 %. La séparation solide-liquide est effectuée par filtration sous vide en utilisant du papier filtre. Le miscella (mélange de solide et de solvant) est ensuite distillé sous vide au moyen d'un évaporateur rotatif. Les paramètres étudiés sont : (i) taille des particules (d) : 1.69, 1.03 et 0.69 mm ; (ii) rapport liquide/solide (L/S) : 2, 3, 4 et 5 ml/g ; (iii) température d'extraction (T) : 25, 30, 35 et 40 °C ; (iv) temps d'extraction (t) : 5, 10, 15 et 20 mn. La prise d'essai soumise à l'extraction est toujours égale à 50 g.

III - Modélisation statistique

Pour mettre au point le modèle statistique (Draper and Smith, 1981 ; Chatterjee and Price, 1991 ; Dagnelie, 1975) qui est une relation empirique issue de nos résultats expérimentaux, nous avons procédé à une :

- analyse de variance (ANOVA) pour un facteur dans le but de déterminer les paramètres ayant une influence sur la masse d'huile extraite.

Toutes les variables pouvant avoir un effet sur cette masse ont été étudiées (taille des particules, température, rapport liquide/solide et temps de contact). Seule la vitesse d'agitation fixée à 800 tr/mn a été maintenue constante pour tous les essais car ce paramètre ne semble pas avoir une influence significative sur l'extraction (Kadi et al., 2001 ; Allawzi et al., 2005) ; l'agitation servirait uniquement à maintenir les solides en suspension dans le solvant. Notons que nous avons réalisé 4 expériences d'extraction pour chaque paramètre étudié. — analyse de variance pour deux facteurs afin de sélectionner les interactions entre les paramètres qui ont un effet sur l'extraction. Dans ce cas, nous avons effectué 2 tests pour chaque interaction.

IV - Résultats et interprétation

IV - 1 Influence des paramètres

Les paramètres étudiés sont : taille des particules, temps d'extraction, température et rapport liquide/solide.

1°/ Taille des particules

Les résultats obtenus, consignés dans le tableau 1a, montrent que la masse d'huile extraite augmente d'une façon significative quand la granulométrie de l'échantillon diminue. Cette dépendance de la granulométrie sur l'huile extraite est confirmée par les tests d'indépendance donnés par le tableau 1b. En effet, la valeur calculée $F = 745$ est supérieure à la valeur critique ($F_c = 4.26$) donnée par la table de Fisher avec 2 et 9 degrés de liberté et pour un seuil de signification $\alpha = 0.05$.

Ce phénomène peut s'expliquer de la façon suivante : plus les particules sont petites, plus la surface de contact du solvant avec le solide est importante et plus la vitesse de transport de la matière est élevée.

2°/ Température

Le tableau 2 montre que la masse d'huile extraite croît avec la température. Ceci est confirmé par les tests d'indépendance qui donnent une valeur de $F = 283$ supérieure à la valeur donnée par la table de Fisher ($F_{3, 12, 0.05} = 3.49$).

Ces résultats s'expliquent par le fait que la température accroît la solubilité et la facilité de diffusion du soluté tout en réduisant la viscosité de l'huile et du solvant.

3°/ Temps d'extraction

Les résultats expérimentaux regroupés dans le tableau 3 indiquent que la masse d'huile extraite dépend également du temps d'extraction. Cette dépendance est corroborée par les tests d'indépendance qui donnent une valeur calculée de $F = 94.4$ supérieure à la valeur critique $F_{3, 12, 0.05} = 3.49$.

4°/ Rapport liquide/solide

Une première analyse visuelle des résultats expérimentaux consignés dans le tableau 4 montre que le rapport L/S influe également sur la masse d'huile extraite. En effet, la valeur calculée de $F = 34.5$ est supérieure à la valeur critique $F_{3, 12, 0.05} = 3.49$.

IV - 2 Influence des interactions entre les paramètres

Tous les paramètres examinés sont donc à retenir pour la modélisation. Il faut alors déterminer les interactions entre les paramètres pouvant avoir une influence sur la masse d'huile extraite.

1°/ Taille des particules - Rapport L/S

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 5a. Les tests d'indépendance donnés par le tableau 5b indiquent que la masse d'huile extraite dépend de l'interaction taille des particules-rapport liquide/solide (valeur calculée $F = 53.9$; valeur critique $F_{6, 12, 0.05} = 3.0$).

2°/ Autres interactions

Les résultats expérimentaux des autres interactions sont donnés par les tableaux 6, 7, 8, 9 et 10. Dans le tableau 11 sont regroupés les résultats d'analyse de variance de toutes les interactions. Ils montrent que la masse d'huile extraite dépend seulement des interactions entre la taille des particules et les paramètres inhérents à l'extraction (taille des particules-rapport liquide/solide, taille des particules-temps d'extraction, taille des particules-température).

IV - 3 Modélisation de l'extraction

L'ajustement des résultats expérimentaux par la méthode de régression linéaire multiple conduit à l'équation suivante :

$$\hat{m}_i = -1.3040 + 0.5282d + 0.6131R + 0.0068t + 0.0586T - 0.3192dR + 0.0084dt - 0.0126dT$$

avec un coefficient de détermination multiple égal à 0.9954 et un coefficient de détermination ajusté égal à 0.9912. On note cependant que sans interactions, le modèle se réduit à :

$$\hat{m}_i = 1.2206 - 0.9531 d + 0.0695 R + 0.0202 t + 0.0376 T$$

avec un coefficient de détermination multiple égal à 0.9954 et un coefficient de détermination ajusté égal à 0.9908.

Les deux modèles présentent des coefficients de détermination pratiquement identiques. Ceci confirme la faible influence des quelques interactions par rapport aux paramètres examinés. Soient m_i la valeur expérimentale de la masse d'huile extraite et la valeur ajustée donnée par la première corrélation. La représentation graphique des résidus

$$\hat{e}_i = m_i - \hat{m}_i$$

en fonction des valeurs ajustées \hat{m}_i est donnée par la figure 1. Cette figure montre que l'ajustement est satisfaisant. De plus, cela est conforté par le test d'adéquation qui confirme la normalité des résidus.

Contrairement à ces deux modèles, le paramètre lié à la taille des particules n'apparaît pas dans celui élaboré pour l'extraction par l'hexane (Kadi et al., 2001). Cette différence serait inhérente à la nature du grignon utilisé qui n'est pas la même dans les deux travaux.

V - Conclusion

L'analyse statistique des résultats obtenus montre que la masse d'huile extraite du grignon d'olive par l'alcool éthylique dépend de la taille des particules, de la température, du temps de contact et du rapport liquide/solide.

Cette masse d'huile dépend aussi des interactions qui s'effectuent entre la taille des particules et les paramètres inhérents à l'extraction.

Les deux ajustements élaborés étant presque d'égale efficacité, il est plus judicieux d'utiliser, pour des raisons de simplicité, celui ne comportant pas d'interactions entre les paramètres. Le modèle à retenir donc est le suivant :

$$\hat{m}_i = 1.2206 - 0.9531 d + 0.0695 R + 0.0202 t + 0.0376 T$$

L'analyse des résidus montre que les résultats obtenus par l'ajustement mathématique de ce modèle sont aussi en bon accord avec les résultats expérimentaux.

Références

Abraham G., Hron Sr. R.J. and Koltun S.P. (1988). Modelling the solvent extraction of oilseeds. J. Amer. Oil. Chem. Soc., 65, 129-135.

Allawzi M.A., Abu-Arabi M.K. and Al-Taher F.A. (2005). Parametric study on the batch leaching process of Jojoba oil. European Journal of Lipid Science and Technology, 107, 469-475.

Beckel A.C., Belter P.A. and Smith A.K. (1948). Solvent effects on the products of soybean oil extraction. J. Amer. Oil. Chem. Soc., 25, 7-9.

Chatterjee S. and Price B. (1991). Regression Analysis by example, John Wiley & Sons Eds, London.

Conseil oléicole international (1989). III^e année mondiale de l'olivier. Les grignons d'olive et leurs huiles. CE/R. 31/Doc. N°3.

Dagnelie P. (1975). Théorie et méthodes statistiques - Applications agronomiques, 2^e édition. Les Presses Agronomiques de Gembloux, A.S.B.L.

Di Giovacchino L. (1991). L'extraction de l'huile des olives par les systèmes de la pression, de la centrifugation est de la percolation : incidence des techniques d'extraction sur les rendements en huile. Olivae, 36, 14-41.

Draper N. and Smith H. (1981). Applied Regression Analysis, 2nd Edition, John Wiley & Sons Eds. London.

Hron Sr. R.J. and Koltun S.P. (1984). An aqueous ethanol extraction process for cottonseed oil. J. Amer. Oil. Chem. Soc., 61, 1457-1460

Hron Sr. R.J., Abraham G. and Koltun S.P. (1984). Extraction of cottonseed oil with ethyl alcohol. Oil mill gazetteer, 89, 10-11.

Hron Sr. R.J., Abraham G., Kuk M.S. and Fisher G.S. (1992). Acidic ethanol extraction of cottonseed. J. Amer. Oil. Chem. Soc., 69, 951-953.

Kadi H. and Fellag H. (2001). Modelling of oil extraction from olive foot cake using hexane. Grasas y Aceites, 52, 369-372.

Kmiecik S., Meziane S., Kadi H. and Moussaoui R. (1991). Oil extraction from olive foot cake with acidic hexane. Grasas y Aceites, 42, 46-50.

Meziane S., Kadi H. and Lamrous O. (2006). Kinetic study of oil extraction from olive foot cake. Grasas y Aceites, 57, 175-179.

Meziane S. and Kadi H. (2008). Kinetics and Thermodynamics of Oil Extraction from Olive Cake. J. Amer. Oil. Chem. Soc., 69, 391-396

Rittner H. (1992). Extraction of vegetable oils with ethyl alcohol. Oléagineux, 47, 29-41.

Sato M., Inaba T., and Kitagawa K. (1934). Journal of the Society of Chemical Industry, Japan, 37, 718-721.

Sullivan D.A., Campbell B.D., Conway M.F. and Grimsby F.N. (1982). Oil mill gazetteer; 86, 24-27.

Uzzan, A. (1992). Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras (Karleskind A., Coordonnateur) tome I, Paris: Lavoisier; 763-767.

Tableau 1a : Influence de la taille des particules sur la masse d'huile extraite

T = 25 °C ; t = 15 mn ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn						
d (mm)	Masse d'huile extraite m (g)				\bar{m} ⁽¹⁾	Δm (%) ⁽²⁾
1.69	1.1180	1.1298	1.1174	1.0993	1.1161	0
1.03	1.7645	1.7876	1.7061	1.8318	1.7599	57.7
0.69	2.1052	2.0842	2.0426	2.0453	2.0693	95.3

Tableau 1b : Analyse de variance à un facteur (taille des particules)

d = 1.69 mm ; t = 15 mn ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn						
T (°C)	Masse d'huile extraite m (g)				\bar{m} (g)	Δm (%)
25	1.1180	1.1298	1.1174	1.0993	1.1161	0
30	1.3557	1.3032	1.3410	1.3609	1.3399	20.1
35	1.4720	1.4997	1.5516	1.5212	1.5111	35.4
40	1.7067	1.7005	1.6345	1.6537	1.6739	50.0

Tableau 2 : Influence de la température sur la masse d'huile extraite

d = 1.69 mm ; t = 15 mn ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn						
T (°C)	Masse d'huile extraite m (g)				\bar{m} (g)	Δm (%)
25	1.1180	1.1298	1.1174	1.0993	1.1161	0
30	1.3557	1.3032	1.3410	1.3609	1.3399	20.1
35	1.4720	1.4997	1.5516	1.5212	1.5111	35.4
40	1.7067	1.7005	1.6345	1.6537	1.6739	50.0

Tableau 3 : Influence du temps d'extraction sur la masse d'huile extraite

d = 1.69 mm ; T = 25°C ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn						
t (mn)	Masse d'huile extraite m (g)				\bar{m} (g)	Δm (%)
5	0.9103	0.8837	0.9649	0.9105	0.9174	0
10	1.0577	1.0029	1.0818	1.0661	1.0521	14.7
15	1.1180	1.1298	1.1174	1.0993	1.1161	21.7
20	1.2058	1.2548	1.2546	1.2382	1.2384	35.0

Tableau 4 : Influence du rapport L/S sur la masse d'huile extraite

d = 1.69 mm ; T = 25 °C ; t = 15 mn ; v _a = 800 tr/mn						
L/S (ml/g)	Masse d'huile extraite m (g)				\bar{m} (g)	Δm (%)
2	1.0395	0.9803	0.9378	0.9227	0.9701	0
3	1.0902	1.0931	1.0490	1.0829	1.0788	11.2
4	1.1180	1.1298	1.1174	1.0993	1.1161	15.0
5	1.1617	1.1921	1.1720	1.2024	1.1821	21.9

Tableau 5a : Masse d'huile en fonction de la taille des particules et du rapport L/S

t = 15 mn ; T = 25 °C ; v _a = 800 tr/mn			
d (mm)	L/S (ml/g)		
	0.69	1.03	1.69
2	1.2863 1.2683	1.0632 1.1288	0.9803 0.9378
3	1.6927 1.7463	1.4270 1.3101	1.0902 1.0829
4	2.1052 2.0453	1.7645 1.7876	1.1298 1.1174
5	2.3443 2.4265	1.9266 1.9587	1.1617 1.2024

Tableau 5b : Analyse de variance à deux facteurs (taille des particules et rapport L/S)

Source de variation	Degré de liberté	Somme des carrés (S _c)	Moyenne des carrés (S ²)	F	F _{6,12,0.05}
Interaction	6	0.4951	8.25.10 ⁻²	53.9	3.0
A l'intérieur des groupes	12	18.4.10 ⁻³	1.53.10 ⁻³		
Total	18				

Tableau 6 : Masse d'huile en fonction de la taille des particules et du temps d'extraction

T = 25 °C ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn			
d (mm)	t (mn)		
	0.69	1.03	1.69
5	1.9907 1.9970	1.5300 1.5143	0.9100 0.9110
10	2.0528 2.0926	1.7291 1.6367	1.0661 1.0702
15	2.1052 2.0453	1.7645 1.7876	1.1298 1.1174
20	2.1842 2.1873	1.8950 1.8551	1.2368 1.2546

Tableau 7 : Masse d'huile en fonction de la taille des particules et de la température

t = 15 mn ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn			
d (mm)	T (°C)		
	0.69	1.03	1.69
25	2.1052 2.0453	1.7645 1.7876	1.1298 1.1174
30	2.2681 2.2787	1.9288 1.9140	1.3032 1.3614
35	2.5089 2.4921	2.1298 2.1404	1.4997 1.5212
40	2.8985 2.8818	2.5494 2.3806	1.7067 1.6345

Tableau 8 : Masse d'huile en fonction du temps de contact et de la température

d = 1.69 mm ; L/S = 4 (ml/g) ; v _a = 800 tr/mn				
T (°C)	t (mn)			
	25	30	35	40
5	0.8837 0.9105	0.9258 1.0011	1.0747 1.1270	1.2102 1.2900
10	1.0577 1.0661	1.1771 1.1266	1.2565 1.2396	1.4949 1.4181
15	1.1298 1.1174	1.3032 1.3614	1.4720 1.5212	1.7067 1.6345
20	1.2058 1.2548	1.3759 1.4130	1.5490 1.5719	1.6858 1.7868

1a T.1 - 56 €

1b T.2 - 32,01 €

2 32,01 €

3 20,12 €

4 58 €

5 27,44 €

6 25 €

7 28 €

8 22 €

9 69 €

10 29 €

11 24 €

12 35,5 €

13 38,8 €

14 38,8 €

15 29,90 €

16 25 €



Sommaires détaillés sur
www.pro-environnement.com

Toute commande doit être accompagnée du règlement et doit être adressée à :

SAP-9 rue de l'Arbre Sec - 69281 Lyon Cedex 01 - Tél. : 04 72 98 26 69 - Fax : 04 72 98 26 80 - zac@dpe-edition.com

Ouvrages n°	Auteurs	Prix franco TTC €	Quantité	Sous-total
1.a Manuel du management environnemental (MaME) - T.1	Michel JONQUIERES	56,00		
1.b Manuel du management environnemental (MaME) - T.2	Michel JONQUIERES	32,01		
1.c Manuel du management environnemental (MaME) - T.1 et T.2	Michel JONQUIERES	83,61		
2 Décharges : Quel avenir ?	Gérard BERTOLINI	32,01		
3 Déconstruction sélective	Otto RENTZ	20,12		
4 Bréviaire de l'installation classée 2006-2007	Bruno KOENIG, Thierry MURAT	58,00		
5 À la recherche du vêtement écologique	Gérard BERTOLINI et Pierre MELQUIOT	27,44		
6 Mémento de l'eau potable en France	Emmanuel ADLER	25,00		
7 Installations classées - Guide juridique	Christian HUGLO, Marie-Pierre MAITRE et Gwendoline PAUL	28,00		
8 Chronique de l'organique	Emmanuel ADLER	22,00		
9 Guide du mesurage de l'environnement	Gabriel ULLMANN	69,00		
10 Optimiser la gestion des déchets encombrants	CNR	29,00		
11 Guide du centre de tri des déchets recyclables	CNR	24,00		
12 Le guide de la relation clients fournisseurs	OREE	35,50		
13 Performances environnementales des pratiques de transport	OREE	38,80		
14 Mettre en œuvre un démarche d'écologie industrielle...	OREE	38,80		
16 Le guide des aides locales au développement durable		29,90		
16 L'empreinte écologique	Ouvrage collectif sous la direction de Laurent JOLIA-FERRIER	25,00		
		Total :	TTC	

Nom

Entreprise Code APE

Adresse

Code postal Ville

Tél. Fax E-mail

Date Signature

Tableau 9 : Masse d'huile en fonction du temps d'extraction et du rapport L/S

d = 1.69 mm ; T = 25 °C ; v _a = 800 tr/mn				
L/S (ml/g)	2	3	4	5
t (mn)				
5	0.7887	0.8731	0.8837	0.9026
	0.7702	0.8268	0.8841	0.9177
10	0.9006	1.0140	1.0029	1.1200
	0.8922	1.0201	1.0818	1.1011
15	1.0395	1.0931	1.1298	1.2024
	0.9227	1.0490	1.0993	1.2239
20	0.9971	1.1506	1.2058	1.3700
	0.9933	1.1595	1.2548	1.2757

Figure 1 : Résidus en fonction de la valeur ajustée de la masse m

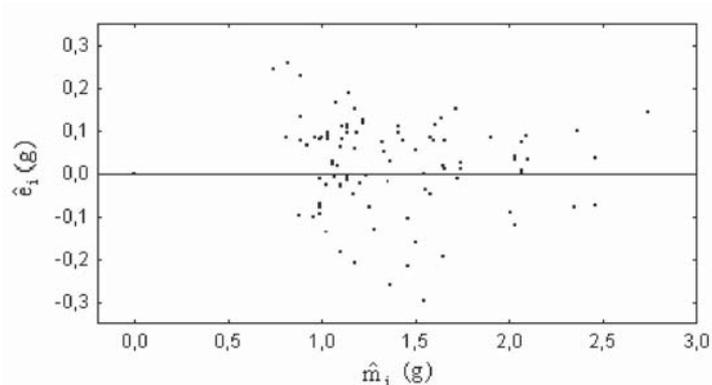


Tableau 10 : Masse d'huile en fonction de la température et du rapport L/S

d = 1.69 mm ; t = 15 mn ; v _a = 800 tr/mn				
L/S (ml/g)	2	3	4	5
T (°C)				
25	1.0395	1.0931	1.1298	1.2058
	0.9227	1.0490	1.0993	1.2548
30	1.1019	1.2310	1.3032	1.4230
	1.0624	1.2419	1.3614	1.3515
35	1.1761	1.3472	1.4997	1.5542
	1.1780	1.4108	1.5212	1.5356
40	1.3699	1.5775	1.7067	1.7423
	1.3253	1.4981	1.6345	1.6999

Tableau 11 : Résultats de l'analyse de variance des interactions

Interaction	F	F _{6, 12, 0.05}	F _{9, 16, 0.05}
Taille des particules – Rapport liquide/solide	53.9	3.0	-
Taille des particules – Temps d'extraction	5.32		
Taille des particules- Température	5.23		
Temps d'extraction – Température	2.52	-	2.54
Temps d'extraction – Rapport liquide/solide	2.13		
Température – Rapport liquide/solide	1.91		

DÉCHETS SCIENCES & TECHNIQUES, REVUE FRANCOPHONE D'ÉCOLOGIE INDUSTRIELLE

SAP - 9, rue de l'Arbre Sec - 69281 LYON CEDEX 01- Mèle : olivier.guichardaz@pro-environnement.com

Service abonnement : SAP/DPE - Service abonnement - 9, rue de l'Arbre Sec - 69281 LYON CEDEX 01- Tél. : 04 72 98 26 69 - Fax : 04 72 98 26 80

N° de commission paritaire : 0307 T 88295 - N° ISSN : 0753-3454. Dépôt légal : À parution - Imprimerie Louis Jean/Gap - Photocomposition SAP

Principaux associés : DPE