



Ecole supérieure de technologie -FES-

Département Génie Des Procédés



Société industrielle oléicole de Fès

Rapport de Stage



SOUS LE THÈME :

**Asservissement/Régulation du débit de la soude
nécessaire à la neutralisation d'huile des
grignons ou de Soja**

RÉALISÉ PAR :
OUKILI KAOUTAR
SOU MYA SEKHSOKH

ENCADRÉ PAR :
Mr. MOHAMMED RABI
Mme. FATIHA BOUSLAMI

2010-2011

**Etude d'un asservissement/régulation
du débit de la soude nécessaire à la
neutralisation d'huile des grignons ou
de Soja à l'usine SIOF (Fès)**

sommaire

Remerciements.....	3
Notations et symboles.....	4
Introduction.....	5
Historique de la société.....	6
<u>Partie 1 : Positionnement du problème</u>	7
1-Description de du procédé de raffinage d'huile.....	8
1-1 Raffinage d'huile de soja.....	9
1-2 Raffinage de l'huile de tournesol.....	15
2-Analyse de contrôle de qualité.....	17
3-Présentation du sujet.....	21
<u>Partie 2 : Etude d'un asservissement/régulation du débit de la soude nécessaire à la neutralisation de l'huile des grignons ou de Soja à l'usine SIOF (Fès)</u>.....	23
1- Proposition d'un schéma d'asservissement.....	24
2-Modélisation	25
3-Etude en simulation des performances de l'asservissement proposée.....	32
4-Liste d'instrumentation nécessaire à la réalisation du projet.....	35
Conclusion générale.....	40
Référence	42

REMERCIEMENT

REMERCIEMENT

Avant tous développements sur cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements à ceux qui nous ont beaucoup appris au cours ce stage.

Nous tenons à remercier tous les enseignants du département génie des procédés industriels pour les efforts qu'ils ont fournis pour notre formation.

Aussi nous remercions M^f Mohammed Rabi notre encadrant et M^{me} Fatiha Boussellami responsable de laboratoire qui nous ont formé et accompagné tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de pédagogie.

Nous conservons un remerciement spécial à Mr. Rafik directeur de la société SIOF et Mr. Lazaar responsable des ressources humaines, qui nous ont accueillis au sein de la SIOF.

Nos chaleureux remerciements vont à tout le personnel du laboratoire d'analyse de la SIOF, les techniciens et les ouvriers qui n'ont épargné aucun effort pour nous porter l'aide et aussi pour leurs conseils.

NOTATION ET SYMBOLES

Symbole	Désignation
x_c	Consigne (%)
$x_1(\%)$	signal en % de mesure de pH-mètre (Grandeur réglée)
$y_1(\%)$	Signal de mesure de débit de l'huile (Perturbation)
$y_2(\%)$	Signal de mesure de débit de la soude (la commande).
q_1 (Kg/h)	Débit volumique de l'huile.
ρ_1 (Kg/l)	La masse volumique de l'huile.
c_1 (% massique)	La concentration de l'acide oléique dans l'huile.
q_2 (Kg/h)	Débit massique de la Soude caustique
ρ_2 (Kg/l)	La masse volumique de la Soude caustique
E_1 (l/h)	Etendue d'échelle de débitmètre (FT) de l'acide.
E_2 (l/h)	Etendue d'échelle de débitmètre (FT) de la soude.

INTRODUCTION

L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. On les élimine par neutralisation par la soude caustique sous forme de savons appelés «pâtes de neutralisation ». Or la production de l'huile varie selon la campagne et selon la nature d'huile traitée. Cette variation de production s'accompagne souvent d'une variation de l'acidité d'huile brute. Donc le débit de la soude nécessaire à cette neutralisation doit s'adapter à ces changements aléatoires pour garder une acidité de l'huile traité constante de l'ordre de 0.03 % en acide oléique, point qui faisait l'objet de notre sujet de stage à SIOF.

Pour atteindre cet objectif, nous allons proposer un asservissement du débit de la soude en fonction de la production d'huile (tonnage traité) et de son acidité, en acide oléique, avant traitement. Après explication de fonctionnement de l'asservissement proposé, nous passerons à l'étape de validation qualitative en simulant, par Matlab/Simulink, une marche d'un point de fonctionnement du procédé. Dans ce cas, on va supposer que des changements vont se produire chronologiquement pour différents paramètres ou perturbations (débit d'huile à traiter, son acidité, changement de consigne pour l'acidité à la sortie séparateur).

Dans un premier temps, nous simulons les deux cas : avec et sans régulation de l'acidité finale de l'huile produite. Dans un deuxième temps, nous supposons que les perturbations qui se sont produites s'annulent après un certain temps et donc le procédé reviendra à son point de fonctionnement initial. Suite aux résultats de la simulation qu'on trouvera, on discutera de la validation de la stratégie proposée.

En fin et après l'inventaire du matériel nécessaire à l'implémentation de l'asservissement en question nous donnerons, suite à nos recherches sur Internet, quelques catalogues et adresses des fournisseurs.

HISTORIQUE

HISTORIQUE

La SIOF « Société industrielle oléicole de Fès » est une société anonyme à vocation agro-alimentaire plus précisément dans le domaine de l'extraction, raffinage, et le conditionnement des huiles alimentaires et conserve des olives.

La SIOF a été créé en 1961 sous forme d'une société à responsabilités limitée (S.A.R.L), la SIOF est une réalisation qui n'a pas cessé de développer ses moyens, de diversifier et d'améliorer la qualité de ses produits.

Au départ l'activité initiale de la société était simplement la pression d'olives, l'extraction de l'huile de grignon et la conserve d'olives.

1966, La SIOF a pu installer une raffinerie d'huile de table avec une capacité de 12000 tonnes/an.

1972 la société SIOF a intégré dans ses activités une usine de fabrication des emballages en plastique et un nouvel atelier pour le remplissage, capsulage et étiquetage des bouteilles (1/2 L, 1L, 5L).

1977, Cette nouvelle installation a permis à la société de devenir un complexe important pour le capsulage des produits.

1978 le produit de la SIOF s'est étendu dans tout le royaume grâce au premier lancement de la campagne publicitaire, l'ouverture des dépôts à différentes régions du royaume. Tout cela a permis à la société de devenir plus proche au consommateur surtout avec ses différents produits de qualité.

1980, afin d'augmenter sa production, l'entreprise a mis en place une installation de raffinage d'une capacité de 30.000 tonnes/an.

A partir de 1980, elle s'est transformée en une Société Anonyme (S.A) avec un capital de 51 millions de dirhams dont les actions sont réparties entre la famille LAHBABI.

1993, la mise en place d'une raffinerie de l'huile brute à base de soja.

1994, recrutement des cadres pour améliorer la gestion de l'entreprise et élargir sa part de marché.

2003-2004, la société a installé deux chaînes de production pour la fabrication des bouteilles de PET (type de plastique). Pour le conditionnement des huiles en format 0.5L, 1L, 2L, 5L.

Partie 1 :
Partie 1 :
Positionnement du problème

1-Description du procédé de raffinage d'huile :

Le raffinage est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile en un produit comestible en éliminant les impuretés qui le rendent impropres à la consommation en l'état.

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables, ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (gommes, acides gras libres, pigments, agents odorants, ...). Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes. Il comprend plusieurs opérations :

Démucilagation (ou dégommage) : elle permet de débarrasser les huiles des gommes après leur hydrolyse par un acide.

Neutralisation : les acides gras libres sont les impuretés les plus représentées dans les huiles à raffiner. L'étape de neutralisation sert à éliminer ces composés susceptibles d'accélérer l'oxydation de l'huile. Elle se fait à l'aide de soude caustique et est suivie d'un lavage à l'eau et d'un séchage.

Décoloration : elle sert à éliminer les pigments contenus dans l'huile.

Filtration : cette étape permet d'obtenir une huile limpide après élimination de la terre décolorante.

Désodorisation : cette étape permet de débarrasser, l'huile de son odeur désagréable par distillation sous vide poussé à température élevée (180°C-200°).

1-1 Raffinage d'huile de tournesol :

a) Démucilagination et neutralisation :

Parmi les impuretés des huiles brutes se trouvent les mucilages, les quelles substances se partagent entre l'eau et l'huile. Chimiquement, les mucilages sont des phospholipides, glycérides liés à l'acide phosphorique et à une base azotée.

Ces mucilages sont floculés par addition d'eau chaude acidulée par l'acide phosphorique.

La neutralisation est justifiée par le fait que l'acidité organique de l'huile augmente son instabilité.

Il convient donc de procéder à une neutralisation par de la soude aqueuse, et on sépare les savons par centrifugation. ; les produits éliminés ou pâtes de neutralisation, renferment les savons de sodium et de l'huile entraînée.

Pour finir on lave l'huile à l'eau acidifié, et on la sèche sous vide.

Conduite de l'opération :

Le diagramme de la figure.....représente un exemple de procédé démucilagination et neutralisation de l'huile de tournesol. Les principales étapes sont décrites ci-après :

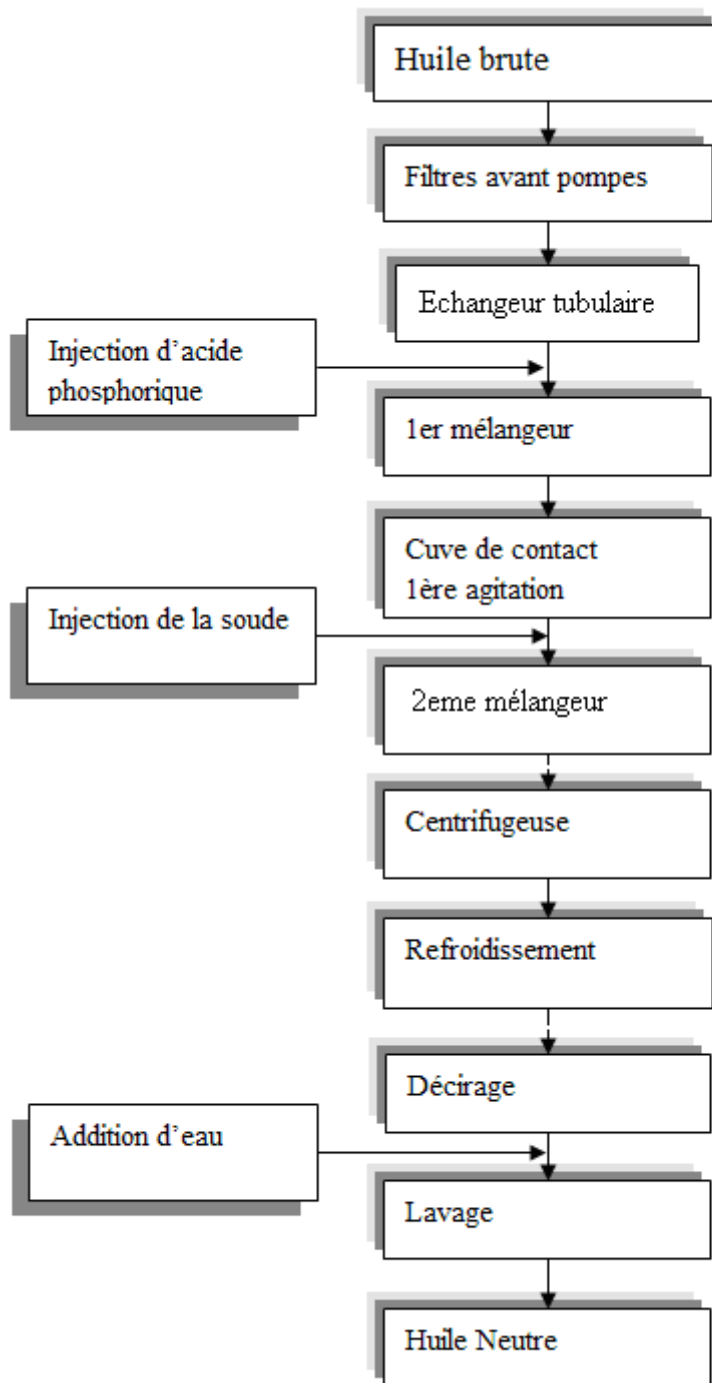


Figure 1.1 : diagramme de démucilagination et neutralisation de l'huile de tournesol.

Chauffage : il s'effectue dans un échangeur thermique tubulaire, faisant l'huile brute par de la vapeur, l'huile quitte l'échangeur à une température entre 85 et 90°C.

Injection de l'acide : il s'agit de l'acide phosphorique qu'on ajoute après dilution à des quantités estimées. Le mélange sera homogénéisé dans un premier

mélangeur avant d'entrer dans une cuve de contact qui est prévue pour augmenter le temps de contact et parfaire aussi l'opération de la démulcination.

Injection de la soude : l'injection se fait par le biais d'une pompe, le mélange huile et soude sont homogénéisés dans le mélangeur.

Séparation : le but de cette étape est la pâte de l'huile pour donner une huile neutre exempt des mucilages et savons. La séparation est réalisée par centrifugation.

Refroidissement : il a lieu dans un échangeur thermique à centre courant l'huile séparée de la pâte contre l'huile entrante puis contre l'eau froide dans les maturateurs grâce à des serpentins dans les quels circule l'eau froide. le rôle de ces maturateurs est de cristalliser les cires pour faciliter leur séparation dans la centrifugeuse.

Décirage : après avoir été cristallisées, les cires sont séparées par centrifugation, le but de cette opération est d'améliorer la qualité du produit fini qui peut être affecté par l'aspect turbide que donne la présence des cires à température ambiante. Cette opération est aussi appelée (fragilisation).

Chauffage : il se fait sur deux étapes, d'abord dans un échangeur thermique faisant circuler l'huile contre l'eau relativement chaude, puis dans un échangeur à vapeur. L'huile quitte le 2eme échangeur à une température de 70°C.

Lavage : il s'effectue dans un séparateur et consiste à éliminer les substances alcalines telles que les savons et soudes en excès ainsi que les traces de phospholipides, métaux et toutes autres impuretés. L'huile de tournesol est envoyée vers le bac tampon d'où va commencer la décoloration.

b) Décoloration :

A la sortie de la neutralisation, l'huile reste encore trop foncée pour être commercialisée. Ainsi, les pigments responsables de la coloration doivent être éliminés, pour cela l'huile est traitée par une terre usée vers 90-100°C sous agitation, cette même terre sera éliminée par filtration.

Conduite de l'opération

Le diagramme de la figure représente un exemple de procédé de la décoloration de l'huile de tournesol.

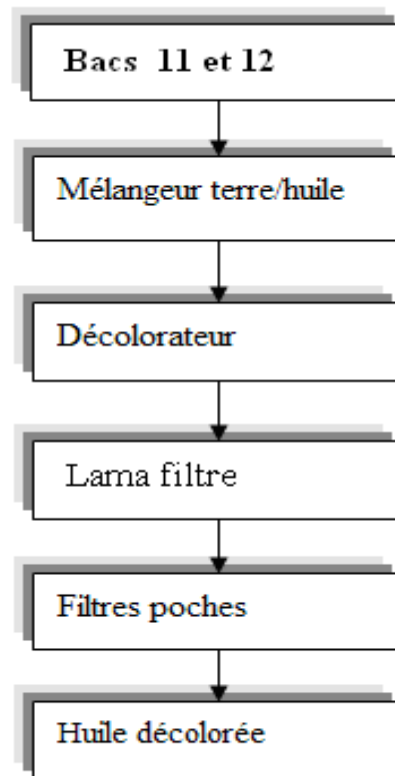


Figure1.2 : diagramme de décoloration de l’huile de tournesol

Les principales étapes sont décrites ci-après :

Stockage : à la sortie de la neutralisation, l’huile est envoyée vers le bac 11 et 12 avant d’être pompée vers la décoloration.

Décoloration : il a lieu au décolorateur où la terre décolorante a le temps de contacter l’huile pendant une durée suffisamment longue pour que l’huile cède ses pigments.

c) **Filtration** :

L’huile après décoloration est envoyée vers les filtres où il y aura une séparation mécanique liquide-solide pour récupérer à la fin de l’opération une huile décolorée d’une part, et d’autre part une terre usée. La filtration se poursuit dans les filtres à poches.

Après la filtration, l'huile décolorée est envoyée vers un bac de stockage qui servira comme alimentation de l'opération de la désodorisation.

Après décoloration, l'huile de tournesol doit avoir les caractéristiques suivantes exigées par la législation et par la clientèle :

Acidité(en %) : 0.05 – 0.08

Savon(en ppm) : 0 – 15

d) Désodorisation :

La désodorisation est la dernière phase du raffinage des huiles. Son but est d'éliminer les acides gras et les substances odoriférantes (aldéhydes et cétones), par entraînement à la vapeur sous vide et à température élevée.

Voici par la suite des différents stades du procédé de désodorisation :

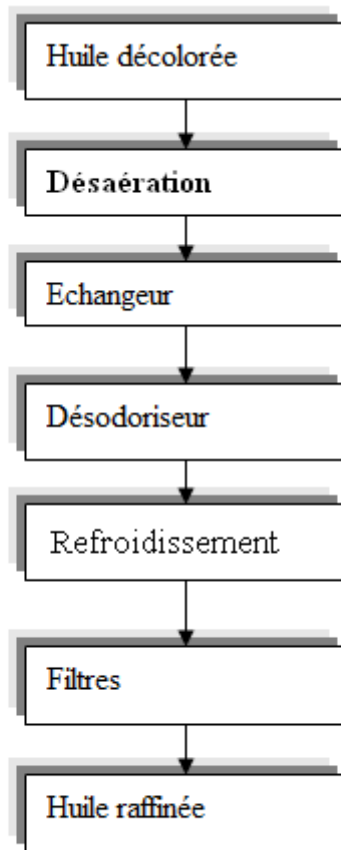


Figure1.3 : diagramme de désodorisation de l'huile de tournesol.

Désaération : cette opération consiste à éliminer l'air contenant dans l'huile.

Préchauffage : l'huile est chauffée dans un échangeur thermique tubulaire en faisant circuler l'huile désodorisée et l'huile décolorée à contre courant.

Désodorisation de l'huile : le désodoriseur est de forme cylindrique Verticale. Dans cette partie du processus on élimine l'ensemble des composés odoriférants par l'effet d'un vide poussé auquel est soumise toute l'installation de désodorisation. L'huile maintenue sous vide et soumise à une haute température variant entre 200 et 260°C. L'huile est maintenue dans le désodoriseur en état d'agitation permanente pendant une durée de 2 heures d'environ.

Refroidissement de l'huile : l'huile désodorisée coule continuellement du dernier compartiment du désodoriseur vers un premier l'échangeur où il circule à conter courant avec l'huile décolorée. Puis vers un échangeur où il circule à contre courant avec l'eau froide. L'huile sort à une température de 60°C et elle est dirigée vers les filtres pour donner une huile finie brillante.

1-2 Raffinage d'huile de soja :

a) Démucilagination et neutralisation :

Cette opération comprend les étapes suivantes :

Stockage et alimentation : l'huile brute de soja est stockée dans des cuves qui sont réservées. Avant de subir la démucilagination, cette huile filtrée par les filtres d'avant pompe, puis pompée vers le circuit de neutralisation.

Chauffage : il a lieu dans un échangeur tubulaire par la vapeur d'eau. L'huile brute entre au 1^{er} échangeur à 22°C et sort du 2^{ème} à 95°C.

Injection de l'acide : la solution d'acide phosphorique, à 25-30 degré baumé, est injectée. Le mélange passe dans un 1^{er} mixeur puis dans un bac de contact.

Injection de la soude : elle se fait grâce à une pompe, la soude est 30 baumé.

Séparation : elle a lieu dans une centrifugeuse, le but de cette séparation est de donner une huile à 1200ppm de savons.

Lavage : il se fait sur deux étapes :

Le premier lavage se fait dans un séparateur et donne une huile lavée à une teneur de 300ppm de savons.

Le deuxième lavage a lieu dans un autre séparateur donnant une huile à une teneur en savons de 50ppm.

Séchage: un réservoir mis sous vide et prévu pour éliminer le reste d'eau après les deux lavages.

A la fin de la neutralisation, l'huile est envoyée vers un bac où va commencer la décoloration.

Tableau 1.1 : Spécifications de l'huile neutre et lavée.

	Acidité (en %)	Savons (en ppm)	Phosphore (en ppm)
Huile neutre	0.02 – 0.04	1200 – 1400	--
Huile séchée	0.08 – 0.1	Inférieur à 50	Inferieure à 5

b) Décoloration et Désodorisation :

La conduite de ces deux opérations est similaire à celle utilisée pour l'huile de tournesol.

Tableau 1.2 : Spécifications de l'huile désodorisée.

	Acidité (en %)	Transmission	Phosphore (en ppm)
Huile désodorisée	Inferieure à 0.1	Supérieure à 48%	Inferieure à 2

2-Analyses de contrôle de qualité au laboratoire :

Les analyses effectuées au laboratoire de la société SIOF ont pour rôle de garantir la qualité des huiles produites en faisant des contrôles qui se basent sur des techniques de la chimie analytique instrumentale et non instrumentale.

- Contrôle de l'acidité
- Contrôle des savons
- Analyse de la pate de neutralisation.
- L'humidité
- Indice de peroxyde
- Contrôle des impuretés insolubles
- Contrôle de la transmittance
- Dosage du phosphore

- **Contrôle de l'acidité :**

L'acidité est la quantité d'acides gras libres exprimée en pourcentage % d'acide oléique.

Mode opératoire :

On fait une prise d'essai. On ajoute de l'alcool neutralisé en tant qu'indicateur coloré et on titre par l'hydroxyde de potassium à 0.1N jusqu'au virage des couleurs.

Calcul :

L'acidité est donnée par la formule suivante :

$$A = \frac{V \times N \times PM}{PE} \times 100 \quad (1.1)$$

Avec :

V : volume de KOH versé en ml.

PM : poids moléculaire de l'acide oléique =282 g/mol.

PE : prise d'essai en g.

- **Contrôle des savons :**

C'est la détermination de l'alcalinité exprimée en oléate de sodium.

Mode opératoire

On fait une prise d'essai d'huile. On ajoute un volume connu de la solution savon et on titre avec l'acide chlorhydrique à 1N jusqu'au virage.

Calcul :

La quantité des traces des savons est donnée par la relation suivante :

$$S = \frac{TB \times N \times PM}{PE} \quad (1.2)$$

Avec :

S : teneur en savons.

TB : tombée de burette en ml.

PM : poids moléculaire d'oléate de sodium = 304g/mol.

PE : prise d'essai en g.

N : normalité.

- **Analyse de la pate de neutralisation :**

C'est la détermination de la quantité de matière grasse éliminée et l'acidité de la pâte.

Mode opératoire :

On met environ 10g de la pate dans un ballon, on ajoute 30ml de Dioxane pur, 7ml d'eau distillé, 7ml d'acide sulfurique et quelques gouttes d'orange de méthyle.

On chauffe le mélange jusqu'à virage de la coloration vers le marron. Après la dissociation de la pate, le mélange est traversé dans une ampoule à décanter où il y a séparation de 2 phases : phase aqueuse est lavée 3 fois avec l'hexane ainsi la phase contenant la matière grasse est lavée avec l'eau chaude, puis filtré sur un papier filtre contenant le sulfate de sodium pour éliminer les traces d'eau existantes.

Le mélange hexane-matière grasse est mit dans un rotavapeur pour éliminer l'hexane. L'huile obtenue est mise dans l'étuve à 103°C pendant 15min puis refroidi dans le dessiccateur. On pèse la quantité de matière grasse et on détermine son acidité en ajoutant 100ml d'alcool neutralisé par le phénophtaléine et on titre avec KOH (1N) jusqu'à virage à la rose pale.

Calcul :

L'acidité est donnée par la relation suivante :

$$\text{Matière Grasse} = \frac{(m - m_0) \times 100}{PE} \quad (\%) \quad (1.3)$$

Avec :

m_0 : masse du ballon vide.

m : masse du ballon remplie de matière grasse.

PE : prise d'essai

- **L'humidité de l'huile :**

L'humidité est déterminée par perte en poids pour un échantillon ayant séjourné un temps suffisant dans une étuve réglée à une température de 105°C.

Mode opératoire

On pèse la tare d'une boîte de pétri. On fait la prise d'essai d'huile, et on met la boîte de pétri avec la prise d'essai dans l'étuve.

Après 2 heures, on la sort de l'étuve, on la met dans le dessiccateur pour la refroidir. On répète l'opération jusqu'au poids constant.

Calcul :

Le pourcentage d'humidité du corps gras est donné par la formule :

$$H\% = \frac{(m_1 - m_2)}{(m_1 - T)} \times 100 \quad (1.4)$$

Avec :

Mm1 : prise d'essai.

Mm2 : poids de l'échantillon après étuvage.

T : la tare.

- **Indice de peroxyde :**

C'est la détermination du nombre de milliéquivalents d'oxygène par kilogramme de produit.

Mode opératoire

On fait une prise d'essai de 5 à 10 g dans un flacon de 250ml. On ajoute 25 ml du mélange solvant, (acide acétique et chloroforme) puis 1ml d'iodure de potassium, On agite pendant 1min et on l'abandonne 5min à l'abri de la lumière. On ajoute 25 ml d'eau distillée, et on titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate 0.01N en agitant vigoureusement en présence d'empois d'amidon 0.5 à 1% récemment préparée. On effectue deux déterminations sur deux prises d'essai prélevées sur le même échantillon, on effectue parallèlement de la même façon un essai à blanc sans corps gras. si le résultat excède 0.05ml de la solution 0.01N de thiosulfate de sodium, On doit préparer de nouveaux réactifs.

Calcul :

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$IP = \frac{V - V_0}{P} \times 10 \quad (1.5)$$

Avec :

V : le volume de thiosulfate de sodium utilisé dans l'essai.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé dans l'essai à blanc.

P : prise d'essai

Contrôle des impuretés insolubles :

C'est la détermination du pourcentage d'impuretés de l'huile.

Mode opératoire :

On Prélève 20g de matière grasse liquide dans une erlenmeyer de 250ml, et on ajoute 200ml de solvant éther de pétrole. On agite et on laisse reposer 30min, après on filtre par papier filtre wattman et on lave les résidus avec le minimum de solvant nécessaire pour éliminer la totalité de la matière grasse. On sèche à 105°C jusqu'à poids constant.

L'augmentation de poids du filtre représente la quantité des impuretés présente.

Calcul :

La teneur en impuretés insolubles est exprimée par la relation suivante :

$$\% \text{impuretés} = \frac{\text{PoidsDesRésidus}}{\text{PoidsD'échantillon}} \times 100 \quad (1.6)$$

• Contrôle de la transmittance :

C'est la détermination du pourcentage de coloration pour s'assurer que la couleur de l'huile répond aux normes.

Mode opératoire.

Après la mise à zéro du colorimétrie par de l'eau distillée. On Procède à une lecture de la transmittance à 420nm pour l'échantillon.

Les admises sont :

Huile soja : **78 à 86 %**

Huile de tournesol : **85 à 93 %**

- **Dosage du phosphore :**

C'est détermination de la quantité du phosphore contenue dans les huiles, qu'on rencontre souvent sous forme d'esters de l'acide phosphorique.

Mode Opérateur :

Première étape :

On fait une prise d'essai de l'huile, on rajoute une pincée d'oxyde de magnésium et on la met sur feu jusqu'à calcination totale. On introduit le creuset dans un four à 570°C, on verse 10ml de l'acide nitrique à 7% .On transvase le contenu de creuset dans une fiole de 100 ml, à travers un papier filtre en rinçant par de l'eau distillée, et on complète le volume par l'eau distillée.

Deuxième étape :

On met dans des béchers de 10ml le réactif denitrovanadomolyddique,et on ajoute 10ml de la solution contenue dans la fiole, et on prépare un témoin (10ml de réactif et 10ml d'eau).

La détermination du phosphore se fait par spectrophotométrie ,on met l'échantillon témoin dans deux cuves qu'on place parallèlement dans le spectrophotomètre ;après on met l'échantillon à analyser dans l'une des cuves.

3-Présentation du sujet :

Le Thème de notre stage porte sur l'étape de neutralisation qui est très intéressante car elle élimine les acides gras libres qui sont des catalyseurs d'oxydation, elle élimine aussi les matières colorées et les traces de métaux qui peuvent accompagnés l'huile lors de stockage.

La neutralisation se fait par injection de la soude par une pompe. Le mélange d'huile et de soude passe dans un mélangeur à grande vitesse pour éliminer tout risque de saponification parasite avant d'être envoyé vers le séparateur à bol auto-débourbeur destinée à séparer les pates de neutralisation.

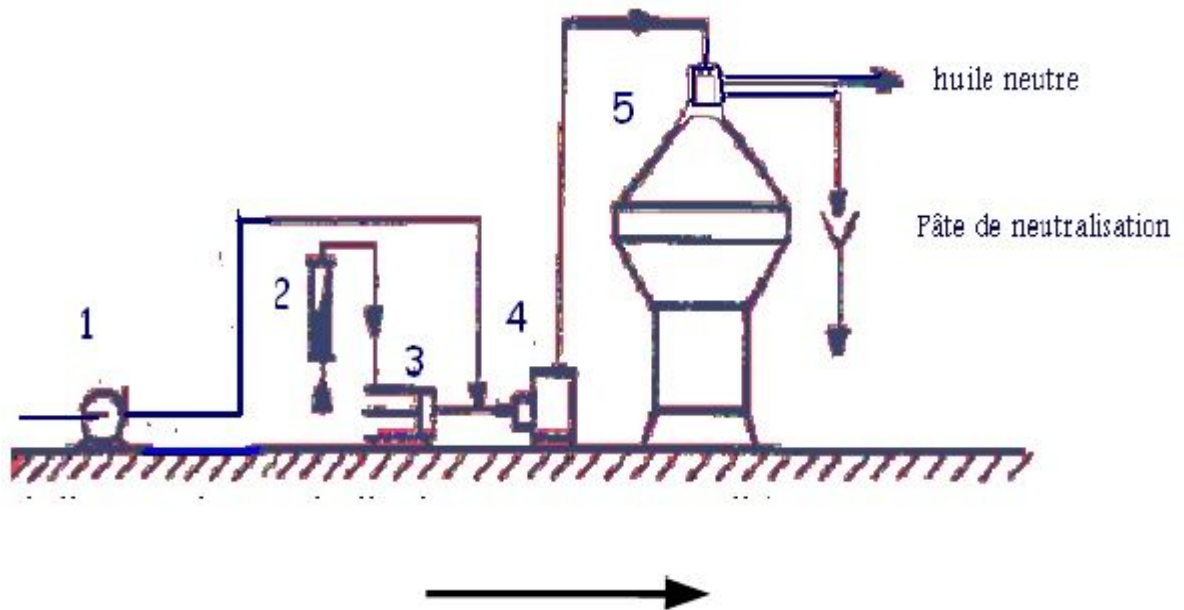


Figure : schéma de la neutralisation de l'huile.

- 1 Entrée de l'huile dégommée
- 4 Mélangeur rapide
- 2 Débitmètre de la solution de la soude caustique
- 5 Séparateur centrifuge
- 3 Pompe doseuse de la soude caustique

La quantité de la soude ajoutée est en fonction de l'acidité d'huile qui est déterminée dans le laboratoire de contrôle de qualité de la SIOF par un dosage acido-basique.

Or la production de l'huile varie selon sa nature (soja, tournesol,...). Cette variation de production s'accompagne souvent d'une variation de l'acidité d'huile brute. Donc le débit de la soude nécessaire à cette neutralisation doit s'adapter à ces changements aléatoires pour garder une acidité de l'huile traité constante de l'ordre de 0.03 % en acide oléique.

Le thème de notre stage consiste alors à étudier une régulation du débit de la soude en fonction du débit d'huile acidifiée et de son acidité.

Partie 2 :

Etude de l'asservissement/régulation du débit

1-Proposition d'un schéma d'asservissement

A SIOF, une partie du débit de la soude est réglé manuellement en fonction de la production donc du débit de l'huile à traiter et de son acidité. Ce débit est fixé avec un excès de 10%. Cette opération est pénible et imprécise. Ce qui entraîne un impact sur la qualité de l'huile commercialisé notamment son acidité. Pour garder une qualité conforme aux normes internationales, il est impératif d'automatiser cette opération. La deuxième partie du débit total de la soude sert à neutraliser l'acide phosphorique ajouté dans la section de dégommage de l'huile étape qui précède à la neutralisation.

D'après la description du procédé, la grandeur réglante est le débit de la soude. La grandeur réglée est l'acidité ou pH de l'huile à la sortie du séparateur. Les principales perturbations sont la production donc le débit de l'huile à traiter et son acidité.

L'analyse de la conduite actuelle menée pour corriger l'acidité à la sortie du séparateur nous a permis de proposer le schéma d'asservissement de la figure 2.1 (a) ou (b). Les deux schémas se diffèrent au niveau de l'actionneur qui est soit une vanne automatique ou soit une pompe. Ces dernières années, on commençait à installer plus de variateurs de vitesse que des vannes automatique pour actionner un débit (presque dans toutes les sucreries marocaines). Cette solution a montré qu'on arrive économiser de l'énergie électrique au niveau de l'usine.

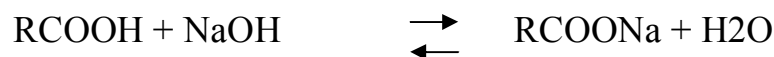
Dans cette asservissement/ régulation, le débit total de la soude est calculé, par le relais FY1, en fonction du débit de l'huile à traiter, de son acidité et de la quantité de l'acide phosphorique ajouté pendant l'opération de dégommage. Ce

débit ainsi calculé sera fixé dans le procédé (à l'entrée du mixeur) par le régulateur ou correcteur FIC1, par action sur la vanne automatique FCV (Figure 2.1 a) ou sur la vitesse de la pompe via un variateur de vitesse (Figure 2.1 b). Dans le cas où on veut fixer une acidité de l'huile neutralisée, c'est le relais FY2 qui calculera le nouveau débit nécessaire de la soude tout en tenant compte de la production et de l'acidité d'huile avant traitement. Un Switch manuel permet de choisir le mode d'asservissement : asservissement du débit de la soude à la production et à son acidité ou asservissement de l'acidité de l'huile neutralisée.

2-Modélisation

2.1- Modélisation du mixeur + séparateur

La réaction de neutralisation des acides gras et principalement celle de l'acide oléique s'écrit :



C'est une réaction équilibrée et donc n'est pas totale. Soit α la fraction molaire transformée de la soude.

Figure 2.1(a) : Schéma d'un asservissement automatique proposé pour la neutralisation de l'acidité d'huile à l'usine SIOF : actionneur = Vanne

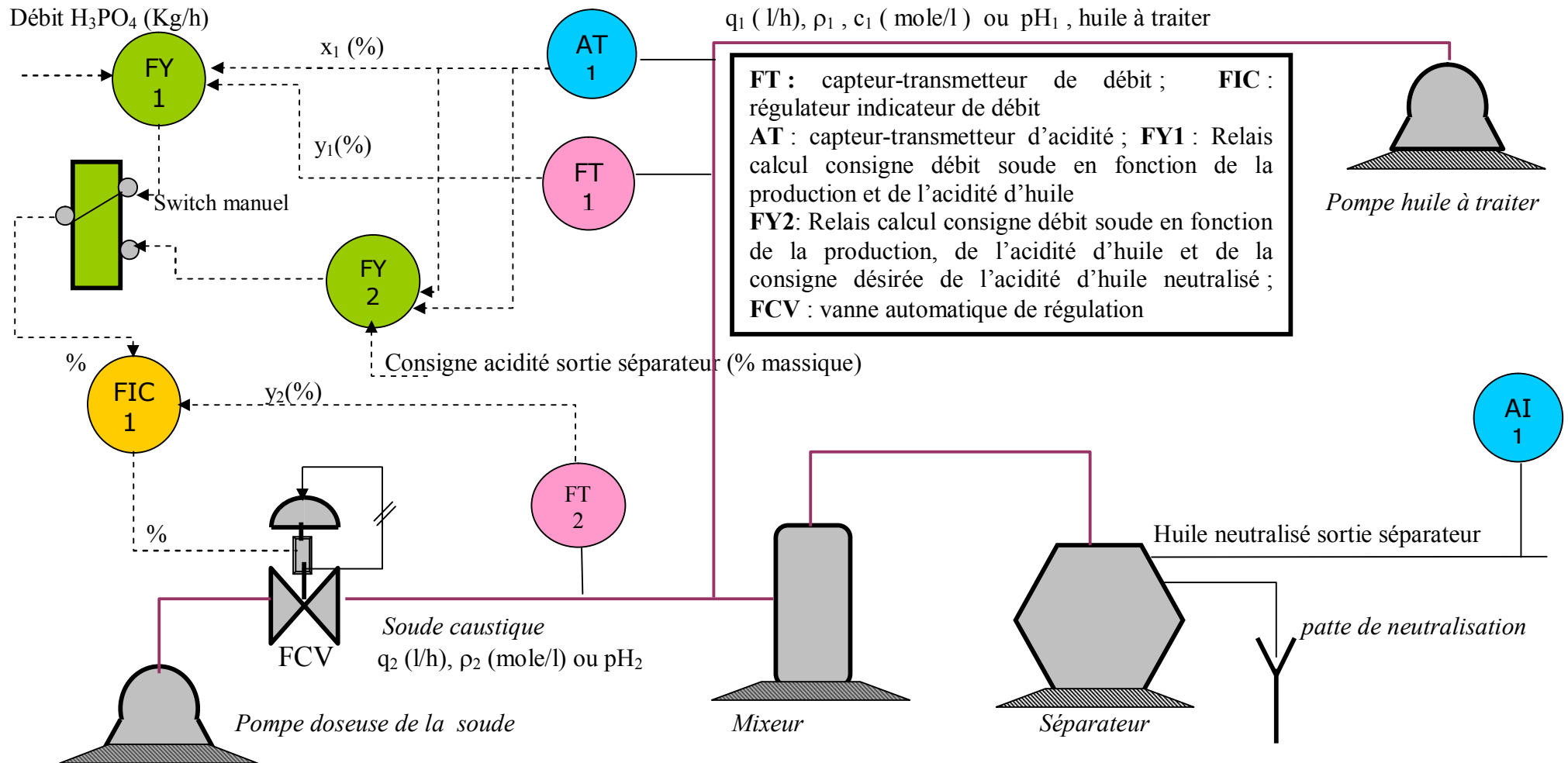
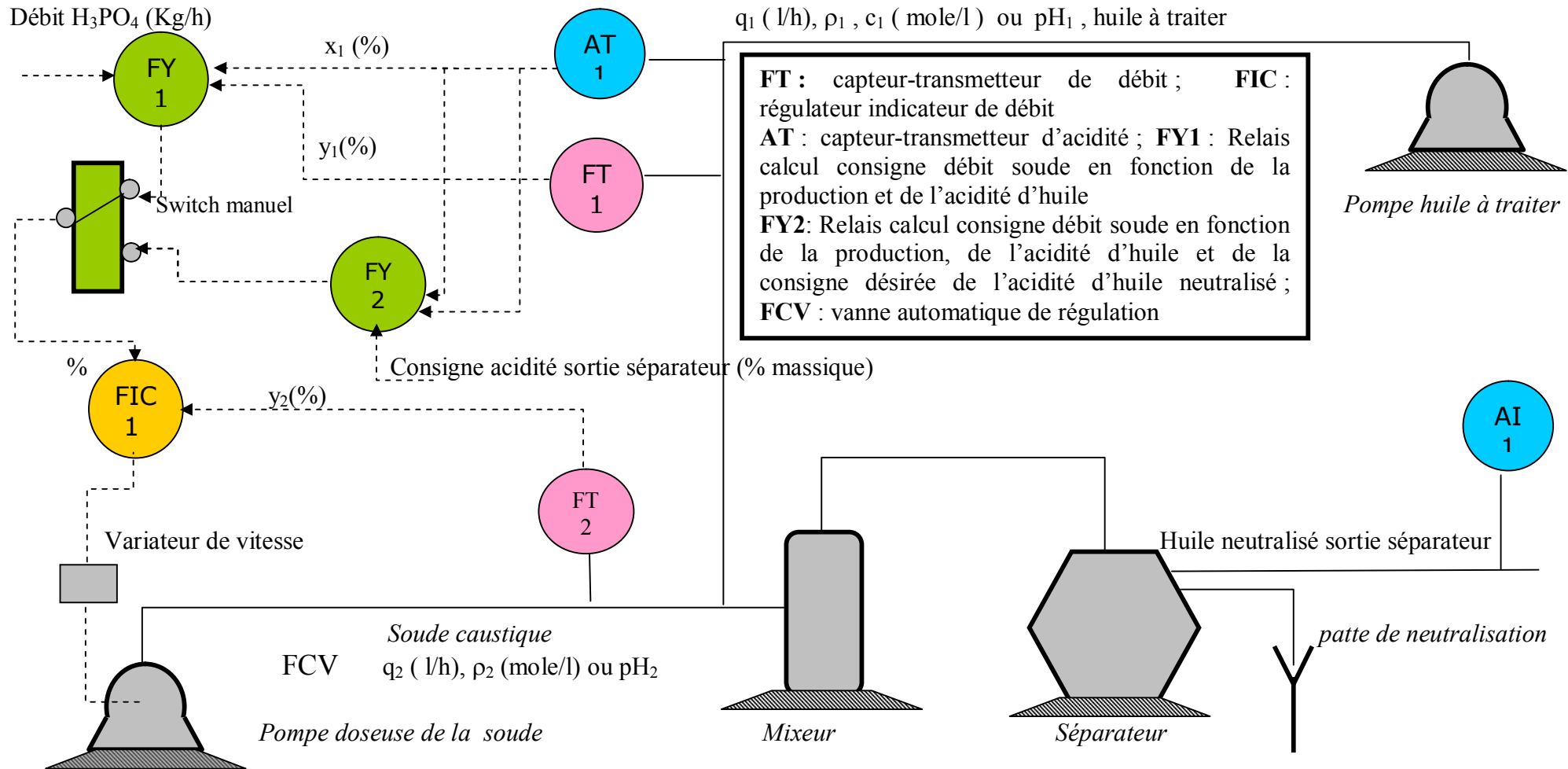


Figure 2.1 (b) : Schéma d'un asservissement automatique proposé pour la neutralisation de l'acidité d'huile à l'usine SIOF : actionneur = pompe



Le volume du mélangeur étant de 1 litre, Pour un débit de 9 t/h d'huile de masse volumique 0.92 Kg/l, le temps de séjour dans ce mélangeur sera de 0.368 s donc petit. Par conséquent on peut négliger l'accumulation de la matière dans le mixeur et on écrit alors les bilans (Tableaux 1) :

Tableau 1 : Bilan de la réaction de neutralisation d'huile

Substance	Avant mixeur (Kg/h)	Après mixeur (Kg/h)
Acide	$q_1 c_1$	$q_1 c_1 - q_2 \frac{M_1}{M_2} \alpha$
Huile	q_1	$q_1 - q_2 \frac{M_1}{M_2} \alpha$
Soude	q_2	$\frac{q_2}{M_2} (1 - \alpha) \times M_2$
Savon formé par réaction	0	$q_2 \frac{M_3}{M_2} \alpha$
L'eau	0	$q_2 \frac{M_4}{M_2} \alpha$

Avec q_1 : débit massique de l'huile à traiter (Kg/h)

q_2 : débit de soude nécessaire à la réaction de neutralisation de l'acide oléique (Kg/h)

c_1 : acidité massique en % de l'acide oléique

M_1 : masse molaire acide oléique Kg/mol (0.282 Kg/mol)

M_2 : masse molaire soude Kg/mol (0.040 Kg/mol)

M_3 : masse molaire du savon Kg/mol (0.304 Kg/mol)

M_4 : masse molaire de l'eau Kg/mol (0.018 Kg/mol)

α : la fraction molaire transformée de la soude.

Pour l'application numérique, on considère le point de fonctionnement :

La soude caustique utilisée est une soude 32°B (huile des grignons d'olive) d'où $\rho_2 = 0.3277 \text{Kg/l}$ ce qui nous permettra de calculer les débits volumiques de la soude dont on aura besoin. Et dans ce cas, on suppose une étendue de mesure de débitmètre de la soude $E2 = (0-200 \text{ l/h})$.

$$q_1 = 9000(\text{Kg/h}) ; c_1 = 0.5 \% ; q_2 = 1.1 \times q_1 \times \frac{c_1}{100} \times \frac{M_2}{M_1} \quad (2.1) \quad \text{excès de soude}$$

10% soit 7.02 Kg/h soit un débit volumique de $(7.02/\rho_2) = 21.410 \text{ l/h}$ ou 10.705 %

Soit $c_0 = 0.03 \%$ l'acidité à la sortie du séparateur donc on calcul α à partir de l'équation (bilan massique séparateur) :

$$\left[q_1 - q_2 \frac{M_1}{M_2} \alpha \right] c_0 = q_1 c_1 - q_2 \frac{M_1}{M_2} \alpha \quad (2.2) \Rightarrow \alpha = \frac{q_1 (c_1 - c_0)}{q_2 \frac{M_1}{M_2} (1 - c_0)} = \frac{9000 \left(\frac{0.5}{100} - \frac{0.03}{100} \right)}{7.02 \frac{282}{40} \left(1 - \frac{0.03}{100} \right)} \approx 0.853$$

De l'équation (2.2), on tire :

$$q_2 = \frac{q_1 (c_1 - c_0)}{\frac{M_1}{M_2} (\alpha - c_0)} \quad (2.3)$$

On montre facilement la relation entre la concentration molaire c'_1 et l'acidité en % massique c_1 qui est :

$$c'_1 \text{ (mol/l)} = \frac{\rho_1}{M_1} \frac{c_1}{100} \quad (2.4)$$

Où M_1 est la masse molaire de l'acide Kg/mol et ρ_1 sa masse volumique en Kg/l (on prendra 0.92 Kg/l pour l'application numérique)

Pour ce point de fonctionnement le débit de l'acide phosphorique ajouté dans l'opération de dégommage est de 18 Kg/h donc pour le neutraliser, il faut un débit de soude de $2 \times (18/98) \times 40 = 14.7$ Kg/h soit $(14.7/\rho_2) = 44.858$ l/h ou 22.429% (E2 = (0-200l/h)).

2.2- Algorithmes de l'asservissement proposée

A l'usine SIOF, on calcul le débit de la soude par l'équation (2.1) qui peut encore s'écrire tout en tenant compte de (2.4) :

$$q_{2v} = 1.1 \times q_{1v} \times c'_1 \times \frac{M_2}{\rho_2} \quad (2.5)$$

Ou encore

$$q_{2v} = 0.044 \times \frac{q_{1v} \times c'_1}{\rho_2} \quad (2.6)$$

Soit E_1 et E_2 les étendues d'échelle respectivement des débitmètres (FT) d'acide et de la soude et q_{1m} et q_{2m} les débits minimaux à mesurer correspondants. y_1 , y_2 les signaux en % émis par les débitmètres. Soit x_1 le signal en % du capteur pH-mètre dont on suppose une étendue (0-14 unité pH) = (0% - 100%). On suppose aussi $E_1 = (0-150000 \text{ l/h})$. L'équation (2.6) s'écrira alors :

$$\left(\frac{y_2}{100} E_2 + q_{2m}\right) = 0.044 \times \left(\frac{y_1}{100} E_1 + q_{1m}\right) \cdot 10^{-\frac{14}{100} x_1} \times \frac{1}{\rho_2} \quad (2.7)$$

Ou encore le signal débit de la soude est calculé par :

$$y_2 = \frac{100}{E_2} \left[0.044 \times \left(\frac{y_1}{100} E_1 + q_{1m}\right) \cdot 10^{-\frac{14}{100} x_1} \times \frac{1}{\rho_2} - q_{2m} \right] \quad (2.8)$$

Le débit total de la soude y compris celui de la neutralisation de l'acide phosphorique est alors $y_2 + 22.429 \%$. Cette dernière équation est l'équation du calcul du relais FY1.

Par la même procédure appliquée à l'équation (2.3) on déterminera l'équation du relais FY2.

Pour la vanne automatique, nous avons supposé qu'elle a une constante de temps de 3s et un gain de 1.

Le schéma fonctionnel de simulation SIMULINK [2] de la commande complète y compris le procédé et tous les instruments utilisés est représenté sur la figure 2.2.

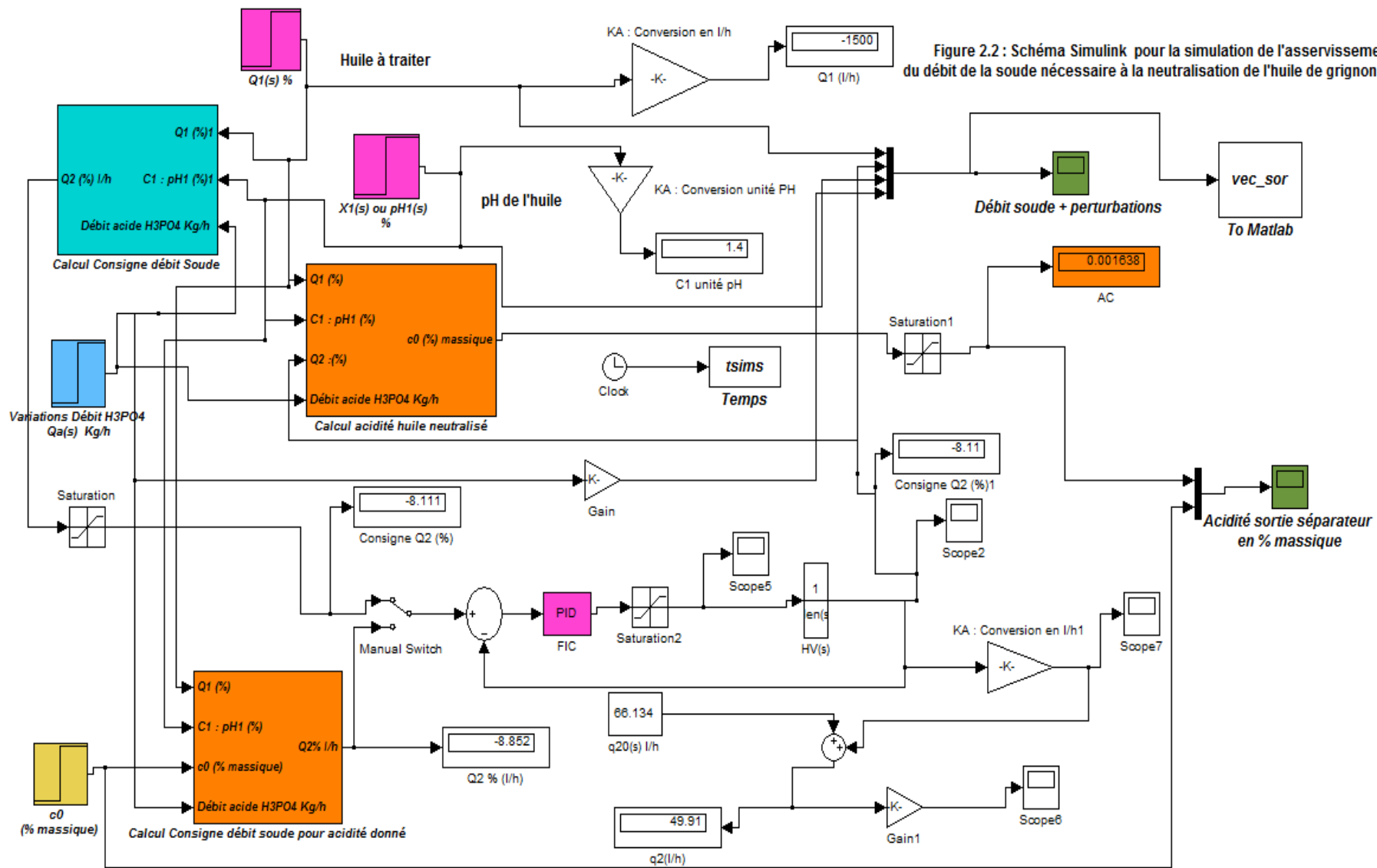


Figure 2.2 : Schéma Simulink pour la simulation de l'asservissement du débit de la soude nécessaire à la neutralisation de l'huile de grignon ou soja

3-Etude en simulation des performances de la stratégie de contrôle proposée

Afin de tester et d'illustrer en simulation les performances de l'asservissement proposée, nous allons simuler grâce à Matlab/Simulink [2] l'allure d'un point de fonctionnement du procédé de neutralisation d'huile de grignon. Pour ce point de fonctionnement, on suppose des variations de 10% se sont survenues chronologiquement sur les grandeurs suivantes à différents instants :

Débit de l'huile à traiter à $t=5s$; Débit d'acide phosphorique à $t=20s$; acidité (pH) de l'huile à neutraliser à $t=35s$ et en fin un changement de consigne de l'acidité à la sortie du séparateur qui passe de 0.03% à 0.04% à $t=50s$. Les simulations ont été effectuées avec et sans régulation de l'acidité (Figures 2.3 (a) et (b) et 2.4).

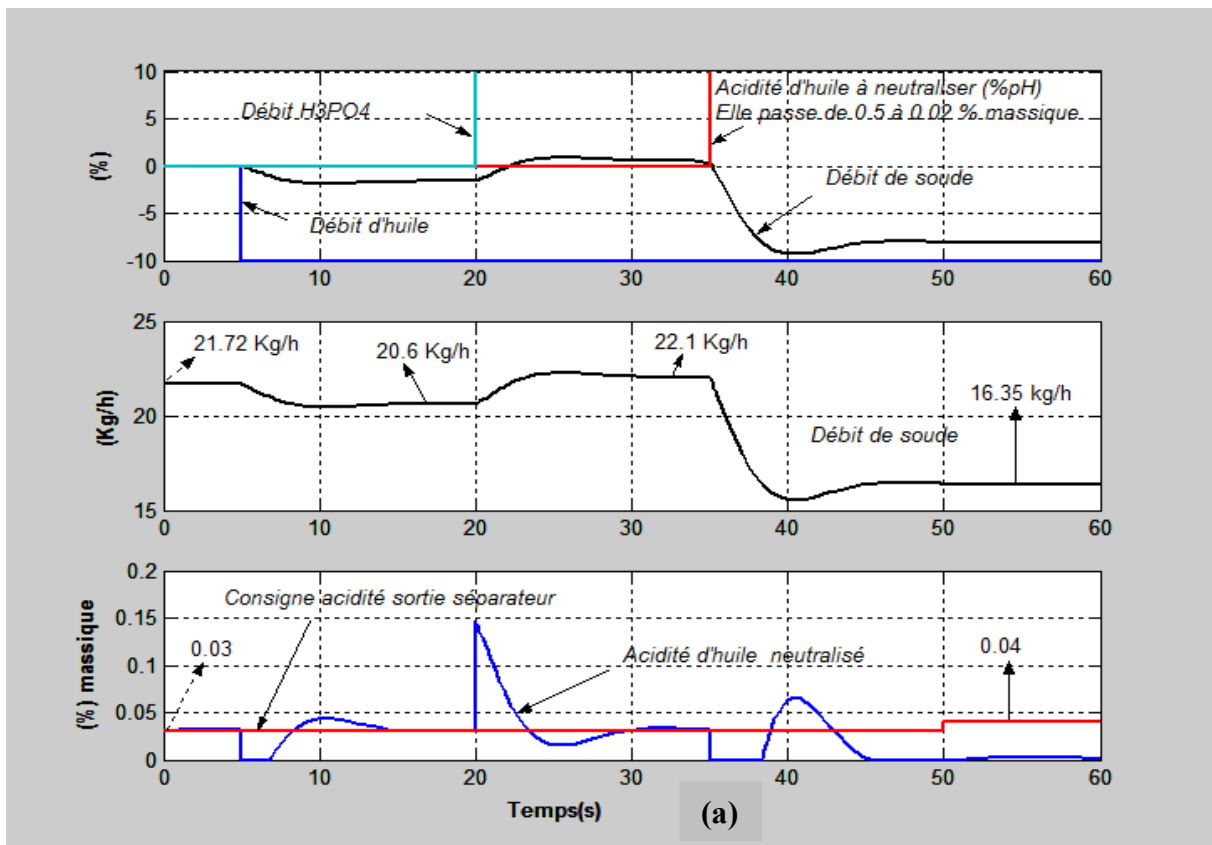
La figure 2.3 montre l'évolution de la variation du débit de la soude (en %, Kg/h) et de l'acidité en % massique. On constate bien que ces évolutions sont logiques. En effet, au début c'est la production qui diminue donc le débit de la soude doit diminuer, l'acidité chute au départ mais revient à sa valeur initiale selon la dynamique du débit de la soude. Ensuite, l'ajout de l'acide phosphorique demande un apport de la soude, c'est ce qu'on observe bien sur la figure 2.3 (a) mais l'acidité subit une brusque augmentation qui revient ensuite à sa valeur initiale selon bien sur la dynamique du débit de la soude. En troisième temps c'est l'acidité de l'huile à neutraliser qui change : le pH augmente de 10 % donc l'acidité diminue et passe de 0.5 à 0.02 % massique (résultats obtenus après un calcul). Dans ce cas la demande en soude diminue significativement et passe de 22.1 Kg/h à 16.35 Kg/h. Quant à l'acidité de l'huile neutralisée, elle chute brusquement puis revient à une faible valeur différente de l'acidité de départ (0.03%).

Dans le cas d'une régulation de l'acidité (figure 2.3 (b)), on observe les mêmes résultats mais l'acidité revient à sa consigne que nous avons fixée à 0.03% avec un débit de soude de 15.86 Kg/h au lieu de 16.35 Kg/h.

Nous avons aussi imaginé que ces changements sur les principales paramètres de fonctionnement étaient transitoire et que le procédé revient à son point de fonctionnement de départ. Ainsi nous avons supposé que la production augmentent de 10% à $t=5s$ mais elle revient à sa valeur initiale à 60s c'est dire après 55s. On suppose de même pour les autres paramètres de fonctionnement, c'est-à-dire ils reviennent à leurs états initiaux après 55s. Les résultats de simulation sont reportés sur la figure 2.4. On constate qu'au-delà du 60 s, les

évolutions de différents paramètres ont été inversés ce qui est tout à fait logique et que l'on peut expliquer comme précédemment.

Ces résultats permettent de valider qualitativement l'asservissement proposé. Pour la validation quantitative, on ne peut la faire qu'après implémentation de l'asservissement en question c'est-à-dire, disposer de tous le matériel nécessaire : capteurs, actionneurs et régulateur ou calculateur numérique. Ceci dépendra de la décision des responsables à SIOF.



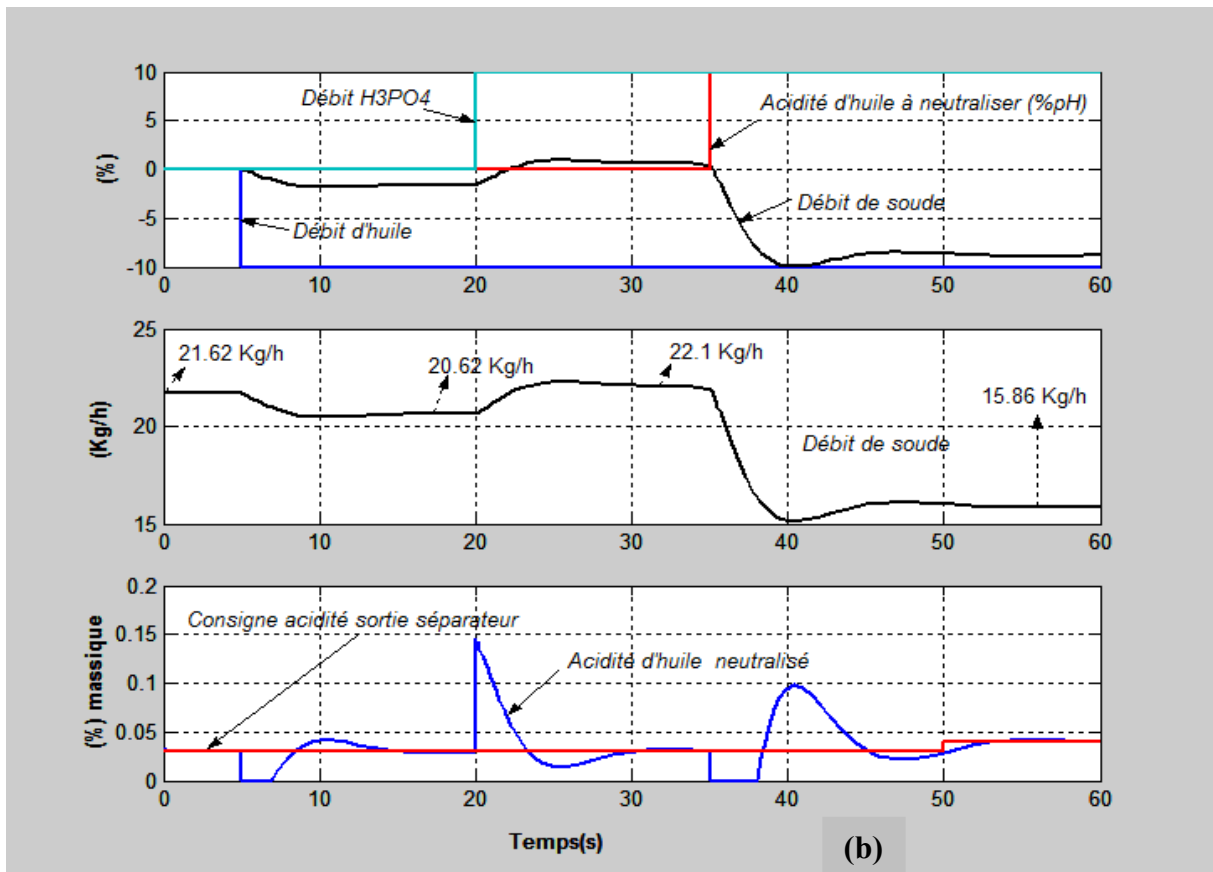


Figure 2.3 : Simulation de l'allure d'un point de fonctionnement de la neutralisation de l'huile de grignon, avec asservissement du débit de la soude nécessaire : (a) : sans régulation de l'acidité, (b) : avec régulation de l'acidité

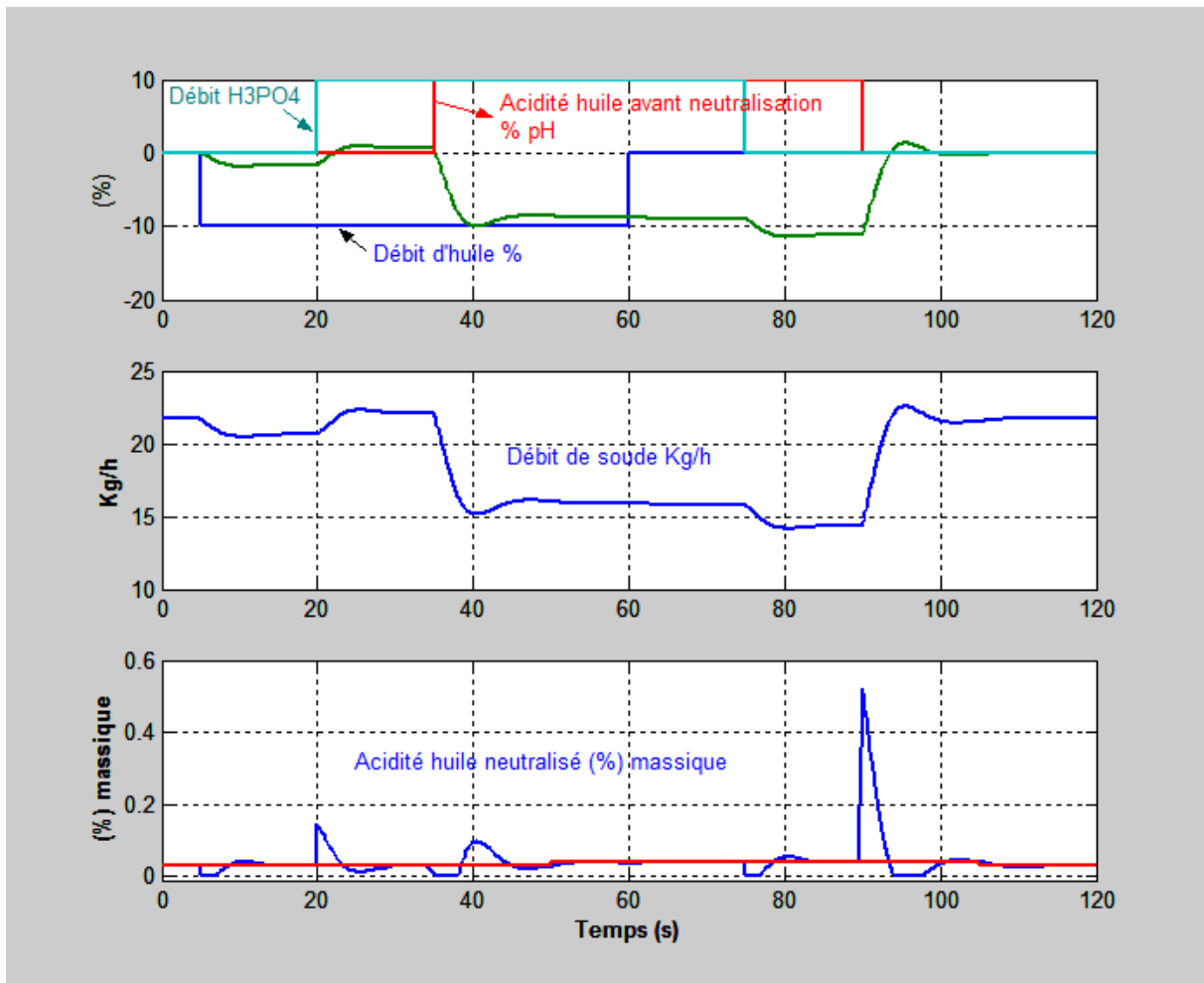


Figure 2.4 : Simulation de l'allure d'un point de fonctionnement de la neutralisation de l'huile de grignon, avec asservissement du débit de la soude nécessaire et régulation de l'acidité. Les différentes perturbations varient en créneaux c'est-à-dire qu'elles reviennent à leur valeurs initiales.

4-Liste d'instrumentations nécessaires à la réalisation de l'asservissement proposée

Pour implémenter l'asservissement qu'on vient de proposer il faut acheter le matériel suivant :

- Deux capteurs-transmetteurs de débit ;
- Un capteur-transmetteur d'acidité et un indicateur d'acidité;
- Une vanne automatique ou variateur de vitesse de pompe
- Un calculateur numérique

Il existe plusieurs fournisseurs chez qui on trouve toute la liste du matériel ci-dessus. A titre d'exemple on cite le Prisma Automation (sauf le variateur de

vitesse) et dont le site est <http://www.prisma-automation.com>. Ce fournisseur nous a envoyé le catalogue suivant (cliquez-dessus):

Prisma Automation

INSTRUMENTATION • SUPERVISION • COMPTAGE • CALIBRATION

*Instrumentation, Automatisation et Supervision
des Industries Pétrolières, Chimiques,
Pharmaceutiques et Agroalimentaires...
Mais aussi des Industries de production d'Énergie
et de Matériaux de Construction*



Pour vous aider dans ...

...Le pilotage de vos procédés...

...L'amélioration de votre productivité...

Nous vous apportons ...

**UNE EXPERTISE ET
DES SOLUTIONS INDUSTRIELLES**

Un autre exemple de fournisseur qui commercialise les vannes de régulation est www.Oti-industrie.com et dont le catalogue est (cliquez dessus):

VANNE DE REGULATION PNEUMATIQUE

Référence :

21.700.E2P-E3P

Délais de livraison :

2 à 3 jours

Descriptif :

Vanne de régulation pneumatique 2 voies/3 voies

Disponible du DN15 au DN300

Conforme à la PED 97/23/CE
Brides PN25/40
Construction en Fonte GS, Acier, Inox

Limites de température :
Fonte et Acier : -10°C / 390°C
Inox : -10°C / 300°C

Limites de pression :
Fonte et Acier : 40B
Inox : 35B



OTI Robinetterie

Caractéristiques techniques :

Description

Vanne de régulation 2 Voies ou 3 voies pneumatique spécialement conçues pour une large gamme de fluide comme la vapeur, l'huile thermique, l'azote, etc.... Elle offrent une solution optimisée pour de nombreux process.

Caractéristiques

Vannes 2 voies :

DN15 au DN300 - KVS de 0,1 à 1333

Lois d'écoulement variées : égal pourcentage, linéaire, tout ou rien.

Plusieurs design clapet inox : à portée souple, perforé, perforé trempé, en ferro-titane ou stellite. Diverses étanchéités de tige : garniture PTFE/graphite, graphite pur ou par soufflet inox.

Vannes 3 voies :

DN15 au DN250 - KVS de 4,2 à 926

Type de fonctionnement : mélange ou répartitrice. Clapet inox avec ou sans portée souple. Diverses étanchéités de tige : garniture PTFE/graphite, graphite pur ou par soufflet inox.

Avantage particulier

Ces vannes conçues et fabriquées en France, vous assurent une totale fiabilité liée à des performances exceptionnelles. Toutes ces vannes sont testées en étanchéité et en fonctionnement à 100% en usine.

Informations nécessaires pour détermination

Merçi de nous indiquer :

Pression amont

Débit nominal

Nature du fluide

Alimentation air comprimé

Consigne externe de régulation

Fonction mélange ou répartition pour 3 voies

Classe étanchéité



12 rue Eugène RENAUX, ZI, 63800 Courmoulin d'Allier

Tél. 04 73 844 644 - Fax 04 73 844 006

E-mail : info@oti-industrie.com

SAS OTI INDUSTRIE - Capital : 40 000 EUR - RCS Clermont-Ferrand 835 400 046 - N° TVA : FR 835 400 046 - APE : 2822

OTI GROUPE
CORPORATE ENGINEERING

Pour les variateurs de vitesse, on peut citer le fournisseur JHONSON CONTROLS dont le site est : www.jci-distribution.com/pdf/U215-LR.pdf , son catalogue est (cliquez dessus) :



Catalogue Réfrigération
Section 4
Fiche produit U215LR
Date 0403

Série U215LR
Variateur de vitesse pour ventilateurs monophasés avec signal de commande universel 0-10 V/4-20 mA - Conforme aux normes CE

Introduction

Les appareils de la série U215 permettent, à partir d'un signal 0-10 V ou 4-20 mA délivré par un régulateur, de faire varier la vitesse d'un ventilateur, dans des applications telles que la ventilation, la climatisation et les systèmes à débit variable.

Ces variateurs fonctionnent sur le principe du hachage de phase et sont utilisables avec des moteurs ne dépassant pas à pleine charge une intensité de 3 A efficaces (rms).

Ils délivrent un signal variant entre 45% et 95% de la tension d'alimentation du moteur.

Il est recommandé de faire confirmer par le constructeur de moteur que le principe de variation de vitesse par hachage de phase est compatible avec son moteur. Vous pouvez lui joindre une copie de ce document pour confirmation.



U215LR 0/10 V ou 4/20 mA
Variateur de vitesse pour ventilateurs

Caractéristiques et Avantages	
<input type="checkbox"/> Filtre antiparasites intégré. Compatibilité électromagnétique	Tous les appareils sont conformes à la directive européenne 89/338/CEE
<input type="checkbox"/> Entrée 0-10 V ou 4-20 mA isolée galvaniquement de l'alimentation (230 Vca)	Protection de la partie commande contre tous dommages
<input type="checkbox"/> Vitesse mini réglable ou coupure du ventilateur	Sélection selon l'application d'une vitesse mini ou d'un seuil de coupure
<input type="checkbox"/> Choix entre 0-10 V ou 4-20 mA	Un seul modèle, réduction des stocks
<input type="checkbox"/> Faibles dimensions	Facilité d'intégration dans les petites unités
<input type="checkbox"/> Montage Rail DIN	Simplicité et rapidité de montage

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Notre stage s'est déroulé à l'usine SIOF et principalement dans la section raffinage des huiles du grignon ou de Soja. Dans cette section l'opération de neutralisation d'huile par la soude caustique est une opération clé du procédé du raffinage des huiles. En effet, L'huile brute contient toujours des acides gras libres à éliminer, ces derniers sont indésirables dans l'huile car ils sont des catalyseurs d'oxydation. En plus cette même huile a subit, avant sa neutralisation, une opération de dégommeage par l'acide phosphorique pour éliminer les impuretés indésirables. Donc l'objectif de la neutralisation par la soude caustique est double : neutraliser l'acide phosphorique et neutraliser les acides gras sous forme de savons appelés «pâtes de neutralisation ».

Or la production de l'huile varie selon la campagne et selon la nature d'huile traitée. Cette variation de production s'accompagne souvent d'une variation de l'acidité d'huile brute. Donc le débit de la soude doit suivre les deux types de variations pour garder une acidité de l'huile traité constante de l'ordre de 0.03 % en acide oléique, point qui faisait l'objet de notre sujet de stage à SIOF.

Pour atteindre cet objectif, nous avons proposé un asservissement du débit de la soude en fonction et de la production d'huile (tonnage traité) et de son acidité, en acide oléique, avant traitement. Dans cet asservissement, on effectue les mesures de ces deux paramètres par deux capteurs : le FT1 un capteur et transmetteur du débit et le AT1 un capteur et transmetteur d'acidité (PH-mètre) de l'huile avant neutralisation. En fonction des ces deux paramètres mesurés, un calculateur numérique génère la consigne ou le débit nécessaire de la soude qui sera fixé par un régulateur du débit FIC. La consigne du débit de la soude est calculée soit pour régler l'acidité à la sortie du séparateur soit pour assurer un excès de soude de 10% dans l'opération de neutralisation.

Afin de tester la stratégie d'asservissement proposée, nous avons effectué la simulation, par Matlab/Simulink, de l'allure d'un point de fonctionnement dans lequel nous avons supposé des changements qui se sont produites chronologiquement pour différents paramètres ou perturbations (débit d'huile à traiter, son acidité, changement de consigne pour l'acidité à la sortie séparateur). Dans un premier temps, la simulation a été effectuée pour les deux cas : avec et sans régulation de l'acidité finale du l'huile produite. Dans un deuxième temps, nous avons supposé que les perturbations qui se sont produites s'annulent après

un certains temps et donc le procédé revient à son point de fonctionnement initial.

Les résultats de la simulation ont montré que les évolutions obtenues sont parfaitement logiques avec la réalité, ce qui permet de valider qualitativement l'asservissement proposée. Nous avons aussi observé comme résultat important, que grâce à l'asservissement proposée, et pour une acidité constante de l'huile avant neutralisation, l'acidité de l'huile neutralisé restera constante quelque soit la variation de la production. Elle ne change que lorsque l'acidité avant neutralisation change et dans ce cas on la ramène à sa consigne en changeant la consigne du débit de la soude du régulateur FIC. Aussi, il est possible de changer la consigne de l'acidité de l'huile neutralisé et dans ce cas on travaille avec l'asservissement avec régulation de l'acidité.

Pour la validation quantitative, on ne peut la faire qu'après implémentation de l'asservissement en question c'est-à-dire, disposer de tous le matériel nécessaire : capteurs, actionneurs et régulateur ou calculateur numérique. Matériel qui existe sur le marché et dont on a cité les fournisseurs. Donc la décision reviendra aux responsables à SIOF.

REFERENCES

REFERENCES

- [1] : M. RABI ; Cours de la régulation industrielle, 2010-2011, ESTF. <http://www.est-usmba.ac.ma/Rabi>
- [2] : B. Le Ballais ; Matlab / Simulink, Application à l'automatique linéaire, 2001, ellipse.