



Mémoire de Master

Présenté par :

-Tararist Nesrine

- Amer Hamida

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

Spécialité : Chimie Analytique.

Thème :

**Optimisation des paramètres de
décoloration de l'huile (soja)**

Soutenu le : 01/07/2018.

Devant le jury composé de :

Nom&Prénom	Département d'affiliation	Qualité
M ^{me} AMARNI Fatiha	Département chimie	Président
M ^{me} AIT BRAHAM Leila	Département chimie	Examineur
M ^{me} AIT AHMED Nadia	Département chimie	Encadreur
M ^r ZAIDI Lyes	CEVITAL	Co-encadreur

2017-2018

Remerciements

Au terme de la réalisation de notre mémoire de fin d'études, nous tenons à remercier sincèrement notre promotrice, Mme N. Ait Ahmed pour nous avoir accompagnés tout le long de ce travail, son encadrement, sa disponibilité, ainsi que pour l'intérêt et la confiance qu'elle nous a témoignée.

Nous remercions également notre Co-promoteur Mr L. Zaidi pour sa vive collaboration.

Nos remerciements vont également au président et aux membres de jury pour avoir accepté d'examiner et juger ce travail.

Nous remercions chaleureusement nos amis et compagnons de laboratoire, pour les moments inoubliables passés ensemble. Nous remercions tous ceux qui ont contribué chacun à sa manière au bon déroulement de cette tâche.

Enfin, nos remerciements s'adressent à l'ensemble de nos camarades de la promotion Master chimie analytique, ainsi que tous les enseignants ayant contribué à notre formation.

Dédicaces

Au nom du tout puissant

Je dédie ce travail

A mes très chers et précieux parents qui m'ont toujours soutenu, et à l'intérêt qu'ils ont toujours porté pour mes études, je ne les remercierai jamais assez, pour tout ce qu'ils ont fait.

Que dieu me les protège.

A mes cherfrères : Yassine, Imad et Younes

A ma petite sœur : Hadjer khadidja

Qui m'ont soutenu, et encouragé durant tout mon cursus.

A toute ma famille

A ma belle-famille BELGASMI

A mon future mari Youba

A mes chers grands-parents

A mes tantes et oncles

A mes cousines et cousins

A toutes mes copines

Et tous mes amis

*Je tiens à remercier tous les étudiants de la promotion 2017/2018
CHIMIE ANALYTIQUE.*

En fin à toute personne qui m'est cher au cœur.

Que dieu nous rassemble tous au paradis

Nesrine Sarah.

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes parents, et ma grande mère à qui revient tout le mérite, pour leurs sacrifices, leur affection et leur amour

Mes frères et sœurs,

Pour leurs encouragements, leur aide et leur amour

A mon défunt grand père, et ma défunte voisine, que Dieu les accueille dans sont vaste paradis

A tous mes amis et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce travail

Hamida

Liste des abréviations

AGL : Acide gras libre

AG : Acide gras

IUPAC : Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée

Max : Maximum

Min : Minute

Tr : Toure

TD : Terre Décolorante

AOCS: Americ Oil Chemical Society

ISO: International Standard Organisation

ppm : Partie par million

PC : Phosphatidyl choline ou lécithine

PE : Phosphatidyl éthanolamine

PS :Phosphatidyl sérine

PI :Phosphatidyl inositol

Liste des figures

Figure II.1: Dispositif de décoloration (chaîne pilote).....	21
Figure II.2 : Spectrophotomètre UV-VIS Thermo Scientific™ Evolution™ 350.....	27
Figure III.3: Histogramme de variation de la chlorophylle en fonction du dosage de la terre et la température pour les deux terres.....	30
Figure III.4 : Histogrammes de variation de couleur en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.....	32
Figure III.5: Histogramme de variation de l'acidité en fonction du dosage de la terre et la température pour les deux terres.....	34
Figure III.6: Spectre d'absorption de l'huile de soja non décolorée.....	37
Figure III.7 : Spectres d'adsorptions de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TONSIL».....	39
Figure III. 8: Les spectres d'absorption de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TAIKO ».....	40

Liste des tableaux

Tableau I.1: Variation de la température des corps gras en fonction des doubles liaisons.....	7
Tableau I. 2: Caractéristiques qui différencient les deux types d'adsorption.....	12
Tableau III. 3: Les résultats d'analyse physico-chimiques de l'huile séchée de soja.....	28
Tableau III.4: Les résultats de variation de la chlorophylle en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.....	29
Tableau III.5: Les résultats de variation de la couleur en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.....	31
Tableau III.6 : Les résultats de variation de la l'acidité en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.....	33
Tableau III. 7: Taux de décoloration obtenus pour la terre type Tonsil.....	35
Tableau III.8: Taux de décoloration obtenus pour la terre type Taiko.....	36

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1

Chapitre I: Synthèse bibliographique

I.1-Généralités sur les corps gras.....3

I.1.1 -Définition.....3

I.1.2 -Classification des corps gras.....3

I.1.2.1 Corps gras d'origine animale.....3

I.1.2.2 Corps gras d'origine végétale.....3

I.1.2.3 Corps gras d'origine mixte.....3

I.1.3 Composition d'un corps gras.....3

I.1.3.1 Constituants majeurs4

I.1.3.2 Constituants mineurs.....4

I.1.4 Propriétés physico-chimiques des corps gras.....5

I.1.4.1 Propriétés chimiques des corps gras.....5

I.1.4.2 Propriétés physiques des corps gras.....6

I.2 Raffinage de l'huile de soja.....8

I.2.1 Définition et but.....8

I.2.2 Les étapes de raffinage.....8

I.2.2.1 Dégommage ou dé mucilagination.....8

I.2.2.2 Neutralisation.....8

I.2.2.3 Lavage..... 9

I.2.2.4 Séchage..... 9

I.2.2.5 Décoloration.....9

I.2.2.6 Désodorisation.....10

I.3 L'ADSORPTION ET LA DECOLORATION.....11

I.3.1. L'adsorption.....11

I.3.1.1.Définition de l'adsorption.....11

I.3.1.2 Types d'adsorption.....	11
I.3.1.3 Applications de l'adsorption.....	12
I.3.1.4. Mécanisme d'adsorption.....	12
I.3.1.5. Facteurs influents sur l'adsorption.....	13
I.3.1.6. Les adsorbants.....	13
I.3.2.LA DECOLORATION.....	15
I.3.2.1 Définition.....	15
I.3.2.2 Importance et rôle de la Décoloration.....	15
I.3.2.3 Les terres décolorantes.....	15
I.3.2.4 Processus de la décoloration.....	16
I.3.2.5 Les agents décolorants.....	16
I.3.2.6 Influence des paramètres de la décoloration.....	17
Chapitre II : Matériels et méthodes	
II.1-Echantillonnage.....	20
II.2-La décoloration à la chaine pilote.....	20
II.3-Analyses effectuées sur les huiles	21
II.3.1-Analyses physiques.....	21
II.3.2-Analyses chimiques.....	23
II.3.3- Mesure de l'efficacité de la décoloration.....	27
Chapitre III : RESULTATS ET DISCUSSIONS	
III.1- Analyses physico-chimiques.....	28
III.1.1-LA Chlorophylle.....	29
III.1.2-La couleur.....	31
III.1.3-L'acidité.....	33
III.2- Analyses spectrales.....	35
III.2.1. Optimisation des paramètres de la décoloration pour l'huile de soja.....	35
III.2.2. Spectre d'absorption UV-visible de l'huile de soja non décolorée en fonction de la longueur d'onde.....	37
Conclusion générale.....	42
Références bibliographiques.....	44
Annexe	

Introduction

Les huiles sont d'origine animale ou végétale. Dans les plantes, en général, l'huile est contenue dans la substance dure et ligneuse des graines ou du noyau et se trouve enfermée dans les cellules oléifères sous forme de petites gouttes.

Le soja est depuis les années 80 une composante majeure des cultures oléagineuses, ce dernier est apprécié par les agriculteurs pour sa place dans la production d'huile de table et dans le développement de l'agriculture durable et de la chimie verte.

L'huile a pour rôle essentiel la satisfaction du besoin alimentaire, de ce fait, toutes les activités d'amélioration et /ou de fabrication, sont strictement orientées dans ce sens. Dans le but de conférer aux huiles une saveur douce et une couleur appréciable pour le consommateur, ces huiles sont soumises à différentes opérations (dégommage, neutralisation, décoloration, et la désodorisation) qui font partie du processus de raffinage.

Les terres argileuses, qu'elles soient naturelles ou activées, utilisées dans les traitements de ces huiles présentent un intérêt croissant car leurs applications industrielles ne cessent de se diversifier. L'argile qui fait l'objet de cette étude, connue sous le nom de bentonite, est largement utilisée dans l'industrie agroalimentaire et plus particulièrement dans la décoloration des huiles végétales.

Le procédé de décoloration est basé sur le phénomène d'adsorption, et il est influencé par plusieurs paramètres. Il s'agit d'un phénomène qui se traduit par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles. Il existe deux types de processus d'adsorption : adsorption physique ou physisorption et adsorption chimique ou chimisorption.

Les procédés d'adsorption sont couramment utilisés pour éliminer les substances responsables de la couleur, des goûts, des odeurs ainsi que les substances toxiques non biodégradables telles que les composés organiques et les métaux lourds.

La décoloration est une étape essentielle du raffinage de l'huile dont le but principale est d'éliminer la coloration indésirable de l'huile causée par les pigments (chlorophylles).

L'objet de ce présent travail est d'optimiser certains paramètres qui influencent l'étape de décoloration (concentration en terre, températures et temps de contact ; terre-huile) lors du raffinage de l'huile végétale (soja), afin de déterminer les meilleures conditions pour aboutir à une meilleure qualité de l'huile.

Ainsi nous avons effectué différents essais de décoloration sur chaine pilote et les résultats obtenus ont fait l'objet d'une comparaison par rapport à la décoloration réalisée sur chaine industrielle.

Notre travail est divisé en trois chapitres :

Le premier est composé de trois parties dédiées corps gras, aux raffinages des huiles végétales et à l'adsorption et la décoloration des huiles végétales.

Le deuxième chapitre traite les méthodes et matériels utilisés pour réaliser ce travail. Le troisième est consacré à la discussion des résultats et on termine par une conclusion générale.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1 Généralité sur les corps gras

I.1.1 Définition :

Les graisses et les huiles sont constituées de triglycérides résultants 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 plupart des solvants organiques, elles ont une densité plus faible que celle de l'eau (**Denis, 2006**).

I.1.2 Classification des corps gras :

Corps gras sont classés selon leur origine animale, végétale, ou mixte :

I.1.2.1 Corps gras d'origine animale :

Ce sont des corps gras extraits de tissus des animaux terrestres comme le saindoux (porc), suifs (carcasse de bœuf) ou des animaux marins tels que les poissons (sardine) (**Blanc, 2007**).

Elles sont réparties dans l'ensemble de l'organisme, sont particulièrement concentrées dans les tissus adipeux (**Bauer et al. 2010**).

I.1.2.2 Corps gras d'origine végétale :

Les graisses et huiles végétales, se trouvent dans la graine (arachide, colza, coton, soja, tournesol) ou de fruits (olive, avocat et palme) (**Cheftel and Cheftel, 1977**). Elles peuvent être ; soit solide comme l'huile de palme, coprah ou liquide telle que l'huile d'arachide, l'olive et tournesol (**Blanc, 2007**).

I.1.2.3 Corps gras d'origine mixte:

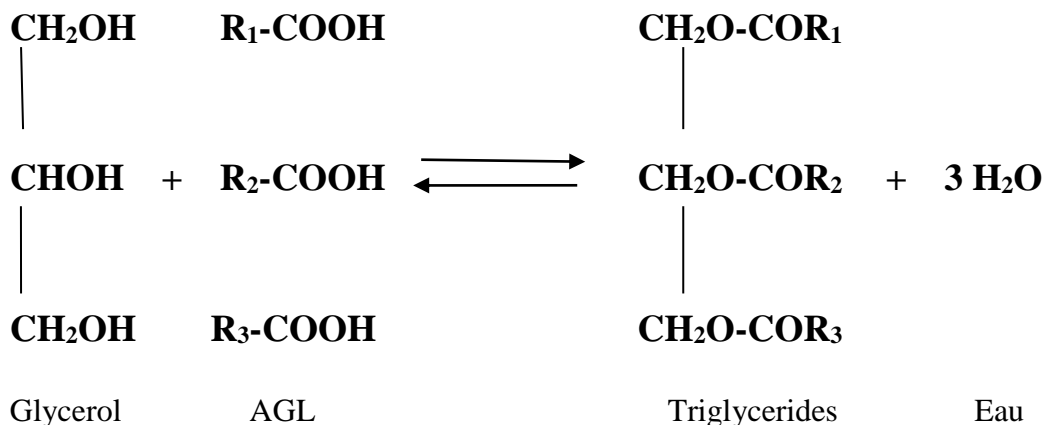
Ce sont des émulsions d'une phase aqueuse dans une phase grasse comme le beurre et la margarine (**Blanc, 2007**).

I.1.3 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 (**François, 1974**).

I.1.3.1 Constituants majeurs :**I.1.3.1.1. Triglycérides :**

Composés présentant 90 à 99% de la composition totale des huiles. Ce sont des esters d'acides gras et de glycérol, comme le montre la réaction suivante :

**I.1.3.1.2 Acides gras :**

Sont des acides carboxyliques (R-COOH) constitués d'une chaîne hydrocarbonée (**Baueretal.2010**). Leur étude a permis les généralisations suivantes :

- Les acides gras les plus abondants ont un nombre pair d'atomes de carbone, compris entre 14 et 22 (16 et 18 prédominent).
- Les acides gras insaturés sont plus fréquents que les saturés, on trouve les acides gras mono insaturés ont une double liaison, Et les acides gras polyinsaturés qui possèdent au moins deux doubles liaisons dans leur structure (**Kessous, 2008**).

I.1.3.2 Constituants mineurs:**I.1.3.2.1 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 (**Denise 1998**).

I.1.3.2.2 Insaponifiables :

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

a. Stérols :

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

b. Tocophérols :

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

I.1.3.2.3 Cires:

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

I.1.3.2.4 Pigments :

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- les caroténoïdes, parmi lesquels le β -carotène, les flavonoïdes et leurs dérivés.

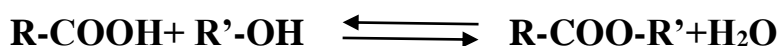
(Linder et Lorient, 1994).

I.1.3.2.5 Hydrocarbures:

Ce sont des paraffines de 11 à 35 atomes de Carbone, se trouvent à l'état de traces dans l'huile (François, 1974).

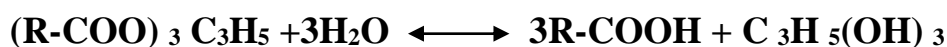
I.1.4 Propriétés physico-chimiques des corps gras :**I.1.4.1 Propriétés chimiques des corps gras :****I.1.4.1.1 Estérification :**

C'est la réaction durant laquelle un acide carboxylique R-COOH et un alcool R-OH se transforment pour donner un ester R-COO-R et de l'eau H₂O (Karleskind and gras, 1992) :

**I.1.4.1.2 Hydrolyse:**

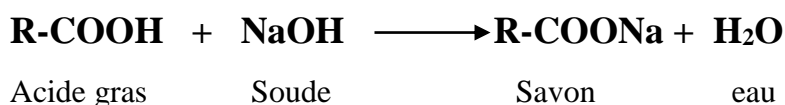
Les esters peuvent être hydrolysés en milieu basique, acide et même neutre. En milieu basique la réaction est totale, elle est appelée saponification, en milieu acide ou neutre la réaction est

réversible. Hydrolyse est la réaction inverse de l'estérification. Le résultat de l'hydrolyse des corps gras est la formation d'acide gras et de glycérol (**Karleskind and gras, 1992**).



I.1.4.1.3 Saponification:

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



I.2.4.1.4 Isomérisation:

Quelle que soit la position des doubles liaisons des acides gras dans la chaîne carbonée, elles peuvent adopter deux configurations : cis ou Z, transe ou E (**Karleskind and gras, 1992**).

I.1.4.1.5 Hydrogénation :

Elle consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogène.

Elle transforme un acide insaturé en acide saturé, le point de fusion s'élève ainsi une huile liquide se transforme en graisse solide ; d'autre part, le produit rancit moins puisqu'il ne peut plus se former d'aldéhydes (**Graille, 2003**).

I.1.4.1.6 Oxydation par l'oxygène – autoxydation:

La chaîne insaturée des acides gras peuvent réagir avec l'oxygène de l'air pour donner des produits d'oxydation responsables de rancissement des corps gras (**Gavrilovic et al. 1996**).

I.1.4.2 Propriétés physiques des corps gras:

I.1.4.2.1 Solubilité :

les corps gras sont insolubles dans l'eau, et soluble dans les solvants dits organiques, c'est cette propriété fondamentale qui est à la source même des phénomènes particuliers qui accompagnent leur digestion, leur absorption, leur transport dans le sang et leur métabolisme au niveau cellulaire, c'est également cette propriété qui détermine les procédés particuliers d'extraction, de purification et de transformation qui doivent être utilisés en technologie alimentaire (**Burgess, 1981**).

I.1.4.2.2 Point de fusion et Point d'ébullition :

Il est difficile à saisir, car les corps gras passent par un état pâteux avant d'être liquides. De même, toutes les parties d'un même corps gras naturel ne se solidifient pas à la même

température. Le point de fusion des corps gras dépend du mélange des triacylglycérols qu'ils contiennent, ce qui conduit habituellement à la classification suivante :

Huiles fondant vers 10°C, beurres vers 20°C et graisses vers 40°C. Le point de fusion ne doit pas être supérieur à 43°C pour une graisse alimentaire car elle serait mal digérée (le beurre et les huiles riches en acides gras insaturés étant les corps gras les plus digestes). (**Graille, 2003**).

- Le point de fusion dépend de nombre de carbone d'une part et d'autre part il diminue quand le nombre de doubles liaisons augmente pour un même nombre d'atome de carbone.
- Plus la chaîne carbonée est longue, plus le point d'ébullition est élevé. La présence de double liaison n'influence pratiquement pas le point d'ébullition (**Kessous, 2008**).

Tableau I.1: variation de la température des corps gras en fonction des doubles liaisons :

Les acides gras	Notation symbolique	Point de fusion (°C)	Point d'ébullition (°C)
Acide stéarique	18 :0	69,6	166
Acide oléique	18 :1 ; 9	13,4	165
Acide linoléique	18 :2 ; 9 ; 12	-5	164

I.1.4.2.3 Aspect :

Les huiles sont des corps liquides à la température ambiante tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (**Dupin, 1992**).

I.1.4.2.4 La densité:

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964, la densité des huiles animales varie de 0,816 à 0,933. (**Ericksson and Wiedermann, 1989**).

I.2 Raffinage de l'huile de soja

I.2.1 Définition et but:

Pour obtenir une huile pure, stable et comestible, l'huile brute de soja nécessite le passage obligatoire par le raffinage. Ce dernier est un traitement destiné à éliminer les acides gras libres et les composants autres que les triglycérides qui contribuent à l'odeur et à la saveur indésirable (**Farhoosh et al, 2009**).

Le raffinage a pour but d'éliminer les composés indésirables. Ces composés sont les acides gras libres, les phosphatides, les métaux, les pigments et ainsi que les résidus des pesticides (**Carr and Wesson, 1978 ; Lin and Lin, 2009**).

I.2.2 Les étapes de raffinage:

Les processus utilisés pour raffiner l'huile brute sont les suivants:

1. dégommeage ou déémucilage
2. La neutralisation
3. Lavage
4. Séchage
5. La décoloration
6. La désodorisation

I.2.2.1 Le dégommeage ou déémucilage:

Le dégommeage ou déémucilage est un procédé qui consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insoluble par hydratation. (**J.russell, 1996**).

Les phosphatides peuvent se présenter dans l'huile sous forme:

- **Hydratable:** ces formes contiennent un groupe polaire exemple: phosphatidylcholine et phosphatidyléthanolamine) qui sont aisément éliminés.
- **Non hydratables:** qui sont les sels de calcium et de magnésium des acides phosphatidiques et des phosphatidylinositol.

Les phospholipides sont liés à des métaux tels que le Fer et cuivre qui sont de puissants catalyseurs d'oxydation (**J.F.Planton, 2006**).

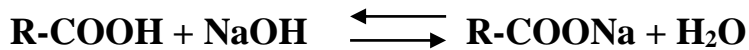
I.2.2.2 La neutralisation:

La présence des acides gras libres (AGL) dans une huile raffinée est indésirable, car ils sont des catalyseurs d'oxydation, d'hydratation et d'hydrolyse.

L'élimination de ces AGL au cours de la neutralisation s'effectue par addition de soude sous forme de savon dit «pâte de neutralisation» ou «Soapstocks».

L'excès de soude utilisé pour neutraliser les AGL produit une saponification parasite qui augmente les pertes. (E. Graciani Canstante, 1999).

La réaction de neutralisation est la suivante :



AG Soude Savon Eau

La neutralisation peut être continue ou discontinue :

- La neutralisation en continue présente l'avantage de ne laisser l'huile et la soude en contacte que pendant un temps court. La séparation de l'huile du savon s'effectue par centrifugation.
- La neutralisation discontinue présente un temps de contact entre l'huile et la soude qui est long et peut provoquer un début de saponification, et la séparation s'effectue par décantation (J.Denise, 1992).

I.2.2.3 Le lavage :

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile à la sortie de la turbine de neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et autres impuretés. Il est essentiel que l'huile brute ait subi une bonne préparation ("conditionnement"). Dans le cas contraire, il peut se produire des émulsions importantes et une partie du savon risque de ne pas être éliminée (A.Karleskind 1992).

I.2.2.4 Le séchage:

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration, car elle peut provoquer un colmatage des filtres, surtout en présence de savon. (J.Denise, 1992).

I.2.2.5 La décoloration:

Cette opération vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que très Partiellement détruits. Elle fait intervenir un phénomène physique: l'adsorption sur des terres décolorantes, du charbon actif, de bentonite, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (P. Falaras, 1999).

Le but de la décoloration est d'enlever le maximum de composés indésirables et avec un minimum de changement dans les constituants majeurs de l'huile. **(K. Kovari, 2004)**.

I.2.2.6 La désodorisation:

Elle vise à éliminer à des températures élevées (220°C à 260°C) et sous un grand vide les AGL par distillation, les composés volatiles, les produits d'oxydation, les pesticides et les hydrocarbures poly aromatiques **(K. Kovari, 2000)**.

Les huiles neutralisées et décolorées présentent une odeur et un goût particulier de par leurs origines et aussi en raison des traitements effectués pendant le raffinage. **(R. Francois, 1974)**.
L'efficacité de la désodorisation dépend de la conjugaison des paramètres suivants: pression absolue, température maximale, temps, taux de vapeur d'injection **(D.R .Ericksson, 1989)**.

I.3 L'ADSORPTION ET LA DECOLORATION

I.3.1. L'adsorption

I.3.1.1 Définition de l'adsorption:

L'adsorption est le processus au cours duquel les molécules d'un fluide (gaz ou liquide) appelé adsorbat se fixent sur la surface d'un solide appelé adsorbant (A. Errougani, (2007)).

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un phénomène de nature physique ou chimique par lequel des molécules présentes dans un effluent liquide ou gazeux, se fixent à la surface d'un solide. Ce phénomène dépend à la fois de cette interface et des propriétés physico-chimiques de l'adsorbat. Ce phénomène spontané provient de l'existence, à la surface du solide de forces non compensées, qui sont de nature physique ou chimique. (N. Barka, (2008)).

L'adsorption est favorisée si la masse moléculaire de la molécule d'adsorbat est élevée et si la taille des grains de l'adsorbant est faible. (A. Errougani, (2007)).

I.3.1.2 Types d'adsorption:

Quand une molécule s'approche d'une surface solide, elle peut se fixer de deux manières selon les forces intervenant entre la molécule de l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. La fixation de la molécule peut être de type physique ou chimique. (A. Errougani, (2007)).

I.3.1.2.1 Adsorption chimique ou chimisorption:

Elle met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre l'adsorbat et l'adsorbant. La chimisorption est généralement irréversible puisqu'elle produit une modification des molécules adsorbées. Ces dernières ne peuvent pas être accumulées sur plus d'une monocouche. Seules sont concernées par ce type d'adsorption, les molécules directement liées au solide. La chaleur d'adsorption, relativement élevée, est comprise entre 20 et 200 Kcal/mol. La distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que dans le cas de la physisorption. (N. Barka, (2008)).

I.3.1.2.2 Adsorption physique ou physisorption:

L'adsorption physique (ou physisorption) met en jeu des interactions faibles telles que les forces d'attraction de Van Der Waals et les forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. La force des liaisons créées peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40 kJ.mol⁻¹, ce qui est considéré comme faible. Ces interactions sont peu spécifiques et réversibles et la désorption peut être totale. L'adsorption physique est rapide et

généralement limitée par les phénomènes de diffusion, elle peut avoir lieu en monocouche ou en multicouches. (A. Erroumani, (2007)).

I.3.1.3 Applications de l'adsorption:

L'adsorption est utilisée dans l'industrie dans des procédés de séparation et de purification des gaz et des liquides, dans des domaines très variés tels que la pétrochimie, la chimie, la pharmacie et l'environnement. Les applications industrielles utilisent en général uniquement les propriétés d'adsorption physique des matériaux car ce phénomène ne modifie pas la structure moléculaire de l'adsorbat. De plus, il est réversible, ce qui permet de récupérer la molécule adsorbée et ainsi de régénérer l'adsorbant.

Le tableau I.5 : donne les caractéristiques qui permettent de différencier les deux types d'adsorption. (O. Bouras, (2003)).

Tableau I. 2: Caractéristiques qui différencient les deux types d'adsorption.

Adsorption chimique	Adsorption physique
• Formation de monocouche seulement.	• Formation de monocouche ou de multicouches.
• Formation de liaisons entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant par transfert d'électrons.	• Pas d'échange d'électrons.
• Chaleur d'adsorption élevée.	• Chaleur d'adsorption basse.

I.3.1.4. Mécanisme d'adsorption:

Le processus d'adsorption est l'une des étapes de transfert de matière qui s'effectue entre le fluide et l'adsorbant. Il se produit principalement en plusieurs étapes .Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de matière à lieu de la phase fluide vers les sites actifs de l'adsorbant en passant par les étapes suivantes (N. Barka, 2008, B.K. Nandi, et...2009):

- Diffusion de l'adsorbat de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant ;
- Diffusion extra-granulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains) ;
- Transfert intra-granulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des graines vers les sites actifs) ;

- Réaction d'adsorption au contact des sites actifs. Une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile.

I.3.1.5. Facteurs influents sur l'adsorption:

Un grand nombre de paramètres sont susceptibles d'avoir une influence sur le processus d'adsorption du soluté en phase liquide, parmi lesquelles nous citons :

I.3.1.5.1. La nature de l'adsorbant définie par les caractéristiques suivantes :

- Sa surface spécifique ;
- La distribution de la taille des pores ;
- La densité et la nature des groupes fonctionnels se trouvant à sa surface.

(A.Talidi (2006) et A. Kuleyin (2007)).

I.3.1.5.2. La nature de l'adsorbat caractérisé principalement par :

- Sa polarité ;
- La taille des molécules ;
- Sa solubilité.

(A.Talidi (2006) et A. Kuleyin (2007))

I.3.1.5.3. Les paramètre qui peuvent influencer :

L'équilibre d'adsorption entre l'adsorbat et l'adsorbant dépend entre autres de :

- La température de la solution ;
- Le pH de la solution ;
- La vitesse d'agitation ;
- Le temps de contact adsorbat-adsorbant ;
- Les forces ioniques ;
- La concentration en adsorbat et en adsorbant. (D.S. Kim (2004) et H. Zhang, et... (2004))

I.3.1.6. Les adsorbants:

Tous les solides utilisés comme adsorbants sont caractérisés par la structure microporeuse qui leur confère une très grande surface active par unité de masse. Les adsorbants utilisés dans la pratique sont, soit de nature organique (végétale ou animale), soit de nature minérale. Ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter leur porosité.

Les adsorbants les plus utilisés dans les applications industrielles sont les charbons actifs, les gels de silice, l'alumine activée et les tamis moléculaires. (**O. Bouras, (2003)**).

I.3.1.6.1. Le réseau poreux des adsorbants:

Le réseau poreux d'un adsorbant est constitué de pores de tailles généralement différentes dont la distribution varie selon la nature du matériau. La classification des pores adoptée par l'Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée (IUPAC) est fondée sur leur taille, et selon cette classification il existe trois catégories de pores :

- Les micropores dont le rayon est inférieur à 2 nm ;
- Les mésopores dont le rayon est compris entre 2 et 50 nm ;
- Les macropores dont le rayon est supérieur à 50 nm. (**A. Erroumani, (2007)**).

I.3.1.6.2. La surface spécifique des adsorbants:

La surface spécifique d'un matériau est la surface totale accessible aux molécules d'adsorbant par unité de masse d'adsorbant ; elle comprend la surface externe ainsi que la surface interne. La surface externe est constituée par les parois des mésopores et des macropores ainsi que par la surface non poreuse. La surface interne est uniquement la surface des parois des micropores. Cette distinction vient du fait que, en raison de la proximité des parois, de multiples interactions peuvent se créer entre une molécule et l'adsorbant, l'adsorption est donc beaucoup plus forte que sur la surface externe. (**O. Bouras, (2003)**).

I.3.2.LA DECOLORATION

I.3.2.1 Définition:

La décoloration ou blanchiment est un traitement qui fait appel, soit à des réactions chimiques (oxydation, réduction, carbonisation), soit à des réactions physiques (agents adsorbants, charbon actif) qui contribuent à l'élimination des pigments naturels tels que les chlorophylles et caroténoïdes, et qui vise à éliminer les traces métalliques (cuivre, fer) agissant sur la stabilité oxydative de l'huile. (W. Zschau, 2001).

I.3.2.2 Importance et rôle de la Décoloration:

Le but de la décoloration est d'éliminer le maximum de composés indésirables. Selon leurs origines, les composés à enlever peuvent être divisés en 3 groupes:

- Composés naturels (pigments naturels, phospholipides).
- Contaminants de l'environnement (pesticide, hydrocarbure poly-aromatique).
- Sous-produits formés pendant le stockage, en même temps que les produits chimiques utilisés dans le raffinage (savon). (K. Kovari, 2004).

I.3.2.3 Les terres décolorantes:

I.3.2.3.1-La Tonsil:

C'est un mélange de terre décolorante hautement activée et 10% de charbon actif.

Le nom chimique : bentonite de calcium acide activée et 10% du charbon actif (**TONSIL 4112-B FF**).elle est d'origine : SUD-CHEMIE AG, BAA-QS, Ostenriederstr.15, 85368 Moosburg/Deutschland.

Elle est constituée de certains composés chimiques tels que : SiO_2 , Al_2O_3 , FeO_3 , CaO ...etc.

La Tonsil est une poudre fine grise, avec un pH (10% Suspension) 3 max, Humidité (2h, 110°C) 10% max, de densité apparente 430g/l et d'acidité de 2 mg KOH/g Maximum. La mode d'utilisation de cette terre est simple, elle est mise en contact direct avec l'huile lors de l'étape de décoloration.

Elle est ajoutée en fonction de la qualité des huiles brutes, dans le but d'éliminer les pigments colorants présents dans l'huile ainsi que certains contaminants, en particulier les hydrocarbures aromatiques lourds. (Fichetechnique fournisseur, norme ISO 22000 : 2005, Fediol).

I.3.2.3.2-La Taiko optima:

La terre Taiko classique, est une terre décolorante fortement active. C'est une poudre fine de couleur beige montrant fortement une capacité d'adsorption de composés polaires comme la chlorophylle, caroténoïdes, phospholipides, peroxydes, métaux...etc.

Cette terre est produite et commercialisée par Taiko groupe.

La **Taiko OPTIMA** est constituée de certains composés chimiques tels que : SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MgO , Na_2O ...etc.

Elle est caractérisée par: sa densité 547Kg/m^3 , Humidité libre ($103\pm 2^\circ\text{C}$, 2heures) 8.9 %, Gravité spécifique 2.4, Surface de l'air selon la méthode BET $252\text{ m}^2/\text{g}$.

I.3.2.4 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 $80-120^\circ\text{C}$ pendant une durée de 15-30 minutes.

I.3.2.4.1 Décoloration discontinue:

La décoloration discontinue est effectuée dans un ou plusieurs récipients équipés d'une terre décolorante. Cette dernière est ajoutée à l'huile à une certaine température. La suspension est agitée pendant 15-30 minutes. A la fin de la décoloration le mélange huile -terre est séparé par filtration.

I.3.2.4.2. Décoloration continue:

Ce procédé de décoloration continue a été découvert pour la première fois par KING - WHARTON. La terre de décoloration est ajoutée en continue à l'huile. La terre de décoloration et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps (**W.Zschau, 2001**)

I.3.2.5 Les agents décolorants:

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

I.3.2.5.1 Les charbons actifs:

Ils sont doués de propriétés adsorbantes particulières en raison de leur grande porosité (**R.Perrin(1993)**). Ils renferment 95 à 98% de carbone et ils sont caractérisés par leur surface spécifique très importante pouvant atteindre 600 à 1000 m^2 pour 1g de charbon actif (**A.Karleskind**).

I.3.2.5.2 Terres décolorantes naturelles:

Les terres naturelles appartiennent à la famille des SEPIOLITES ou des POLYGONITES. Elles sont employées telles quelles, car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Elles sont séchées et finement broyées pour accroître la surface du contact.

Ces terres sont peu activées et ne sont pas activables, leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer. (Denis, 1992).

I.3.2.5.3 Terre décolorantes activées:

Ce sont des argiles plastiques de type Montmorillonite. 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 – 130°C (Denis, 1992).

L'activation se produit par dissolution partielle du smectit, 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).

I.3.2.6 influence des paramètres de la décoloration:

La décoloration est influencée par l'effet de la température, de la période de la décoloration, de la quantité et de l'activité de la terre décolorante.

La pression partielle de l'oxygène joue un rôle important, en particulier à des températures plus hautes, la présence d'oxygène a un effet défavorable. Dans des conditions atmosphériques une meilleure amélioration des couleurs est observée avec la terre décolorante non activée par rapport à lorsque elle opère sous vide, tandis que l'opposé a été observé avec la terre décolorante activée (A.D.Rich(1964)).

I.3.2.6.1 Influence de la température:

Au par avant, la terre décolorante était considérée seulement comme un agent adsorbant, ou la meilleure décoloration devrait se produire à une basse température, car à températures élevées l'équilibre d'adsorption est décalé vers la désorption. Cependant, des observations simples ont montré que la terre décolorante est bien plus qu'un agent adsorbant, parce que beaucoup de réactions chimiques prennent également l'endroit sur la surface de la terre décolorante. En conséquence, suivant la règle de Van't Hoff, quand la température augmente par 10°C, la vitesse de réaction sera le double; cette règle s'applique naturellement à toutes les réactions. On peut conclure de ceci, que la décoloration des graisses et des huiles doit être effectuée à

une température optimale qui dépend du type d'huile, des produits et des contaminants présent dans l'huile (**Zhansheng(2006)**) et (**H.Eicke(1984)**).

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. La plupart des huiles sont traitées à une température oscillant entre 80-100°C.

I.3.2.6.2 Influence du temps:

Les différents rapports au sujet de l'influence du temps sur la décoloration montrent des contradictions.

D'après Eckart et Wirzmuller (**W.Zschou(1987)**), l'effet de la décoloration est observé dans 10 min, après 30 minutes une diminution de la décoloration est remarquée.

D'après Rich (**A .D Rich(1964)**), le traitement de soja et de l'huile de coton aux températures relativement basses (80°C) a eu comme conséquence l'amélioration des couleurs avec l'augmentation du temps. Pour une décoloration conduite à 105°C et à 120°C, la meilleure amélioration de couleur est obtenue avec la température la plus élevée. Pour cette température, la couleur augmente avec le temps jusqu'à 55 minutes; cet avantage n'est pas remarqué à 105°C. La durée de la décoloration est responsable du problème du retour de couleur et que ceci se produit très souvent.

L'expérience pratique et les essais en laboratoire aussi bien que de la décoloration industrielle, prouve que la durée de la décoloration devrait être de 20 à 30 minutes pour la plupart des huiles. (**A.D.Rich(1964)**).

I.3.2.6.3- Influence de pression:

Dans le temps la décoloration a été effectuée sous pression atmosphérique. C'est à partir de 1929, qu'on s'est rendu compte que l'oxygène a une influence défavorable sur la qualité d'huile. King et Wharton (**R.R King(1949)**) expliquent que l'efficacité de la décoloration dépend des facteurs positifs de l'absorption et que la présence de l'oxygène engendre la formation de nouveaux corps de couleur et donc la fixation de couleur par la terre décolorante devient plus difficile. La décoloration doit donc être faite sous vide. La désaération de la terre décolorante fournit une influence avantageuse (**H.Eicke(1984)**).

I.3.2.6.4- Pourcentage de terre décolorante:

La quantité de terre décolorante à employer dépend de l'objectif de l'utilisation et de la nature de l'huile à traiter. Un pourcentage élevé recoloré l'huile, contrairement à un faible pourcentage qui n'a presque pas d'effet sur la décoloration, donc il faut déterminer un rapport

optimal pour chaque terre et huile pour avoir un rendement maximal de décoloration.
(J.Denise, 1992).

Chapitre II : Matérielles et méthodes

II.1. Echantillonnage:

Le prélèvement est effectué au niveau de la raffinerie d'huile de CEVITAL (Bejaia).

Où nous avons procédé à un prélèvement d'huile de soja au niveau de sécheur (avant la décoloration), dans le but de réaliser les essais de décoloration sur chaîne pilote et de caractériser l'huile séchée (soja).

Nous avons effectué plusieurs analyses physico-chimiques comme : la couleur, la chlorophylle, l'acidité....etc.

II.2. La décoloration à la chaîne pilote:

La décoloration est réalisée sur chaîne pilote, l'équipement a été fabriqué de telle sorte qu'on puisse réaliser quatre essais à la fois, et à régler la température, le vide.

- La température a été commandée par un thermomètre régulateur intégré à la chaîne pilote, elle a été fixée à 90°C, 100°C, 110°C.
- Le vide a été maintenu à 60 mbar avec une pompe à vide.
- L'agitation a été commandée par un agitateur approximativement à 400 tr/min.
- La décoloration est effectuée selon les étapes suivantes :
 - Peser 80g d'huile séchée (soja) dans un bécher.
 - Peser les différentes quantités de terre décolorante (la Tonsil) correspondantes aux différents

Pourcentages utilisés : 0.4%, 0.6%, 0.8%.

- Introduire dans des ballons l'huile (80g) chacun et ajouter la terre décolorante avec différents Pourcentages (0.4, 0.6, 0.8,...%) et laisser chauffer à une température "T" sous agitation.
- Laisser la décoloration s'effectuer pendant 25min.

Les échantillons décolorés à différentes températures et à différentes concentrations en terre, sont filtrés avec un papier filtre puis analysés.

La figure suivante présente le dispositif de décoloration :



Figure II.1: Dispositif de décoloration (chaîne pilote).

II.6. Analyses effectuées sur les huiles:

- **Pour l'huile séchée avant décoloration :** la couleur, l'humidité, trace de savon, la Chlorophylle et le phosphore.
- **Pour l'huile décolorée :** la couleur, la chlorophylle et l'acidité.

II.3.1 Analyses physiques:

II.3.1.1 La Couleur (ISO 15305 première édition 15-09-1998):

a)- 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'adsorption.

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.

b)- Principe:

La détermination de la couleur est effectuée par un colorimètre « Lovibond » constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue grâce à la superposition de ces verres colorés.

c)- Mode opératoire:

Verser l'huile à analyser dans une cellule en verre de 1 pouce pour l'huile brute et 5pouces pour l'huile décolorée et désodorisée 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 côtés, ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs du jaune et du rouge.

d)- Expression des résultats:

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

II.3.1.2 L'humidité (ISO 662deuxième édition 15-09-1998):**a)- Définition:**

C'est la perte en masse que l'huile subit après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant 2 heures dans l'étuve, exprimée en pourcentage massique.

b)- Le principe:

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

c)- Mode opératoire:

Peser 5 g d'huile dans un bécher préalablement séché à l'étuve, refroidi dans un dessiccateur et taré. Introduire le bécher contenant l'huile dans l'étuve réglée à 103°C pendant 2 heures, peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

d)- Expression des résultats :

L'humidité est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = [(P1 - P2) / (P1 - P)] \times 100$$

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

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

P : la masse de la capsule vide.

II.3.2 Analyses chimiques:

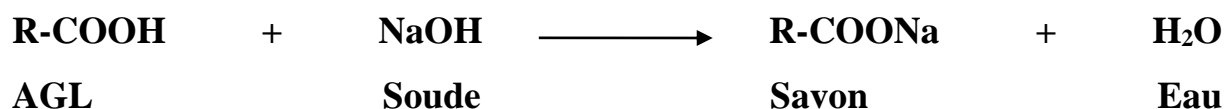
II. 3.2.1 L'acidité (ISO 660 deuxième édition 15-05-1996):

a)- Définition:

L'acidité est le pourcentage d'acidité grasse libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

b)-Principe:

Neutraliser les acides gras libres présents dans l'huile par une solution de soude en présence d'un indicateur coloré (phénolphtaléine) selon la réaction suivante :



c)- Mode opératoire:

Introduire dans un erlenmeyer 75 ml d'alcool éthylique neutralisé avec du NaOH en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose, puis peser 10 g d'huile, chauffer le mélange pendant une minute afin d'améliorer la réaction, titrer par une solution du NaOH à 0,1 N jusqu'à avoir une coloration rose persistante.

d)- Expression des résultats:

L'acidité est calculée selon la formule suivante:

$$\mathbf{Acidité (\%) = (M \times N \times V) / (P \times 10)}$$

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

N : normalité de NaOH 0,1N.

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

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage.

II. 3.2.2 Traces de savon (A.O.C.S 1989):

a)- Définition:

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

b)- Principe

L'alcalinité du savon est libérée dans l'acétone en présence du bleu de bromophénol comme indicateur coloré, elle est ensuite titrée par HCl cétonique à 0,01 N.

c)- Mode opératoire:

Dans une éprouvette, mettre 48,5 ml d'acétone ajustée à 50 ml avec de l'eau distillée, leur ajouter quelques gouttes du bleu de bromophénol. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCl cétonique à 0,01 N jusqu'à coloration jaune. Peser 10 g d'huile à analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décanter pendant quelques secondes jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. Titrer avec HCl cétonique 0,01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

d)- Expression des résultats:

$$\text{Traces des savons (ppm)} = (\text{N.M.V}) / 10 \times \text{P}$$

N : Normalité de HCl cétonique = 0,01N

M : masse molaire de l'acétate de sodium = 281 + 23 = 304g/mol.

P: poids de la prise d'essai en gramme.

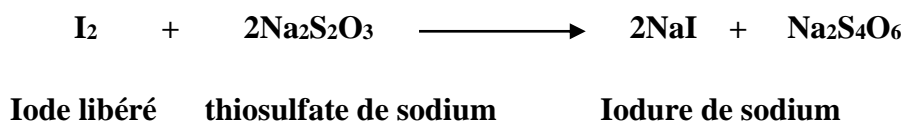
V: volume de HCL utilisé pour le titrage.

II. 3.2.3 L'indice de peroxyde (iso 3960 Quatrième édition 15-07-2007) :**a)- Définition:**

C'est le nombre de milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme d'acide gras, oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Sa détermination renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile.

b)- Principe :

Le principe consiste en un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré selon la réaction suivante :



La réaction d'oxydation est donnée comme suit :

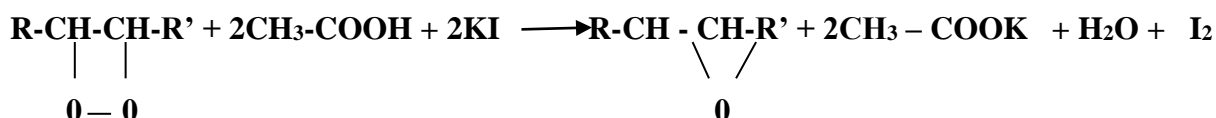


AGL

Oxygène

Peroxyde

Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :



Peroxyde

Iodure de potassium

Epoxyde

Sel de potassium

Iode

a)- Mode opératoire :

Peser 5 g d'huile dans un erlenmeyer, ajouter 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI) (1 ml d'eau distillée + 0,5 g d'iodure de potassium). Agiter la solution durant une minute et laisser à l'abri de la lumière à une température comprise entre 15 et 25°C. Ajouter 75 ml d'eau distillée. En agitant vigoureusement et en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré, titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N.

Parallèlement, effectuer un essai à blanc jusqu'à décoloration totale de la solution.

b)- Expression des résultats :

L'indice de peroxyde est calculé par la formule suivante :

$$\text{Ip (meq g O}_2 \text{ / kg)} = [\text{N} \times (\text{V}_1 - \text{V}_0) \times 1000] / \text{P}$$

IP : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène par kilogramme d'huile.

V₀ : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V₁ : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

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

P : prise d'essai en gramme.

II.3.2.4 La chlorophylle (A.O.C.S, 1989) :**a)- Mode opératoire :**

Remplir la cuve d'huile chauffée au voisinage de 30°C, lire l'absorbance d'huile par rapport au tétrachlorure de carbone dans la cuve témoin à 630, 670 et 710 nm.

b)- Expression des résultats :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = [A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2] / 0,0964.L$$

A : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

L : la longueur de la cuve en centimètre.

II.3.2.5 Détermination du taux de phosphore (AOCS, 1992)**a)- Principe :**

L'huile et les phosphores qu'elle contient sont calcinés en présence du zinc. Le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui est ensuite dosé par la technique de la chimie minérale.

b)- Mode opératoire :

Peser 3 g d'huile dans une capsule, ajouter 0,5 g d'oxyde de zinc, chauffé dans un four à moufle à 600°C pendant 2 heures. Après refroidissement, ajouter 5 ml d'HCl concentré plus 5 ml d'eau distillée. Après chauffage jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100 ml. Neutraliser ensuite par une solution de KOH à 50%. Un précipité va se former, ajouter quelques ml d'HCl concentré jusqu'à l'obtention d'une solution limpide et ajuster à 100 ml avec de l'eau distillée. Pipeter 10 ml de cette solution dans une fiole de 50 ml, lui ajouter 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium et ajuster à 50 ml avec de l'eau distillée. Mettre la solution dans un bain-marie bouillant pendant 15 mn, laisser refroidir puis lire l'absorption à 650 nm.

Effectuer un échantillon à blanc dans les mêmes conditions.

Une courbe d'étalonnage a été établie à l'aide d'une solution de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4).

c)- Expression des résultats :

$$\text{Phosphores (\%)} = [10 \times (A-B)] / W \times V$$

A : La quantité de phosphore de l'échantillon en mg

B : La quantité de phosphore de la solution à blanc

W : La quantité de la prise d'essai

V : Le volume final de la solution (10 ml)

$$\text{Phosphatides (\%)} = \% \text{ phosphores} \times 30$$

II.3.3 Mesure de l'efficacité de la décoloration :

Le pouvoir décolorant des terres activées est déterminé par des mesures de la densité optique de l'huile neutre avant et après traitement. La mesure de la densité optique, par rapport à un solvant pris comme référence et à une longueur d'onde ($\lambda = x$ nm), est effectuée à l'aide d'un spectrophotomètre type EVOLUTION 300 UV-VIS.



Figure II.2 : Spectrophotomètre UV-VIS Thermo Scientific™ Evolution™ 350

Le pouvoir décolorant est donné en (%) par l'expression suivante :

$$TD(\%) = \frac{A(\text{huile neutre}) - A(\text{huile décolorée})}{A(\text{huile neutre})} \times 100$$

Chapitre III : Résultats et discussion

Les huiles importées par Cevital subissent des analyses de contrôle et de conformité à leurs réception (huiles brutes), ainsi que durant et après les opérations de raffinage, afin d’obtenir des huiles conformes aux normes de l’entreprise.

Notre étude consiste à tester le pouvoir décolorant de nos terres (Tonsil, Taiko), dans la décoloration d’huile séchée de soja.

III.1 Analyses physico-chimiques :

Les résultats des analyses effectuées sont illustrés dans les tableaux suivants :

Tableau III.3: Les résultats d’analyse physico-chimiques de l’huile séchée de soja.

Analyses	Résultats	Norme de l’entreprise
Humidité(%)	0,025	≤ 0,05
Couleur (IP)		
Rouge(R)	R=3,6	R=6
Jaune(j)	J=70	J=50
Chlorophylle (ppm)	2,62	/
Phosphore (ppm)	7,34	≤5
Traces de savons (ppm)	45	≤70

D’après les résultats d’analyses effectuées sur les huiles séchées, nous constatons que l’ensemble des résultats obtenus sont conformes aux normes de l’entreprise, le phosphore est légèrement élevée, il sera neutralisée par un ajout d’acide citrique mais il a tendance a diminué au cours de la décoloration.

Les analyse physico-chimique de l’huile décolorée de soja comme :

III.1.1 La chlorophylle:

Les résultats de la variation de la chlorophylle en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terre sont illustrés dans le tableau et les histogrammes ci-dessous:

Tableau III.4: Les résultats de la variation de la chlorophylle en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.

Température (°C)		90°C		Norme de l’entreprise
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,19	0,11	
	0,6	0,11	0,09	
	0,8	0,09	0,07	
Température (°C)		100°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,121	0,055	
	0,6	0,087	0,03	
	0,8	0,068	0,02	
Température (°C)		110°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,115	0,05	
	0,6	0,082	0,02	
	0,8	0,065	0,01	

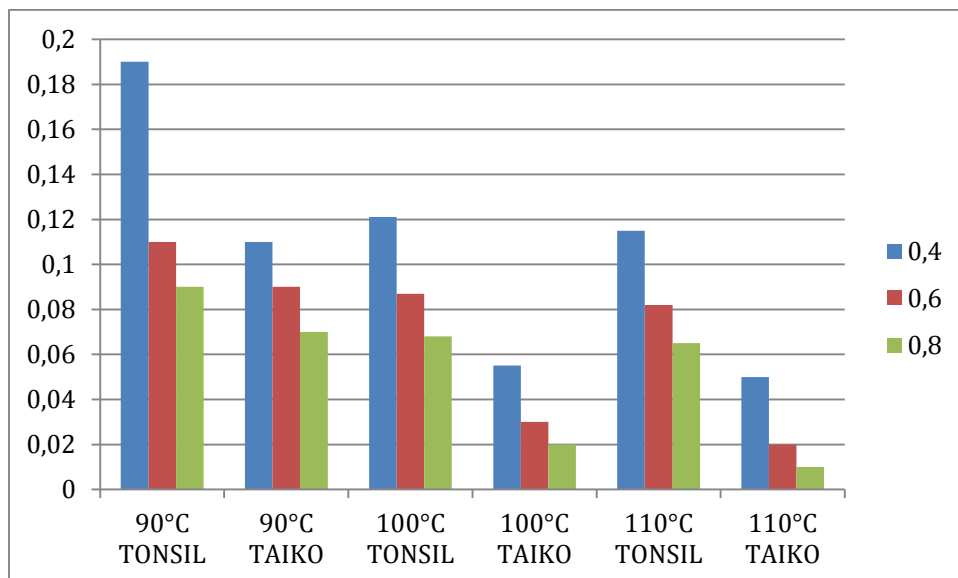


Figure III.3: Histogramme de variation de la chlorophylle en fonction du dosage de la terre et la température pour les deux terres.

D'après la figure III.1 et le tableau III.2, on remarque que le taux de la chlorophylle diminue avec l'augmentation de la température ainsi que le pourcentage de la terre décolorante, une diminution progressive avec les dosages de 0,4% et 0,6% et un effet moindre et plus ou moins stable à 90 °C, la chlorophylle à tendance à baissé continuellement pour un taux de terre beaucoup plus important 0,8% et des températures un peu plus élevées 100 et 110°C, avec une diminution significative de la Taiko comparé à la Tonsil.

L'élimination de la chlorophylle s'observe au niveau de la décoloration, cela est dû à leur adsorption par la terre décolorante. En effet, la diminution observée s'explique par l'augmentation du rapport terre /l'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.1.2 La couleur :

Tableau III.5: Les résultats de variation de la couleur en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.

Température (°C)		90°C		Norme de l'entreprise
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	8,9	5,9	
	0,6	8,5	5,5	
	0,8	8,1	5,4	
Température (°C)		100°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	7,7	4,8	
	0,6	7,4	4,3	
	0,8	7	4	
Température (°C)		110°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	6,6	4,6	
	0,6	5,8	4	
	0,8	5	3,8	

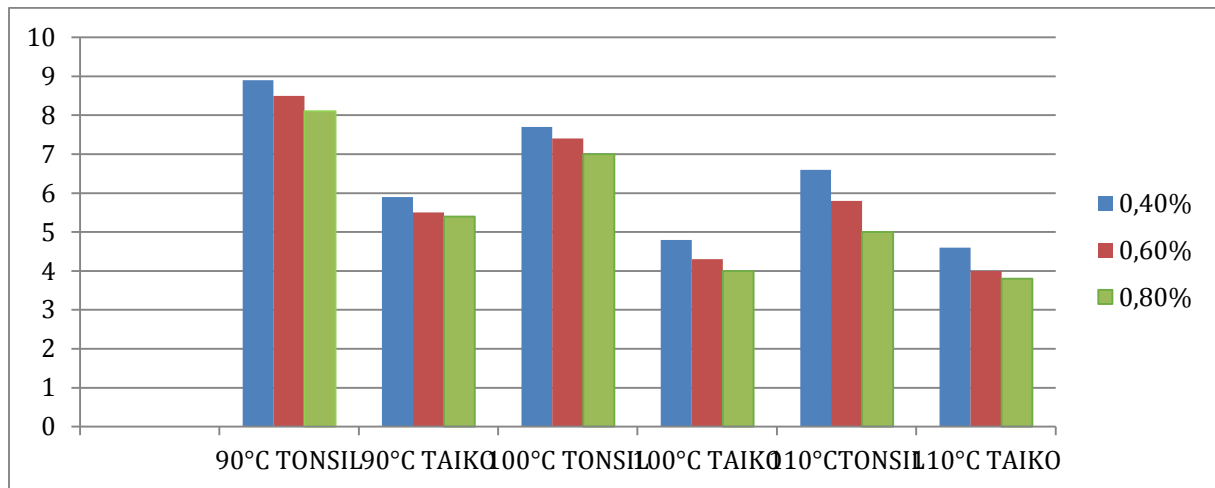


Figure III.4 : Histogrammes de variation de couleur en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.

D'après les histogrammes et le tableau, on remarque que pour les deux terres l'intensité de la couleur diminue au fur et à mesure que la concentration en terre et celle de la température augmente une diminution légère de la couleur pour les dosages des deux terres entre 0,4 et 0,6% et plus ou moins importante de 0,6 à 0,8% avec toutes les températures.

Cependant, le pouvoir adsorbant de la Taiko est plus efficace que celui de la Tonsil pour un même dosage et une température identique.

Donc la couleur diminue avec l'augmentation des dosages de la terre et la température qui induit à la décomposition des pigments colorés, et cela peut être expliqué par le phénomène d'adsorption qui intervient entre la terre décolorante et les pigments.

Par conséquent, et d'après (**Mokaya et al, 1983**): l'étape de décoloration conduit à une diminution de la concentration en pigments et de ce fait, à une baisse dans l'intensité de la couleur. Cette réduction est due essentiellement à l'action de la terre décolorante et au phénomène d'adsorption qui s'y exerce.

III.1.3 L'acidité :

Les résultats de la variation de l'acidité en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres sont illustrés dans le tableau III.6 et l'histogramme (figure III.5).

Tableau III.6 : Les résultats de la variation de l'acidité en fonction des dosages de la terre et les températures pour les deux types de terres.

Température (°C)		90°C		Norme de l'entreprise
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,17	0,17	
	0,6	0,22	0,20	
	0,8	0,25	0,22	
Température (°C)		100°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,22	0,16	
	0,6	0,25	0,22	
	0,8	0,28	0,24	
Température (°C)		110°C		
Type de terre décolorante		Tonsil	Taiko	
Dosages de Terre (%)	0,4	0,16	0,16	
	0,6	0,19	0,19	
	0,8	0,22	0,22	

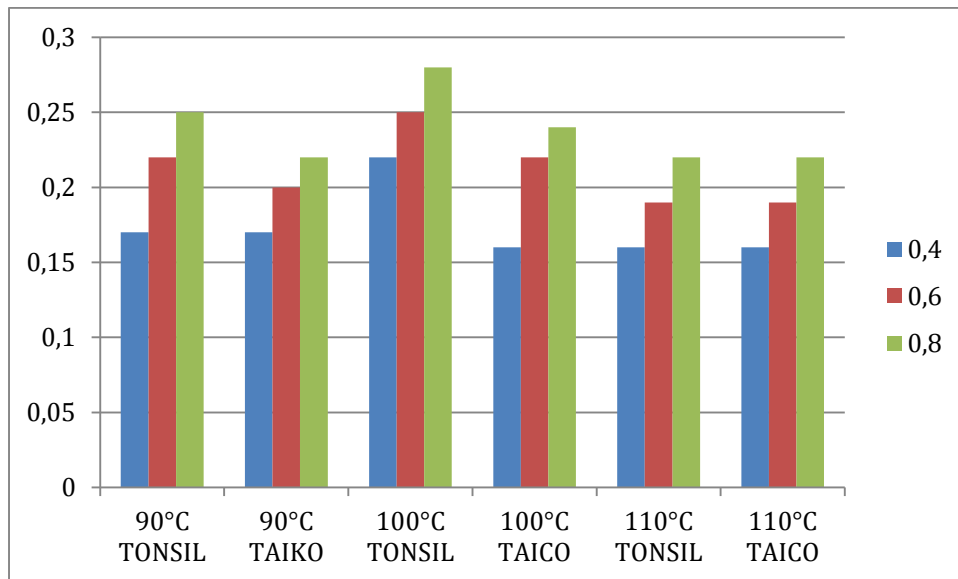


Figure III.5: Histogramme de variation de l'acidité en fonction du dosage de la terre et de la température pour les deux terres.

D'après la figure III.5 et le tableau III.6, on constate une augmentation des valeurs de l'acidité en fonction des dosages des terres avec un maximum de 0,2% et un minimum de 0,16% d'acidité et ce pour les deux terres sans aucune influence importante de la variation de la température.

L'augmentation de l'acidité en fonction des dosages de la terre est due probablement d'une part au caractère acide de la terre décolorante issue de l'activation de cette dernière par l'acide sulfurique (H_2SO_4) et d'autre part à la transformation des savons en acide gras libres (AGL) par l'acide sulfurique (Denise, 1992).

III.2 Analyses spectrales :

III.2.1. Optimisation des paramètres de la décoloration pour l'huile de soja :

Les tableaux (III.7, III.8), ci-après représentent les taux de décoloration en fonction de différents paramètres (température, dosage de la terre décolorante et le temps de contact), pour les longueurs d'onde suivant $\lambda=430$ nm, $\lambda=455$ nm et $\lambda=485$ nm et $\lambda=670$ nm.

Les absorbances, sont déterminées à partir des spectres d'absorption, lues directement sur le spectrophotomètre (voir annexe).

Tableau III. 7:Taux de décoloration obtenus pour la terre type TONSIL :

Température (°C)		90°C			
Longueurs d'ondes (nm)		430	455	485	670
Dosages de Terre (%)	0,4	88,72	88,94	90,27	17,53
	0,6	91,39	93,08	90,77	21,65
	0,8	91,44	91,48	91,22	36,08
Température (°C)		100°C			
Dosages de Terre (%)	0,4	92,77	92,88	92,81	30,93
	0,6	93,49	93,71	93,14	40,21
	0,8	93,62	93,81	93,67	48,45
Température (°C)		110°C			
Dosages de Terre (%)	0,4	93,41	93,48	93,12	41,24
	0,6	94,42	94,19	93,74	50,52
	0,8	94,90	94,57	94,02	60,82

Tableau III.8 : Taux de décoloration obtenus pour la terre type TAIKO :

Température (°C)		90°C			
Longueurs d'ondes (nm)		430	455	485	670
Dosages de Terre (%)	0,4	91,39	91,32	92,65	27,84
	0,6	91,92	92,27	95,49	52,58
	0,8	92,50	92,67	93,59	67,01
Température (°C)		100°C			
Dosages de Terre (%)	0,4	93,04	93,10	92,88	45,36
	0,6	94,02	94,28	93,62	65,98
	0,8	96,54	95,23	94,14	67,01
Température (°C)		110°C			
Dosages de Terre (%)	0,4	93,78	93,95	94,78	52,58
	0,6	97,05	94,90	94,69	68,04
	0,8	97,05	94,99	94,50	75,26

Après une analyse approfondie des résultats obtenus (enregistrés dans les tableaux ci-dessus), on conclut que les paramètres optimums qui correspondent à une meilleure décoloration de l'huile de soja sont les suivants : Dosage de la terre : 0,8%, la température : T=110°C et le temps de contact : t=25 min.

III.2.2 Spectre d'absorption UV-visible de l'huile de soja non décolorée en fonction de la longueur d'onde :

La figure III.6 suivante représente le spectre d'absorption de l'huile de soja non décolorée (huile séchée) en fonction de la longueur d'onde.

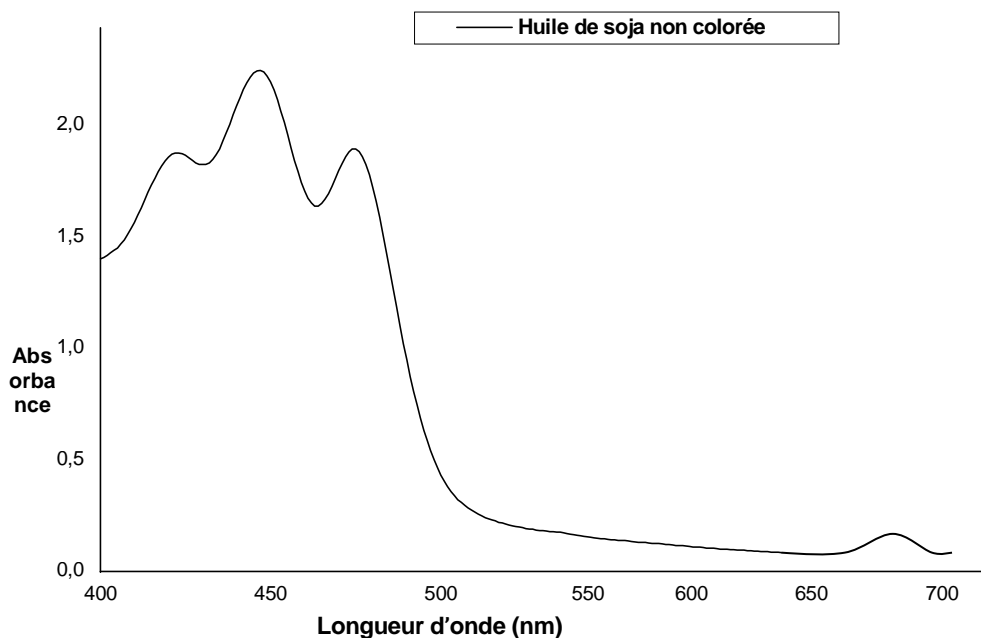


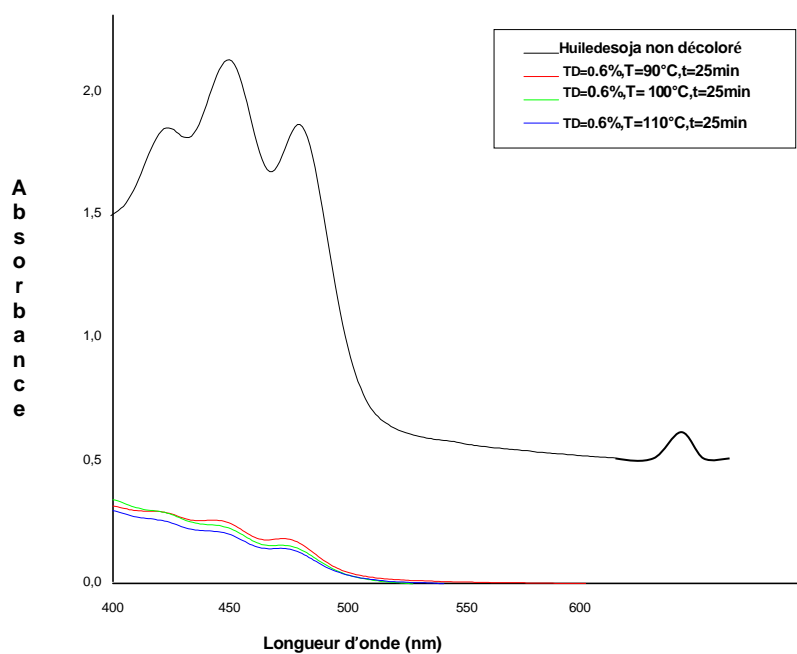
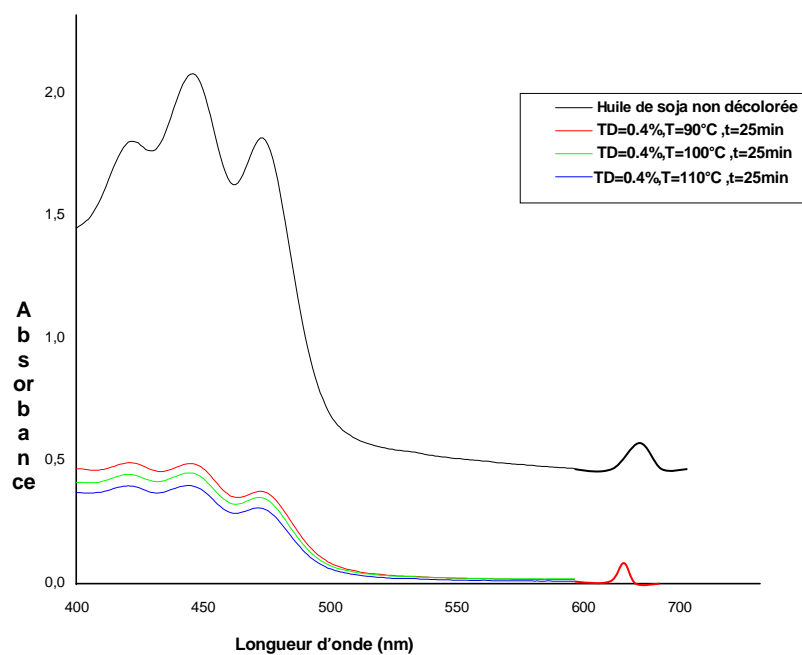
Figure III.6: Spectre d'absorption de l'huile de soja non décolorée.

On remarque que le spectre d'absorption de l'huile de soja entre 400 et 800 nm présente quatre pics d'absorptions (**Figure III.6**). Ces pics apparaissent à 420, 450, 500 et 670 nm. Le maximum à 670 nm montre la présence des chlorophylles et les maxima à 420, 450 et 500 nm sont caractéristiques des caroténoïdes.

III.2.2.1 Spectres d'adsorptions de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TONSIL »:

On constate d'après les spectres présentés dans ces figures III.7, une diminution des absorbances (atténuation des pics) des échantillons de l'huile de soja décolorée par rapport à l'échantillon non décoloré, cette diminution est observée avec l'augmentation du dosage de la terre décolorante, pour une température et un temps de contact identiques.

Cette disparition des pics peut être expliquée par l'élimination de la chlorophylle et du β -carotène par le phénomène d'adsorption et cela est dû aux bonnes propriétés absorbantes et au fort pouvoir décolorant de la terre décolorante utilisée dans cette étude.



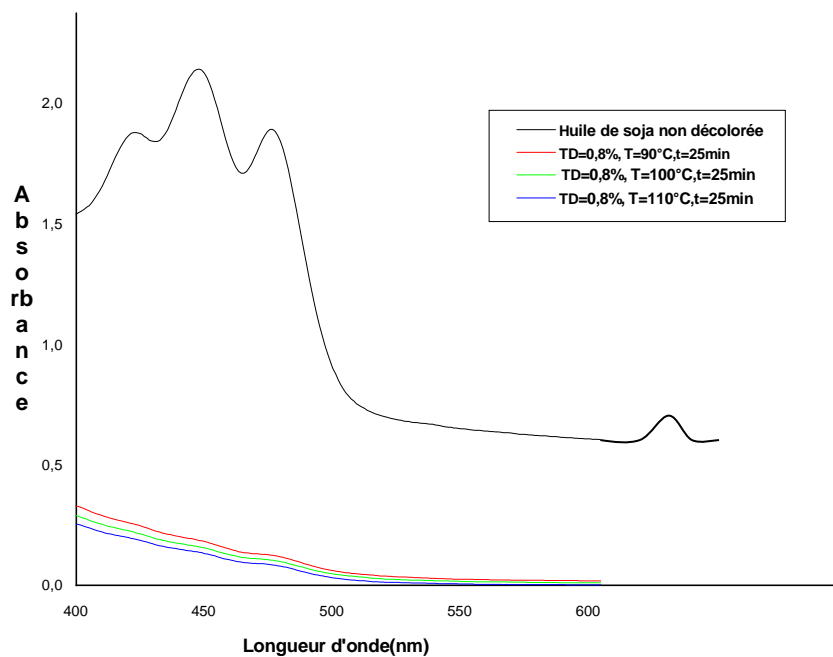
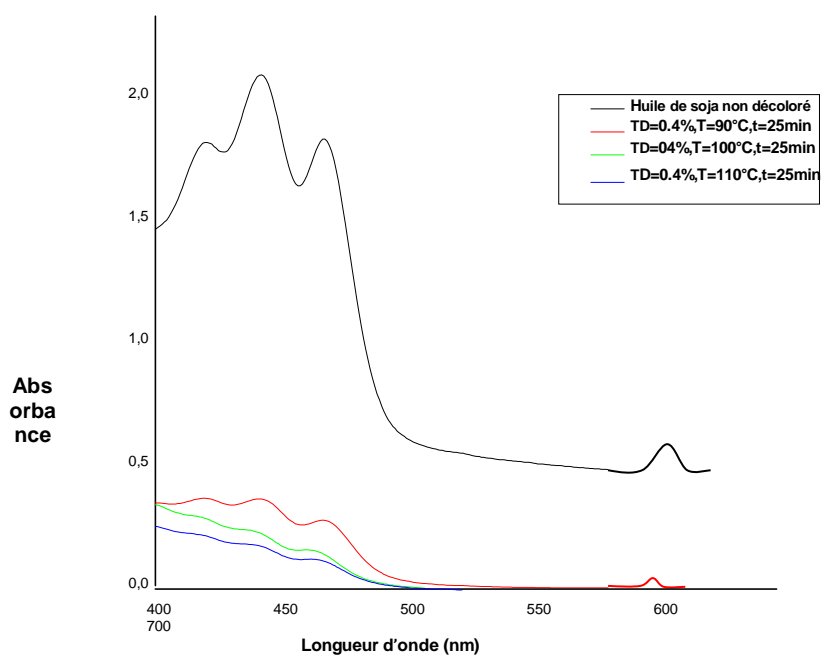


Figure III.7 : Spectres d'adsorptions de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TONSIL»

III.2.2.2 Spectres d'adsorptions de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TAIKO »

Les figures III.6 présentent les spectres d'absorption de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TAIKO ».



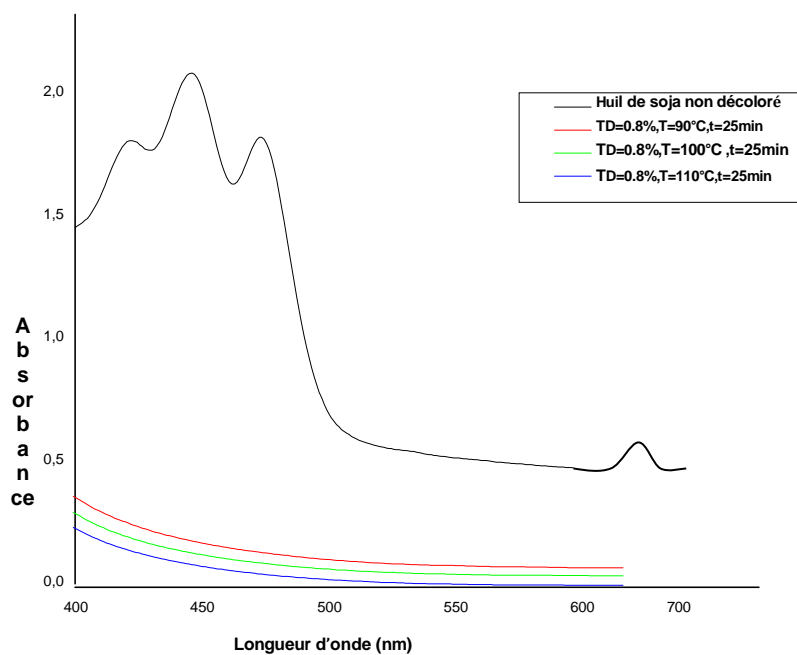
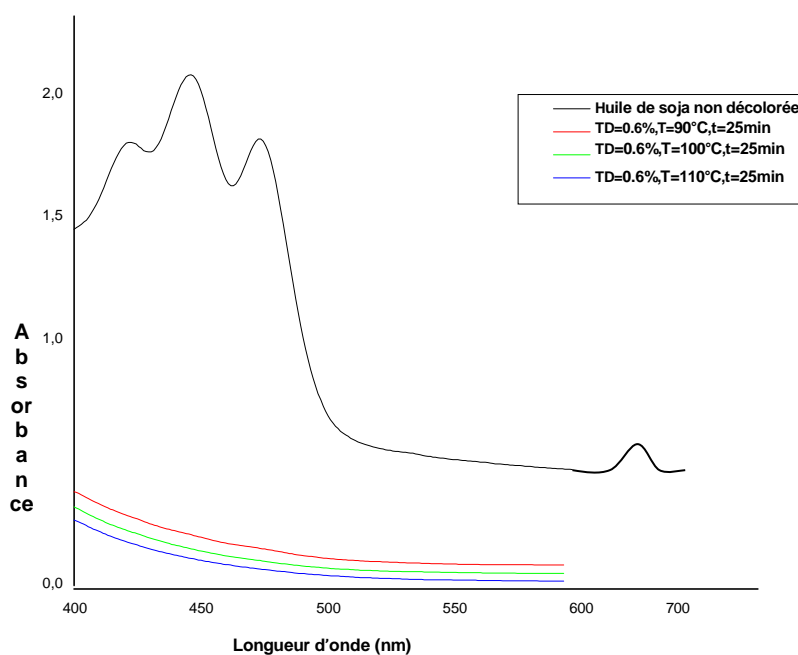


Figure III. 8: Les spectres d'absorption de l'huile de soja décolorée avec une terre de type « TAIKO »

On remarque que les spectres d'absorption de l'huile décolorée avec la TAIKO entre 400 et 800 nm présente les mêmes pics d'absorption que ceux observés dans le spectre d'absorption de la terre type TONSIL. Un pic à 430 nm et deux autres à 455 nm et à 485 nm pour les caroténoïdes et un pic à 670 nm pour la chlorophylle.

Dans les deux dosages à 0,6% et à 0,8% il ya disparition complète de ces pics d'adsorption à des températures beaucoup plus importantes 100°C et 110°C pour un même temps de contact. A la seule différence pour un dosage de 0,4% et une température de 90°C on remarque une légère baisse de la TAIKO par rapport à la TONSIL. Cette différence est due au phénomène de sélectivité de la terre type TAIKO qui absorbe les pigments chlorophylliens beaucoup plus que la terre de type TONSIL.

Conclusion Générale

Grâce au stage effectué au niveau du complexe «Cevital» de Bejaia, nous avons suivi de près le processus de décoloration de l'huile végétale (soja) d'une entreprise agroalimentaire locale.

La décoloration est une étape très importante dans le raffinage des huiles végétales alimentaires. Elle repose sur le phénomène d'adsorption des pigments colorés sur des matériaux solides souvent des argiles brutes ou activées.

D'après les résultats des analyses (acidité, couleur, ...etc.) effectuées sur l'huile, nous pouvons conclure que l'unité produit une huile décolorée (raffinée) de bonne qualité, conforme aux normes de l'entreprise.

L'objectif principal de la présente étude est l'optimisation des paramètres de décoloration afin d'obtenir une meilleure adsorption des pigments (chlorophylles) et d'améliorer la couleur de l'huile lors du raffinage des huiles végétales. Pour cela, des essais de décoloration ont été réalisés avec les terres décolorantes (TONSIL et TAIKO), ils ont été effectués sur chaine pilote, en agissant sur les paramètres : température, concentration en terre, influençant la décoloration.

Les résultats obtenus au cours de ces essais nous ont permis de déduire d'une part, que la concentration des pigments (chlorophylles) ainsi que la couleur diminue avec l'augmentation de la température et la concentration en terre, et d'autre part que la TONSIL agit sur la diminution de la couleur et la TAIKO sur l'adsorption des pigments chlorophylles. Pour cela, le complexe CEVITAL mélange les deux terres dans un bac, pour avoir une bonne diminution de la couleur et des pigments en même temps.

La réduction de la couleur qui passe par la réduction de la concentration des pigments, dépend donc de la température et de la concentration en terre, C'est pour ça que ces deux paramètres devraient être déterminés avant d'entamer le raffinage à l'échelle industrielle, d'où l'intérêt des essais de décoloration à l'échelle pilote.

Une meilleure approche de cette étude nécessite de prendre en considération d'autres paramètres dont dépend la décoloration qui sont le temps de contact, le vide, l'agitation et aussi d'augmenter le nombre d'essais.

Au cours de notre travail, nous avons pu conclure que les conditions optimales de décoloration de notre huile de soja étaient les suivantes :

- Une température de décoloration de 110 °C.
- Un pourcentage de terre décolorante de 0.8%.
- Un temps de contact de 25 minutes.
- Au-delà de ses conditions on aura un effet inverse de décoloration, c'est la désorption et

dans ce cas l'huile va se recolorer au lieu de se décolorer.

Ce stage pratique a été pour nous d'un grand bénéfice car d'une part, il nous a permis d'acquérir des connaissances approfondies sur la décoloration des huiles végétales et sur les différentes analyses effectuées, et d'autres parts d'avoir une certaine expérience de la vie professionnelle.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Ebrouai .A, « Fabrication et expérimentation d'un réfrigérateur solaire à adsorption utilisant le couple charbon actif-méthanol dans le site de rabat », Thèse doctorat, Rabat, (2007).

Adrian.J, Potus.J, Poifait.A, méthode physicochimiques générale. In : Introduction a l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Paris Tec.Doc Lavoisier, (1998)47-51.

Barka. N, « L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO₂ supporté », Thèse doctorat, Agadir, (2008).

Bauer.W.J, Badoud.R, Loliger.J, and Etournaud.A, « Scences technologie des aliments, » 1ed/Ed (2010).

Blanc.J. P, « Diététique: que manger pour être performant: Manuel pratique pour le sport et votre bien-être, » Editions Amphora (2007).

Bouras .O, « Propriétés absorbantes d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation », thèse doctorat, Limoges, (2003).

Burgess.J. K, Lipide et nutrition humaine (1981).

Carr.R. A, and Wesson.H, Refining and degumming systems for edible fats and oils. Journal of the American oil Chemists Society. 55(1978) 765.

Cheftel .J, and Cheftel.H, Agents et mécanismes de détérioration des aliments. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments 1(1977) 271-369.

Christidis.G.E, Scott.P.W, Acid activation and bleaching capacity of bentonite from the islands of Milo and Chios, agréant, Greece. Applied Clay science. 12(1997)329-347.

Drich.A, Some Basic Factors in the Bleaching of Fatty Oils. J. Am Oil Chem Soc 41 (1964) 315.

Kim.D.S, « Adsorption characteristics of Fe (III) and Fe (III)-NTA complex on granular activated carbon », Journal of Hazardous Materials 106 (2004) 67-84.

Denis.J, Manuel des corps gras.in:raffinage des corps gras. Tome 2éme Ed .Paris. Ed : Lavoisier(1998)88

Denis.S, Food Fats and Oils. Institute of shortening and Edible Oils.Inc.Ninthédition.(2006)

- Denise.J**, Raffinage des corps gras in manuel des corps gras. In : Karleskind A. Edition : Tec et Doc- Lavoisier. Paris(1992) 789- 881.
- Denise.J**, Raffinage des corps gras, In : manuel des corps gras Tome 2, ed.Tec.Doc.Paris, Lavoisier (1992)789-842.
- Denise.J**, Raffinage des corps gras, In : manuel des corps gras Tome 2, ed.Tec.Doc.Paris, Lavoisier (1992)789-842
- Dupin.H**, « Alimentation et nutrition humaines, » ESF éditeur (1992).
- Eicke. H**, Der gegenwartige Stand der Bleichungim Raffination sprozeßpflanzlicher und Fette DGF-meeting. Regensburg (Germany) (1984)
- Emangeard.J.P, Marchand. D, Rev**, fr.corps gras, (1991) 11-12.
- Ericksson.D.R, and Wiedermann.L.H**, Huile de soja, méthodes de traitement et utilisations actuelles(1989).
- Falaras.P**, Cottonseed oil bleaching by acid activated Montmorillonite, Clay Minerals 34(1999) 221-232.
- Farhoosh.R, Einafshar.S, and Sharayei**, The effect of commercial refining steps on the rancidity measures of soybean and canola oils. Food Chemistry, 115(2009) P 933.
- Faur.L**,Rev.fr.corps gras ,270(1989) 6.
- François.R**, Les industries des corps gras : biochimie-extraction-raffinage- nuisances et réglementation .paris : Lavoisier(1974)431
- Gavrilovic.M, Maginot.M.J, and Wallach.J**, «Manipulations d'analyse biochimique, »Editions Doin(1996).
- Graille.J**, Les corps gras alimentaires: aspects chimique, biochimique et nutritionnelles. In: Les lipides et corps gras alimentaire. Paris. Ed : Lavoisier. Collection sciences& technique agroalimentaire 2(2003).
- Jammes.C**, Co-valorisation d'effluents grassex et de résidus lignocellulosiques : Déshydratation mécanique(2007)7-19.
- Karleskind.A**, «manuel des corps gras tome 2», Editions Tec et Doc, Lavoisier: Paris, (1992) 1571-1578.
- Karleskind.A**, «Manuel des corps gras», tome 2, édition Lavoisier, 1174.
- Karleskind.A, gras A. f. p. l. é. d. c.**, « Manuel des corps gras: sous l'égide de l'Association Française pour l'Etude des Corps Gras, » Technique et Documentation. Lavoisier(1992).
- Kessous.C**, « Biochimie structurale. » (2008).

- King.R.R, Wharton. F.W**, Oxidation Effects in Adsorption Bleaching of Vegetable Oils. *J. Am Oil Chem. Soc* 26 (1949) 201
- Kovari.K**, Physical refining of Sunflower oil, *OCL*, 7,(2004) 4.
- Kovari.K**, Recent developments, new trends in seed crushing and refining, *OCL*, 11 (2004) 6.
- Kuleyin.A**, « Removal of phenol and 4-chlorophenol by surfactant-modified natural zeolite », *Journal of Hazardous Material* 144 (2007) 307–315.
- Linder.G, Lorient.D**, Huiles et graisses végétales. In: *biochimie agroindustriels*. Ed: Masson. Paris. Milan. Barcelone. (1994)287-338.
- Ming-Hong.M, et Chun-Lin**, Adsorption Kinetics of β -carotene from Soy oil using regenerate clay. *Separation and purification Technology*.39(2004)201-209.
- Mokaya.R, Jones.W, Davies.A.M.E, Whittle.M.E**, Chlorophyll adsorption by alumina – pillare acid activated days. *Journal of American Oil Chemist's Society*.70(1983)241-244.
- Nandi.B.K, Goswami.A, Purkait.M.K**, « Adsorption characteristics of brilliant green dye on kaolin », *Journal of Hazardous Materials* 161 (2009) 387–395.
- Perrin. R, Scharfff. J.P**, « chimie industrielle 2 », Masson, paris, 864(1993).
- Planton.J**, Raffinage de l'huile de soja, ASA consulté le (4-02-2006).
- Poison.J.P, Narce. M**, Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels .In : *Lipides et cors gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels*. In : *Lipides et corps gras alimentaires*. Tec. Doc. Lavoisier. (2003)4-17.
- Russell.J**, The refining of soybean oil to optimum quality, *Grasas y Aceites*, fasc 4, 47 (1996), 275-283.
- Talidi.A**, « Etude de l'élimination du chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée », thèse doctorat, Rabat, (2006).
- Weip.C, May.C.Y, Ngan.M.A, et Hock.C.C**, Degumming and bleaching effects on selected constituents of palm oil. *Journal of Oil Palm Research*. 16(2004)57-63.
- Zhang.H.I.M, Ritchie.I.M, Brooy.S.R**, « The adsorption of gold thiourea complex onto activated carbon », *Hydrometallurgy* 72 (2004) 291–301.
- Zhansheng.W, Chun.L, Xifang.S, Xiaolin.X, Bin.D, Jin'e.L, Hongsheng.Z**, Characterization, Acid Activation and Bleaching Performance of Bentonite from Xinjiang. *Chin. J. Chem. Eng.*, 14 (2), (2006) 253–258.
- Zschau.W**, 80 Years Activated Bleaching Earth. *Fat ScrTechnol* 89 (1987) 184-189.

Zschau.W, Bleaching of fats and oils, European Journal of lipid science and technology, 103, 8, (2001) 499-558, ISSN 1438-7697.

Normes et références réglementaires

AOCS. (1989). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination des traces de savon. Méthode off 1.2-365.

AOCS. (1989). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la teneur en chlorophylle. Méthode off Cc 13d-55.

AOCS. (1992). Méthodes d'analyse des corps gras. Détermination de la teneur en phosphore. Méthode off Ca 12.55.

ISO 660. (1996). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'acidité. 2ème édition.

ISO 662. (1998). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'humidité. 2ème édition.

ISO 15305. (1998). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la couleur. 1ème édition.

ISO 3960. (2007). Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de peroxyde. 4ème édition.

Annexes

Présentation Complexe CEVITAL

CEVITAL (abréviation de l'expression : C'est Vital) est la première société privée dans l'industrie du raffinage des huiles sur le marché algérien, créée en 1998 (début des travaux de réalisation : 08 Mai 1998) avec une raison sociale « Société Par Actions » au capital privé de 68,760 milliards de DA.

II.1.1. Implantation

Dans la Wilaya de Bejaia

À l'arrière port à 200 ML du quai. Terrain à l'origine marécageux et inconstructible récupéré en partie d'une décharge publique, viabilisé avec la dernière technologie de consolidation des sols par le système de colonnes ballastées (337 KM de colonnes ballastées de 18 ML chacune ont été réalisées) ainsi qu'une partie à gagner sur la mer.

➤ **A Bejaia** : Nous avons entrepris la construction des installations suivantes :

- Raffinerie d'huile ;
- Margarinerie ;
- Raffinerie de sucre ;
- Silos portuaires.

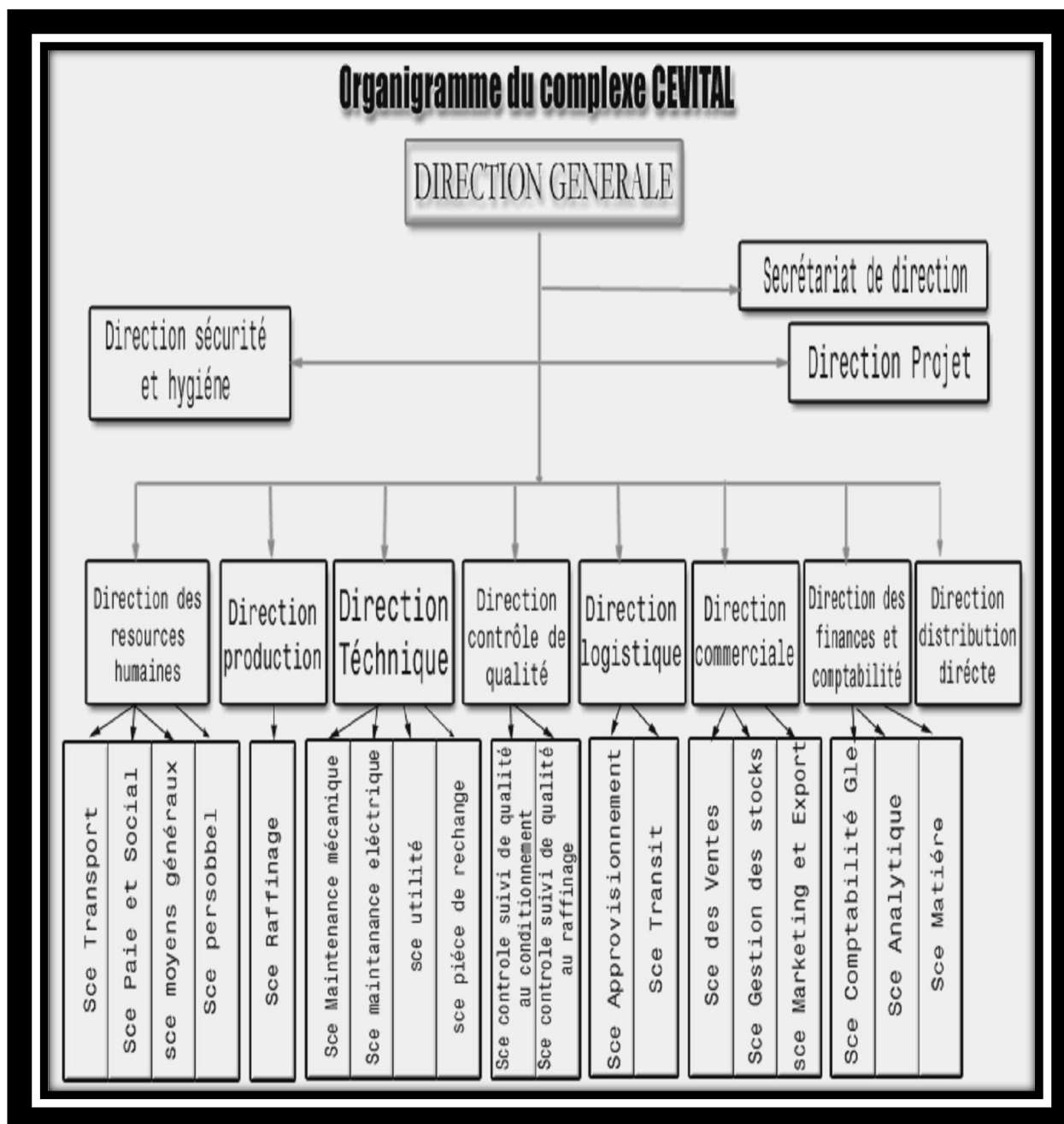


Figure N° 1: Organigramme du Complexe CEVITAL

Huile séchée**430 nm : 3,762****455 nm : 4,215****485 nm : 3,860****670 nm : 0,097****TONSIL 279-FF**

TD:0,4%	90°C	100°C	110°C
430 nm	0,424	0,272	0,248
455 nm	0,466	0,3	0,275
485 nm	0,41	0,303	0,29
670 nm	0,08	0,067	0,057

TD:0,6%

430 nm	0,324	0,245	0,21
455 nm	0,376	0,265	0,245
485 nm	0,39	0,289	0,264
670 nm	0,076	0,058	0,048

TD:0,8%

430 nm	0,322	0,24	0,192
455 nm	0,359	0,261	0,229
485 nm	0,37	0,267	0,252
670 nm	0,062	0,05	0,038

TAIKO OPTIMA**TD:0,4%**

430 nm	0,324	0,262	0,234
455 nm	0,366	0,291	0,255
485 nm	0,31	0,3	0,22
670 nm	0,07	0,053	0,046

TD:0,6%

430 nm	0,304	0,225	0,111
455 nm	0,326	0,241	0,215
485 nm	0,19	0,269	0,224
670 nm	0,046	0,033	0,031

TD:0,8%

430 nm	0,282	0,13	0,111
455 nm	0,309	0,201	0,211
485 nm	0,27	0,247	0,232
670 nm	0,032	0,032	0,024