Opérateurs : \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **Procédures et paramètres opératoires** | **horaire** | **Observations**  **SECURITE ; VISA** |
| **1 - PREPARATION DU POSTE**  – **contrôler** la présence de la « fiche nettoyage du poste »  – **mettre** une fiche rouge sur le poste durant son utilisation  – **contrôler** le bon fonctionnement du poste  - circuits d’eau, vapeur, vide  – **contrôler** l’étanchéité en nettoyant le poste :  - par distillation d’un peu d’eau  - par contrôle de la vanne de fond  - ne pas oublier le joint en téflon du trou de poing  - **Rincer** le doseur avec 10L d’eau. Vérifier que le pH des eaux de rinçage et entre 6 et 8.  coller ici la fiche libération du poste | Début du T.P.  …………  Fin :  ………… | **Lunettes et gants**  **durant tout le T.P.**  **ProtectionObligatoireVue ProtectionObligatoireMains**   |  | | --- | | **observations ?**  **problèmes rencontrés ?**  **maintenance exécutée ?** |  |  | | --- | | pH = …………..…………. |   Visa : |
| **2 – PREPARATION DES MATIERES D’ŒUVRE :**  **Préparation de la solution d’acide borique (étape à ne réaliser que si il n’y a plus d’acide borique à 20% en stock)**   * **Peser** et charger dans le poste par gravité 7 Kg d’eau. * **Peser**, 3 Kg d’acide borique pur en poudre. * **Mettre** le poste en refroidissement à 100 L/h et **démarrer** l’agitation. * **Charger** progressivement la poudre par le trou de poing. * Laisser **agiter** pendant 10 minutes. **Effectuer** un recyclage par la vanne de fond en vérifiant la complète dissolution de l’acide. * **Mesurer** la masse volumique la solution d’acide borique * **Peser et stocker** la solution d’acide dans le fût étiqueté « acide borique 30% » * **Rincer** abondamment la cuve à l’eau ; vider la cuve ; rincer à nouveau et vérifier que le pH des eaux de rinçage est compris entre 6 et 8.   **Préparation de la solution de potasse**   * **Peser** et charger 1,6 Kg (vérifier la quantité avec l’enseignant) d’eau par gravité dans le réacteur. * **Mettre** le poste en refroidissement à 100 L/h et **démarrer** l’agitation. * **Peser** et charger doucement 250g de potasse solide en poudre par le trou de poing (Masse précise à déterminer en fonction de l’indice de saponification ; voir enseignant) * Laisser **agiter** pendant 10 minutes. **Effectuer** un recyclage par la vanne de fond en vérifiant la complète dissolution de la potasse. * **Mesurer** la masse volumique la solution de potasse. * **Monter** la solution de potasse dans le doseur   **Préparation de l’huile usagée**   * **Peser,** dans un décalitre, 1000 +/- 10g (vérifier la quantité demandée avec l’enseignant) d’huile usagée préalablement filtrée. * **Charger** l’huile dans la cuve via le trou de poing * **Nettoyer** le décalitre au savon jusqu’à disparition de toute trace de graisse. * **Fermer** le trou de poing et **démarrer** l’agitation | Début  …………  Fin :  ………… | **Port du masque à poussière**  masque poussière   |  | | --- | | pH = …………..…………. |     Visa : |
| **3 – PREPARARATION DU POSTE :**   * **Positionner** les vannes d’eau et de vapeur de la double enveloppe en mode chauffage. * **Ouvrir** l’eau sur le condenseur total à 40 l/h * **Positionner** les vannes (voir procédure de l’appareillage) de façon à être à reflux total. | Début  …………  Fin :  ………… | Visa : |
| **4 – REACTION DE SAPONIFICATION :**   * **Démarrer la chauffe**, avec la pression relative inférieure 1 bar. * **Ajuster** la puissance de chauffe pour maintenir une température à 90 +/- 5°C * **Couler** doucement toutela solution de potasse dans la cuve. * **rincer** le doseur à l’eau. **Vérifier** que le pH des eaux de rinçage est entre 6 et 8. * **Compléter** le tableau de suivi de la réaction toutes les 10 minutes. * **Arrêt de la réaction :** Après 2 heures 30 min de chauffe, arrêter la chauffe et mettre le poste en refroidissement jusqu’à 40°C.   **Attention !!! :** Vérifier régulièrement le niveau de la cuve. Si la mousse induite par la saponification atteint le haut de la cuve, couper la chauffe et l’agitation pendant 5 minutes avant de redémarrer. | Début  …………  Fin :  ………… | |  | | --- | | pH = …………..…………. |   Visa : |
| **5 – FIN DE REACTION et AJUSTEMENT DU PH :**   * Lorsque le poste atteint 40°C, **effectuer** un recyclage du fond de cuve et **observer** l’aspect du savon et en particulier la présence de particules marron. * **Prélever** un échantillon par le fond de cuve. Verser quelques gouttes de l’échantillon de savon dans un bécher en verre contenant de l’eau. Vérifier que le savon se dissout entièrement et qu’il n’apparait pas de bulles d’huile à la surface de l’eau. Sinon, voir avec l’enseignant pour la poursuite éventuelle de la saponification. * **mesurer** le pH du savon fabriqué. Si il est supérieur à 10 effectuer les 2 opérations suivantes, sinon, passer directement l’étape « 6 récupération des produits ». * **Peser et monter** dans le doseur 2 Kg de solution d’acide citrique à 30% * **Couler** l’acide citrique doucement dans le réacteur sous agitation jusqu’à un pH compris entre 9 et 10. (Recycler le fond de cuve avant la prise d’échantillon.) | Début  …………  Fin :  ………… | **Sécurité !!!** : Port des gants et des lunettes obligatoire ; produit à pH-13   |  | | --- | | Présence de trâces d’huile :  …………..…………. |  |  | | --- | | pH = …………..…………. |   Visa :   |  | | --- | | pH final = …………..…………. | |
| **6 – RECUPERATION DES PRODUITS :**   * **Soutirer** le savon de la cuve dans un décalitre * **Stocker** et peser le savon dans un bidon approprié (voir enseignant) * **Etiqueter** le bidon de stockage avec les indications : * Savon détergeant biodégradable * Date de fabrication * Fabricant : Lycée Vauquelin * Composition * Mentions de danger et précautions (Potasse) * Pictogramme (Potasse) | Début  …………  Fin :  ………… | Visa : |
| **7 – NETTOYAGE DU POSTE :**   * **Réaliser** le nettoyage des équipements utilisés selon les procédures fournies. * **Ranger** le matériel, les produits et l’espace de travail. * **Compléter** et faire valider le tableau de nettoyage par le binôme gestion   Plier et coller ici la fiche rouge | Début  …………  Fin :  ………… | Visa : |

**TABLEAU DE SUIVI de la réaction de saponification :**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Heure | Température de cuve  °C | Pression de vapeur de chauffe  bar | Débit au condenseur total  L/h |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

**TABLEAU DE DYSFONCTIONNEMENT DE LA FABRICATION :**

A partir de l’exemple de la première ligne, compléter les deux dernières lignes du tableau.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Cause** | **Défaillance** | **Effet** | **Action corrective** |
| La pression de vapeur de chauffe de la double enveloppe est trop élevée ; défaut de surveillance ou défaut matériel. | La température de cuve dépasse 95 °C pendant la réaction de saponification. | Le milieux réactionnel entre en ébullition, de la mousse monte dans la colonne et s’échappe par la respiration du poste. | Fermer la vapeur de chauffe. |
|  | Le pH de fin d’ajustement est égal à 7 |  |  |
|  | La durée de saponification est de 1h30 |  |  |

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **NETTOYAGE** | | | | | | |
|  | |  | | | | |
| **Heure début** | **Matériels à nettoyer** | | **Méthode de nettoyage** | **Visa opérateur** | **Visa gestionnaire** | **Visa enseignant** |
|  |  | |  |  |  |  |

**PRODUITS FINIS :**

**Respect du cahier des charges, caractéristiques et devenir du lot**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Critères**  **spécifiés** | **Valeurs des critères spécifiés** | **Valeurs mesurées**  **des critères** | **Conforme**  **ou Non Conforme**  **Autres remarques** |
| pH  présence d’huile  couleur | 9 ≤ pH ≤ 10  Pas de traces d’huile  Crème, sans particules marron en suspension |  |  |

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Dénomination du  produit | N° de lot | Masse conditionnée | Lieu de  stockage |
| Savon industriel biodégradable |  |  |  |