



Mémoire de Master

Présenté par :

- M^{elle} : CHEURFA Nadjia
- M^{elle} : IDIR Nouria

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie

Spécialité : chimie analytique

Thème :

**Etude comparative de l'efficacité de décoloration
de trois qualités de terres décolorantes (sur l'huile
de soja) de CO.G.B « La Belle »**

Soutenu le : 04 juillet 2019

Devant le jury composé de :

Nom&Prénom	Département d'affiliation	Qualité
M ^r BOUNOURI Yassine	chimie	Président
M ^{me} BRAHMI Daouia	chimie	Examinatrice
M ^{me} AIT AHMED Nadia	chimie	Encadreur

Remerciements

On commence par remercier le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné la force et la volonté pour mener ce travail à terme

On tien à témoigner notre reconnaissance à notre promotrice M^{me} AIT AHMED NADIA pour son aide précieuse et pour avoir dirigé ce travail, ainsi que pour ses conseils et sa disponibilité.

On remercie également les membres de jury, du très grand honneur qu'ils nous font en acceptant de juger ce modeste travail. On adresse toute notre gratitude à :

M^r BOUNOURI YASSINE

M^{me} BRAHMI DAOUIA

On tiens à remercier aussi très chaleureusement M^{me} DJAAFRI chef de service de laboratoire d'analyse, d'avoir mis à notre disposition tout le matériel nécessaire pour notre projet , Mlle ZAHIRA et tout le personnel du complexe CO.G.B La belle.

Merci à tous ceux qui ont participé de près ou de loin à l'aboutissement de ce mémoire.

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A

Mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu pendant toutes mes études, c'est grâce à eux que je suis aujourd'hui au stade final de ma formation, que dieu les protège.

Ma chère et aimable sœur DIDA pour sa patience, son soutien illimité et son encouragement constant tout au long de ce travail, que dieu nous la garde.

Mes frères pour leur compréhension, leur encouragement et avec qui je garde les plus beaux souvenirs de ma vie c'est de vous que je parle: ZAHIR, MOUNIR, NASSIM, que dieu vous protège tous pour moi.

Ma chère grande mère, que dieu prolonge sa vie

Mes spéciales dédicaces pour mon binôme NADJIA et toute sa famille.

NOURIA

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A

Mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu pendant toutes mes études, c'est grâce à eux que je suis aujourd'hui au stade final de ma formation, que dieu les protèges.

Mes chères et aimables sœurs SIHAM , ROZA et RANA pour leurs patiences , soutiens illimités et leurs encouragements constants tout au long de ce travail, que dieu nous les gardes.

Mon seul cher frère pour sa compréhension, c'est de toi que je parle:

YANIS, que dieu te protège pour nous, sans oublier

Mes chères grandes mères JIDA TATA, que dieu l'acceuil dans son vaste paradis et IMA MELEAZ , que dieu prolonge sa vie.

Tous les membres de la famille CHEURFA et MEDJANA .

Mes spéciales dédicaces pour mes copines : SARA , SOUAD, SONIA, HAMIDA, BAHIA, FOUZIA, CELIA, SORAIA , NAWEL, WISSAM et mon binôme NOURIA et toute sa famille.

NADJIA

Liste des tableaux

Tableau I.1: Les composés éliminés durant le raffinage	8
Tableau III.1: Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja.....	30
Tableau III.2: Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile séché de Soja:	31
Tableau III.3: Résultats d'analyse physique des terres décolorantes.....	32
Tableau III.4: Résultats d'analyse physico-chimique de l'huile décolorée Soja.....	33
Tableau III.5: Variation du pouvoir décolorant, teneur en chlorophylle et en β -carotène et la couleur en fonction de la concentration de défébrantes terres décolorantes.....	34

Liste des figures

Figure 1 : Structure d'un phospholipide.....	4
Figure 2 : Structure du-carotène.....	6
Figure 3 : Structure schématisée de la chlorophylle <i>a</i> et de la chlorophylle <i>b</i>	6
Figure 4 : Les échantillons prelevées au cours du raffinage chimique.....	11
Figure 5 : les étapes du raffinage chimique.....	11
Figure 6 : Situation à l'interface solide-fluide.....	12
Figure 7 : Adsorption de chlorophylle sur la terre décolorante.....	14
Figure 8 : Adsorption des carotènes sur la terre décolorante.....	15
Figure 9 : Les étapes de détermination de l'humidité.....	19
Figure 10 : Colorimètre LOVIBOND.....	19
Figure 11 : Les étapes de détermination du taux d'impuretés.....	21
Figure 12 : Les étapes de detirmination de l'acidite.....	22
Figure 13 : Les étapes de detirmination des traces de savons.....	23
Figure 14 : Les étapes de détermination d'indice de peroxyde.....	24
Figure 15 : Les étapes de Détermination d'indice de saponification	25
Figure 16 : Les trois terres décolorantes analysées.....	25
Figure 17 : Les étapes de détermination d'humidite de la terre.....	26
Figure 18 : Les étapes de détermination de la densité de la terre.....	27
Figure 19 : Les étapes de détermination du pH de la terre.	27
Figure 20 : Le protocole de décoloration.....	28
Figure 21 : Porotocolle de dosage des pigments colorées (chlorophylle et β -carotène)	29
Figure 22 : Les analyses des différantes terres décolorantes.....	32
Figure 23 : Evolution de pouvoir décolorant en fonction de la quantité de défférantes terres décolorantes.....	34
Figure 24 : Evolution de la teneur en chlorophylle en fonction de la quantité de différantes terre décolorantes.....	35
Figure 25 : Evolution de la teneur en en β -carotène fonction de la quantité de différantes terre décolorantes.....	36
Figure 26 : Evolution de la Couleur rouge de l'huile de soja en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes.....	37
Figure 27 : Evolution de la Couleur jaune de l'huile de soja en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes.....	38

Les figures de l'annexes

Figure 1: Organigramme de l'unité CO.G.B « la belle »

Liste des abréviations

CO.G.B : Corps Gras de Bejaia.

pH : Potentiel d'hydrogène.

ppm : Parti par million.

R : La couleur rouge.

J : La couleur jaune.

[%] : Quantité de la terre décolorante.

AGL : Acide Gras Libre.

To : Tonsil 278 FF.

Ga : Galleon V2.

Ep E C : Ep engineered Clays.

P d : Povoir décolorant.

Chlo : Chlorophylle.

β-caro : β-carotèneen.

U R : Unité rouge.

U J : Unité jaune.

Sommaire

Introduction générale	1
Chapitre I	
Etude Bibliographique	
I- Généralités sur les corps gras	3
I.1. Définition.....	3
I.2. Classifications des corps gras.....	3
I.3. Composition d'un corps gras.....	3
I.3.1. Constituants majeurs.....	3
I.3.1.1. Triglycérides.....	3
I.3.1.2. Acides gras.....	4
I.3.2. Constituants mineurs.....	4
I.3.2.1. Phospholipides.....	4
I.3.2.2. Insaponifiables.....	4
I.3.2.3. Cires.....	5
I.3.2.4. Pigments.....	5
I.3.2.5. Hydrocarbures.....	6
I.4. propriété des corps gras.....	6
I.4.1. Propriété physique.....	6
I.4.1.1. Densité.....	6
I.4.1.2. Point de fusion.....	6
I.4.1.3. Solubilité.....	7
I.4.2. Propriété chimiques.....	7
I.4.2.1. Hydrogénation.....	7
I.4.2.2. Trans-éstrification.....	7
I.4.2.3. Saponification.....	7
II-Raffinage des huiles	8
II.1. Raffinage.....	8
II.2. Les composés à éliminer au cours du raffinage d'huile de soja.....	8
II.3. Les déférentes étapes du raffinage.....	9
II.3.1. Démucilagination.....	9
II.3.2. Neutralisation.....	9
II.3.3. Lavage et séchage.....	10
II.3.4. Décoloration.....	10

II.3.5. Désodorisation.....	10
III-Décoloration des huiles	12
III.1. Définition.....	12
III.2. Phénomène d’adsorption.....	12
III.2.1. Principe de l’adsorption.....	12
III.2.2. Types d’adsorption.....	13
III.2.2.1. Adsorption chimique.....	13
III.2.2.1.1. Par oxydation	13
III.2.2.1.2. Par carbonisation.....	13
III.2.2.1.3. Par réduction.....	13
III.2.2.2. Adsorption physique	13
III.2.2.2.1. Terres décolorantes naturelles.....	13
III.2.2.2.2. Terres décolorantes activées.....	14
III.2.2.2.3. Charbons actifs.....	14
III.2.3. Adsorption des pigments sur la terre décolorante.....	14
III.2.3.1. Adsorption de la chlorophylle.....	14
III.2.3.2. Adsorption des carotènes.....	15
III.3. Processus de la décoloration.....	15
III.3.1. Décoloration discontinue.....	15
III.3. Décoloration continue.....	15
III.4. Facteurs influençants sur la décoloration.....	15
III.4.1. La quantité de terre décolorante.....	15
III.4.2. Acidité.....	16
III.4.3. Humidité.....	16
III.4.4. Température.....	16
III.4.5. Temps de contact.....	16
III.4.6. Agitation.....	16
III.5. Effet secondaire des agents décolorants.....	17
III.6. Les caractéristique de l’huile à décolorer.....	17
III.6.1. Acidité	17
III.6.2. Hmidité	17
III.6.3. Traces de savons	17

Chapitre II

Matériel et méthodes

II.1. Echantillonnage.....	18
II.2. Les analyses effectuées sur l'huile de soja brute, lavée séchée et décolorée.....	18
II.2. 1. Analyses physique.....	18
II.2.1.1. Détermination de l'humidité.....	18
II.2.1.2. Détermination de la couleur.....	19
II.2.1.3. Détermination du taux d'impuretés insolubles	20
II.2. 2. Analyses chimique.....	21
II.2.2.1. Détermination de L'acidité.....	21
II.2.2.2. Traces de savons	22
II.2.2.3. Détermination de l'indice de peroxyde.....	23
II.2.2.4. Détermination de l'indice de saponification.....	24
II.3. Analyse des terres décolorantes utilisées.....	25
II.3.1. Humidité.....	26
II.3.2. La densité.....	26
II.3.3. pH.....	27
II.4. Réalisation des décolorations.....	27
II.5. Analyse des pigments colorés.....	28
II.5.1. Chlorophylle.....	28
II.5.2. β -carotène.....	28

Chapitre III

Résultats et Discussions

Introduction.....	30
III.1. Résultats d'analyses physico-chimique.....	30
III.1.1. Huile brute.....	30
III.1.2. Huile séché.....	31
III.2. Analyse physique des terres décolorantes.....	32
III.3. Décoloration de l'huile de soja par les différentes terres activées.....	33
III.4. Les résultats des essais de décoloration.....	34
III.4.1. Pouvoir décolorant.....	34
III.4.2. Chlorophylles.....	35
III.4.3. β -carotène.....	36

III.4.4. Couleur rouge de l'huile de soja.....	37
III.4.5. Couleur jaune de l'huile de soja.....	38
Conclusion.....	39
Références bibliographiques.....	40
Annexes	

Introduction

Introduction générale

Les corps gras présentent une place très importante dans l'alimentation humaine. La demande en huile par le consommateur ne cesse d'accroître, plus précisément l'huile de soja qui représente 70% de la production mondiale des sept principales cultures oléagineuses (soja, coton, arachide, tournesol, colza, coprah et graines de palmiste). La production mondiale de soja est estimée à 261 millions de tonnes (**Thoenes, 2009**) alors que celle de l'huile est estimée à 40 millions de tonnes.

L'Algérie connaît un déficit en huile alimentaire, ses principales ressources proviennent de l'importation : l'huile brute de soja tient la troisième place des importations après l'huile de tournesol et de colza (**Thoenes, 2009**).

Les huiles sont soumises à différentes opérations (dégommage, neutralisation, décoloration et désodorisation) qui font partie du processus de raffinage de l'huile, et cela dans le but de leur conférer une saveur douce et une couleur appréciable pour le consommateur.

La décoloration est une étape du raffinage de l'huile dont le but principal est d'éliminer la coloration indésirable de l'huile causée par les pigments (carotènes et chlorophylles), mais aussi de se débarrasser des autres substances (gomme, savon et métaux d'oxydation) (**Kaynak, 2004**).

Ces pigments et ces substances affectent non seulement la qualité de l'huile par le changement de son goût et de sa couleur, mais affectent également sa valeur marchande, en lui procurant une couleur qui ne sera pas appréciée par le consommateur (**boukerroui, 2002**).

L'objectif principal de notre travail consiste à améliorer la couleur de l'huile produite par unité de production «u p 07» de Bejaia qui représente un argument commercial majeur et cela en agissant à tester trois terres décolorantes :

1. Tonsil 278 FF
2. Galleon V2-Spécifique
3. Ep Engineered Clays

Par étude de leurs capacités de décoloration (couleur, chlorophylles et les carotènes), afin de choisir celle qui sera la plus active tout en déterminant sa concentration appropriée. Des analyses sur l'huile à plusieurs niveaux (brute, séchée et décolorée) ainsi que sur les différentes terres décolorantes ont été également réalisées.

Le travail que nous présentons dans ce mémoire est subdivisé en trois chapitres et une conclusion.

- Le premier est consacré à une étude bibliographique sur les corps gras, raffinage des huiles et la décoloration des huiles.
- Le second chapitre traite les méthodes d'analyses effectuées sur l'huile de soja brute,

lavée séchée et décolorée, ainsi que le matériel utilisé pour la réalisation de ce mémoire.

- Les résultats expérimentaux et les discussions sont regroupés dans le 3^{ème} chapitre.
- La conclusion générale sur l'ensemble de ce travail, viendra clore notre étude.

Chapitre I

Etude Bibliographique

I- Généralités sur les corps gras

I.1. Définition

Les graisses et les huiles sont constituées de triglycérides résultant de la combinaison d'une unité de glycérol et de trois unités d'acides gras.

Elles sont insolubles dans l'eau mais solubles dans la plus part des solvants organiques, elles ont une densité plus faible que celle de l'eau (Campbell, 2006).

I.2. Classification des corps gras

Les corps gras peuvent être classés selon leur origine en :

➤ **Corps gras d'origine animale** : ce sont des corps gras dérivés du lait, comme le beurre, ou directement issus de tissus animaux comme le saindoux, la graisse (oie, canard) (Armagnac & al, 2011).

➤ **Corps gras d'origine végétale** : ils sont représentés par les huiles que l'on peut grouper en deux catégories :

Les huiles fluides : liquides à la température de 15°C (ex : soja).

Les huiles concrètes : solides, figées à la température de 15°C (ex : coprah)

(Mohtadji, 1989).

I.3. Composition d'un corps gras

Un corps gras brut tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué essentiellement de lipides environ 99%, et de phosphatides et des insaponifiables (Helme, 1984).

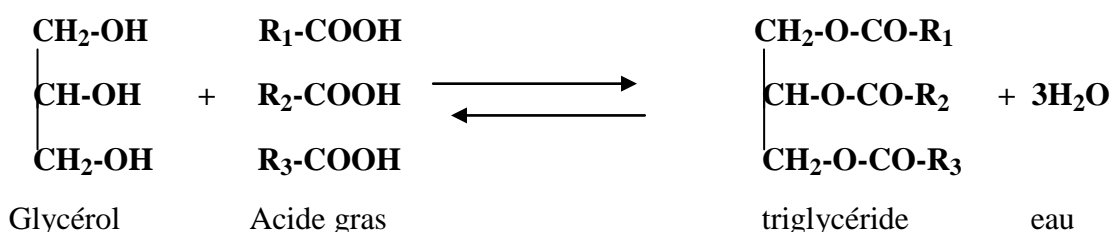
I.3.1. Constituants majeurs

I.3.1.1. Triglycérides

Composés présentant 90 à 99% de la composition totale des huiles.

Un triglycéride est composé d'une molécule de glycérol (c'est une molécule qui présente trois fonction alcool) estérifiée (ou combinée) à trois molécules d'acides gras semblables ou différentes.

(Cossut et al, 2002) comme le montre la (réaction 1)



Réaction générale d'estérification des acides gras (Bouras, 2004).....(1)

I.3.1.2. Acides gras

Les acides gras sont des chaînes hydrocarbonées avec un groupement méthyle $-\text{CH}_3$ à une extrémité et un groupement carboxyle $-\text{COOH}$ à l'autre extrémité. Ils peuvent être saturés ou insaturés. La fonction carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides, c'est sous cette forme combinée qu'il existent dans les aliments (**Frenot et Vierling, 2001**).

I.3.2. Constituants mineurs

I.3.2.1. Phospholipides (composés phosphorés)

Il s'agit de composés constitués d'une molécule de glycérol estérifiée en position une et deux par des acides gras et en trois par un phosphate qui peut être libre ou lié à un groupement aminé ou un sucre (**Naudet, 1992**), comme le montre la figure 1.

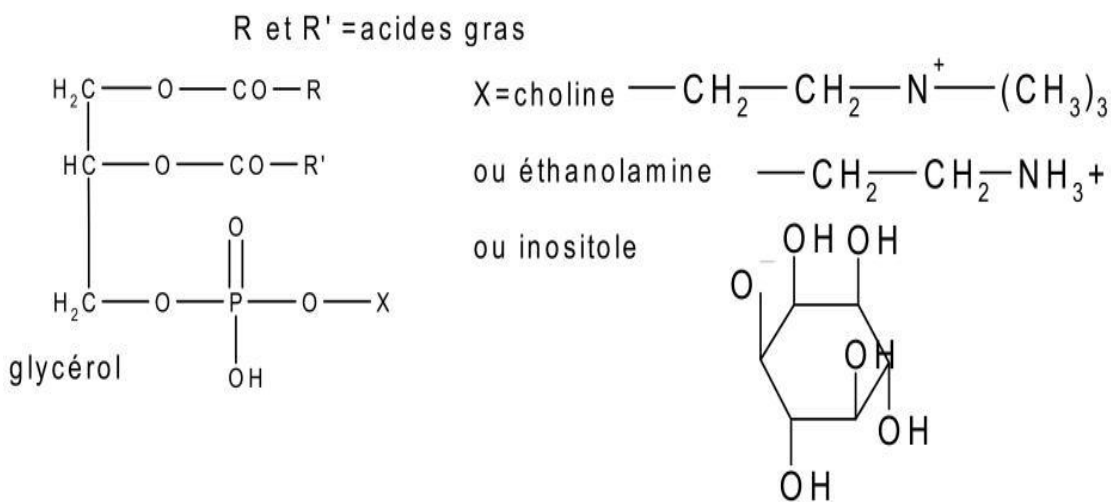


Figure 1 : Structure d'un phospholipide (**Aboiron et Hameury, 2004**).

I. 3.2.2. Insaponifiables

Les insaponifiables sont des composés qui ne participent pas à la réaction de saponification, ils sont peu solubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques (**Poison et Narce, 2003**). La teneur des corps gras en ces composés est généralement très faibles (inférieure à 1%), parmi ces insaponifiables :

a. Les Stérols

Les stérols constituent la fraction la plus importante de l'insaponifiable de 30 à 60%. Ils sont présents sous formes libres ou estérifiées. Les deux stérols les plus importants du règne végétale sont le β -sitostérol et le stigmastérol (**Graille, 2003**).

b. Les Tocophérols

Les huiles végétales contiennent de 30 à 100 mg pour 100g, ils jouent un rôle dans leur résistance au rancissement. Parmi les tocophérols. L' α -tocophérol qui est dotée d'un effet antioxydant puissant (**Jammes, 2007**).

I.3.2.3. Les Cires

Les cires sont des esters d'acides gras et de mono alcool aliphatique.

I.3.2.4. Les Pigments

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- Pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- Les caroténoïdes, parmi lesquels la β -carotène.
- Les flavonoïdes et leurs dérivés (**Linden et Lorient ,1994**)

➤ Les caroténoïdes

Se sont des hydrocarbures fortement insaturés, de couleur jaune à orange, ils ont toujours une origine végétale, mais peuvent être rencontrés avec éventuellement quelque modifications des lipides des animaux.

Ils comprennent les carotènes et les xanthophylles. Les principaux carotènes rencontrés dans l'huile sont les β -carotène (**Sabah et al, 2007**).

➤ Les chlorophylles

Elles font partie d'un groupe de pigments tétra pyrroliques avec des fonctions et des éléments structuraux communs. Elles sont caractérisées par un iso-cycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé à leur centre, les plus répandues et également les plus étudiées sont les chlorophylles α et β (**Fooly, 2000**)

Ces pigments doivent être éliminés en raison de leur effet négatif sur la stabilité des huiles végétales notamment à l'oxydation.

Les travaux de recherche (**Interesseet al, 1971 ; Rahmani et al, 1985**) ont montré en effet que ces pigments sont dotés d'un pouvoir prooxydant lorsque l'huile est exposée à la lumière et d'une action antioxydante à l'obscurité (**Degeyt, 1998**). Il est donc nécessaire, lors de l'évaluation de la stabilité photo-oxydative de l'huile étudiée, de tenir compte des teneurs totales en chlorophylles et en phéophytines produits de leur décomposition.

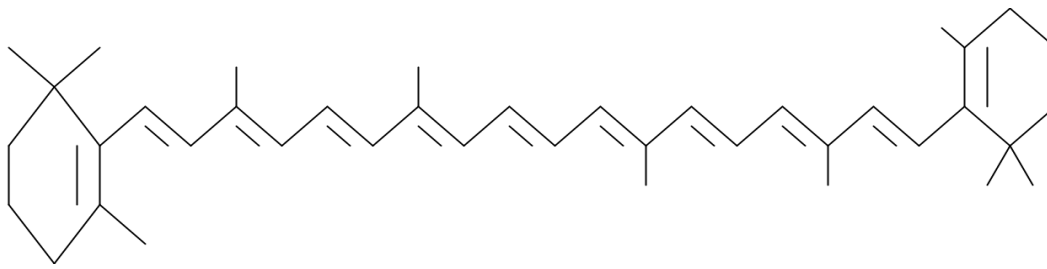


Figure 2 : Structure du-carotène (Graille, 2003).

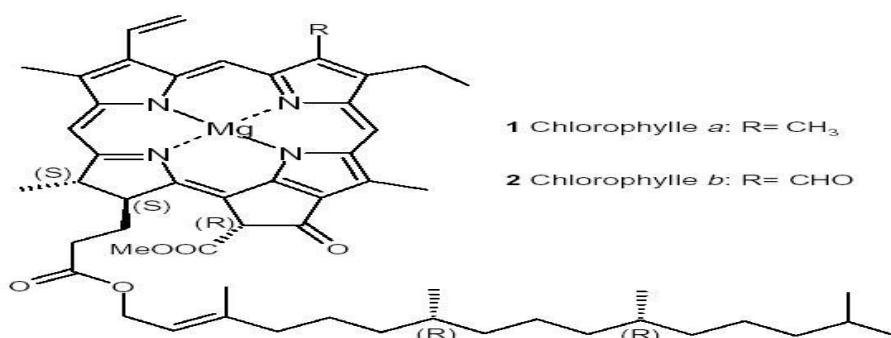


Figure 3 : Structure schématisée de la chlorophylle a et de la chlorophylle b (Folly, 2000)

I.3.2.5. Les Hydrocarbures

Ce sont des composés de structure générale : CH₃-(CH)_n-CH₃. Ils sont parfois ramifiés (Jacques-Henry, 2002).

I.4. Propriétés des cops gras

I.4.1. Propriétés physiques

I.4.1.1. Densité

Elle est définie comme étant la masse de l'unité de volume en g/m³ à une température T

- La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 g/m³.

-La densité des huiles des corps gras animaux varie de 0,866 à 0,933 g/m³.

I.4.1.2. Point de fusion

Le point de fusion des triglycérides est lié à la nature des acides gras qui les constituent, il augmente avec la longueur de la chaîne, l'absence de doubles liaisons et l'homogénéité des acides gras (Alais et Linden, 1997). Les huiles à l'état naturel ne présentent pas un point de fusion, mais

une zone de fusion (**Linden et Lorient, 1994**).

I.4.1.3. Solubilité

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène (**Frenot et Vierling, 2001**).

I.4.2. Propriétés chimiques

I.4.2.1. Hydrogénation

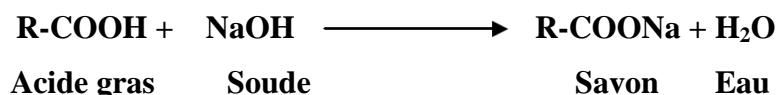
C'est l'une des modifications principales effectuées sur les huiles. Au cours de cette opération, l'hydrogène s'additionne aux doubles liaisons des acides gras en présence de catalyseurs cela augmente le point de fusion convertissant une huile liquide en une graisse semi solide qui résiste à l'oxydation (**Priore, 2003**).

I.4.2.2. Trans-estérification

La trans-estérification ne modifie pas les acides gras, le changement de position des acides gras sur le glycérol peut modifier la digestibilité du triglycéride et par conséquent l'absorption de chacun des acides gras (**Karleskind, 1992**).

I.4.2.3. Saponification

Elle permet de transformer en savons solubles (sodiques ou potassiques) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse (**Adrian et al, 1998**). Selon la (réaction 2) :



Réaction de saponification.....(2)

II- Raffinage des huiles

II.1. Raffinage

L'objectif du raffinage de l'huile brute est de fournir une huile répondant aux attentes du consommateur et de l'industriel (**Pagés, 2008**).

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles brutes des impuretés présentes (pigments, pesticides...), et de certains composés gênants (phospholipides et acides gras libres). C'est un traitement de purification qui rend l'huile utilisable et consommable. Une huile qui répond aux exigences du consommateur (**Cossutet al, 2002 ; Sarr, 2009**).

II.2. Les composés à éliminer au cours du raffinage d'huile de soja

L'huile brute de soja est normalement définie en termes d'humidité, impuretés, teneur en phosphatides, en acides gras libres et aussi en termes de couleur caractéristiques d'oxydation et traces métalliques. (**Platon, 1993**).

Tableau I.1 : les composés éliminés durant le raffinage : (**karleskind, 1992**)

Opérations	Composants éliminés
Dégommage	Mucilages, phosphatides, glycolipides et composés protidiques. La chlorophylle est partiellement éliminée surtout si l'acide phosphorique est utilisé
Neutralisation	Acides gras libres, phosphatides résiduels, composés de dégradation d'origine oxydative, composés métalliques, Gossypol (coton), aflaoxine (arachides), Insecticides organophosphoriques
Lavage	Savon, traces de soude, phosphatides résiduels
Séchage	Eau
Décoloration	Pigments (caroténoïdes et chlorophyllien essentiellement) savon hydrocarbures polycycliques (si traitement au charbon actif)
Désodorisation	Acides gras libres, substances volatiles responsables de l'odeur et du goût, peroxydes, pigment et produits de leur dégradation, pesticides organochlorés, stérols

II.3. Les différentes étapes du raffinage

Le raffinage chimique comporte quatre étapes qui sont : La démucilagination, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation

II.3.1. Démucilagination

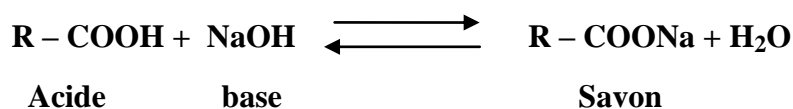
La démucilagination ou le dégomme consiste en l'élimination des phospholipides ou mucilages qui précipitent en présence d'eau (**Ballerini, 2006**). La technique la plus utilisée est la dispersion dans l'huile brute chauffée à 60°C 1 à 3% d'acide phosphorique.

Après un brassage durant 20 min, le mélange est chauffé à 90°C et reçoit un ajout de 2 à 3% d'eau avant d'être brassé à nouveau pendant 20 min pour permettre l'hydratation des phospholipides. Le mélange est refroidi jusqu'à 50°C pour insolubiliser les phosphatides avant leur séparation par centrifugation (**karleskind, 1992**).

II.3.2. Neutralisation (désacidification)

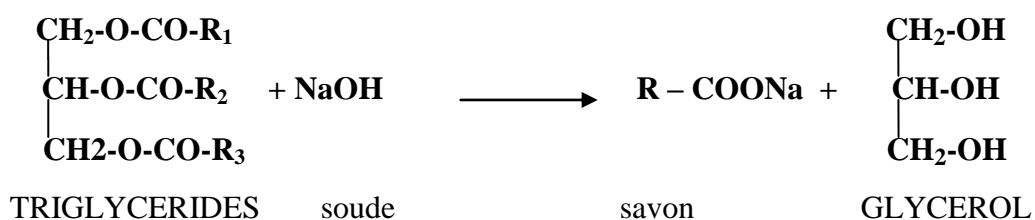
C'est l'étape la plus importante et la plus délicate du raffinage. Elle a pour but d'éliminer les acides gras libres qui risquent de donner à l'huile un goût désagréable. Les acides gras libres sont des substances indésirables dans une huile raffinée parce qu'ils sont des catalyseurs d'oxydation et d'hydrolyse des triglycérides (**karleskind, 1992**). L'élimination de ces acides gras au cours de la neutralisation s'effectue par l'addition de la soude qui transforme les acides gras libres en savon appelé « pate de neutralisation » ou « soap stocks » (**Graciani, 1999**).

La réaction de neutralisation des acides gras libre s'effectue comme suite :



La solution de soude caustique est le réactif chimique utilisé à la neutralisation au cours du raffinage chimique (**Dijkstra, 2013**).

Et selon (**karleskind, 1992**), les produits de la réaction de neutralisation sont ensuite séparés par centrifugation. Il est nécessaire de respecter la quantité de la soude ajoutée afin d'éviter les pertes importantes d'huile par la saponification parasite qui diminue également le rendement selon la réaction suivante :



II.3.3. Lavage et séchage

Le lavage consiste à éliminer les substances alcalines présentes dans l'huile après la neutralisation (savon et soude en excès) et des traces de métaux et autres impuretés, donc l'huile doit subir un deuxième lavage avec de l'eau chaude adoucie à une température inférieure à 95°C, ensuite à travers un séparateur, l'huile se sépare de l'eau enrichie en savon.

Le but de cette opération est d'éliminer l'excès d'humidité dans l'huile lavée avant la décoloration qui peut provoquer un colmatage rapide. Le séchage est réalisé à une température de 80-90°C.

La présence de l'humidité dans l'huile augmente son acidité qui se traduit par la dégradation de l'huile.

II.3.4. Décoloration (Blanchiment)

Le but principal de cette opération est d'éliminer les pigments colorés contenus dans l'huile. On utilise généralement un agent d'adsorption (terres décolorantes), opération considérée comme mettant en jeu un phénomène physique, même s'il peut entraîner, en outre, certaine modification chimique. (Multon, 2002).

Cet agent ne joue pas uniquement un rôle décolorant par fixation des pigments colorés mais présente également un effet « nettoyant » par adsorption de divers composés indésirables présents dans l'huile. (Multon, 2002).

L'agent d'adsorption ou le mélange d'agent est introduit dans le décolorateur. L'huile chauffée vers 90 à 110 °C est agitée vigoureusement sous vide, le temps de contact de terre/ huile est de 15 à 30 min ; après traitement, l'huile est refroidie et filtrée, les filtres de types Niagara étant les plus utilisés (Multon, 2002)

Le traitement de décoloration permet l'obtention d'une huile de couleur conforme aux normes (Multon, 2002)

II.3.5. Désodorisation

La dernière étape du raffinage est « la désodorisation », elle consiste en l'élimination des substances odorantes telles que les composés aromatiques (aldéhydes, cétones et hydrocarbures) et d'autres substances comme les stérols et les tocophérols, par distillation au moyen de la vapeur d'eau, sous vide poussé, à une température voisine de 250°C (Bor,1991 ; Berk, 1993).



Figure 4 :Les échantillons prelevés au cours du raffinage chimique

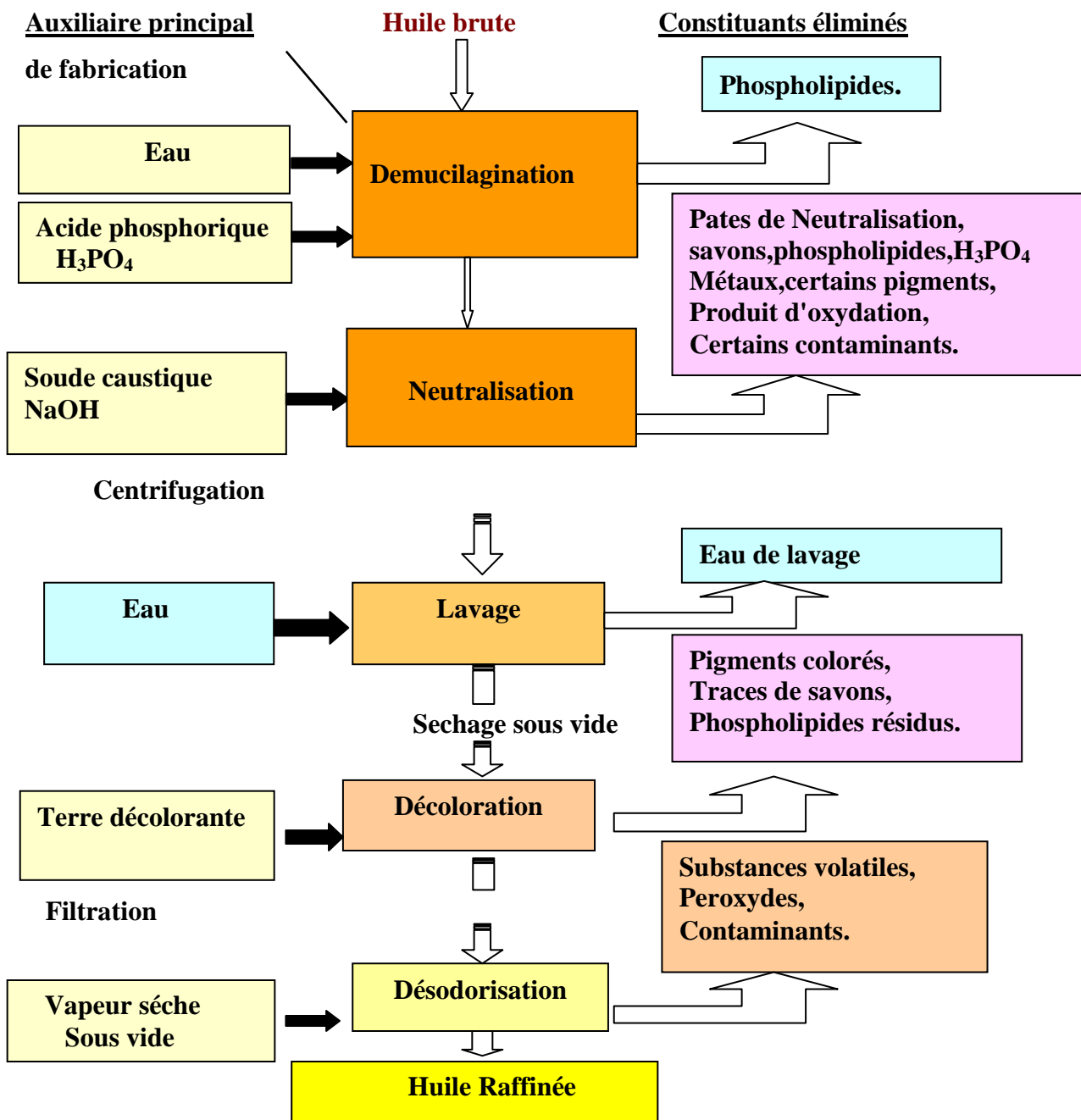


Figure 5 : les étapes du raffinage chimique (karleskind, 1992)

III- Décoloration des huiles

III.1. Définition

L'opération de décoloration permet d'éliminer outre les pigments colorés (chlorophylles et caroténoïdes), les savons résiduels, les traces de mucilage, des métaux lourds. Les peroxydes sont largement détruits par les terres activées.

La quantité des terres décolorantes utilisée dans l'industrie des corps gras dépend à la fois de l'objectif pour suivi et la nature de l'huile à traiter. Ces quantités varient de 0,20 à 0,5 % pour les huiles d'arachide et de tournesol ; de 0,4 à 0,7% pour l'huile de maïs ; de 0,6 à 0,9% pour les huiles de soja, de colza et de coton. Pour l'huile de palme et l'huile grignon d'olive (pouvant contenir plus que 20 ppm de chlorophylles), la quantité des terres activées peut atteindre et même dépasser 2%. (Karleskind, 1992)

III.3. Phénomène d'adsorption

III.3.1. Principe de l'adsorption

L'adsorption est un phénomène physique de fixation des molécules sur la surface d'un solide. Ce phénomène est utilisé pour « récupérer » des molécules de fluides (liquides ou gazeuses) dispersées dans un solvant. L'adsorption est utilisée généralement dans le cas des phases liquides dans le but de les décolorer.

La substance qui se fixe est appelée adsorbat ou soluté. Elle peut être liquide ou gazeuse. Quant à la surface sur laquelle se produit ce phénomène, elle limite généralement une phase condensée (solide) et reçoit le nom d'adsorbant (Figure 6) (Robert, 1989).

On distingue l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

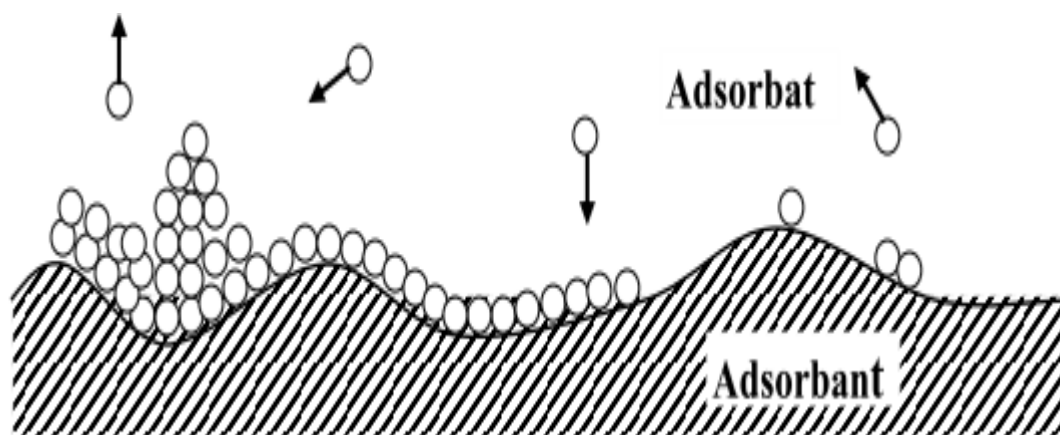


Figure 6: Situation à l'interface solide-fluide

III.3.2. Types d'adsorption

La décoloration des huiles végétales peut être réalisée par voie chimique ou par voie physique.

III.3.2.1. Adsorption chimique

III.3.2.1.1. Par oxydation :

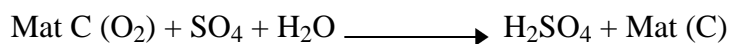
Ce traitement consiste à oxyder le groupement chromophore des pigments au moyen des oxydants usuels comme l'oxygène, l'ozone et les peroxydes .

III.3.2.1.2. Par carbonisation :

Ce mode de décoloration consiste à traiter l'huile par une quantité limitée d'acide sulfurique (H₂SO₄) concentré, ce traitement peut provoquer la formation des substances colorées. Une grande quantité de H₂SO₄ conduit à la carbonisation de l'huile elle-même.

III.3.2.1.3. Par réduction :

Cette méthode consiste à fixer l'oxygène des matières colorantes par l'emploi de réducteurs classiques tel que l'anhydride sulfureux, selon la réaction suivante :



Mat (C): matière colorante

réaction de réduction.....(3)

Par ce procédé, il s'avère que seules les matières colorantes oxydées sont attaquées. D'autre part, les matières colorantes peuvent s'oxyder au contact de l'air et redonner à l'huile sa couleur initiale, la stabilité de la couleur n'est pas préservée (**Louzani, 1990**).

III.3.2.2. Adsorption physique

Les adsorbants les plus utilisés sont les argiles (terres naturelles, les terres activées) et à un degré moindre les charbons actifs (**Karleskind, 1992**).

III.3.2.2.1. Terres décolorantes naturelles

Ces terres appartiennent à la famille des SEPIOLITES ou des POLYGONITES. Les terres naturelles sont employées telles quelles, car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Elles sont en général simplement séchées et finement broyées pour accroître la surface de contact. Ces terres sont peu actives et ne sont pas activables. Leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer (**karleskind, 1992**). Ces terres ont en général un pH compris entre 6,5 et 7,5. Malgré ce pH, elles peuvent agir comme agent neutralisant des acides forts par un mécanisme d'adsorption sélective.

III.3.2.2.2. Terres décolorantes activées

Les terres activées, ne possèdent aucun pouvoir décolorant à l'état naturel. Ce sont des argiles plastiques de type "Montmorillonites".

L'activation acide consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par voie chimique par l'action d'acides forts (l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique). L'acide fort agit en remplaçant les cations de l'argile par des protons tout en augmentant la surface adsorbante (Gannouni, 1999 ;2001)

Les terres sont ensuite lavées, séchées, broyées et laissées au stockage pour acquérir une certaine humidité (8% à 12%) (Karleskind, 1992).

III.3.2.2.3. Charbons actifs

Il est utilisé le plus souvent en sucrerie vue son fort pouvoir adsorbant, mais très peu utilisé dans les autres industries à cause de son coût. Il renferme 95 à 98 de carbone. Le charbon actif est capable d'éliminer les hydrocarbures aromatiques et polycycliques qui peuvent être présents en quantité non négligeable dans l'huile (karleskind, 1992).

III.2.3. Adsorption des pigments sur la terre décolorante

II.2.3.1. Adsorption de la chlorophylle

Les pigments présentent des groupements oléfiniques qui peuvent être protonés par le groupement acide, (Mokaya, 1983), a suggéré que le mécanisme d'adsorption de chlorophylle était lié à l'acidité de BRONSTED. Propose ce mécanisme d'adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante comme le montre la figure suivante :

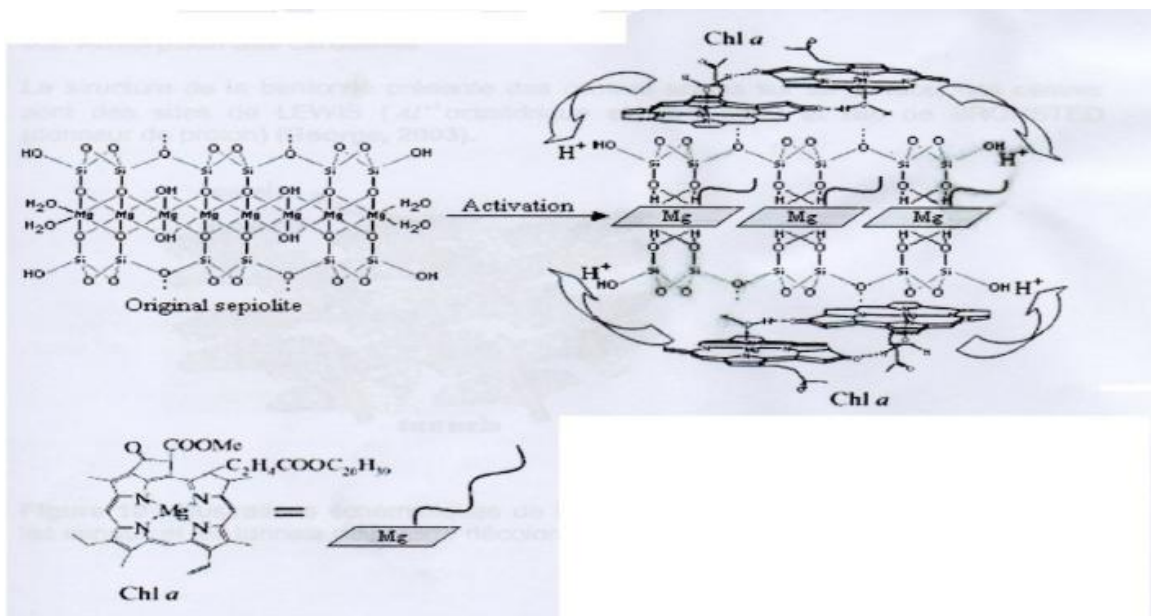


Figure 7: Adsorption de chlorophylle sur la terre décolorante

III.2.3.2. Adsorption des carotènes

La structure de la bentonite présente des centres acides sur sa surface, ces centres sont des sites de LEWIS (Al^{+3} octaédrique et Fe^{+2} libre) et site de BRONSTED (donneur de proton) (Sabah et al, 2007).

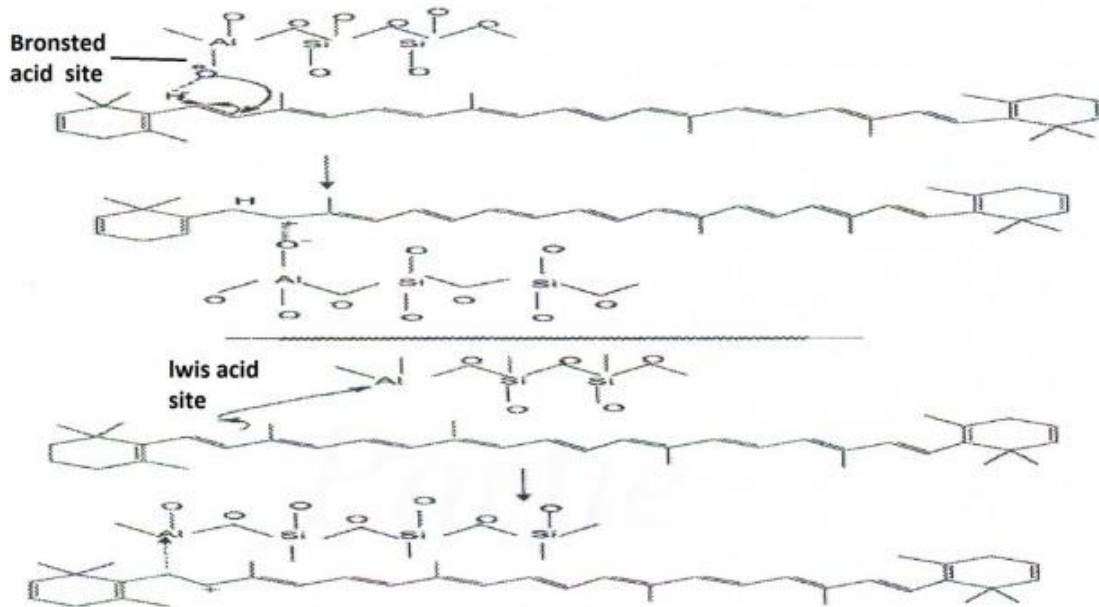


Figure 8 : Adsorption des carotènes sur la terre décolorante

III.3. Processus de la décoloration

La décoloration est réalisée soit en continue ou en discontinue. Dans les deux cas, le traitement est réalisé sous vide, avec l'utilisation d'une terre décolorante à la température de 80 à 120°C pendant une durée de 15 à 30 minutes.

III.3.1. Décoloration discontinue

La décoloration discontinue est réalisée dans une ou plusieurs cuves équipées d'une tige d'agitation. La terre décolorante est ajoutée à l'huile à la température de décoloration exigée.

La suspension est agitée pendant 15 à 30 minutes. Dès que la décoloration est finie, la suspension de la terre décolorante et d'huile est séparée par filtration.

III.3.2. Décoloration continue

Le premier procédé de décoloration en continue a été développé par King -Wharton. Dans ce procédé de décoloration continue, la terre décolorante est ajoutée sans interruption à l'huile puis elle est séparée par des filtres après un certain temps (15 à 30 minutes).

III.4. Facteurs influençant le processus de la décoloration de l'huile de soja

III.4.1. La quantité de la terre décolorante

La quantité de la terre à employer dépend à la fois de l'objectif fixé et de la nature de l'huile à traiter. Il est extrêmement recommandé d'exercer un contrôle très strict de la qualité de l'huile obtenue afin de réduire les prix de revient (en limitant les sur consommations de terre activée et la perte en huile qui en résulte), mais aussi à éviter de dégrader l'huile par les effets secondaires évoqués précédemment. **(Kareskind, 1992)**.

La meilleure propriété connue pour la terre décolorante est sa grande capacité d'adsorption, qui peu être augmentée par l'activation en utilisant des acides **(Francisco et al, 2001)**.

III.4.2. Acidité

L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïde qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par l'action d'acide fort à des températures de 80 à 130°C **(karleskind,1992)**.

L'activation se produit par dissolution partielle du semectit, elle est caractérisée par un premier emplacement des cations des couches intercalaires par H⁺ suivi de la dissolution des feuilles tétraédriques et octaédrique **(Christidis, 1997)**.

III.4.3. Humidité

La terre ajoutée à l'huile chaude réduit son pouvoir adsorbant parce que l'humidité présente dans la terre est éliminée trop rapidement, provoquant ainsi un effondrement de la structure réticulaire de la terre ce qui réduit son aire de surface avant qu'elle n'ait pue accomplir son action. **(Jung et Jaocs, 1989)**.

III.4.4. Température

La décoloration des huiles végétales fluides par des terres activées donnent les meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température voisine de 90°C. Pour d'autres corps gras, il peut être utile dans des conditions différentes : ainsi l'huile de palme est le plus souvent, décolorée à 120°C **(karaleskind, 1992)**

III.4.5. Temps de contact

En général, un temps de contact de 15 à 20 minutes suffit pour une bonne décoloration. Le temps de décoloration ne doit pas être trop long pour éviter des réactions indésirables et maintenir ainsi une qualité supérieure et une longue conservation de l'huile. **(Kaynak et al. 2004)**.

III.4.6. Agitation

Elle permet non seulement de mettre le milieu à décolorer en contact avec les corps absorbants sans pénétration d'air, mais aussi à homogénéiser ce contact.

III.5. Les effets secondaires des agents décolorants

Les agents décolorants entraînent un certain nombre d'effets secondaires outre leur action sur les pigments colorés (**karaleskind, 1992**)

- Ils transforment en acides gras les savons encore présents dans l'huile après lavages.
- Ils permettent d'éliminer, par adsorption, les phospholipides, les polymères et les oxypolymères.
- Ils créent des systèmes conjugués suite à la migration des doubles liaisons le long des chaînes grasses polyinsaturées, la désaération des terres avant et durant l'opération de blanchiment permet de réduire ce phénomène (**karaleskind, 1992 ; Eangeard et Marchand, 1991**)
- Les terres de blanchiment peuvent produire au-dessus de 150°C une isomérisation trans.
- La décoloration est une opération rapide qu'il ne faut pas prolonger afin d'éviter la désorption et le risque de réversion de la couleur.

III.6. Les caractéristiques de l'huile à décolorée

III.6.1. Acidité

L'acidité de l'huile décolorée doit être inférieure à 0,1% (exprimé en acide oléique dans le cas des huiles fluides). Cette acidité peut augmenter au cours de l'opération de décoloration par acidification des savons ou par acidification de terre décolorante, mais une partie d'acide gras éliminée lors de la désodorisation (**karleskind, 1992**).

III.6.2. Humidité

Le taux d'humidité doit être inférieure à 0,08% afin de faciliter les opérations ultérieures. En effet, à l'entrée du sécheur l'acidité de l'huile est généralement comprise entre 0,5% à 0,7% (**karleskind, 1992**).

III.6.3. Traces de savon

La teneur doit être 50 ppm (**karleskind, 1992**)

Chapitre II

Matériels et méthodes

II.1. Echantillonnage

Tous les prélèvements ont été effectués au niveau de la raffinerie d'huile du complexe CO.G.B (La Belle) de bejaia.

Pour une analyse préliminaire, les échantillons représentatifs ont été prélevés de la façon suivante :

- Un prélèvement d'échantillon d'huile brute (Soja) au niveau du bac de stockage, dans le but de caractériser l'huile brute avant d'entamer les essais de décoloration.
- Un prélèvement d'huile au niveau du sécheur (avant la décoloration), les échantillons d'huiles sèches, ont été préservés dans des préformes hermétiques à l'air, à la température ambiante et à l'abri de la lumière, ils ont fait l'objet de plusieurs essais de décoloration à l'échelle du laboratoire ainsi que de plusieurs analyses physico-chimiques, principalement la couleur, l'acidité, les chlorophylles et les carotènes .
- Un autre prélèvement et effectué au niveau du filtre après décoloration dans le but de caractériser l'huile décolorée réalisée sur la chaîne industrielle.

II.2. Analyses effectuées sur l'huile de soja brute, lavée séchée et décolorée

II.2.1. Analyses physique

II.2.1.1. Détermination de l'humidité

➤ Définition

C'est la perte en masse de l'échantillon chauffé pendant une durée, exprimée en pourcentage.

➤ Principe

Le principe de l'humidité est basé sur la détermination du poids de l'huile avant et après séchage à l'étuve, toute diminution du poids indique la présence d'humidité.

➤ Mode opératoire

Une capsule séchée à l'étuve et refroidie dans un dessiccateur est pesée (soit P_1 le poids correspondant). Puis on pese 1g d'huile dans cette capsule. Cette dernière est introduite dans une étuve réglée à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant une heure, en suite, elle est pesée après refroidissement dans un dessiccateur. Cette opération est répétée jusqu'à la stabilisation du poids.

➤ Expression des résultats

$$\text{Humidité (\%)} = [(P_1 - P_2) / P_E] \times 100$$

P₁: le poids de la capsule et la prise d'essai avant chauffage.

P₂: le poids de la capsule et la prise d'essai après chauffage.

P_E: la prise d'essai en gramme.



Figure 9 : Les étapes de détermination de l'humidité

II.2.1.2. Détermination de la couleur

➤ Définition

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. En effet, elle est liée aux principaux constituants qui sont déterminés à leur maximum d'absorption. Les chlorophylles et les caroténoïdes sont les principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation LOVIBOND (figure 10).



Figure 10: colorimètre LOVIBOND.

➤ Principe

La détermination de la couleur se fait par méthode la plus couramment utilisée à l'aide d'un appareil appelé colorimètre « LOVIBOND » qui consiste à comparer la couleur de l'échantillon à un verre coloré en jaune et en rouge, dont la superposition permet de réaliser une couleur identique à celle de l'échantillon.

➤ Mode opératoire

Nous avons versé l'huile à analyser dans une cellule en verre de 1 pouce (ou 5 pouces) que

nous plaçons dans le colorimètre, la couleur de l'échantillon est déterminée par une meilleure comparaison possible avec les lames de couleur standard. La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux cotés, ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs de jaune et de rouge.

➤ **Expression des résultats**

Les résultats s'expriment en termes de nombre d'unités jaunes et rouges nécessaires pour l'obtention de la couleur correspondante.

II.2.1.3. Détermination du taux d'impuretés insolubles

➤ **Définition**

C'est la teneur en impuretés insolubles dans l'eau (poussières et autres matières étrangères) mais solubles dans les solvants organiques tel que n-hexane ou l'éther de pétrole.

➤ **Principe**

Traiter une prise d'essai par un solvant, une fois filtrée, laver le filtre des résidus qu'il contient puis le sécher et peser (Sarr, 2009).

➤ **Mode opératoire**

Nous avons pesé un papier filtre déjà lavé à l'hexane puis séché et refroidi dans un dessiccateur, on pèse 20g d'huile dans un ballon et on traite par un excès d'hexane, en suite on filtre la solution et on lave le résidus avec le même solvant jusqu'à ce qu'il soit exempt de matière grasse, on laisse sécher et évaporer dans une étuve à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant une heure, on pèse le papier filtre une fois refroidi dans un dessiccateur.

➤ **Expression des résultats**

La différence entre le poids initial et final du filtre représente le taux d'impuretés qui est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Impureté (\%)} = [(M_2 - M_1)/M_0] \times 100$$

M₀: masse en gramme de la prise d'essai.

M₁: masse initial du papier filtre en gramme.

M₂: masse du papier filtre contenant le résidu en gramme.



Figure 11 :Les étapes de détermination du taux d'impuretés

II.2.2. Analyses chimique

II.2.2.1. Détermination de l'acidité

➤ Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique pour la majeure partie des corps gras.

➤ Principe

C'est le titrage des acides gras libres par une solution d'hydroxyde de potassium ou de soude en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré (**Diatta, 1998**).

La réaction de neutralisation selon (**Atkins, 1998**), est de la forme suivante



➤ Mode opératoire

Dans un bécher nous avons pesé 10 g d'huile à analyser, à la quelle on rajoute 75 ml d'alcool neutralisé par une solution de soude (0,1N) en présence de phénolphtaléine jusqu'à l'obtention d'une couleur rose, puis on chauffe légèrement le tout sur une plaque chauffante jusqu'à la dissolution de l'huile puis on titre par la solution de NaOH (0,1N) avec agitation jusqu'à apparition d'une coloration rose pâle.

➤ Expression des résultats

puisque le pourcentage prédominant dans l'huile de soja est l'acide oléique on utilise la formule suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{(M \times N \times V)}{(P \times 10)}$$

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol

N : normalité de NaOH (0,1N)

P : Poids de la prise d'essai.

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage (chute de burette).

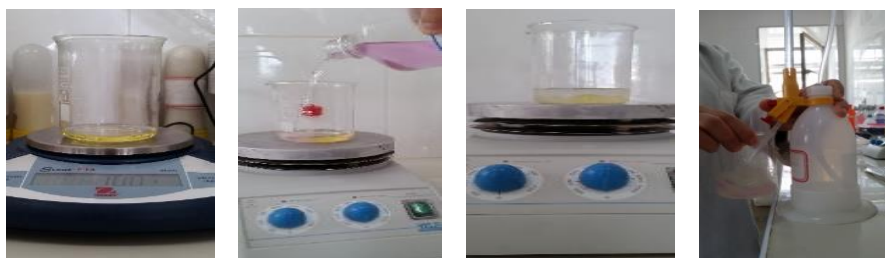


Figure 12 :Les étapes de détermination de l'acidité

II.2.2.2. Détermination des traces de savon

➤ Définition

C'est la teneur en oléate de sodium dans l'huile exprimée conventionnellement en partie par million (ppm), elle est déterminée pour apprécier l'efficacité des séparateurs.

➤ Principe

L'alcalinité du savon est libérée directement dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol (indicateur coloré). Elle est ensuite titrée par l'acide chlorhydrique.

➤ Mode opératoire

Dans un bécher nous avons versé 20 g d'huile puis on met dans une éprouvette 22,5 ml d'acétone en lui ajoutant quelques gouttes d'eau distillée, en présence du bleu de bromophénol on mélange le tout.

si la couleur devient bleu verdâtre, l'huile contient les traces de savon, et on titre avec l'acide chlorhydrique (0,1N) jusqu'à la disparition de la couleur bleu verdâtre et l'apparition de la couleur jaune.

➤ Expression des résultats

La teneur en savon dans l'huile exprimée en ppm selon la formule suivante :

$$\text{TS(ppm)} = \left[\frac{E_q \times N \times V}{P} \times 1000 \right]$$

TS : Traces de savons (ppm).

V: Volume (ml) de la solution d'acide chlorhydrique.

P: Prise d'essai (g).

N: Normalité de HCl (0,1N).

E_q: Equivalent gramme d'oléate de sodium= 304 g



Figure 13 :Les étapes de detirmination des traces de savons

II.2.2.3. Détermination de l'indice de peroxyde

➤ **Définition :**

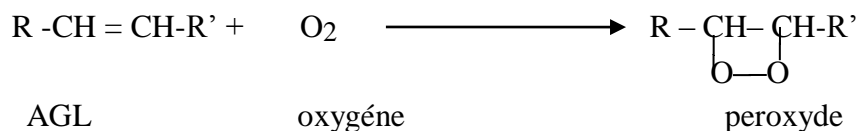
L'indice de peroxyde est défini comme étant le nombre de milliéquivalent (millimoles par kilogramme) d'oxygène actif du peroxyde contenu dans un kilogramme de corps gras et susceptible d'oxyder l'iodure de potassium (KI) avec libération d'iode.

➤ **Principe**

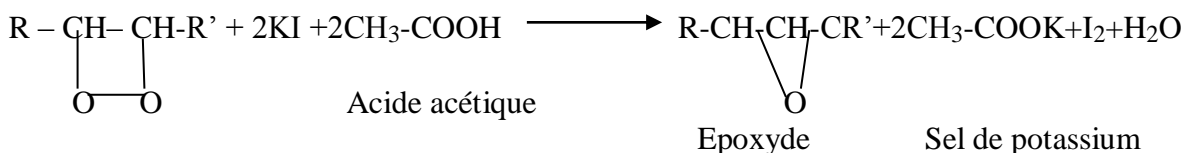
C'est le traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et de chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI).

L'iodure libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃.

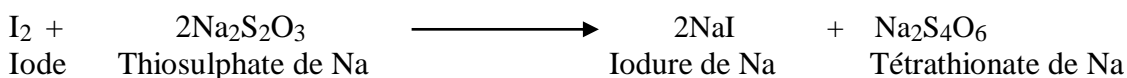
- **La réaction d'oxydation et de formation de peroxyde**



- **Réaction d'iodure de potassium au milieu acide**



- **L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium**



➤ **Mode opératoire**

Dans un flacon muni d'un bouchon nous avons pesé 2 g de l'huile puis on mettre dans une

épiprouvette 10 ml du chloroforme puis on additionne de 15 ml d'acide acétique et 1 ml d'iodure de potassium (KI) on mélange le tout, puis on agite la solution et on met à l'abri de la lumière pendant 5 minutes puis on ajoute 75 ml d'eau distillée et on agite vigoureusement en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré, puis on titre l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N), jusqu'à décoloration complète.

➤ **Expression des résultats**

$$I_p \text{ (még d'O}_2 \text{ / Kg de CG)} = [N (V_1 - V_0) / P \times 1000]$$

I_p : indice de peroxyde en milliequivalent d'oxygène/Kg de corps gras.

V_0 : le volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V_1 : volume en ml de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisée pour le titrage.

N: normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,01N).

P: la masse de la prise d'essai



Figure 14 : Les étapes de détermination d'indice de peroxyde

II.2.2.4. Détermination de l'indice de saponification

➤ **Définition**

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) en mg, nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras.

➤ **Principe**

Saponification de l'huile par KOH alcoolique sous reflux d'eau pendant une heure, l'excès de KOH est titré par une solution HCl.

➤ **Mode opératoire**

Une masse de 2 g d'huile est dissoute dans un volume de 25 ml de potasse alcoolique (0,5N) dans un bûcher reliée à un réfrigérant reflux et portée à ébullition pendant une heure, puis titrée

avec l'acide chlorhydrique (0,5N) en présence de phénolphtaléine comme indicateur coloré.

La même opération est répétée pour l'essai à blanc.

L'indice de saponification est calculé selon la formule suivante :

➤ **Expression des résultats**

$$I_s = (V_B - V_E) \times N \times 56.1 / P_E \text{ (mg KOH/g d'huile)}$$

I_s : Indice de saponification.

56.1 : Masse molaire exprimée en g/mole de KOH.

N : Normalité de la solution HCl.

V_E : Volume en ml (HCl) utilisé pour l'échantillon.

V_B : Volume en ml (HCl) utilisé pour l'essai à blanc.

P_E : Poids en g de la prise d'essai.

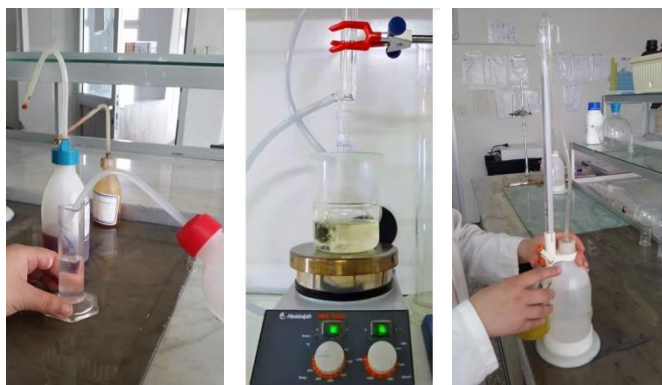


Figure 15 : Les étapes de détermination d'indice de saponification.

II.3. Analyses physiques des terres décolorantes utilisées

Les trois terres décolorantes que nous avons utilisées ont été regroupées dans la figure 16.



Tonsil 278 FF (usée)

Galleon V2

Ep Engineered Clays

Figure 16 : Les trois terres décolorantes analysées

II.3.1. Humidité

➤ Mode opératoire

Nous avons pesé 3g de terre décolorante puis on sèche à l'étuve jusqu'à poids constant (Pendant une heure) à une température de $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

On Pese l'échantillon séché.

➤ Expression des résultats

Teneur en eau exprimée en pourcentage massique est donnée par la formule suivante:

$$\text{Humidité} = \frac{\text{Perte en masse}}{\text{masse initial de l'échantillon}} \times 100$$



Figure 17 : Les étapes de détermination d'humidité de la terre

II.3.2. La densité

➤ Mode opératoire :

Nous avons pesé un volume de 25 ml de terre décolorante grâce à une fiole de 25ml.

➤ Expression des résultats

$$\text{Densité} = \frac{\text{masse}}{\text{Volume}}$$

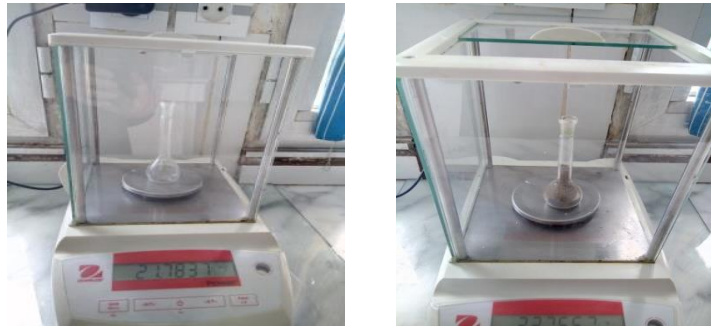


Figure 18 : Les étapes de détermination de densité de la terre

II.3.3. pH

➤ Mode opératoire

Nous avons pesé 10 g de terre bien homogénéisée dans un bêcher et on complète jusqu'à 100 ml avec de l'eau distillée, on laisse le mélange décanter puis on mesure le pH en utilisant le pH mètre.



Figure 19 : Les étapes de détermination du pH de la terre.

II.4. Réalisation des décolorations

➤ Mode opératoire :

Nous avons pesé 100 g d'huile dans un bêcher, on chauffe sans agitation jusqu'à 90°C. On ajoute une quantité de terre décolorante (0,5; 0,7 et 0,9%) et on laisse sous agitation pendant 20 minutes, après on procède à la filtration pour récupérer l'huile décolorée. Enfin, l'huile est analysée par un spectrophotomètre (Lovibond mono faisceau à lecture digital avec une cellule en quartz de 1cm de trajet optique). On mesure les transmittances à la longueur d'onde 420 nm.



Figure 20 : Le protocole de décoloration

II.5. Analyse des pigments colorés

II.5.1. Chlorophylle

➤ Mode opératoire :

Le protocole adopté au dosage des chlorophylles est celui de (Minguera-Mosqueta et al,1991). Une quantité de 7,5 g d'huile est introduite dans une fiole de 25 ml qui est ajustée avec du cyclohexane jusqu'au trait de jauge, puis agiter pendant 10 minutes. Une lecture spectrophotométrique est mesurée à une longueur d'onde de 670 nm qui correspond à la longueur d'onde où la fraction chlorophyllienne absorbe au maximum.

➤ Expression des résultats

La teneur en chlorophylle est déterminée comme suit :

$$\text{Teneur en chlorophylle a (mg /kg)} = A_{670} \times 10^6 / 613 \times 100 \times d$$

A : l'absorbance à la longueur d'onde 670 nm.

613 : extinction spécifique de chlorophylle.

d : largeur de la cuve = 1 cm

II.5.2. β -carotène

La même opération est répétée pour le dosage en β -carotène.

➤ Expression des résultats :

La teneur en β -carotène est déterminée comme suit :

$$\text{Teneur en } \beta\text{-carotène a (mg /kg)} = A_{455} \times 10^6 / 2590 \times 100 \times d$$

A : l'absorbance à la longueur d'onde 455 nm

2590 : extinction spécifique de β -carotène.

d : largeur de la cuve = 1 cm



Figure 21: Protocole de dosage des pigments colorés (chlorophylle et β -carotène)

Chapitre III

Résultats et discussions

Introduction

Dans ce chapitre on va présenter l'ensemble des résultats obtenus lors des analyses physico-chimiques (l'acidité, indice de saponification, indice de peroxyde, l'humidité, les impuretés traces en savon, la couleur, pouvoir décolorant la teneur en chlorophylle et en carotènes) sur l'huile de soja à plusieurs niveaux (brute, séchée et décolorée), et quelques analyses réalisées sur les différentes terres décolorantes, ainsi que leurs discussions.

III.1. Résultats d'analyses physico-chimiques

III.1.1. Huile brute

L'analyse de l'huile brute de soja permet de déterminer les paramètres du raffinage à fixer pour avoir une huile stable et de bonne qualité.

Tableau III.1 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile brute de Soja.

Paramètres		valeurs	Norme
Acidité (%)		0,33	≤ 2
Humidité (%)		0,04	≤ 1
Indice de peroxyde (ppm)		7	≤ 10
Indice de saponification (mg KOH/g)		190,1	189-195
Taux d'impuretés (%)		0,36	< 1
couleur	jaune	70	≤ 70
	Rouge	2,8	≤ 5
Pouvoir décolorant (%)		0,10	-
Chlorophylle (ppm)		1,22	-
Carotenes (ppm)		8,34	-

L'acidité n'est pas très élevée, en effet elle est inférieure à la norme. Cette teneur peut être liée à la présence d'acides gras libres l'huile brute obtenus par hydrolyse de la matière grasse. L'indice de peroxyde est également faible, ce qui signifie qu'il n'y a pas une oxydation très importante au cours du stockage de la matière première. La couleur de l'huile brute est conforme à la norme interne de l'entreprise, que se soit pour le rouge ou pour le jaune, et cela veut dire que les graines de soja utilisées pour extraire cette huile ont atteint la maturité. Les taux de présence de pigments nous permettent de fixer la quantité de terre à utiliser afin d'obtenir une huile bien décolorée.

D'après l'analyse de l'huile brute de Soja, nous constatons que l'ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise, ce qui permet un bon déroulement des étapes du raffinage.

III.1.2. Huile séchée.

Les résultats obtenus lors des analyses physico-chimiques sur l'huile séchées, sont illustrés dans le tableau III.2.

Tableau III.2 : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'huile séché de Soja.

Paramètres		valeurs	Normes
Acidité (%)		0,05	$\leq 0,2$
Humidité (%)		0,01	≤ 0.08
Indice de péroyde (ppm)		2,5	≤ 10
Indice de saponification (mg KOH/g)		192,2	189-195
Taux d'impuretés (%)		abs	abs
Taces de savon (ppm)		22 ,57	< 50
couleur	jaune	70	≤ 70
	Rouge	2,6	≤ 5
Pouvoir décolorant (%)		0,10	-
Chlorophyle (ppm)		1,22	-
Carotenes (ppm)		8,34	-

➤ Acidité

D'après les résultats obtenus, on remarquons une diminution, de l'acidité de l'huile ayant subit le séchage, cela pourrait s'expliquer par l'élimination d'une grande quantité des acides gras libres sous forme de savon au cours de la neutralisation du raffinage.

➤ Humidité

Après le séchage de l'huile lavée à une température élevée, le taux d'humidité a diminué, ceci traduit l'efficacité de l'opération de séchage. D'après (**Karleskind 1992**), cette étape est très importante car l'humidité présente dans l'huile, désactive la terre décolorante ce qui provoque un colmatage des filtres qui peut être une entrave pour les opérations ultérieures.

➤ Traces de savon

Les savons qui demeurent présents dans l'huile séchée jouent un rôle de « poison » (**Karleskind,1992**), en diminuant le pouvoir décolorant de la terre. Les analyses réalisées sur

l'huile a révélé l'existence de quelques traces de savons, et cela est à l'origine de la bonne séparation lors de l'étape de centrifugation.

D'après les résultats des analyses de l'huile séchée les caractéristiques de cette dernière sont conformes aux normes, donc elle peut subir l'étape de décoloration afin d'obtenir une huile prête à décolorer.

III.2. Analyse physique des terres décolorantes

L'analyse des trois terres décolorantes est une étape très importante pour déterminer la quelle répond parfaitement aux critères d'évaluation (humidité, acidité et densité), qui est regroupé dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Résultats d'analyse physique des terres décolorantes

	Tonsil 278 FF	Galleon V2	Ep Engineered Clays
pH	6.7	4	5
Humidité %	9.2	7.4	10
Densité g/ml	0.5	0.59	0.63

La figure 22 montre les différentes analyses effectuées sur les terres décolorantes.

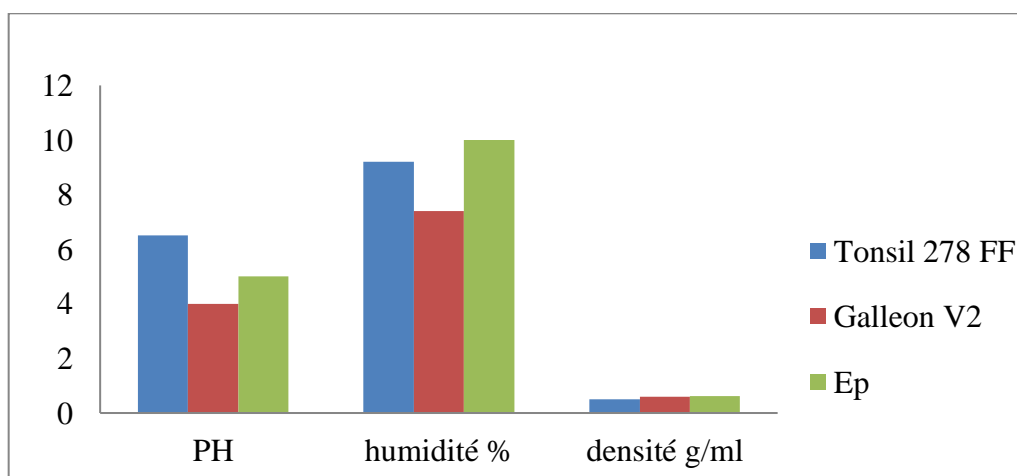


Figure 22: Les analyses des différentes terres décolorantes

D'après l'histogramme représenté dans la figure 22 on remarque que la terre Galleon V2 est de meilleure qualité due à:

- Son pH (acidité) qui est plus élevé que celle des autres.
- Son humidité qui est inférieure à celle des deux autres terres, car l'humidité de la terre influence négativement le phénomène de décoloration (**karleskind, 1992**).
- Sa densité qui est liée à sa granulométrie (figure22), un paramètre important à une meilleure décoloration (**karleskind, 1992**).

III.3. Décoloration de l'huile de soja par les différentes terres activées

L'objectif de cette étude consiste à tester le pouvoir décolorant de nos terres activées dans la décoloration d'une huile de soja.

Les résultats d'analyses physico-chimiques de l'huiles de Soja décolorée sont consignés dans le tableau III.4.

Tableau III.4: Résultats d'analyse physico-chimiques de l'huile de Soja décolorée.

Types de terre	[%]	Acidités%	Humidité%	T.S(ppm)
Tonsil 278 FF	0,5	0,05	0	abs
	0,7	0,05	0	abs
	0,9	0,07	0	abs
Galleon V2	0,5	0,05	0	abs
	0,7	0,06	0	abs
	0,9	0,09	0	abs
Ep Engineered Clays	0,5	0,05	0	abs
	0,7	0,06	0	abs
	0,9	0,08	0	abs
Normes	-	≤ 1	≤ 0.08	néant

D'après les résultats obtenus :

L'acidité de l'huile décolorée a légèrement augmenté, ce qui est due probablement au caractère acide de la terre décolorante issue de l'activation de cette dernière par l'acide sulfurique (H_2SO_4).

Disparition totale de l'humidité qui est due à l'évaporation de l'eau par l'effet de la température lors du processus de décoloration.

Les traces de savon sont absentes dans l'huile décolorée, ce qui signifie qu'une partie d'elle est retenue par la terre décolorante et une autre partie déjà éliminée au lavage.

III.4. Les résultats des essais de décoloration

Les résultats de la décoloration avec les argiles décolorantes sont donnés dans le tableau III.5.

Tableau III.5: Variation du pouvoir décolorant, teneur en chlorophylle et en β -carotène et la couleur en fonction de différentes quantités des terres décolorantes.

Types de terre	[%]	pouvoir décolorant %	chlorophylle (ppm)	β -carotène (ppm)	couleur	
					R	J
Tonsil	0,5	0,42	0,97	3,97	0,9	70
	0,7	0,79	0,69	3	0,7	40
	0,9	4,2	0,51	2,5	0,6	20
G V2	0,5	11,08	0,73	1,04	0,6	8,7
	0,7	27,82	0,41	0,53	0,3	4.5
	0,9	38 ,5	0,29	0,36	0,2	2.9
Ep E C	0,5	3,42	0,84	1,80	0,8	24
	0,7	23,9	0,5	0,77	0,5	10
	0,9	34,76	0,38	0,52	0,3	5,8

III.4.1. Pouvoir décolorant

Le résultat représenté dans la figure 23 montre l'effet de la concentration en terre sur le pouvoir de décolorisation.

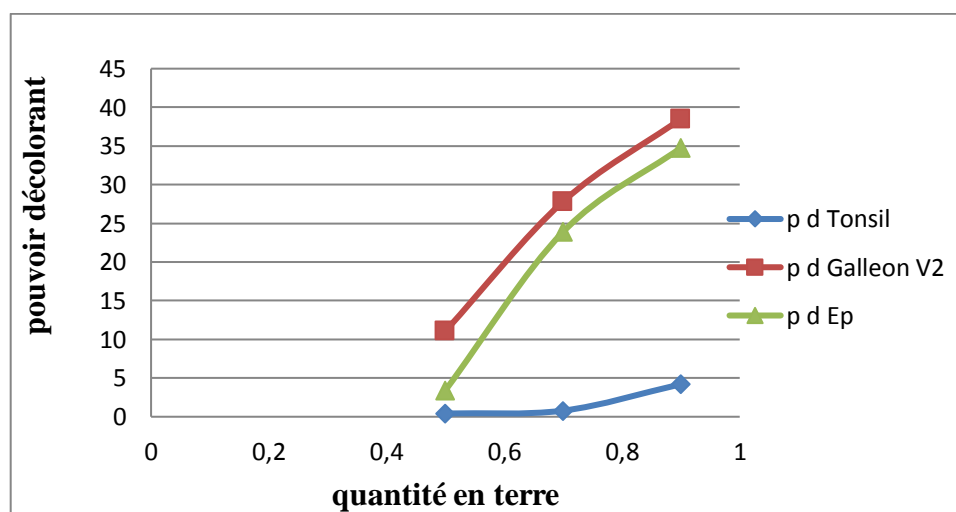


Figure 23: Evolution du pouvoir décolorant en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes.

Une quantité en terre de 0,5% : une très légère augmentation du pouvoir décolorant par différentes terres le pouvoir le plus faible est enregistrée par Tonsil.

Une quantité en terre de 0,7% : une augmentation du pouvoir décolorant par Galleon V2 plus prononcée que celles constatées aux autres argiles.

Une quantité en terre de 0,9% : une augmentation plus remarquable aux cours des agiles (Tonsil, Ep Engineered Clays, Galleon V2), le pouvoir le plus grand est enregistré par Galleon V2.

D'après l'analyse enregistrée dans la figure 23 on remarque une augmentation du pouvoir décolorant de l'huile de Soja au fur et à mesure que la quantité en terre augmente pour les différentes terres activées.

On déduit que l'argile la plus efficace adoptée au cours de l'incubation est Galleon V2 avec une concentration de 0,9% .

Selon (karleskind, 1992), pour les lots d'huiles fluides, il est inutile d'utiliser plus de 0,9% de terres décolorantes car au de là de ce taux, la décoloration peut être considérée comme négligeable.

III.4.2. Chlorophylles

La figure 24 montre l'évolution de la teneur en chlorophylle en fonction de la concentration des différentes terres décolorantes.

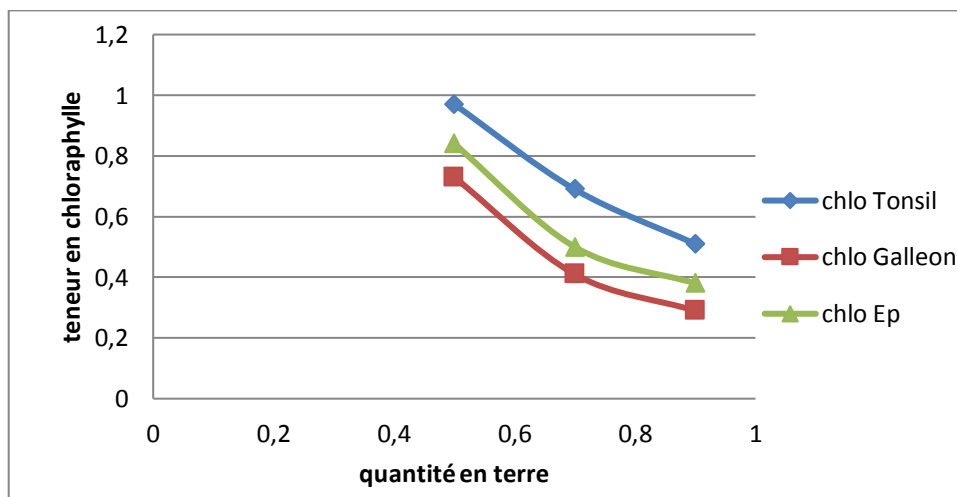


Figure 24: Evolution de la teneur en chlorophylle en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes.

D'après les résultats de figure 24 on remarque que à :

0,5% : une légère diminution de la teneur en chlorophylle par Galleon V2.

0,7% : une diminution importante de la teneur de ce pigment par Galleon V2.

0,9% : une faible teneur en chlorophylle par Galleon V2.

Une diminution graduelle de la teneur en chlorophylle est notée lorsque la quantité de la terre augmente, cette diminution est plus prononcée par terre activée Galleon V2 et à une quantité en terre de 0,9% ce qui correspond aux normes décrivant que la concentration de la chlorophylle est de 0,29, ces résultats sont similaires à ceux constatés par (Kaynak et al, 2004). En effet, la diminution observée s'explique par l'augmentation du rapport terre / huile par conséquent, l'augmentation de la quantité de la terre décolorante utilisée, s'accompagne de l'augmentation du taux d'adsorption (Ming-Hong et Chun-Lin, 2004).

III.4.3. β -carotène

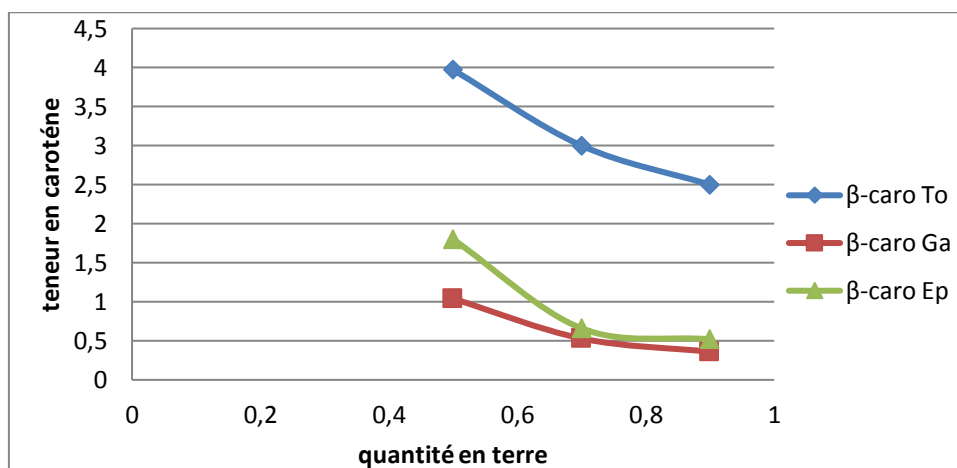


Figure 25: Evolution de la teneur en β -carotène en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes

Le résultat représenté dans la figure 25 montre que la quantité en terre à :

0,5% : une diminution très faible de la teneur en β -carotène enregistré par Tonsil.

0,7% : une diminution remarquable de la teneur par rapport à celle constatée en utilisant la quantité en terre 0,7% et avec la terre Galleon V2.

0,9% : une baisse teneur en β -carotène par rapport à celles constatées en utilisant d'autres quantités en terre et par différentes terres décolorantes.

une diminution considérable de la teneur en β -carotène au fur et à mesure que la quantité en terre, et avec différentes argiles.

III.4.4. La Couleur rouge de l'huile de soja

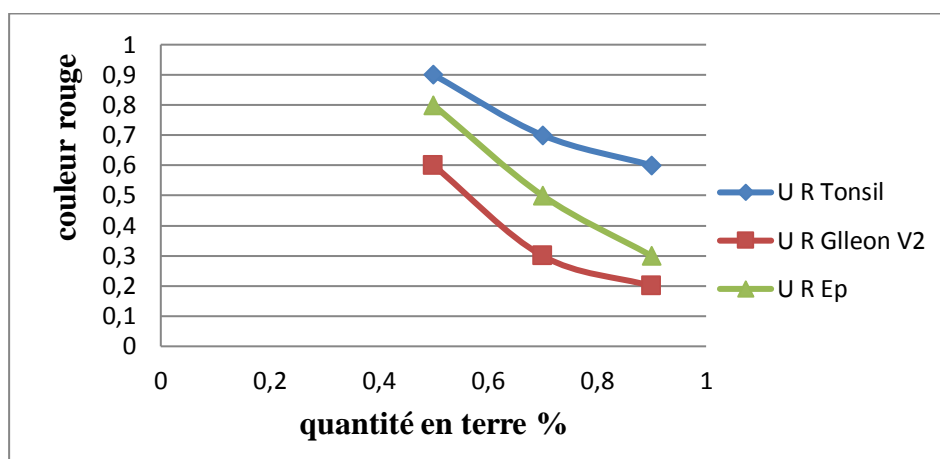


Figure 26 : Evolution de la Couleur rouge de l'huile de soja en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes

Les résultats enregistrés dans la figure 26 montre que à :

0,5% : diminution remarquable de la couleur par la terre Galleon V2.

0,7% : diminution de la couleur rouge comparativement à la première quantité en terre 0,5%.

0,9% : la diminution de la couleur est plus importante que celle constatée en utilisant d'autres quantités en terre (0,5% et 0,7%) par Galleon V2.

Le résultat représenté dans la figure 26 montre une relation inversement proportionnelle entre l'intensité de la couleur rouge et la quantité de la terre décolorante : une diminution graduelle de la couleur est notée lorsque la quantité de la terre augmente, cette diminution est plus prononcée à la quantité en terre de 0,9% et par terre décolorante Galleon V2 .

III.4.5. La Couleur jaune de l'huile de soja

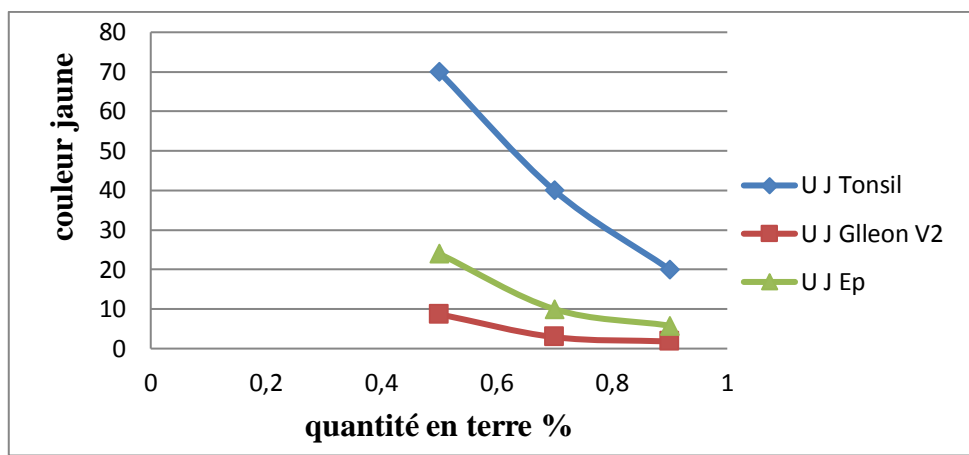


Figure 27 : Evolution de la Couleur jaune de l’huile de soja en fonction de la quantité de différentes terres décolorantes

D’après la figure 27 on remarque que à :

0,5% : une faible intensité de la couleur jaune par Tonsil.

0,7% : diminution remarquable de la couleur jaune par rapport à la quantité en terre 0,5% .

0,9% : une très faible intensité de la couleur jaune par Galleon V2.

Le résultat représenté dans la figure 27 montre une diminution de l’intensité de la couleur au fur et à mesure que la quantité en différentes terres décolorantes augmente.

- **Les échantillons de l’huile de Soja décolorée par les trois terres décolorantes en différentes quantités :**



Tonsil 278 FF

Galleon V2

Ep engineered Clays

Conclusion

Conclusion

La présente étude effectuée au niveau de CO.G.B «la belle» de Bejaia et les résultats obtenus, nous permet de conclure que la décoloration est une étape très importante dans le raffinage des huiles végétales afin d'obtenir une huile à faible teneur en pigments. La présence de ces derniers peut provoquer une altération du produit fini.

Les pigments sont adsorbés aux terres décolorantes, qui sont ajoutée à l'huile en quantité bien déterminée. Le taux d'adsorption des pigments augmente proportionnellement avec la qualité de la terre employée.

Ce travail à conduit à une décoloration efficace de l'huile de soja avec l'utilisation de Galleon V2 qui est une terre naturelle activée avec un pH égale à 4, une densité de 0,59 g/ml et une humidité de 7,4%. Galleon V2 était utilisée à une concentration de 0,9% sous une température de 90°C avec de temps de contacte de 20 min.

Nous recommandons l'utilisation de la terre Galleon V2-Spécifique au lieu de l'actuelle Tonsil 278 FF, tout de même la décoloration des huiles alimentaires reste dépendante de la nature et de l'origine de l'huile brute et des autres étapes de raffinage.

Bibliographie

-A-

- Aboiron. J, Hameury. E.** Additifs alimentaires : Les lécithines, (2004).
- Adrian. J, et al.** Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires(1998).
- Alais. C, Linden. G,Laurent. M.** Biochimie alimentaire. Dunod, (2004).
- Armagnac. C et al.** Sciences appliquées, Nouveau référentiel 2nde, 1ere, Tle.Bac Pro Cuisine, Commercialisation et Services en Restauration, Métiers de l'Alimentation.éditions LT Jacques Lanore. France, (2011).
- Atkins. P ,et al.** Chemistry, Molecules, Matter and Change,New York WH Freeman, (2000).

-B-

- Ballerini. D.** Les biocarburants. Etat des lieux, perspectives et enjeux du développement, (2006).
- Berk. Z.** Technologie de production de farines alimentaires et de produits protéiques issus du soja. (97) Food & Agriculture Org, (1993).
- Bor. S.L.** Rice, Volume 2: Utilization, (1991).
- Boukerroui.A.** Etude d'une nouvelle méthode d'activation chimique des bentonites: mise en évidence et applications.Thèse de doctorat.USTO d'Oran, (2002).
- Bouras. d.** Biochimie alimentaire . Office des publications universitaires. Alger, (2004).

-C-

- Campbell. Nick B, et al.** Food Fats and Oils; Institute of Shortening and Edible Oils. 1750 New York Av., NW suite 120 Washington D, (2006).
- Christidis. G.E, Scott P.W, Dunham.A. C.** Acid activation and bleaching capacity of bentonite from the islands of Milos and Chios.Aegean, Greece."Applied Clay Science 12(4) (1997) 329-347.
- Cossut. J, et al.** Les corps gras: Entre tradition et modernité." DESS QUALIMAPA (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produits Alimentaires), Institut Agro-Alimentaire de Lille Université des Sciences et Technologies de Lille, Institut d'Administration des Entreprises de Lille, (2002).

-D-

- Degreyt. W.I, et al.** Effect of physical refining on selected minor components in vegetable oils. Lipid/Fett 101.11 (1999) 428-432.
- Diatta. T.** Contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal : les huiles végétales. Thèse Doctorat Université Cheikh Anta Diop Dakar, (1998).
- Dijkstra. A.J.** Edible oil processing from a Patent Perspective. New York: Springer, (2013).

-F-

Folly. P. Catabolisme de la chlorophylle b : structures-mécanismes et synthèses .Thèse de doctorat. l'Université de Fribourg. Suisse, (2000).

Francisco. R; Valenzuela. D; Persio. S.S. Studies of the acid activation of Brazilian smectitic clays. *Quin Nova*.24(3) (2001) 345-353.

Frenot.M, Vierling. E. Biochimie des aliments: diététique du sujet bien portant. Wolters Kluwer France (2001).

-G-

Gannouni. A, Amari. A, Bellagi. A. Activation acide de quelques argiles du sud tunisien : II. Préparation de terres décolorantes pour huiles minérales usagées. *Journal de la Société Chimique de Tunisie* 13 (2011) 157-171.

Gannouni. A,Bellagi. A. Activation acide de quelques argiles du sud tunisien: I. Préparation de terres décolorantes pour huiles végétales." *journal-société chimique de Tunisie*. 4(10) (2001)1357-1370.

Garciani. C.E. Processus de raffinage de l'huile de soja :démucilagination. *Grasas y Aceites*. 48 (4), (1997).

Graille.J. Lipides et corps gras alimentaires. Lavoisier Tec et Doc, (2003).

-H-

Helme. J.P. Influence des techniques sur la qualité des produits alimentaires dans les industries des corps gras. p 33,(1984).

-I-

Interesse. F.S, . ruggiero. P,Vitaglino.M. Autossidazione dell'olio di oliva: influenza dei pigmenti clorofillici. *Industrie agrarie*, (1971).

-J-

Jacques-Henry, W. E. I. L. Biochimie générale, 9 ème édition Dunod, (2001).

Jammes. C. Co-valorisation d'effluents gras et de résidus lignocellulosiques :Déshydratation mécanique et compostage.thèse doctorat. Limoges, (2007).

Jung. M.Y, Yoon. S. H, Min.D. B. Effects of processing steps on the contents of minor compounds and oxidation of soybean oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. 66(1) (1989) 118-120.

-K-

Karleskind. A. Manuel des corps gras, (1992).

Kartika.I.A. Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol. thèse doctorat, (2005).

Kaynak. G, Ersoz. M, Kara. H. Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of an oil refinery. Journal of Colloid and Interface Science. 280.(1) (2004) 131-138.

-L-

Linder. G, Lorient.D. Biochimie agro-industriels. Masson, (1994).

Louzani. M.A Cherrif. Décoloration d'une huile végétale par la bentonite de Maghnia activée par acide chlorhydrique HCl. Mémoire d'ingénieur d'état en Agronomie. I.N.A, (1990).

-M-

Ming-Hong. M. Chun-Lin. Adsorption Kinetics of β -carotene from Soy oil using regenerate clay. Separation and purification Technology.39 (3) (2004) 201-209.

Minguez-Mosquera, et al. Pigments present in virgin olive oil. Journal of the American Oil Chemists' Society 67(3) (1991) 192-196.

Mohtadji. L. Les aliments. Edition Maloine. Paris, (1989).

Multon. J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication. Les industries agro-alimentaires. Lavoisier, Paris. (1984)

-N-

Naudet.M, Soulier. J, Farines. M. Principaux constituants chimiques des corps gras. Karleskind. Manuel des Corps Gras. Paris (1992) 65-115.

-P-

Pagès-Xatart-Parès, X. Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). "Techniques de l'ingénieur, dossier F6070 (2008) 19.

Platon. J.F. Raffinage de l'huile de soja .American Soybean Association 19 (1988): 3-30.

Poisson. J. P, Narce.M. Corps gras alimentaires: aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. Lipides et corps gras alimentaires, (2003) 1-50.

Prior. E. Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire. Lipides et corps gras alimentaires (2003) 87-147.

-R-

Rahmani.M, Saari Csallany. A. Mise au point d'une méthode de chromatographie liquide à haute performance (CLHP) pour la détermination des pigments chlorophylliens dans les huiles végétales. *Revue française des corps gras* 32.6-7 (1985) 257-259.

Robert. L. « Adsorption », *Technique de l'ingénieur*, J 2730, 1-9, (1989).

-S-

Sabah. E, M. Cinar, Çelik, M. S. Decolorization of vegetable oils: adsorption mechanism of β -carotene on acid-activated sepiolite. *Food Chemistry* 100.4 (2007) 1661-1668.

Sarr. P. Contrôle de conformité de la qualité des huiles végétales conditionnées par la Suneor de Dakar aux normes internationales. Mémoire de master II en qualité des aliments. Ecole inter-états des sciences et médecine vétérinaires de Dakar, (2009).

-T-

Thoenes. Peter. Oilseeds marNet summary. *Change* (10), (2009).

-V-

Viau. M, Gandemer. G. Principales caractéristiques de composition des graisses de volaille. *Revue française des corps gras* 38(5-6) (1991) 171-177.

Annexes

Annexe1

TECHNICAL INFORMATION

CLARIANT **Tonsil® 278 FF** *terre 1***Product description**

Tonsil® 278 FF is a highly active Bleaching Earth used in wide scope application

Tonsil® 278 FF is a fine, beige powder showing a highly adsorption capacity of polar compounds like chlorophyll, carotinoids, phospholipids, peroxides, metals...

Tonsil® 278 FF is very suitable for refining vegetable and animals oils and fats, especially soybean and olive oils.

Physical/chemical characteristics (typical product data)

Free moisture:	<10,0 %
Apparent bulk density:	<600 g/l
pH:	5-7

Filtration Properties

It shows excellent filtration performance. Time filtration according to BE 0013 averages between **25-45 s**

CLARIANT

Particle size

Besides other methods, the particle size of **Tonsil® 278 FF** is determined by a sieve analysis of dry powder. The following average values have been found for the various sieve fractions (μm):

> 150:	0.5 %
> 100:	3 %
> 63:	10 %
> 45:	22 %
> 25:	42 %

Chemical analysis

Tonsil® 278 FF (dried at 100°C for 2 hours) has the following composition (average v

SiO ₂ %	59,1
Al ₂ O ₃ %	6,1
Fe ₂ O ₃ %	2,2
TiO ₂ %	0,2
MgO %	19,3
CaO %	0,9
Na ₂ O %	0,2
K ₂ O %	0,9
Loss of ignition	11,2

Further information and technical advice

All data mentioned in this leaflet are typical for this product and based on average values. Certain deviations can appear due to the processing of natural clays as a raw material. In no case are these values to be regarded as specifications.

If desired, our Technical Service Department will readily provide further support.

All information in this publication is in accordance with our present experience and knowledge. However, since we have no influence on the way in which our products are treated and used, we cannot take any responsibility in this respect. The user must assume responsibility himself for checking whether the products are suitable for the purpose and use proposed by him. All existing proprietary rights, laws and regulations shall be observed.



**ASHAPURA
VOLCLAY LIMITED**
(ASHAPURA-VOLCLAY INTERNATIONAL JVC)

tree 2

GALLEON V2 - SPECIFICATIONS

Galleon V2 is Acid Activated Powdered Bleaching Clay Manufactured from High Quality Ca-Montmorillonite of India.

Galleon V2 is a product designed with a highly porous inner structure and high surface area is developed for adsorption of color bodies, pigment, gums and other impurities from edible and non-edible oil.

Physical & Chemical Properties:

Properties	Unit	Range
Moisture (2 hrs at 110°C Temp.)	%	15.0 Max.
Fineness Passing (Through 90 μ Sieve)	%	80.0 Min.
Residual Acidity	mg KOH/gm	2.5 Max.
Bleaching Efficiency (Against Galleon V2 Std)	%	95.0 Min.

Bleaching Efficiency spec as per IS 1965 : 1972

Regd Office : Jeevan Udyog Building, 3rd Floor, 278, D. N. Road, Fort, Mumbai - 400 001. (India)
Tel. : +91-22 6665 1700 Fax : +91-22 2207 9395 / 2207 4452 E-mail : be@ashapura.com



**ASHAPURA
VOLCLAY LIMITED**
(ASHAPURA-VOLCLAY INTERNATIONAL JVC)

Typical Chemical Composition Data:

Properties	Unit	Typical Data
Silica as SiO ₂	%	59.2
Aluminum as Al ₂ O ₃	%	8.50
Iron as Fe ₂ O ₃	%	9.47
Titanium as TiO ₂	%	2.72
Calcium as CaO	%	5.18
Magnesium as MgO	%	1.13
Sodium as Na ₂ O	%	0.19
Potassium as K ₂ O	%	0.62
Sulphate as SO ₃	%	2.80
LOI (1 Hrs at 1000°C Temp)	%	10.18

Other Typical Analysis Data:

Properties	Unit	Range
Tap Bulk Density	gm/ml	0.55 to 0.65
pH (5% Suspension)	-----	2.5 to 4.5
Average Particle Size	μ	22 – 28
BET Surface Area	M ² /gm	300 – 330

Revision: June - 2012


Regd Office : Jeevan Udyog Building, 3rd Floor, 278, D. N. Road, Fort, Mumbai - 400 001. (India)
Tel. : +91-22 6665 1700 Fax : +91-22 2207 9395 / 2207 4452 E-mail : be@ashapura.com



terre 3

SAFETY DATA SHEET


Page 1 of 4

SECTION 1: PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION		
PRODUCT IDENTIFIER	GRADE F160	
CHEMICAL NAME	Bentonite, Acid Leached	
CHEMICAL FAMILY	Clay	
MATERIAL USE	Bleaching Clay	
RESTRICTION ON USE	None Known	
MANUFACTURER	EP Engineered Clays Corporation, 600 East McDowell Road Jackson, MS 39204	
TELEPHONE NO.	(601) 985-4857 (Monday – Friday 8:00 am PST – 5:00 pm PST)	
EMERGENCY TELEPHONE NO.	(601) 985-4857 (Monday – Friday 8:00 am PST – 5:00 pm PST)	
SDS DATE OF PREPARATION	May 11, 2017	
SECTION 2: HAZARDS IDENTIFICATION		
OSHA GHS HAZARD CLASSIFICATION	Carcinogen Category 1A Specific Target Organ Toxicity, Repeated Exposure Category 1	
HAZARDS NOT OTHERWISE CLASSIFIED	None	
LABEL ELEMENTS	<p>DANGER May cause cancer by inhalation. Causes damage to lungs through prolonged or repeated exposure. Obtain special instructions before use. Do not handle until all safety precautions have been read and understood. Do not breathe dust. Wear eye protection. If exposed or concerned: Get medical advice. Dispose of contents in accordance with local, state and federal regulations.</p> 	
SECTION 3: COMPOSITION / INFORMATION ON INGREDIENTS		
INGREDIENT IDENTIFICATION	APPROXIMATE CONCENTRATION (%)	C.A.S. NUMBERS
Bentonite, Acid Leached (contains 1-5% Crystalline Silica - Quartz)	100%	70131-50-9 14808-60-7
SECTION 4: FIRST AID MEASURES		
EYE	Flush eyes with generous quantities of water or eye rinse solution. Consult physician if irritation persists.	
SKIN	Use moisture renewing lotions if dryness occurs.	
INGESTION	Drink generous amounts of water to reduce bulk and drying effects.	
INHALATION	Remove to fresh air. Blow nose to evacuate dust.	
Most important symptoms/effects, acute and delayed	Dust may cause abrasive irritation to eyes. Prolonged skin contact may cause dryness. Dust may cause nose, throat and upper respiratory tract irritation. Prolonged inhalation of respirable dust containing silica may cause a progressive lung disease: silicosis and lung cancer. See Section 11 for additional information.	
Indication of immediate medical attention and special treatment, if necessary	Immediate medical attention is not normally required. If dust irritates the eyes, seek medical attention.	




SAFETY DATA SHEET

Page 1 of 4

SECTION 1: PRODUCT AND COMPANY IDENTIFICATION		
PRODUCT IDENTIFIER	GRADE F160	
CHEMICAL NAME	Bentonite, Acid Leached	
CHEMICAL FAMILY	Clay	
MATERIAL USE	Bleaching Clay	
RESTRICTION ON USE	None Known	
MANUFACTURER	EP Engineered Clays Corporation, 600 East McDowell Road Jackson, MS 39204	
TELEPHONE NO.	(601) 985-4857 (Monday – Friday 8:00 am PST – 5:00 pm PST)	
EMERGENCY TELEPHONE NO.	(601) 985-4857 (Monday – Friday 8:00 am PST – 5:00 pm PST)	
SDS DATE OF PREPARATION	May 11, 2017	
SECTION 2: HAZARDS IDENTIFICATION		
OSHA GHS HAZARD CLASSIFICATION	Carcinogen Category 1A Specific Target Organ Toxicity, Repeated Exposure Category 1	
HAZARDS NOT OTHERWISE CLASSIFIED	None	
LABEL ELEMENTS	<p>DANGER May cause cancer by inhalation. Causes damage to lungs through prolonged or repeated exposure. Obtain special instructions before use. Do not handle until all safety precautions have been read and understood. Do not breathe dust. Wear eye protection. If exposed or concerned: Get medical advice. Dispose of contents in accordance with local, state and federal regulations.</p> 	
SECTION 3: COMPOSITION / INFORMATION ON INGREDIENTS		
INGREDIENT IDENTIFICATION	APPROXIMATE CONCENTRATION (%)	C.A.S. NUMBERS
Bentonite, Acid Leached (contains 1-5% Crystalline Silica - Quartz)	100%	70131-50-9 14808-60-7
SECTION 4: FIRST AID MEASURES		
EYE	Flush eyes with generous quantities of water or eye rinse solution. Consult physician if irritation persists.	
SKIN	Use moisture renewing lotions if dryness occurs.	
INGESTION	Drink generous amounts of water to reduce bulk and drying effects.	
INHALATION	Remove to fresh air. Blow nose to evacuate dust.	
Most important symptoms/effects, acute and delayed	Dust may cause abrasive irritation to eyes. Prolonged skin contact may cause dryness. Dust may cause nose, throat and upper respiratory tract irritation. Prolonged inhalation of respirable dust containing silica may cause a progressive lung disease, silicosis and lung cancer. See Section 11 for additional information.	
Indication of immediate medical attention and special treatment, if necessary	Immediate medical attention is not normally required. If dust irritates the eyes, seek medical attention.	

MATERIAL NAME	GRADE F160	Page 2 of 4		
SECTION 5: FIRE FIGHTING MEASURES				
EXTINGUISHING MEDIA	Not applicable, the material is not combustible.			
SPECIFIC HAZARDS ARISING FROM THE CHEMICAL	Not applicable, the material is not combustible.			
SPECIAL PROTECTIVE EQUIPMENT AND PRECAUTIONS FOR FIRE-FIGHTERS	Not applicable, the material is not combustible.			
SECTION 6: ACCIDENTAL RELEASE MEASURES				
PERSONAL PRECAUTIONS	If dust is present, use respirator fitted with particulate filter as specified in Section 8. Protect eyes with goggles. Do not breathe dust.			
ENVIRONMENTAL PRECAUTIONS	This material is not a significant environmental concern.			
METHODS AND MATERIALS FOR CONTAINMENT AND CLEANING UP	Vacuum clean spillage or wet sweep. Caution: wet product will be slippery. Avoid creating airborne dust. Place in a container for use or disposal.			
SECTION 7: HANDLING AND STORAGE				
PRECAUTIONS FOR SAFE HANDLING	Minimize dust generation. Avoid contact with eyes. Do not breathe dust. Use only with adequate ventilation and dust collection. Repair or dispose of broken bags. Follow good housekeeping procedures to minimize the accumulation of dust in the work area. Remove contaminated clothing and wash it before reuse. Product forms slippery surfaces when wet – use caution. Observe all label precautions and warnings.			
CONDITIONS FOR SAFE STORAGE	Store in a dry place to maintain packaging integrity and product quality. Store product separately from feed, food, pesticides and fertilizers so that cross contaminations does not occur. Do not store near hydrofluoric acid or concentrated caustic solutions.			
SECTION 8: EXPOSURE CONTROLS / PERSONAL PROTECTION				
EXPOSURE GUIDELINES:	Note: Processing of sorptive clays is not covered by the OSHA Silica Standard (29CFR1910.1053) and the OSHA PEL associated with that standard.			
Component	OSHA PEL	ACGIH TLV	MSHA PEL	NIOSH REL
Bentonite, Acid Leached (as Particulates not otherwise classified)	5 mg/m ³ respirable dust 15 mg/m ³ total dust	None Established	5 mg/m ³ respirable dust 15 mg/m ³ total dust	None Established
Crystalline Silica (Quartz)	30 mg/m ³ % SiO ₂ +2 total dust 10 mg/m ³ % SiO ₂ +2 Respirable dust	0.025 mg/ m ³ Respirable dust	30 mg/m ³ % SiO ₂ +2 total dust 10 mg/m ³ % SiO ₂ +2 Respirable dust	0.05 mg/ m ³ Respirable dust
ENGINEERING CONTROLS	Use general or local exhaust ventilation to control dust within recommended exposure limits. Refer to ACGIH publication "Industrial Ventilation" or similar publications for design of ventilation systems.			
PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT:				
EYE / FACE PROTECTION	Goggles to protect from dust			
SKIN PROTECTION	No special equipment is needed.			
RESPIRATORY PROTECTION	If the exposure limits are exceeded, a NIOSH approved respirator appropriate for the form and concentration of the contaminants should be used. For example, if the dust concentration is less than ten (10) times the Permissible Exposure Limit (PEL), use a quarter or half-mask respirator with an N95 dust filter or a single-use dust mask rated N95. Selection and use of respiratory equipment must be in accordance with OSHA 1910.134; or in Canada with CSA Standard Z94.4 and good industrial hygiene practice.			
GENERAL HYGIENE	Avoid breathing dust. Avoid contact with eyes. Wash hands after handling and before eating or drinking.			

MATERIAL NAME	GRADE F160		Page 3 of 4
SECTION 9: PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES			
APPEARANCE, COLOR	Off-white to light grey powder	ODOR	Odorless
PHYSICAL STATE	Solid	ODOR THRESHOLD	Not applicable
VAPOR PRESSURE	Not applicable	VAPOR DENSITY	Not applicable
BOILING POINT	Not applicable	MELTING POINT	>450 °C
FLASH POINT	Not applicable	pH (10% SUSPENSION)	Unknown
FLAMMABILITY LIMITS	Not applicable	EVAPORATION RATE	Not applicable
DECOMPOSITION TEMPERATURE	Unknown	SPEC. GRAVITY / RELATIVE DENSITY	2.28 g/cm ³
AUTOIGNITION TEMPERATURE	Not applicable	PARTITION COEFFICIENT – n-OCTANOL/WATER	Not applicable
FLAMMABILITY (solid/gas)	Not applicable	SOLUBILITY – WATER	< 1 mg/l
		VISCOSITY	Not applicable
SECTION 10: STABILITY AND REACTIVITY			
REACTIVITY	Material is not reactive.		
CHEMICAL STABILITY	Material is stable.		
POSSIBILITY OF HAZARDOUS REACTIONS	Material is not reactive under normal conditions of handling unless mixed with incompatible substances below.		
CONDITIONS TO AVOID	Not applicable		
INCOMPATIBLE MATERIALS	Unsaturated organic compounds, such as turpentine and vegetable oil. Hydrofluoric acid and concentrated caustic solutions may react with the product. Strong oxidizing agents.		
HAZARDOUS DECOMPOSITION PRODUCTS	Not applicable		
SECTION 11: TOXICOLOGICAL INFORMATION			
POTENTIAL HEALTH EFFECTS			
Likely Routes of Exposure	See below		
EYE	May cause irritation (tear formation and redness) if dust gets in eyes.		
SKIN	Not absorbed by the skin, but may cause dryness if prolonged exposure.		
INGESTION	Ingestion of small quantities is not considered harmful, but may cause irritation of the mouth, throat and stomach.		
INHALATION	Acute inhalation can cause dryness of the nasal passage and lung congestion, coughing and general throat irritation. Acute inhalation of high concentrations of respirable crystalline silica may cause acute silicosis.		
CHRONIC EFFECTS	This product contains naturally occurring crystalline silica. Respirable crystalline silica may cause lung cancer and lung disease (silicosis) if inhaled for prolonged periods. Symptoms of silicosis include wheezing, cough and shortness of breath.		
CARCINOGENICITY	This product is composed predominantly of clay, but contains some crystalline silica. Respirable crystalline silica (quartz) is classified by OSHA, IARC and NTP as a known human carcinogen. Crystalline silica is only known to cause cancer when inhaled in a respirable form. It is not known to cause cancer by any other route of exposure.		
NTP	Respirable crystalline silica (quartz) is classified as a known human carcinogen.		
IARC	Respirable crystalline silica (quartz) is classified as a known human carcinogen.		
NUMERICAL MEASURES OF TOXICITY	Virtually nontoxic after a single ingestion. Virtually nontoxic by inhalation. Virtually nontoxic after a single skin contact.		

MATERIAL NAME	GRADE F160	Page 4 of 4				
CORROSIVENESS, SENSITIZATION, IRRITANCY	Not irritating					
REPRODUCTIVE TOXICITY	Not adverse effects on reproduction are known.					
TERATOGENICITY, MUTAGENICITY	No adverse effects on development are known.					
SECTION 12: ECOLOGICAL INFORMATION						
ECOTOXICITY:	No toxicity is expected					
PERSISTENCE AND DEGRADABILITY	Non-biodegradable, inert.					
BIOACCUMULATIVE POTENTIAL	Little potential for bioaccumulation					
MOBILITY IN SOIL	No mobility					
OTHER ADVERSE EFFECTS	None known					
SECTION 13: DISPOSAL CONSIDERATIONS						
WASTE DISPOSAL	If this material as supplied becomes a waste, use solid waste disposal common to landfill type operations or in slurry to sumps. Not considered a hazardous waste under RCRA (40CFR Part 261).					
PACKAGING DISPOSAL	Dispose of in accordance with applicable laws and regulations, typically solid waste disposal common to landfill type operations.					
SECTION 14: TRANSPORT INFORMATION						
BASIC SHIPPING INFORMATION	Not regulated as a hazardous material for transport.					
ADDITIONAL INFORMATION	No special requirements or placarding necessary.					
SECTION 15: REGULATORY INFORMATION						
U.S. FEDERAL:						
TSCA	Bentonite, Acid Leached and Quartz appear on the EPA TSCA inventory list.					
CERCLA	Bentonite is not classified as a hazardous substance under regulations of the Comprehensive Environmental Response Compensation and Liability Act (CERCLA), 40 CFR 302.					
SARA TITLE III	Not listed.					
California Proposition 65:	⚠️ WARNING: This product can expose you to crystalline silica, which is known to the State of California to cause cancer. For more information go to www.P65Warnings.ca.gov .					
SECTION 16: OTHER INFORMATION						
	 <p>NFPA</p> <p>4-Extreme 3-High 2-Moderate 1-Slight</p>	<p>HMS</p> <table border="1"> <tr> <td>0* Health</td> </tr> <tr> <td>0 Flammability</td> </tr> <tr> <td>0 Reactivity</td> </tr> <tr> <td>E Protective Equipment</td> </tr> </table>	0* Health	0 Flammability	0 Reactivity	E Protective Equipment
0* Health						
0 Flammability						
0 Reactivity						
E Protective Equipment						
ORIGINAL ISSUE DATE	May 11, 2017					
REVISION DATE	May 11, 2017					
REVISION NO.	1					

Disclaimer: As of the date of the preparation of this document, the foregoing information is believed to be accurate and is provided in good faith to comply with applicable federal and state laws. No warranty, representation or guaranty of any kind, express or implied, is hereby provided or intended with respect to the completeness of the information contained herein. We accept no responsibility and disclaim all liability for any harmful effects which may be caused by the purchase, resale, use or exposure to our product. Customer users of silica must comply with all applicable health and safety laws, regulations and orders, including OSHA Hazardous Communication Standard.

Annexe 2

Présentation de l'unité

1-1. Historique

Le complexe des corps gras de Bejaia (CO.G.B), est situé dans la zone industrielle de la ville de Bejaia (route des Aurès). Il occupe une superficie de 108.800 dont 56. 500 sont couvertes. En matière d'emploi, le complexe opère avec un effectif de 750 personnes, selon les données de 1998 ; réparties dans les différents services, le régime de travail est 24 heures effectués par trois équipes qui se relèvent toutes les huit heures.

Ce complexe à pour but de promouvoir le développement des industries alimentaires et de satisfaire les besoins locaux en huile, margarine, savon de toilette, etc.

1-2. Production de l'unité

Le complexe est conçu pour :

La raffinerie d'huile alimentaire : 400 Tonnes/Jour.

La fabrication de savon de toilette : 50 Tonnes/Jour.

La fabrication de savon de ménage : 150 Tonnes/Jour.

La distillation des acides gras : 20 Tonnes/Jour ;

La production de glycérine pharmaceutique : 20 Tonnes/Jour.

Le conditionnement des huiles alimentaires : 500 Tonnes/Jour.

➤ 300 Tonnes/Jour pour les huiles de 5 Litres.

➤ 200 Tonnes /Jour pour les huiles de 1 Litres.

Le traitement des eaux en production 24/24 H.

La fabrication de la margarine : 80 Tonnes/Jour.

1-3. Présentation du laboratoire

Le service laboratoire a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués au sein de cette unité. A cet effet, des analyses sont effectuées sur les matières premières et auxiliaires, sur les produits au cours de fabrication ainsi que sur les produits finis.

Le service de laboratoire est composé de quatre laboratoires d'analyse.

Laboratoire des huiles

Les principales analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont les suivants :

➤ Analyse d'huile brute.

➤ Analyse d'huile au cours de raffinage.

- Analyse d'acides gras libres bruts.
- Analyse d'acides gras distillés.

Laboratoire de traitement des eaux

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont les suivantes :

- Analyse de l'eau brute.
- Analyse de l'eau adoucie.
- Analyse de l'eau de la bêche alimentaire.
- Analyse de l'eau chaudière.
- Analyse de l'eau osmosée.
- Analyse de l'eau procédée.
- Analyse des eaux usées.
- Analyse des eaux de l'atelier de la margarinerie.

Laboratoire des caristes

Ce laboratoire s'occupe des analyses de routine pour toute la production (savonnière et huilière) ; voir même lors du conditionnement et stockage. Le mode de travail est réalisé par quatre laborantins qui travaillent en équipes et de manière alternative.

Les analyses qui s'effectuent dans ce laboratoire sont :

- Analyse d'huile au cours du raffinage.
- Analyse des acides gras libres au cours de la distillation.
- Analyse du savon au cours du processus de fabrication.

Laboratoire de margarinerie

Ce service occupe une place très importante dans le fonctionnement de l'unité de production car il permet d'assurer une meilleure qualité du produit, il est composés de deux laboratoires qui sont:

- Laboratoire d'analyse physico-chimique: analyse de l'acidité, de l'indice de peroxyde, de NaCl, de l'amidon, du point de fusion et de la consistance de la margarine.
- Laboratoire d'analyse microbiologique : les germes dénombrés sont les germes aérobies à 30°C, les coliformes fécaux, Staphylococcus aureus, les levures et moisissures et les Salmonella.

L'organigramme de l'unité CO.G.B la Belle est illustré dans la figure 1.

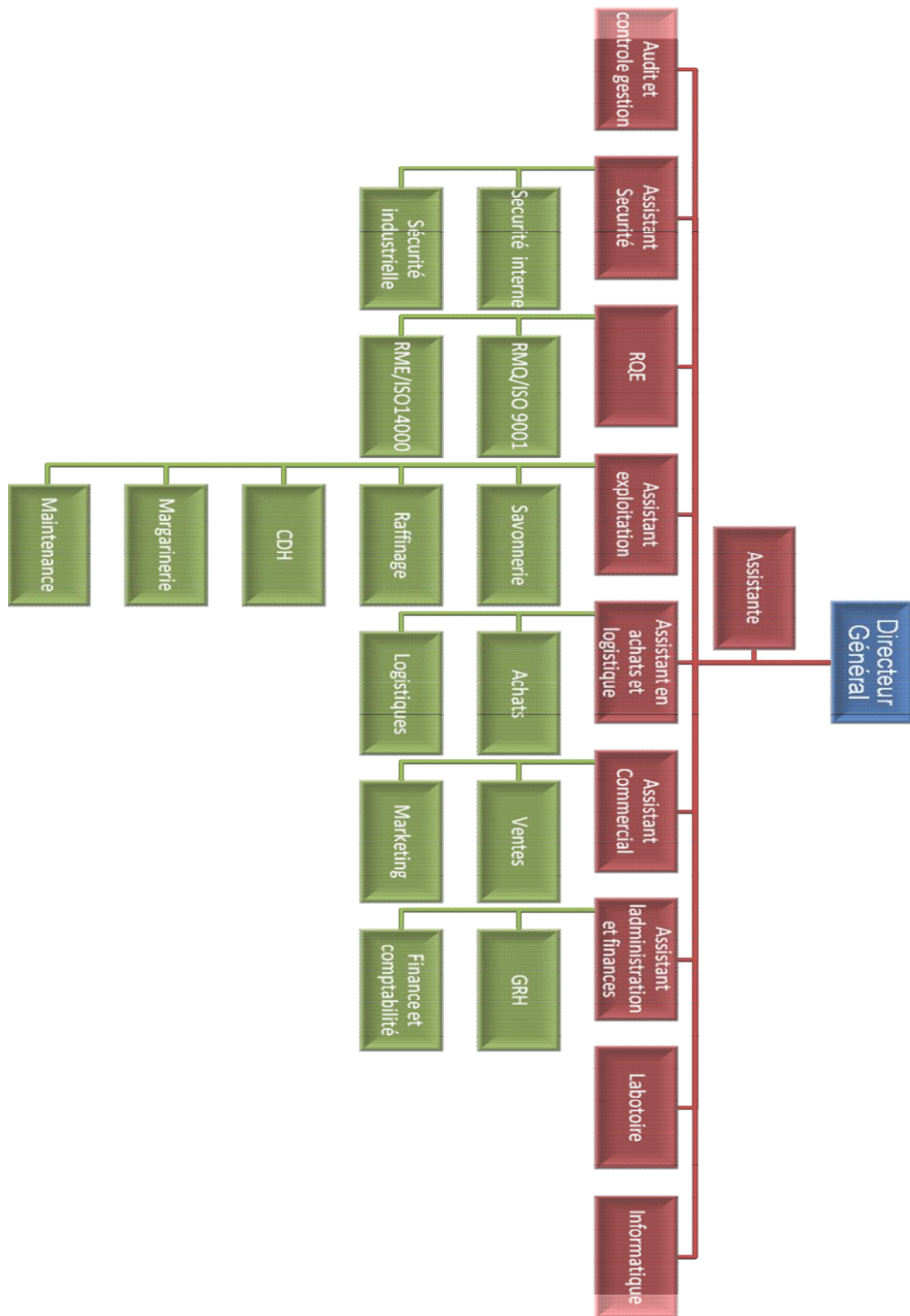


Figure 1: Organigramme de l'unité CO.G.B « la belle »

Résumé

La décoloration d'une huile végétale est une étape essentielle du raffinage qui vise à éliminer la couleur indésirable des huiles causées par les pigments.

Les terres décolorantes activées sont fréquemment employées comme des agents physiques de décoloration à cause de leurs fortes capacités d'adsorption.

L'utilisation de quantité [0,5% ; 0,7% et 0,9%] de terre décolorante à temps de contact de [20 min], et à température fixe (90°C) a permis de mettre en évidence la réduction des concentrations en chlorophylles et en carotènes d'une part, et d'autre part l'élimination de la couleur.

Les paramètres température (90°C), temps de contact (20 minutes) et de (0,9%) de terre décolorante Galleon V2 s'avèrent comme les paramètres donnant une réduction maximale de la couleur.

Mots clés : décoloration, terre décolorante (Galleon V2), couleur, chlorophylles, carotènes.

Abstract

The discoloration of a vegetable oil is an essential step in refining which aims to eliminate the unwanted coloring oils caused by pigments. Activated bleaching Earth is frequently used physical agents of discoloration due to their strong adsorption capacity. The use of percentages [0,5% ; 0,7% et 0,9%] Earth bleaching time contact [20 min], and fixed temperature [90°C] allowed to highlight the reduction of concentrations of chlorophyll and carotene on the one hand, and on the other hand the elimination of the color.

Settings temperature (90°C), contact (20 minutes) and (0,9%) of bleaching Earth type Galleon V2 time prove as parameters giving a maximum reduction of the color.

Key words: bleaching, Galleon V2, color, chlorophyll, carotenes.