

Influence du carbonate de sodium anhydre sur l'extraction de l'huile à partir d'un grignon d'olive humide

Hamida BOUKHOULEF, Smail MEZIANE, Hocine KADI

Laboratoire de chimie appliquée et de génie chimique, Faculté des sciences, Université M.Mammeri, Tizi-Ouzou, 15 000, ALGERIE.

Dans ce travail, on montre que l'ajout du carbonate de sodium anhydre à du grignon d'olive humide a une influence sur le rendement de l'huile extraite par l'hexane.

Le modèle de Madueno appliqué aux résultats expérimentaux obtenus donne de bons ajustements. Le modèle statistique, élaboré en fonction du temps d'extraction, de la teneur en carbonate de sodium dans le grignon d'olive humide et de l'interaction entre ces deux paramètres conduit à des résultats en accord avec ceux donnés par l'expérience.

Mots clés : *grignon d'olive, extraction par solvant, carbonate de sodium, modélisation*

In this work, we shows that the addition of the anhydrous sodium carbonate to wet olive cake has an influence on the oil yield extracted using hexane.

The model of Madueno applied to the experimental results obtained gives good adjustments. The elaborate statistical model according to the extraction time, the content sodium carbonate in the wet olive cake and the interaction between these two parameters gives results in agreement with those given by the experiment.

INTRODUCTION

L'huile d'olive est obtenue par des procédés mécaniques (broyage, pression ou centrifugation, séparation...) qui conduisent à deux sous-produits : les margines qui sont à l'état liquide et le grignon qui constitue la phase solide résiduelle.

Etant donnée son importance économique liée à sa grande disponibilité et à la diversité de son utilisation, le grignon d'olive mérite une attention particulière. En effet, outre l'huile résiduelle qu'il contient et qui peut être récupérée par solvant, le grignon épuisé, vu sa valeur énergétique (3 500 kcal/kg), peut servir de combustible. Signalons également que sa séparation mécanique conduit à deux autres sous-produits : la pulpe et la coque. La pulpe, une fois enrichie, peut servir comme aliment du bétail et la coque peut être utilisée, entre autres, pour la synthèse du furfural. La teneur en huile du grignon d'olive peut atteindre des valeurs proches de 8 % (Uzzan, 1992). Son extraction par solvant est donc intéressante. Le conseil oléicole international (COI) a estimé qu'en 1987, l'Algérie a produit 17 500 tonnes de tourteau, ce qui a entraîné un manque à gagner de 1 500 000 dollars US par le seul fait que l'huile résiduelle n'est pas récupérée.

Au cours de cette extraction, l'action du solvant est gênée par l'humidité du grignon dont le taux dépend du mode d'extraction de l'huile vierge à partir du fruit. Le système par pression donne une humidité de 30 %, le système par centrifugation une humidité pouvant dépasser 50 %. Comme les solvants utilisés sont généralement non miscibles avec l'eau, l'extraction de l'huile n'est intéressante que si l'humidité est inférieure à 10 % (Ramos Ayerb et al., 1969). L'étape de séchage devient donc impérative.

Il a été montré que l'ajout du carbonate de sodium anhydre au grignon humide peut se substituer au séchage (Madueno, 1984). Dans ce travail, on se propose d'étudier son influence sur la cinétique d'extraction de l'huile par l'hexane et d'appliquer le modèle mathématique de Madueno (1984) à nos résultats expérimentaux. Un modèle statistique a été aussi élaboré.

MATÉRIEL ET MÉTHODES

Préparation des échantillons

Du carbonate de sodium anhydre dilué dans de l'eau distillée est ajouté au grignon d'olive prélevé d'une huilerie à chaîne continue. Cet ajout est calculé de façon à ramener l'humidité initiale des échantillons de 41,6 % à 50,0 %. Pour homogénéiser la distribution du carbonate dans ces échantillons, on procède à un malaxage.

Récupération de l'huile

L'extraction par l'hexane est réalisée en batch dans un réacteur thermostaté agité mécaniquement. Le miscella, séparé des solides par filtration sous vide, est distillé dans un évaporateur rotatif. L'huile ainsi récupérée est ensuite séchée à 103 ± 1 °C dans une étuve pour éliminer les dernières traces de solvant. L'étude cinétique de ces extractions est réalisée dans les conditions suivantes :

Humidité du grignon : $H = 50$ %

Rapport liquide/solide : $L/S = 4$

Température d'extraction : $T = 25$ °C

Temps d'extraction variable : $t_e = 6,5$ à 60 minutes

Temps de malaxage : $t_m = 10$ minutes

Teneur en Na_2CO_3 variable : $C = 0$ à 3,5 %

Vitesse d'agitation : $v_a = 800$ tr/mn

La masse de grignon soumise à l'extraction est à chaque essai égale à 50 g.

Résultats expérimentaux et discussions

L'étude a porté sur l'influence de la teneur en Na_2CO_3 dans le grignon d'olive humide sur le rendement en huile pour un temps de malaxage fixé à 10 minutes.

Le tableau 1 donne les résultats du rendement en fonction du temps d'extraction pour différentes teneurs en Na_2CO_3 dans le grignon humide. Chaque valeur présentée est la moyenne d'au moins trois essais. On observe que le rendement en huile extraite augmente avec :

- le temps d'extraction,
- la teneur en carbonate.

L/S = 4 ; T = 25 °C ; H = 50 % ; v_s = 800 tr/mn ; t_m = 10 mn				
t (mn)	Teneur en Na_2CO_3 dans le grignon (%)			
	0	1,5	2,5	3,5
6,5	0,83	1,40	1,65	1,90
8	0,91	1,65	1,75	2,02
10	1,08	1,69	2,02	2,25
12	1,22	2,01	2,18	2,38
15	1,35	2,48	2,33	2,49
20	2,05	2,53	2,82	2,80
30	2,60	2,99	3,04	3,05
40	2,65	3,10	3,13	3,25
60	2,86	3,29	3,34	3,40

Tableau 1 - Influence de la teneur en Na_2CO_3 sur le rendement de l'extraction

Modélisation mathématique

Pour prévoir le rendement en huile extraite qui dépend du temps d'extraction et de la teneur en carbonate de sodium, nous nous proposons :

- d'utiliser le modèle de Madueno,
- d'élaborer un modèle statistique global.

Modèle de Madueno

Le rendement de l'extraction peut s'écrire, d'après Madueno, sous la forme suivante :

$$\rho = a + b.C^k$$

où a, b et K sont des constantes et C la teneur en carbonate de sodium dans le grignon humide.

L'application de ce modèle à nos résultats expérimentaux donne de bons ajustements. Le tableau 2, qui présente les constantes a, b et K pour chaque temps d'extraction, montre que les coefficients de corrélation R^2 varient de 0,983 à 0,999.

t (mn)	Constantes de l'équation cinétique			R^2
	a	b	K	
6,5	0,83	0,44	0,67	0,999
8	0,91	0,58	0,50	0,995
10	1,08	0,46	0,75	0,999
12	1,22	0,62	0,47	0,995
20	2,04	0,43	0,49	0,983
30	2,60	0,37	0,17	0,999
40	2,65	0,38	0,35	0,995
60	2,86	0,38	0,27	0,999

Tableau 2 - Modèle de Madueno : influence du temps d'extraction sur les coefficients de l'équation.

Modèle statistique

Le modèle mathématique que nous nous proposons d'atteindre est une relation empirique (Kadi et al., 1984 ; Hamlat et al., 2003) issue de nos résultats expérimentaux. Habituellement, la procédure repose sur une planification des expériences où tous les paramètres pouvant avoir une influence sur le phénomène qui nous intéresse sont étudiés. La démarche consiste ensuite à :

- réaliser une analyse de variance (ANOVA) des résultats expérimentaux pour déterminer les facteurs ayant un "poids" sur ce phénomène ;
- trouver, si elles existent, les interactions entre les paramètres sélectionnés précédemment ayant un effet significatif ;
- chercher un modèle mathématique qui représente bien le phénomène dans le domaine étudié. Ce modèle sera écrit en fonction des paramètres et des interactions retenues.

Influence des paramètres et de l'interaction sur le rendement

Nous avons montré que le rendement dépend du temps d'extraction et de la teneur en carbonate de sodium dans le grignon humide. Donc seule l'analyse de variance pour l'interaction entre ces deux facteurs reste à faire.

Le tableau 4 présente l'analyse de variance issue des résultats expérimentaux (avec répétition de l'expérience) donnés par le tableau 3. Ces tests d'indépendance mettent en évidence l'effet significatif de l'interaction temps de contact-teneur en Na_2CO_3 sur le rendement. En effet, la valeur calculée $F = 4,50$ est supérieure à la valeur critique donnée par la table de Fisher $F_c = 1,82$. Par ailleurs, nous remarquons que le tableau d'ANOVA confirme l'influence du temps d'extraction et de la teneur en carbonates de sodium sur le rendement en huile extraite.

L/S = 4 ; T = 25 °C ; v _a = 800 tr/mn ; t _m = 10 mn				
t (mn)	Teneur en Na ₂ CO ₃ dans le grignon (%)			
	0	1,5	2,5	3,5
6,5	0,83	1,24	1,74	1,90
	0,83	1,40	1,65	1,84
8	0,91	1,65	1,83	2,03
	0,83	1,65	1,75	2,02
10	0,91	1,68	2,06	2,25
	1,08	1,69	2,02	2,15
12	1,22	2,01	2,18	2,38
	1,50	1,99	2,12	2,41
15	1,35	2,48	2,33	1,49
	1,70	2,26	2,21	2,60
20	2,05	2,53	2,82	2,80
	1,59	2,49	2,88	2,83
30	2,60	2,87	2,97	3,05
	2,70	2,99	3,04	3,10
40	2,65	3,10	3,13	3,25
	2,73	3,14	3,23	3,29
60	2,86	3,29	3,34	3,40
	2,82	3,25	3,22	3,42

Tableau 3 - Résultats de l'interaction temps de contact-teneur en Na₂CO₃.

Source des variations	Somme des carrés	Degré de liberté	Moyenne des carrés	F	Valeur critique pour F
Echantillon	28,22	8	3,53	385,69	2,21
Colonnes	8,23	3	2,74	300,02	2,87
Interaction	0,99	24	0,04	4,50	1,82
A l'intérieur du groupe	0,33	36	0,01		
Total	37,77	71			

Tableau 4 - ANOVA : interaction temps de contact-teneur en Na₂CO₃.

Recherche du modèle mathématique

Les premières tentatives indiquent que le modèle linéaire est inadéquat. L'ajustement à chercher est donc non linéaire. Pour l'élaborer, nous devons tenir compte des conclusions suivantes :

- le modèle de Patricelli (1979) appliqué à l'extraction de l'huile à partir du grignon d'olive par Meziane (2004) a montré que le rendement dépend de façon exponentielle du temps d'extraction ;
- le rendement, d'après le modèle de Madueno, dépend de la teneur en carbonate de sodium. Il s'écrit sous la forme $\rho = a + b.C^k$;
- l'interaction entre le temps d'extraction et la teneur en carbonates est aussi influente.

En utilisant les régressions multiples, le meilleur ajustement mathématique du modèle obtenu est :

$$\rho = 2,98 + 0,47 C^{0,15} + 3,19 e^{20,055 t_e} + 1,16 \frac{C}{t_e}$$

avec un coefficient de détermination R² égal à 0,99.

Le modèle satisfait tous les tests d'adéquation et l'erreur relative entre les résultats théoriques et expérimentaux n'excède pas 5 % pour la majorité des résultats.

Conclusion

Cette étude a montré que le carbonate de sodium ajouté au grignon d'olive humide a une influence positive sur le rendement en huile extraite.

Pour atteindre le modèle mathématique statistique permettant le calcul de ce rendement, nous avons prouvé que celui-ci dépend :

- du temps d'extraction de façon exponentielle ;
- de la teneur en Na₂CO₃ ;
- de l'interaction entre ces deux paramètres.

Le meilleur ajustement auquel nous aboutissons en utilisant les régressions multiples est le suivant :

$$\rho = 2,98 + 0,47 C^{0,15} + 3,19 e^{20,055 t_e} + 1,16 \frac{C}{t_e}$$

Nomenclature

a,b : constantes de l'équation de Madueno

C : teneur en Na₂CO₃ (%)

H : humidité du grignon (%)

K : constante de l'équation de Madueno

L/S : rapport liquide/solide (cm³/g)

R² : coefficient de détermination

T : température d'extraction (°C)

t_e : temps d'extraction (mn)

t_m : temps de malaxage (mn)

v_a : vitesse d'agitation (tr/mn)

ρ : rendement d'extraction de l'huile (%)

Bibliographie

Cruz Madueno E., Extracción del orujo húmedo de aceituna de los sistemas continuos de centrifugación, Grasas y Aceites, vol. 35 (3) 160-164, 1984.

Hamlat M.S., Kadi H., Fellag H., Precipitate Containing NORM in the Oil Industry : modelling and laboratory experiments, Applied Radiation and Isotopes, vol. 59, 95-99, 2003.

Kadi H., Fellag H., Modelling of oil extraction from olive foot cake using hexane, Grasas y Aceites, vol. 52, Fasc. 6, 369-372, 2001.

Meziane S., Kadi H., Lamrous O., Kinetic study of oil extraction from olive foot cake, Grasas y Aceites (sous presse).

Patricelli A., Assogna A., Casalaina A., Emmi E., Sodini G., Fattori che influenzano l'estrazione dei lipidi da semi decorticati di girasole, La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse, vol. LVI, 136-141, 1979.

Ramos Ayerb F. et Huesa Lope J., Generalidades sobre la extracción del aceites del orujos de aceituna mediante disolventes, Grasas y Aceites, vol. 20 (2), 85-94, 1969.

Uzzan A., Manuel des corps gras (Karleskind A., coordonnateur), tome 1, pp. 763-767, Lavoisier, Paris, 1992.