

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. Mira-Bejaia
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés
Mémoire de fin d'étude
En vue de l'obtention du diplôme du Master en Génie des Procédés
Option : Génie Chimique

THÈME

**OPTIMISATION DES PARAMETRES QUI INFLUENT SUR LE PROCÉDE DE LA
DECOLORATION DES HUILES VEGETALES (HUILE DE SOJA)**

Soutenu par :

M^r HADDAD Nassim et *M^r* DJEBBARI Khellaf

Devant le jury composé de :

Président	<i>M^r</i> BOUROUINA
Rapporteur	<i>M^r</i> BOUKERROUI. A
Co/Rapporteur	<i>M^r</i> MOUSSASSEB. K
Examineur	<i>M^r</i> DJEMAA

2012

REMERCIEMENTS

DIEU MERCI POUR NOUS 'AVOIR DONNÉ, LA VOLONTÉ ET LE COURAGE SANS
LESQUELS CE TRAVAIL N'AURAIT PAS ÉTÉ RÉALISÉ.

LE TRAVAIL PRÉSENTÉ DANS SE MÉMOIRE A ÉTÉ EFFECTUÉ AU LABORATOIRE DE
TECHNOLOGIE DES MATÉRIAUX ET DE GÉNIE DES PROCÉDÉS (LTMGP) DE
L'UNIVERSITÉ DE BEJAIA.

JE TIENS À REMERCIER MES DEUX ENCADREURS MONSIEUR **KARIM MOUSSACEB**
ET **ABDELHAMID BOUKERROUI** DE NOUS 'AVOIR DONNÉ LEURS CONFIANCE POUR
MENER À BIEN CE TRAVAIL.

JE TINES ÉGALEMENT À REMERCIER LES MEMBRES DE JURY QUI ONT PRIS LA
PEINE D'EXAMINER CE TRAVAIL.

JE TIENS AUSSI À REMERCIER TOUS LES MEMBRES DES LABORATOIRES DE TLMGP
ET SM ET TOUS CEUX QUI ONT CONTRIBUÉ *À LA RÉALISATION DE CE TRAVAIL*



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A la mémoire de mon grand père <Aamar>

A la mémoire de ma grande mère <Zineb>

A la mémoire de mon oncle <Moustapha>

A la mémoire de mon cousin <Nadir>

A ma très chère mère ainsi qu'à mon père. Ils ont su être à mes côtés dans les moments difficiles sans lesquelles je n'aurais pas abouti à ce stade dans mes études, ainsi que chaque instant de bonheur qu'ils m'ont procuré, fasse dieu que je puisse les honnorés.

A mon grand père<Brahem>

A ma grande mère<Yamina>

A mon frère et ma sœur

A tout les membres de la famille grand et petit

A mon binôme qui était mon frère durant tout le cycle d'étude.

A tous mes amis et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce travail sans oublier les résidant de la chambre I.114.

HADDAD Nassim





Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

A la mémoire de mon père <Smail>

A la mémoire de ma mère <Hadjira>

A la mémoire de ma tente <Fatima>

J'aurais tant aimé que vous soyez là car ce travail est le fruit de vos efforts. Qu'Allah le tout puissant vous accueille dans son paradis et que vous reposiez en paix,

A mon frère, mes sœurs et aux enfants de ma tente

A mon binôme qui était mon frère durant tout le cycle d'étude.

A tous mes amis et à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce travail en particulier ALI sans oublier les résidant de la chambre C 04.

DJEBBARI Khellaf



LISTE DES FIGURES

Figure.1	Couche octaédrique.....	2
Figure.2	Couche tétraédrique.....	3
Figure.3	Représentation schématique de la structure de la montmorillonite.....	4
Figure.4	Formule générale des lipides.....	10
Figure.5	Phosphatides de forme.....	11
Figure.6	Phosphatides de forme B.....	11
Figure.7	Structure α et β -carotène.....	13
Figure.8	Structure de la chlorophylle a et b.....	13
Figure.9	Décomposition de la chlorophylle.....	14
Figure.10	Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute.....	19
Figure.11	Schéma général du process de raffinage de l'huile alimentaire.....	21
Figure.12	Etapes du raffinage chimique des huiles végétales.....	22
Figure.13	Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain.....	32
Figure.14	Adsorption de chlorophylle sur la terre décolorante.....	33
Figure.15	Illustration schématique de la molécule de la chlorophylle a incorporée dans des canaux et tunnels de la terre décolorante.....	33
Figure.16	Le mécanisme d'adsorption des carotènes.....	34
Figure.17	Dispositif de décoloration.....	41
Figure.18	Principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle.....	44
Figure.19	Analyse de la régression.....	45

Figure20.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m= 0,15g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm	46
Figure20.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m= 0,15g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm	46
Figure20.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,15g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm	47
Figure21.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,25g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm	47
Figure21.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,25g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm	48
Figure21.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,25g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm	48
Figure22.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m= 0,5g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm	49
Figure22.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m= 0,5 g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm	49
Figure 22.c. Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m= 0,5 g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm	50
Figure 23.a. Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,75g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm	50
Figure 23.b. Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,75g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm	51
Figure 23.c. Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=0,75g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm	51
Figure 24.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.....	52

Figure 24.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.....	52
Figure 24.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm.....	53
Figure 25.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.25g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.	53
Figure 25.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.25g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.	54
Figure 25.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.25g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm.	54
Figure 26.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.5g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.	55
Figure 26.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.5 g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.	55
Figure 26.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.5 g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm.	56
Figure 27.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.75g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.	56
Figure 27.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.75g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.	57
Figure 27.c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=1.75g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm.	57
Figure 28.a Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=2g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.	58
Figure 28.b Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m=2g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.	58

Figure 28 c Variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m=2g$ à la longueur.d'onde $\lambda=423nm$ 59

Figure 29 La variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjours62

Liste des figures

Liste des Tableaux

Tableau 1 Les constituants principaux de la graine de soja	15
Tableau 2 Classification de soja.....	15
Tableau 3 Composition chimique en acide gras de l'huile de soja	16
Tableau 4 Composition en insaponifiables de l'huile de soja.....	16
Tableau 5 Caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de soja	17
Tableau.6 Les opérations élémentaires du Raffinage chimique et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants	25
Tableau 7 Caractéristiques des deux types d'adsorption	30
Tableau 8 Taux de décoloration optimale obtenus à partir des courbes	59
Tableau 9 Critères statistiques	61
Tableau 10 Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation	62

LISTE DES REACTIONS & EQUATION

Réaction 1	Réaction générale d'estérification des acides gras	9
Réaction 2	Hydrogénation des corps gras.....	14
Réaction 3	Saponification des acides gras	14
Equation I	Relation de Freundlich suivante	23
Equation II	Détermination de l'humidité et des matières volatiles	34
Equation II-1	Détermination de Densité	35
Equation II-2	Détermination d'Acidité et Indice d'acide.....	36
Equation II-3	Détermination d'Acidité et Indice d'acide.....	37
Equation II-4	Détermination d'indice de saponification.....	38
Equation II-5	Détermination d'indice d'iode	38
Equation II-6	Détermination d'indice de peroxyde.....	40
Equation II-7	Calcul du taux de décoloration	42
Equation II-8	Forme de modèle mathématique.....	43
Equation III	Fonction mathématique obtenue par le programme	61

SOMMAIRE

Remerciements

Dédicaces

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des réactions & équations

INTRODUCTION 1

CHAPITRE I.

Étude bibliographique

I. ARGILES 2

I.1 Argile 2

I.2 LA STRUCTURE DES MINÉRAUX ARGILEUX [6] 2

I.2.1 La couche octaédrique [6] 2

I.2.2 La couche tétraédrique [6] 3

I.3. CLASSIFICATION DES ARGILES 3

I.3.1. Minéraux de type 1 : 1(ou T-O) 3

I.3.2. Minéraux de type 2 : 1 (ou T-O-T) 3

I.3.3. Minéraux de type 2 : 1 : 1(ou T-O-T-O) 4

I.4. MONTMORILLONITE. [5] 4

I.5. BENTONITE 4

I.5.1. Origine de la bentonite	5
I.5.2. Domaine d'utilisation de la bentonite.....	5
I.5.3. Activation de la bentonite.....	5
I.5.4. Type d'activation de la bentonite	6
a. Activation thermique	6
b. Activation acide.....	6
I.6. UTILISATION DE L' ARGILE ACTIVEE DANS LE PROCEDE DU RAFFINAGE DES HUILES	7
II. CORPS GRAS.	9
II.1. DEFINITION	9
II.1.1. Triglycérides:	9
II.2. COMPOSITION D'UN CORPS GRAS	10
II.2.1. Lipides (pour environ 99%)	10
II.2.2. Acides gras saturés	10
II.2.3. Acides gras insaturés	10
II.2.4. Phosphatides.....	10
II.2.4.1. Phosphatides proprement dits.....	11
II.2.5. Insaponifiables	11
II.2.6 Stérols.....	11
II.2.7. Tocophérols.....	12
II.2.8. Cires	12
II.2.9. PIGMENTS	12
II.2.9.1. Caroténoïdes	12

II.2.9.2. Carotène.....	12
II.2.9.3. Chlorophylles.....	13
II.3. PROPRIETES PHYSICOCHEMIQUES DES CORPS GRAS.....	14
II.3.1. PROPRIETES PHYSIQUES	14
II.3.1.1. Etat naturel et L'aspect	14
II.3.1.2. Densité	14
II.3.1.3. Solubilité des lipides.....	14
II.3.2. PROPRIETES CHIMIQUES	14
II.3.2.1. Hydrogénation	14
II.3.2.2. Saponification.....	15
III. MATIERES PREMIERES	15
III.1. HUILE DE SOJA	15
III.1.1. Origine et définition.....	15
III.1.2. Composition de la graine de soja	15
III.1.3. Classification.....	15
III.2.COMPOSITION DE L'HUILE DE SOJA.....	17
III.2.COMPOSITION DE L'HUILE DE SOJA.....	17
III.2.1.Composition chimique en acides gras.....	17
III.2.2. Teneur en insaponifiable de l'huile de soja	17
III.3. PRINCIPALES CONSTANTES PHYSICO-CHEMIQUES DE L'HUILE DE SOJA ...	18
III.3.1. Valeurs nutritionnelles de l'huile de soja.....	18
III.4. TECHNOLOGIE DE L'OBTENTION DE L'HUILE BRUTE:.....	18
III.4.1. Extraction de l'huile par pression (extraction physique)	19

II.4.2. Aplatissage	19
III.4.3. Pressage à froid	19
III.4.4. Cuisson.....	19
III.4.5. Le pressage à chaud	19
III.5. EXTRACTION PAR SOLVANT (EXTRACTION CHIMIQUE)	19
III.5.1. Distillation du miscella	20
III.5.2. Désolvantisation.....	20
IV. RAFFINAGE.....	21
IV.1. ETAPES DE RAFFINAGE.....	22
IV.1.1. Démucilagination ou le dégommage	23
IV.1.2. Neutralisation.....	23
IV.1.3. Lavage.....	23
IV.1.4. Séchage	23
IV.1.5. Décoloration	23
IV.1.6 Etape de l'adsorption	24
IV.1.7. Décirage.....	24
IV.1.8. Désodorisation	25
V. DÉCOLORATION DES HUILES	27
V.1. DEFINITION.....	27
V.2. FONCTIONNEMENT DE LA DECOLORATION	27
V.2.1. Décoloration discontinue	27
V.2.2. Décoloration continue	27
V.3. PROCEDE DE DECOLORATION	27

V.3.1. Méthode chimique.....	27
V.3.1.1. Par carbonisation	28
V.3.1.2. Par oxydation.....	28
V.3.2. Méthode Physique.....	28
V.3.2.1. Terres Décolorantes Naturelles	28
V.3.2.2. Terres Décolorantes Activées.....	28
V.3.3. Charbons Actifs.....	28
V.4. FACTEURS INFLUENÇANT LA DECOLORATION	29
V.4.1. Pourcentage de terre décolorante	29
V.4.2. Activation de la Montmorillonite.....	29
V.4.3. Surface Spécifique de la Montmorillonite	29
V.4.4. Agitation.....	29
V.4.5. Temps de contact	29
V.4.6. Température	29
V.4.7. Humidité.....	30
V.4.8. Sous Vide	30
V.5. ADSORPTION	30
V.5.1. Définition de l'adsorption	30
V.5.2. Type d'adsorption	30
V.5.2.1. Adsorption physique.....	30
V.5.2.2. Adsorption chimique	31
V.5.3. Mécanisme d'adsorption	31
V.5.4. ADSORPTION DES PIGMENTS SUR LA TERRE DECOLORANTE	32

V.5.4.1. Adsorption de la chlorophylle	32
V.5.4.2. Adsorption des carotènes.....	33

CHAPITRE II.

Expérimentale & Modélisation

V.6. EFFETS SECONDAIRES DE LA DECOLORATION	34
II. MATERIEL ET METHODES	35
II.1. QUALITES ANALYTIQUES DE L’HUILE.....	35
II.1.1. Analyse physique	35
II.1.1.1. Détermination de l’humidité et des matières volatiles	35
II.1.1.1.1. Principe	35
II.1.1.1.2. Mode opératoire.....	35
II.1.1.2. DENSITE.....	35
II.1.1.2.1. Définition.....	35
II.1.1.2.2. Mode opératoire.....	35
II.1.1.2.3. Expression des résultats.....	36
II.1.1.3. DETERMINATION DE LA COULEUR.....	36
II.1.1.3.1. Définition.....	36
II.1.1.3.2. Principe	36
II.1.1.3.3. Mode opératoire.....	36
II.1.1.3.4. Expression des résultats.....	36
II.1.2. ANALYSE CHIMIQUE.....	36
II.1.2.1. DETERMINATION D’ACIDITE ET INDICE D’ACIDE	36

II.1.2.1.1. Principe	36
II.1.2.1.2. Mode opératoire.....	37
II.1.2.2. DETERMINATION D'INDICE DE SAPONIFICATION	38
II.1.2.2.1. Définition.....	38
II.1.2.2.2. Mode opératoire.....	38
II.1.2.3. INDICE D'IODE	39
II.1.2.3.1. Définition.....	39
II.1.2.3.2. Mode opératoire.....	39
II.1.2.4. INDICE DE PEROXYDE	40
II.1.2.4. 1. Définition.....	40
II.1.2.4.2. Mode opératoire (méthode à froid).....	40
II.2. ECHANTILLONNAGE	41
II.3. METHODOLOGIE EXPERIMENTALE	41
II.3.1. Mode opératoire de décoloration de l'huile	41
II.4 OPTIMISATION DES PARAMETRES QUI INFLUENT SUR LE PHENOMENE DE LA DECOLORATION DES HUILES VEGETALES (HUILE DE SOJA)	43
II.4.1 Introduction	43

CHAPITRE III.

Résultats & Discussions

III. RESULTAT DE L'ANALYSE	46
III.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX.....	46
III.2 taux de décoloration optimale :	59

III.3 RESULTATS DE LA SIMULATION	61
III.4. ETUDE COMPARATIVE	63
CONCLUSION	65
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	66
ANNEXES.....	71
RESUME.....	92

INTRODUCTION

A côté des lipides qui sont les constituants essentiels, les huiles brutes contiennent de nombreux composés tels que ; les éléments minéraux (fer, cuivre...), les pigments colorés (chlorophylle, carotène), les résidus de pesticides et insecticides Certains ont une influence néfaste sur le goût, la conservation ou l'aspect du produit. [1-2].

Pour améliorer la qualité de l'huile et garantir sa consommation, les huiles brutes doivent subir un raffinage [2].

Le procédé de raffinage comprend les étapes de démucilagination, de neutralisation, de décoloration et de désodorisations.

Dans l'étape de décoloration d'huile, on utilise un agent adsorbant de bentonite ou de charbon actif [1].

L'exigence d'une excellente qualité de l'huile par le consommateur associé à la concurrence de plus en plus vive impose aux entreprises un investissement qui passe nécessairement par la recherche scientifique et technologique dans l'investigation d'un meilleur procédé de raffinage et dans ce procédé on trouve l'étape de la décoloration. [2].

C'est dans cette optique que s'inscrit notre étude et qui n'est qu'un début; on le souhaite prometteur par les résultats obtenus. Le présent travail s'intéresse à la décoloration d'une huile végétale par la bentonite de MAGHNIA activée par l'acide sulfurique appelée terre décolorante. En effet, après usage, la terre décolorant (TD) devient un déchet solide polluant induisant des nuisances au fil du temps à l'environnement. Notre ambition est de formuler un modèle mathématique permettant d'optimiser les quantités de TD utilisée, par conséquent, diminuer les quantités de déchets polluant au cours de l'opération de décoloration, tout en produisant bien sûr une huile alimentaire de qualité meilleurs.

Ce mémoire est constitué de trois chapitres :

Dans le premier chapitre nous présenterons une étude bibliographique sur les argiles, corps gras, matières premières, raffinage des huiles végétales alimentaires et la décoloration des huiles

Le second chapitre est consacré à la partie expérimentale et modélisation.

Dans le troisième chapitre nous présenterons; des résultats de l'expérimentation avec des discussions sur ces résultats obtenue.

On termine par une conclusion générale.

I. ARGILES

I.1 Argile

Les argiles sont des matériaux minéraux composées de particules d'aluminosilicates hydratés associés à un ou plusieurs cations Ca, Na, Mg, K, Fe, dont la taille ne dépasse pas deux micromètre (2 μ m) [3] [4].

Les grains d'argile ont une forme de plaquettes. Ils sont formés par un empilement de feuillets. Pour une nature d'argile donnée, ces feuillets ont une structure atomique précise ; ils sont composés d'une superposition de couches octaédriques et tétraédriques constituées par un maillage d'ions Si, O, OH, Al et Mg.

I.2 LA STRUCTURE DES MINÉRAUX ARGILEUX [6]

Les cristallites d'argile sont formées par un empilement parallèle de feuillets élémentaires dont le squelette est essentiellement constitué par des ions oxygènes et hydroxyles.

Les cations plus petits se logent dans les cavités du squelette.

I.2.1 La couche octaédrique [6]

Cette structure est composée de deux feuillets d'oxygènes ou hydroxyles compactes dans lesquels des ions d'aluminium, de fer et de magnésium sont incrustés. (figure-1)

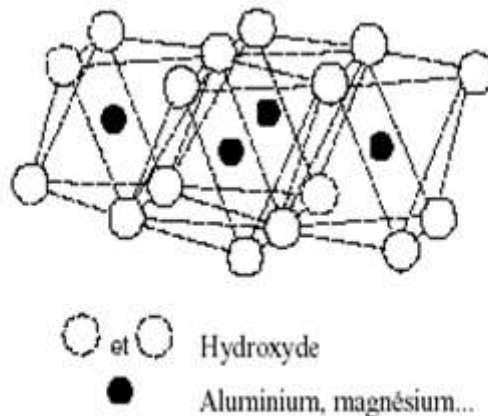


Figure-1: Couche octaédrique. [6]

I.2.2 La couche tétraédrique [6]

Dans chaque couche tétraédrique, un atome de silice se trouve au centre d'un tétraèdre à équidistance des quatre atomes d'oxygènes ou d'hydroxyles. (figure-2)

Les groupes tétraèdres sont disposés en réseau hexagonal qui se répète pour former une feuille de composition $\text{Si}(\text{OH})_4$.

C'est les différentes combinaisons entre les deux unités (la feuille octaédrique d'alumine et la feuille tétraédrique de silice) ainsi que la modification de la structure de base qui forment la gamme de minéraux argileux possédant des caractéristiques différentes.

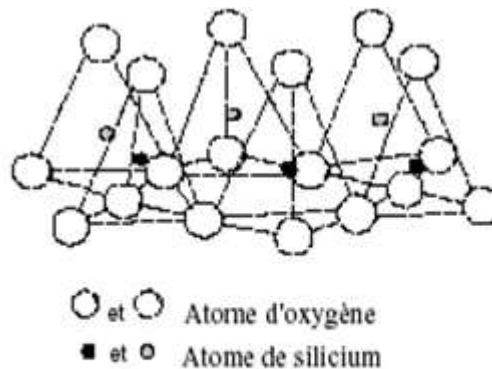


Figure-2 : Couche tétraédrique [6]

I.3. CLASSIFICATION DES ARGILES

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi trois groupes [5]

I.3.1. Minéraux de type 1 : 1 (ou T-O)

Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. L'équidistance caractéristique est d'environ 7.1 \AA . A ce type correspond le groupe de la Kaolinite.

I.3.2. Minéraux de type 2 : 1 (ou T-O-T)

Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. L'équidistance caractéristique est d'environ de $9.4 \text{ à } 15 \text{ \AA}$ selon le contenu de l'inter feuillet. A ce type correspond le groupe du talc, des smectites, des vermiculites et des micas.

I.3.3. Minéraux de type 2 : 1 : 1(ou T-O-T-O)

Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets **T-O-T** et de la couche octaédrique inter foliaire. L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14 Å. A ce type correspond le groupe des chlorites.

I.4. MONTMORILLONITE. [5]

La montmorillonite appartient au groupe TOT. Elle est généralement un produit d'altération de roches éruptives et de cendre volcanique. Elle fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France).

La structure générale de la montmorillonite est représenté comme ci-dessous

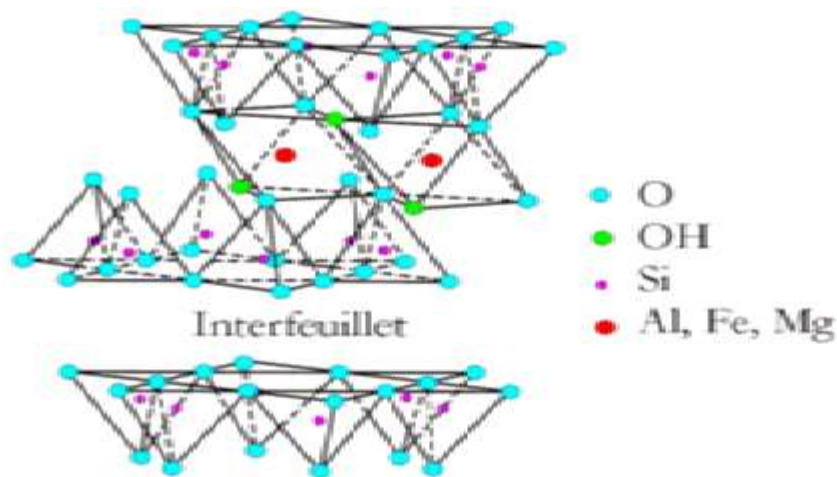
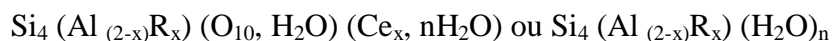


Figure-3: représentation schématique de la structure de la montmorillonite.[5]

I.5. BENTONITE

La bentonite est une dénomination de la montmorillonite plus exactement, c'est le nom commercial donné aux montmorillonites et de formule brute :



Avec :

R = Mg, Fe, Mn, Zn, Ni

Ce (cations échangeables) = Ca, Na, Mg.

La bentonite est une argile douée de propriétés de surface (caractère, affinité pour l'eau, capacité d'adsorption de composés électropositifs,...).

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hamam Bouhrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes. [7]

I.5.1. Origine de la bentonite

Les bentonites sont des argiles d'origine volcanique, constituées principalement de montmorillonite; l'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectites. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75 % de montmorillonite. Les bentonites découvertes dès 1888 contiennent au moins 75% de montmorillonite. En plus de la montmorillonite, cette terre peut contenir d'autres minéraux argileux (kaolinite, illite,...) ainsi que des impuretés sous forme de gypses, de carbonates. [7]

I.5.2. Domaine d'utilisation de la bentonite

La structure particulière de la bentonite et son exploitation peu onéreuse lui confèrent certaines propriétés. Elle se caractérise par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement, aussi par une des propriétés rhéologiques particulières (thixotropique) qui rendent son application très utile dans divers domaines. On peut citer son emploi comme terre décolorante dans l'industrie des matières grasses, en tant que liant dans le génie civil et comme catalyseur et échangeur d'ion dans l'industrie chimique et pétrolière. Aussi, elle est utilisée dans l'industrie du papier, textile, et du cuir, comme absorbant adéquat dans l'épuration des eaux résiduaires contaminées par les métaux lourds, et dans les produits cosmétiques. Dans le domaine de forage elle constitue un support colloïdal des boues à base d'eau et un allégeant dans les laitiers de ciment. Elle est utilisée sous forme d'argile pontée avec la formation des matrices inorgano-organo argileuses par procédé d'intercalation des différentes substances organiques parmi eux le monomère d'acide acrylique. [6]

I.5.3. Activation de la bentonite

A l'état naturel, l'argile a des capacités technologiques limitées et son utilisation dans l'industrie ne suscite pas beaucoup d'intérêt. Pour y remédier, on doit augmenter ses performances en lui faisant subir un traitement d'activation. L'activation est un procédé classique qui consiste à améliorer les propriétés d'adsorption de l'argile en lui faisant subir un

traitement physique (thermique) ou chimique. L'activation demeure tributaire de beaucoup de paramètres physico-chimiques, entre autre :

- la température d'activation
- la durée d'activation
- la nature et la concentration de l'agent activant
- le rapport solide/solution

Dans une activation chimique, on utilise en général le carbonate de sodium ou des acides forts, tel que l'acide sulfurique, chlorhydrique, phosphorique ou nitrique. Si le premier traitement n'apporte qu'une amélioration de la colloïdale de l'argile ; l'action des acides provoque quant à eux la digestion de la partie cristalline la plus vulnérable se traduisant par la formation d'espaces vides dans le matériau argileux appelés pores.

En général, l'activation améliore beaucoup les propriétés adsorbantes des argiles. Les nombreuses utilisations des terres décolorantes et les récents travaux mises en œuvre en sont la preuve. [8]

I.5.4. Type d'activation de la bentonite

a. Activation thermique

L'activation thermique (physique) est une exposition de l'argile à la chaleur pouvant atteindre plusieurs centaines de degrés Celsius. Ce traitement est limité par la résistance du matériau aux élévations de température qui pourraient détruire l'argile. Le traitement thermique provoque quelques modifications dans la structure de l'argile. Le départ de l'eau interfoliaire est presque total à 220 °C environ tandis que le départ de l'eau de constitution et des hydroxyles des octaèdres a lieu à des températures très élevées, entre 350 et 1000 °C. Cette déshydratation libère des sites et accroît la surface spécifique de l'argile, par conséquent la capacité d'adsorption du matériau traité est améliorée [9,10]

b. Activation acide

Dans une activation chimique (acide), on utilise généralement des acides forts, tels que l'acide sulfurique [12], l'acide chlorhydrique [11], l'acide phosphorique [15] ou l'acide nitrique [16]. L'activation aux acides forts provoque la digestion de la partie cristalline la plus vulnérable aux acides, se traduisant par la formation d'espaces vides dans le matériau argileux, appelés pores.

Selon la littérature [13], l'activation acide est souvent accompagnée par le départ d'abord des éléments Na^+ , Ca^{2+} et Fe^{3+} ensuite suivront les composés Al_2O_3 , MgO et Fe_2O_3 .

Les composés du Mg partent plus facilement que ceux de Fe et Al [11]. La charpente de Si n'est pas affectée par le phénomène d'activation, d'ailleurs son taux augmente dans le matériau [13] lorsqu'on mesure la composition chimique en éléments minéraux contenus dans l'argile activée à l'acide. L'attaque acide suivie par la dissolution des éléments structuraux du matériau provoque la déshydrations de la bentonite et le début de formation de silice amorphe [16,17].

Cependant, une quantité d'Al persistera dans le composé argileux sous forme d'impureté résistant à l'attaque acide, malgré un long séjour dans celui-ci [11].

L'activation chimique se fait souvent à chaud, rarement à froid car elle donne de mauvais résultats. La chaleur accélère la réaction d'attaque de la charpente d'Al, Mg et Fe par les protons de l'acide. Le mécanisme d'activation acide est au début un échange ionique entre les cations interfoliaires de l'argile et les protons de l'acide. Progressivement les protons vont dissoudre la charpente de Mg, Al et Fe qui sont les plus vulnérables [18]. Ce départ rapide des composés formant la structure de l'argile se traduit par une amélioration de la porosité et de la microporosité du matériau argileux. Par conséquent il permet d'améliorer rapidement ses propriétés d'adsorption.

I.6. UTILISATION DE L'ARGILE ACTIVEE DANS LE PROCEDE DU RAFFINAGE DES HUILES

La production des huiles alimentaires occupe une place très importante dans l'économie du secteur agroalimentaire. Elles sont des produits à large consommation. Les huiles alimentaires provenant exclusivement de la graine (de tournesol, de soja, de colza,...) ou du fruit (olive, ...) doivent être de bonne qualité. [21]

Les huiles brutes, obtenues par pressage et extraction des graines oléagineuses, contiennent en faibles proportions de nombreuses substances autres que les triglycérides. Si certaines d'entre elles possèdent des propriétés nutritives comme les vitamines ou les stérols, d'autres au contraire ont un effet négatif sur la qualité et la conservation des huiles. Ces composés néfastes peuvent donner un mauvais goût, un aspect indésirable, une mauvaise odeur et perturbent les propriétés fonctionnelles de l'huile. Le raffinage des huiles brutes est donc nécessaire pour fournir un produit à valeur ajoutée améliorée. [21]

Le procédé de raffinage des huiles alimentaires est composé d'une série d'opérations physico-chimiques subies par l'huile brute. Ces opérations ont pour but l'amélioration de l'aspect, de l'odeur, du goût et de la stabilité des produits finis. Elles sont en nombres de

quatre étapes principales [21]: la démucilagination, la neutralisation, la décoloration et la désodorisation.

Après avoir subi les opérations de démucilagination (élimination des phospholipides) et de neutralisation (élimination des acides) lors de son raffinage, l'huile alimentaire contient encore des substances indésirables. Ces impuretés contenues dans les huiles brutes alimentaires sont appelées non glycérides [22]. Ces substances, malgré leur faible concentration dans l'huile, dégradent sa qualité par l'altération de son goût et de sa saveur et affectent aussi sa valeur marchande en lui donnant une couleur mal appréciée par le consommateur. Cette couleur de l'huile provient des pigments de chlorophylle- α et de β -carotène et de leurs dérivés [19,23]. Parfois on trouve aussi des résidus de savon, d'acides gras libres, de phosphatides et de métaux tous présents à l'état de traces [22, 24]. Pour débarrasser l'huile de ses impuretés et lui rendre sa brillance et sa limpidité, les raffineries utilisent des matériaux à grand pouvoir d'adsorption tels que le charbon actif ou les terres décolorantes durant l'étape de décoloration. L'industrie préfère utiliser ces dernières pour leur faible coût. Ce sont en général des bentonites activées à chaud par l'acide sulfurique [13, 18].

II. CORPS GRAS.

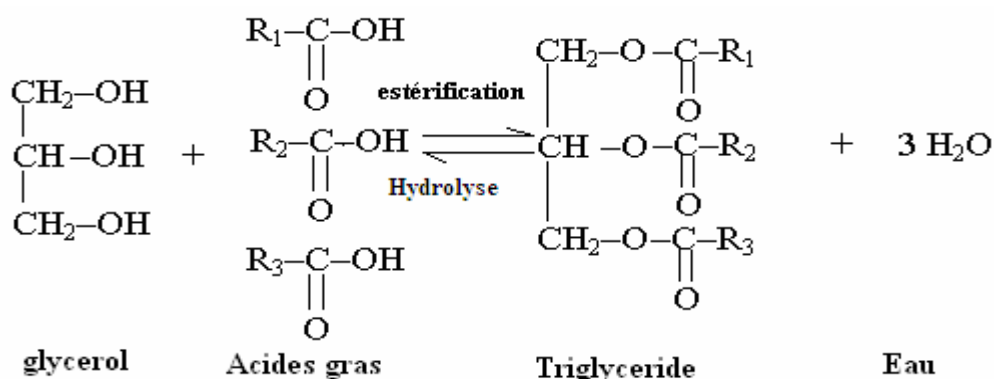
L'impact nutritionnel des huiles et graisses a toujours fait l'objet de beaucoup d'attention. Les matières grasses constituent, en effet, l'une des ressources énergétiques principales en alimentation humaine. A côté de l'aspect énergétique, les graisses sont aussi vecteur de vitamines liposolubles, d'acides gras essentiels et autres constituants mineurs, tous bénéfique pour notre santé 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 du raffinage [44].

II.1. DEFINITION

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 soluble dans la plupart des solvants organiques, leur densité est plus faible que celle de l'eau [24].

II.1.1. Triglycérides:

Ces composés représentent 90 à 99% de la composition totale des huiles organiques. Ce sont des esters d'acide gras et de glycérol, comme illustre la réaction-1.



Réaction 1. Réaction générale d'estérification des acides gras [34].

II.2. 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%, de phosphatides et des insaponifiables [21].

II.2.1. Lipides (pour environ 99%)

Ce sont des esters d'acides gras : $R-CO_2H$ et de glycérol : $CH_2OH-CHOH-CH_2OH$ qui on pour formule générale :

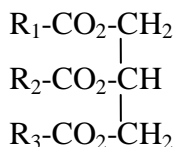


Figure 4. Formule générale des lipides[21].

Dans laquelle, R_1 , R_2 , R_3 , sont les radicaux d'acides organiques à chaîne droite (rarement ramifiée) dont le nombre d'atomes est pair et généralement compris entre 4 et 24.

Ces esters peuvent être partiels, c'est-à-dire qu'une ou deux fonctions alcool de la glycérine peuvent rester libres.

Ces acides peuvent être saturés ou insaturé :

II.2.2. Acides gras saturés

Ils sont solides, stables, dépourvus de doubles liaisons, ont pour formule générale $C_nH_{2n}O_2$, et pour formule semi développée : $CH_3-(CH_2)_n-COOH$. Dans les huiles, les acides gras les plus fréquemment rencontrés sont l'acide palmique ($C_{16}:0$) et l'acide stéarique ($C_{18}:0$) la formule semi-développé de ce dernier est : $CH_3-(CH_2)_{16}-CO_2-H$ [41].

II.2.3. Acides gras insaturés

Ils sont liquides pourvus d'une plusieurs doubles liaisons, on distingue les acides gras mono-insaturés (acide oléique) dont la formule semi-développé est :

$CH_3-(CH_2)_7-CH=CH-(CH_2)_7-CO_2-H$ et les acide gras poly-insaturés entre autre on trouve : l'acide linoléique ($C_{18}:2$), l'acide linoléique ($C_{18}:3$).

[47].

II.2.4. Phosphatides

Les phosphatides ou les phospholipides constituent plusieurs classes de composées où entrent les acides gras, le glycérol, l'acide phosphorique et, dans certains cas, des bases alcooliques azotées ou des acides aminés[21].

II.2.4.1. Phosphatides proprement dits

Ce sont des esters mixtes d'acides gras et d'acide phosphorique comme la montre les figures ci-dessous.

Ex:

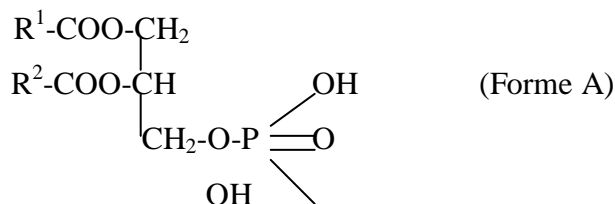


Figure 5. Phosphatides de forme A

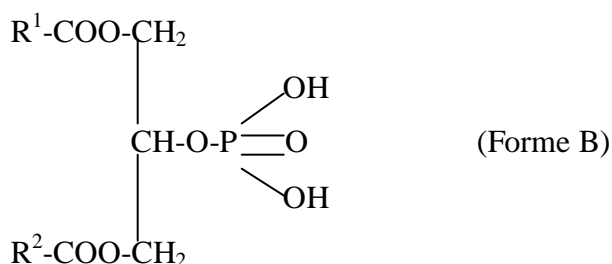


Figure 6. Phosphatides de forme B

II.2.5. 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 des corps gras [45].

La teneur des corps gras en ces composés est généralement très faible (inférieure à 1%), parmi ces insaponifiables on cite:

II.2.6 Stérols

Les stérols constituent la fraction la plus importante de l'insaponifiable de 30 à 60%. Ce sont des composés tétracycliques le plus souvent de 27 ou 28 atomes de carbones. Ils sont présents sous formes libres ou estérifiés. Les deux stérols les plus importants du règne végétal sont le β -sitostérol et le stigmastérol [44].

II.2.7. Tocophérols

Ces molécules, appelées aussi vitamine E, sont des 65-chromanols substitués, porteurs d'une chaîne isoprénique à 3 unités isoprènes. Son rôle serait une protection des acides gras polyinsaturés essentiels contre l'agression oxydante qui les dégradent par peroxydation. Les huiles végétales en contiennent de 30 à 100 mg pour 100g, ce qui explique la bonne résistance au rancissement des huiles végétales. Parmi les tocophérols, (l' α) tocophérol est dotée d'un effet antioxydant puissant [44].

II.2.8. Cires

Les cires sont des esters d'acides gras et de monoalcool aliphatique chez les végétaux. Elles contribuent à la formation des pellicules protectrices des graines et des fruits, comme elles sont responsables de l'apparition de troubles au début de la cristallisation à basse température [47]

II.2.9. PIGMENTS

Un pigment est une substance qui absorbe la lumière visible. La notion de pigment est donc liée à la vision humaine [45]. 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 .

II.2.9.1. Caroténoïdes

Les caroténoïdes sont des pigments naturels, largement répandus dans la nature. Ils sont à l'origine de teintes, jaune, orange et rouge. Ce sont des tétra-terpènes provenant de l'évolution du lycopersène, ils comprennent les carotènes et les xanthophylles [40].

II.2.9.2. Carotène

Le carotène est un terpène, pigment de couleur orange, important pour la photosynthèse. Le carotène est le dimère de la vitamine A et se présente sous deux formes : α et β - carotène comme illustré la figure7

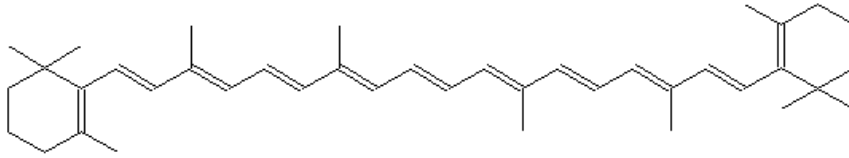


Figure 7. structure α et β -carotène

II.2.9.3. Chlorophylles

Les chlorophylles 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 "a" et "b" [42].

La formule de la chlorophylle "a" est $C_{55}H_{72}N_4Mg$ et celles de la chlorophylle "b" est $C_{55}H_{70}O_6Mg$, Comme montre la figure 8 ci-dessous. le maximum d'absorption des chlorophylles a et b se situe respectivement à 660nm et 643 nm [49].

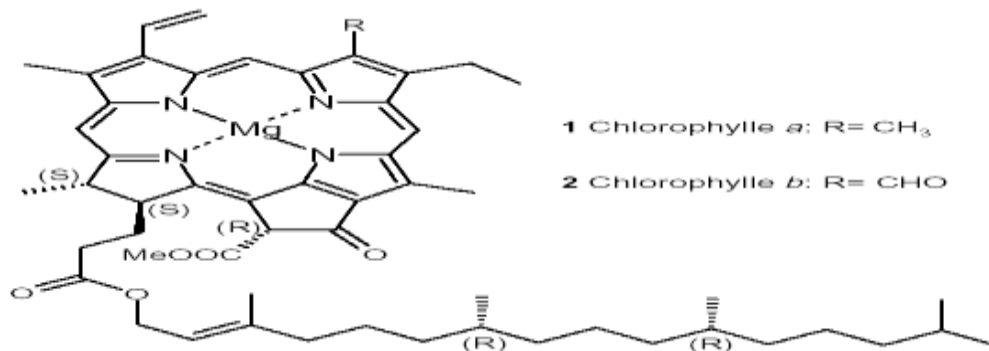


Figure 8 : structure de la chlorophylle a et b [49].

Sous l'effet de la température la chlorophylle est transformée en phéophytine comme le montre la figure 9.

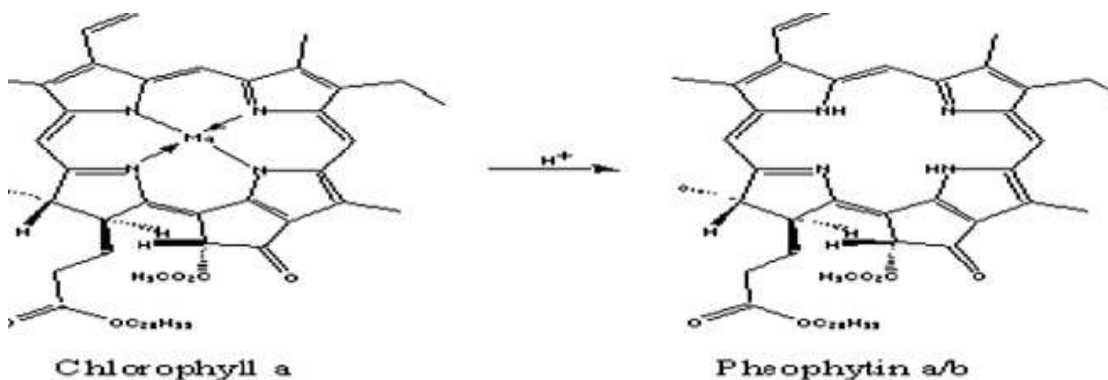


Figure 9 : décomposition de la chlorophylle [22].

La phéophytine donne une couleur foncée, contribue au mauvais goût d'huile et favorise l'oxydation de cette dernière [22].

II.3. PROPRIETES PHYSICOCHEMIQUES DES CORPS GRAS

II.3.1. PROPRIETES PHYSIQUES

II.3.1.1. Etat naturel et L'aspect

Les corps gras sont solides (cas des graisses) ou liquides (cas des huiles) suivant leurs compositions chimiques, ils sont d'autant plus solides qu'ils sont plus saturés [24].

II.3.1.2. Densité

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964, en général elle dépend de nombre d'insaturation et de l'état d'oxydation des huiles [21].

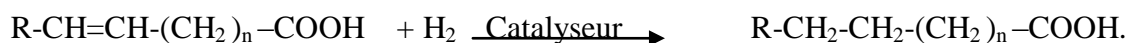
II.3.1.3. Solubilité des lipides

Les lipides sont insolubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques, propriétés employées pour l'extraction totale des huiles [48].

II.3.2. PROPRIETES CHIMIQUES

II.3.2.1. Hydrogénation

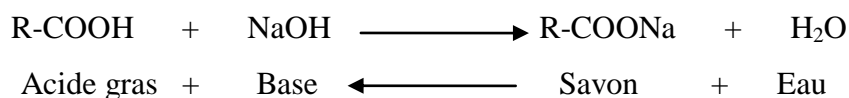
L'hydrogénation consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogène. [Prior, 2003] , comme illustre la réaction-2 ci-dessous.



Réaction2: Hydrogénation des corps gras.[38]

II.3.2.2. Saponification

Son principe est de transformer en savons solubles (sodiques ou potassiques) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse selon la réaction suivante [24].



Réaction3:saponification des acides gras

III. MATIERES PREMIERES

III.1. HUILE DE SOJA

III.1.1. Origine et définition

Le soja ou «soya» est une plante grimpante de la famille des fabacées, du genre *Glycine* proche du haricot, elle est largement cultivée pour ses graines oléagineuses qui fournissent la principale huile alimentaire consommée dans le monde, ces graines constituent des aliments naturels les plus riches. Le soja est originaire des régions chaudes du Sud-Est de l'Asie, mais 45 % des surfaces cultivées se trouvent aux Etats-Unis et 55 % de la production mondiale provient de Brésil, Argentine, Chine et l'Inde. Ce n'est qu'au cours de ce dernier siècle que le soja s'est développé comme culture en Europe et en Amérique du Sud [42].

III.1.2. Composition de la graine de soja

La graine de soja contient les différents constituants, qui sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 1. Les constituants principaux de la graine de soja [45].

Composants	Taux (%)
L'eau	7.5
Glucides	15 à 35
Protéines	35 à 40
Lipides	15 à 20
Phospholipides	2 à 3
Minéraux	5

III.1.3. Classification

La classification est illustrée par les informations données sur le tableau 2.

Tableau 2. Classification de soja [45].

Règne	Plantae
Sous règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Ordre	Fabales
Famille	Fabaceae
Genre	<i>Glycine</i>
Nom binomial	<i>Glycine max</i>

III.2.COMPOSITION DE L'HUILE DE SOJA

III.2.1.Composition chimique en acides gras

Cette huile est particulièrement instable en raison de sa haute teneur en acides gras polyinsaturés et plus spécialement en acide linoléique [21].

L'huile de soja contient des AG, qui sont indiqués dans le tableau 3.

Tableau 3. Composition chimique en acide gras de l'huile de soja .

Acide gras	Nature	Pourcentage en AG (mg / 100 g de corps gras
Myristique	C ₁₄ :0	< 0,2
Palmitique	C ₁₆ :0	8 – 13
Stéarique	C ₁₈ :0	1 – 2
Oléique	C ₁₈ :1	17 – 26
Linoléique	C ₁₈ :2	50 – 62
Linoléique	C ₁₈ :3	4 – 10
Arachidique	C ₂₀ :0	< 1,2
Gadoleique	C ₂₀ :1	< 0,4
Arachidonique	C ₂₀ :3	< 1.2
Beleique	C ₂₂ :0	< 0,5

III.2.2. Teneur en insaponifiable de l'huile de soja

Les taux des insaponifiables dans l'huile de soja sont représentés dans le tableau 4.

Tableau 4. Composition en insaponifiables de l'huile de soja [45].

Type d'insaponifiable	Teneur en mg / 100g de corps gras
Tocophérols	90 – 220
Stérols	150 – 380
Compéstérol	19
Stigmastérol	250
B - Silosterol	57

III.3. PRINCIPALES CONSTANTES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE DE SOJA

Ces constantes sont indiquées dans le tableau 5.

Tableau 5. Caractéristiques physiques et chimiques de l'huile de soja [45].

Caractéristiques physico-chimiques	
Densité à 20° C	0,921 – 0,924
Indice de réfraction	1,473 – 1,477
Indice d'iode (ppm)	128 - 138
Indice de saponification	188 - 193

III.3.1. Valeurs nutritionnelles de l'huile de soja

L'huile de soja est une huile 100 % végétale, riche en acides gras essentiels et pauvres en cholestérol. C'est une huile de table excellente par sa teneur en acide linoléique qui la rend fragile à la chaleur. C'est une bonne source de vitamines, elle est naturellement protégée à l'oxydation par la vitamine E qu'elle contient. La richesse de l'huile de soja en acides gras essentiels, la met en premier rang après le tournesol, et la rend très intéressante dans le cas d'hypercholestérolémie et d'athérosclérose [44].

III.4. TECHNOLOGIE DE L'OBTENTION DE L'HUILE BRUTE:

L'huile brute désigne l'huile non raffinée, mais cela ne signifie pas qu'elle ne subit aucun traitement chimique. Elle peut être obtenue selon deux procédés, l'un physique (la pression), et l'autre chimique (l'extraction par solvant) [50]. Le procédé d'extraction de l'huile brute est résumé dans la figure 10.

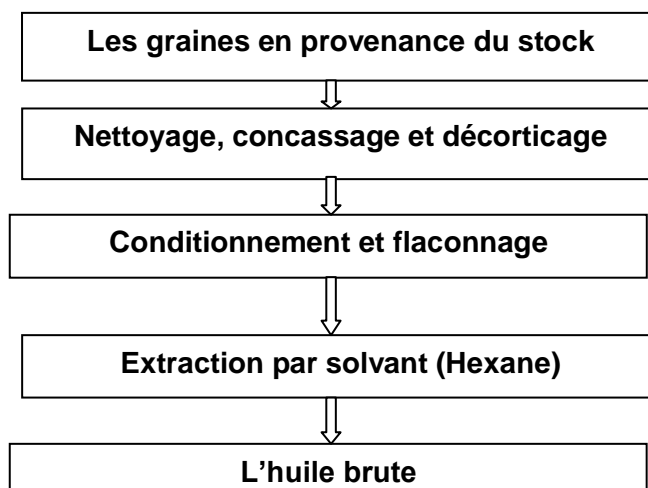


Figure 10. Schéma du procédé général de l'extraction de l'huile brute [50]

III.4.1. Extraction de l'huile par pression (extraction physique)

La première étape de l'extraction proprement dite consiste à nettoyer et à décortiquer certaines matières oléagineuses. On procède ensuite au broyage qui consiste à transformer la substance en pâte qui subira alors une extraction mécanique par pressage à froid ou à chaud [42].

II.4.2. Aplatissage

Les graines passent entre deux cylindres lisses et ressortent sous forme de «flacons» [42].

III.4.3. Pressage à froid

Il s'effectue à l'aide de presses hydrauliques à une température maximale ($T = 60^{\circ} \text{C}$) [42].

III.4.4. Cuisson

Les flocons sont chauffés à une température ($T = 80^{\circ} \text{C}$). Cette cuisson a pour but de faciliter l'extraction de l'huile des flacons au cours de la pression [21].

III.4.5. Le pressage à chaud

Il s'effectue uniquement par le passage de la pâte dans des presses à une température (80° à 120°C). Les flacons séchés passent dans les presses (pression). L'huile s'écoule tandis que « les écailles de presse » sont recueillies à la sortie. L'huile obtenue (« l'huile de pression ») est tamisée et séchée par pulvérisation sous vide pour conserver ses qualités au cours de stockage [50].

III.5. EXTRACTION PAR SOLVANT (EXTRACTION CHIMIQUE)

Les écailles de presse contiennent 12 à 15 % d'huile. Elles sont appelées « tourteau gras » ou « ex peller ». La récupération de cette huile résiduelle contenue dans le tourteau se fait par extraction chimique. Les industries utilisent un solvant de qualité alimentaire (hexane), celui-ci est pulvérisé sur le tourteau qui se déplace à contre-courant sur un tapis au cours de ce déplacement, le solvant percole dans le tourteau puis est recyclé plusieurs fois. Il s'enrichit progressivement en l'huile tandis que le tourteau s'appauvrit en matières grasses . A

la sortie de l'extracteur, le solvant qui se trouve d'une part de façon résiduelle dans le tourteau et d'autre part dans le miscella (mélange de solvant et de l'huile), doit être récupéré[21].

III.5.1. Distillation du miscella

Elle permet de récupérer une huile pure dite (l'huile d'extraction), elle consiste en une succession de chauffage sous vide suivie de condensation pour séparer les deux fluides. L'huile brute d'extraction est ensuite séchée par pulvérisation sous vide afin de conserver ses qualités.

III.5.2. Désolvantisation

Elle se fait à la vapeur dans une tour à étages appelée «désolvantateur». Le tourteau en grande partie déshuilé il reste environs 2% de matière grasse et généralement mise sous forme de granules ou «pellets». Le solvant est récupéré pour être réutilisé de nouveau .

IV. RAFFINAGE

Le raffinage constitue une étape clef de la technologie de production des huiles et corps gras naturels d'origine végétale ou animale, permettant d'obtenir une qualité conforme aux exigences des différents secteurs utilisateurs : alimentation humaine, alimentation animale, cosmétique, pharmacie, lipochimie. Le raffinage permet en effet d'obtenir conjointement une standardisation de la qualité marchande et organoleptique avec l'obtention d'huiles neutres, non peroxydées, peu colorées et désodorisées, et une garantie d'innocuité avec l'élimination efficace des éventuels contaminants chimiques (solvants organiques, métaux lourds, hydrocarbures polycycliques, résidus phytosanitaires, dioxines, toxines...) et microbiologiques pouvant être présents dans les corps gras bruts. Sous réserve d'être conduit dans des conditions opératoires maîtrisées et adaptées aux caractéristiques de chaque corps gras traité, le raffinage apparaît comme un moyen efficace pour proposer aux consommateurs ou aux industriels, des matières premières naturelles répondant aux obligations de conformité et de sécurité telles que définies dans le Code de la Consommation. Soumis à un encadrement réglementaire précisant les opérations et les produits autorisés, le raffinage reste cependant une technologie dépendant bien sûr du savoir faire et de bonnes pratiques de conduite mais aussi, d'une connaissance suffisante des propriétés physico-chimiques spécifiques et de la stabilité des corps gras glycéridiques. Cette double maîtrise est indispensable pour adapter à chaque corps gras brut les paramètres opératoires qui permettront d'éliminer efficacement les composés indésirables sans dégrader ou perdre les constituants natifs intéressants tels que les acides gras poly-insaturés, les stérols ou la vitamine E [50]. la figure 11 ci-dessous montre les différents composants d'une raffinerie industrielle.

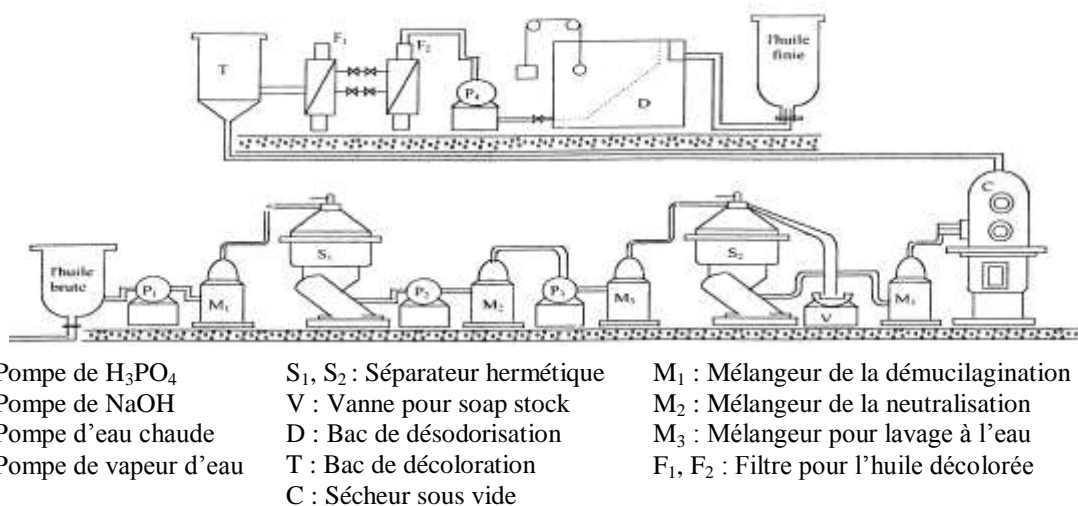


Figure 11. Schéma général du processus de raffinage de l'huile alimentaire [8].

IV.1. ETAPES DE RAFFINAGE

Le procédé de raffinage comprend quatre étapes principales et la figure ci-dessous montre clairement le procédé.

1. La démulcination
2. La neutralisation
3. La décoloration
4. La désodorisation

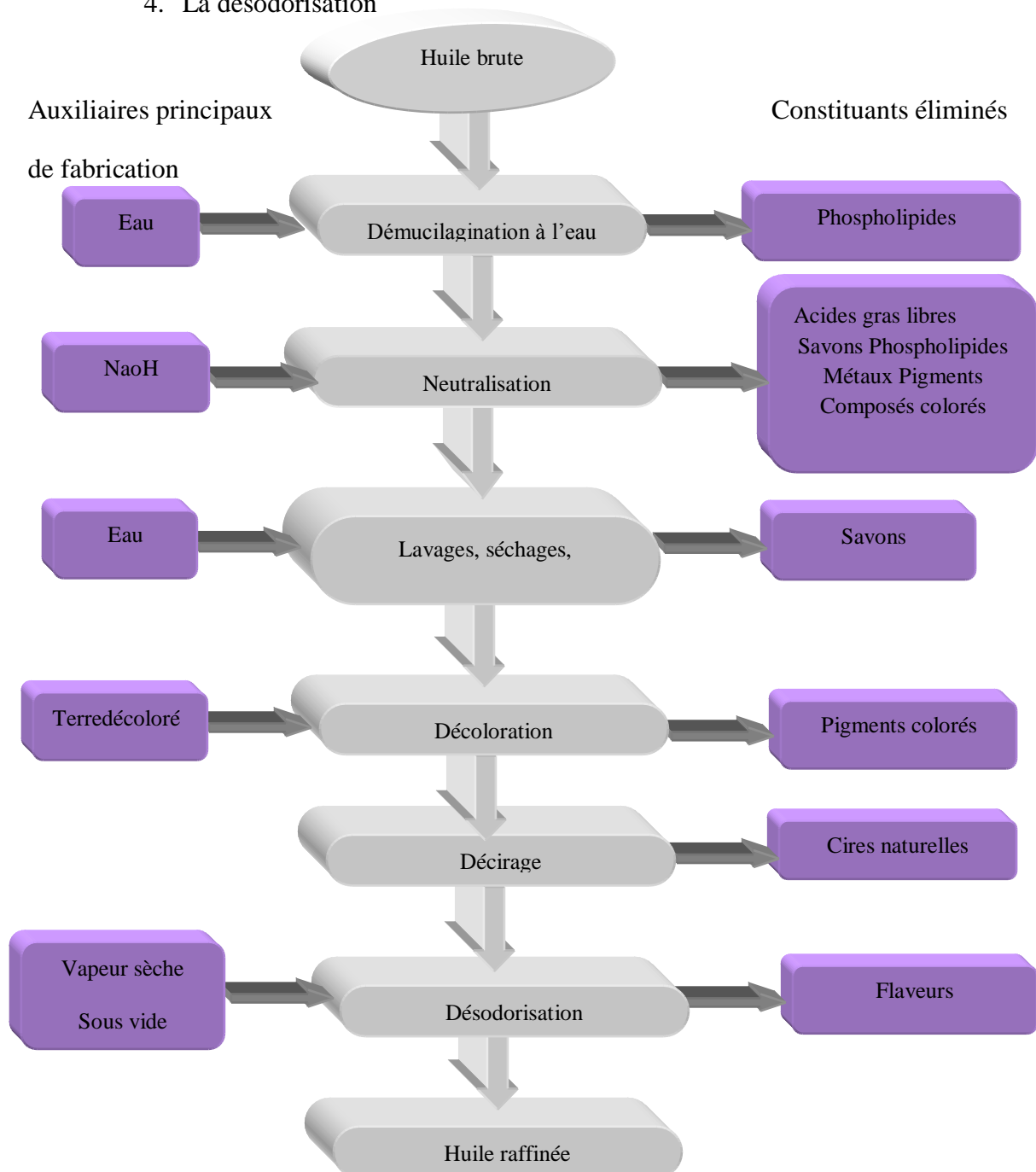


Figure 12. Etapes du raffinage chimique des huiles végétales [32].

IV.1.1. Démucilagination ou le dégommeage

Le principe utilisé est l'insolubilisation par des solutions à pH variés. Elle est effectuée par lavage de l'huile à l'aide de vapeur d'eau légèrement acidulée ou additionnée de phosphates. Elle permet alors d'éliminer les cires et les mucilages (substances gélifiantes) qui provoqueraient des dépôts dans les bouteilles lors du stockage et le moussage des bains de friture. Il y a aussi élimination des glucides, des protéines et d'une partie de chlorophylle et des phospholipides [37].

IV.1.2. Neutralisation

L'huile brute est légèrement acide. Cette acidité est due d'abord à la présence d'acide gras libre dans l'huile et l'excès d'acide phosphorique qui n'a pas réagi avec les phosphatides lors de l'opération de démucilagination. Cette acidité est neutralisée par ajout d'une solution de soude directement sur l'huile. Il se forme une pâte appelée « soap stock » ou savon. La pâte est séparée de l'huile par centrifugation. L'huile neutralisée contient encore des traces de savon. Celles-ci sont éliminées par des lavages successifs à l'eau jusqu'à leur disparition. Pour préparer l'huile à l'opération de décoloration, il est primordial de procéder à son séchage sous vide à 80 °C pour éviter son oxydation.

IV.1.3. 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 n'être pas éliminée [47].

IV.1.4. Séchage

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

IV.1.5. 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 [35].

IV.1.6 Etape de l'adsorption

Lorsqu'un adsorbant est mis en contact avec une solution, il attire à sa surface aussi bien les molécules de la substance dissoute que celles du solvant. Cette attraction condense les molécules qui forment des enveloppes où la concentration de soluté est différente de la concentration initiale. L'adsorption n'est pas un phénomène instantané et s'opère avec un léger dégagement de la chaleur, la réaction est théoriquement réversible dans le cas d'une solution vraie et partiellement réversible dans le cas d'une solution colloïdale. La capacité d'adsorption est donnée par la relation de Freundlich suivante [50].

$$\text{Log } (X/M) = n \log C + k \quad \text{équation(I).}$$

Avec :

X : est la quantité de substances adsorbée;

M : est la quantité d'adsorbant ;

n : constantes dépend de la nature de l'adsorbant ;

C : quantité de substance résiduelle dissoute ;

k : constantes appelée capacité d'adsorption.

n et **k** ne sont réellement constantes que pour de faibles variations de **X** et de **C**, ce qui, dans le cas de la décoloration des huiles végétales, est toujours vrai. Lorsque l'état d'équilibre est atteint, l'adsorbant n'a plus d'activité vis-à-vis de l'huile qu'il a décolorée mais encore actif s'il est remis en contact avec une huile plus colorée, la décoloration est donc plus efficace lorsqu'elle est réalisée à contre-courant. Elle est également meilleure lorsque la filtration s'effectue sous pression, ce qui a pour effet de déplacer l'équilibre dans le bon sens (percolation). Enfin, un adsorbant employé en petites quantités en plusieurs fois est plus efficace qu'employé à forte dose en une seule fois.

IV.1.7. Décirage

Cette opération de purification complémentaire a pour but d'éliminer les cires naturelles (huile de tournesol), soluble à 40°C, mais très peu soluble à température ambiante. La présence de ces cires se traduit par des défauts d'aspect divers (trouble, dépôt, flocons) qui nuisent à la présentation du produit. Un refroidissement de l'huile aux environs de 5°C est

nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration. Dans le raffinage chimique un prédécirage est associé à la neutralisation afin d'éliminer la majorité des cires présentes dans l'huile, par contre dans le raffinage physique il est combiné à la démulcination [50].

IV.1.8. Désodorisation

La désodorisation appliquée aux huiles comestibles est la dernière étape du raffinage, elle a pour but d'éliminer les substances sapides et odorantes par distillation. Il y a un grand nombre de composants qui confèrent aux huiles brutes leur goût désagréable. La plupart ont été identifiées par chromatographie gazeuse sur colonne capillaire de l'espace de tête. Ces substances sont partiellement éliminées dans les étapes du raffinage précédant la désodorisation. Mais certaines de ces substances odorantes, présentes en proportions infinitésimales, sont tenaces et très intimement liées aux glycérides. Ce sont celles-là qui donnent à chaque huile sa saveur caractéristique. Pour éliminer toutes les odeurs susceptibles de donner à l'huile un goût désagréable, on lui fait subir un traitement physique par un chauffage à 220 °C environ et sous un vide très poussé (5 mmHg). Le chauffage est produit par une vapeur injectée directement à contre courant de l'huile. Pour éviter l'oxydation et permettre sa meilleure conservation on lui rajoute de l'acide citrique à la sortie du désodoriseur. Les opérations du raffinage chimique conduisent à l'élimination de divers composés considérés comme des contaminants de l'huile, le tableau 6 résume les différentes opérations du raffinage chimique et leurs effets.[46]

Tableau 6: Les opérations élémentaires du Raffinage chimique et leurs effets sur les constituants mineurs et les contaminants [47].

Opérations	Composants éliminés	Composants parasites introduit
Stockage (éventuel) Dégommage	"Mucilages", phosphatides, glycolipides et composés protidiques.	Acides gras libres Eau
Neutralisation chimique	Acides gras libres Phosphatides résiduels Composé de dégradation d'origine oxydative Composés métalliques Gossypol (coton) Aflatoxine (arachide) Insecticides organophosphorés	Savon Eau
Lavages	Savon, Traces de soude phosphatides résiduels	Eau
Séchage	Eau	
Décoloration	Pigments (caroténoïdes et chlorophyllien essentiellement), savon, hydrocarbures polycyclique (traitement en charbon actif)	Destruction des peroxydes et formation d'isomère a double liaisons conjuguées. Acide gras libre (par acidification des savons)
De cirage /fragilisation	Cires et substance insoluble a basse température	
Désodorisation	Acides gras libres Substances volatiles responsable de l'odeur et du goût, Peroxydes et Produits de dégradation Pesticides organochlorés Stérols et Tocophérols	Formation d'isomères géométriques, de dimères

V. DÉCOLORATION DES HUILES

V.1. DEFINITION

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 également qui vise à éliminer les traces métalliques (cuivre, fer) agissant sur la stabilité oxydative de l'huile. [26]

V.2. FONCTIONNEMENT DE LA DECOLORATION

L'opération est généralement effectuée sur la matière sèche, sous vide, à une température aussi basse que possible (de l'ordre de 80 à 120°C). La durée de contact doit rester limitée pour éviter les risques de réversion ultérieure de couleur. Elle est de l'ordre de 15 à 30 minutes. Elle dépend notablement de l'agitation ou de tout dispositif de contact est on distingue de type de décoloration, décoloration discontinue et la décoloration continue.

V.2.1. Décoloration discontinue

La décoloration discontinue est effectuée dans un ou plusieurs récipients équipés d'une terre décolorante. La terre décolorante est ajoutée à l'huile à une certaine température. La suspension est agitée pendant 15-30 minutes. À la fin de la décoloration le mélange huile - terre est séparé par filtration. [26]

V.2.2. Décoloration continue

Ce procédé de décoloration continue se réalise grâce à une terre décolorante qui est ajoutée en continu à l'huile. La terre de décoloration et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps. [26]

V.3. PROCÉDE DE DECOLORATION

V.3.1. Méthode chimique

Cette méthode utilise : l'oxydation, carbonisation et réduction pour traiter l'huile.

V.3.1.1. Par carbonisation

Ce mode de décoloration consiste à traiter l'huile par une quantité limitée d'acide sulfurique (H_2SO_4) concentré, ce traitement peut provoquer la formation de substances colorées. Une grande quantité de H_2SO_4 conduit à la carbonisation de l'huile elle-même.

V.3.1.2. 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.

V.3.2. Méthode Physique

V.3.2.1. 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, [25]. Ces terres sont peu actives et ne sont pas activables. Leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer, [24].

V.3.2.2. Terres Décolorantes Activées

Ce sont des argiles plastiques de type « Montmorillonite ». L'activation consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par l'action d'acides forts à des températures de 80 -130°C, [24]. L'activation se produit par dissolution partielle du smectite, elle est caractérisée par un premier remplacement des cations des couches intercalaires par H⁺ suivies de la dissolution des feuilles tétraédriques et octaédriques, [26].

V.3.3. Charbons Actifs

Ils renferment 95 à 98% de carbone, mais leur caractère spécifique est leur porosité. On admet que la surface spécifique de 1g de charbon actif atteint 600 à 1000 m², [24]. L'activation du charbon actif est réalisée :

- Par activation chimique, on emploie, l'acide phosphorique, ou le chlorure de zinc à des températures allant de 400-800°C.
- Par une activation au gaz, on utilise la vapeur et le dioxyde de carbone, à des températures de 800-1000°C. [24]

V.4. FACTEURS INFLUENÇANT LA DECOLORATION

Parmi les facteurs qui influent sur le rendement de la décoloration, on peut citer les principaux qui sont :

V.4.1. 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.[26]

V.4.2. Activation de la Montmorillonite

La meilleure propriété connue pour la terre décolorante est sa grande capacité d'adsorption, qui peut être augmentée par l'activation en utilisant des acides. [28]

V.4.3. Surface Spécifique de la Montmorillonite

La variation de la porosité au cours de l'activation par des acides est liée aux variations de la structure de la Montmorillonite. Les faibles dimensions favorisent l'adsorption. [30]

V.4.4. Agitation

Elle permet non seulement de mettre rapidement le milieu à décolorer en contact avec les corps adsorbants mais aussi à homogénéiser ce contact. [25]

V.4.5. Temps de contact

La durée de contact entre l'huile et la terre décolorante a aussi son influence sur le pouvoir de décoloration de l'absorbant : mais ne revêt pas une importance aussi critique que la température. La durée doit être limitée pour éviter les risques de reversion ultérieures de couleur. Elle dépend notablement de l'agitation ou de tout autre dispositif de contact. [28]

En général, un temps de contact de 15 à 20 minutes suffit pour une bonne décoloration ; la prolongation de la durée de chauffage peut conduire à la réversion de l'adsorption. [29]

V.4.6. Température

C'est bien connu que la température a une influence sur le processus de la décoloration des graisses et des huiles. Elle donne des meilleurs résultats lorsque l'opération est conduite à une température au voisinage de 90°C. Pour certaine autre corps gras, il peut être utile

d'opérer dans des conditions différentes, ainsi l'huile de palme est le plus souvent décolorer à 120°C. Une élévation de la température risque de conférer à l'huile une mauvaise odeur. [24]

V.4.7. Humidité

L'humidité restante dans l'huile non séchée favorise l'effet acide de la terre, alors que des valeurs, excessives ou très faibles, d'humidité dans l'huile diminuent la capacité d'adsorption de la terre. [29]

V.4.8. Sous Vide

La décoloration sous vide est légèrement plus efficace que la décoloration à pression atmosphérique. Elle nécessite moins de terre, comme elle peut être effectuée à des températures inférieures provoquant la diminution de l'oxydation en réduisant l'exposition à l'air. [29]

V.5. ADSORPTION

V.5.1. Définition de l'adsorption

Le terme « adsorption » a été utilisé pour la première fois par Kayser en 1881 pour décrire l'augmentation de la concentration des molécules de gaz sur des surfaces pleines voisines. L'adsorption est le processus au cours duquel des molécules contenues dans un fluide (gaz ou liquide) et appelées adsorbat, se fixent à la surface d'un solide appelé adsorbant. Les sites où se fixent les molécules d'adsorbat sont appelés sites actifs. L'adsorption est dite chimique ou physique selon la nature des interactions qui lient l'adsorbat à la surface de l'adsorbant. [31]

V.5.2. Type d'adsorption

V.5.2.1. Adsorption physique

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. [31]

V.5.2.2. Adsorption chimique

L'adsorption chimique (ou chimisorption) implique la formation d'une liaison chimique qui résulte du transfert d'électrons entre la molécule adsorbée et la surface de l'adsorbant. Ces liaisons sont beaucoup plus fortes que les interactions physiques, l'énergie d'adsorption est supérieure à 80 kJ.mol^{-1} . Ces interactions sont spécifiques et difficilement réversibles, la vitesse d'adsorption est lente et la désorption difficile. L'adsorption physique peut avoir lieu en monocouche ou en multicouches alors que l'adsorption chimique est uniquement mono moléculaire, car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires, [8]. Les caractéristiques qui permettent de distinguer l'adsorption physique de la chimisorption sont récapitulées dans le tableau 7.

Tableau 7. Caractéristiques des deux types d'adsorption. [31]

Adsorption physique	Adsorption chimique
Chaleur d'adsorption basse.	Chaleur d'adsorption élevée.
Non spécifique.	Très spécifique.
Formation de monocouche ou de multicouches.	Formation de monocouche seulement.
Rapide, réversible.	Peut être lente et irréversible.
Pas d'échange d'électrons.	Formation de liaisons entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant par transfert d'électrons.

V.5.3. Mécanisme d'adsorption

La cinétique d'adsorption présente un intérêt pratique considérable pour la mise en œuvre optimale d'un adsorbant dans un procédé d'adsorption. Elle permet de mettre en évidence la spécificité des interactions physicochimique entre le soluté et l'adsorbant, d'obtenir la vitesse initiale d'adsorption, le calcul du coefficient de transfert de matière et le coefficient de diffusion. [31]

La figure 13 représente un matériau (adsorbant) avec les différents domaines dans lesquels peuvent se trouver les molécules organiques ou inorganiques qui sont susceptibles de rentrer en interaction avec le solide. [31]

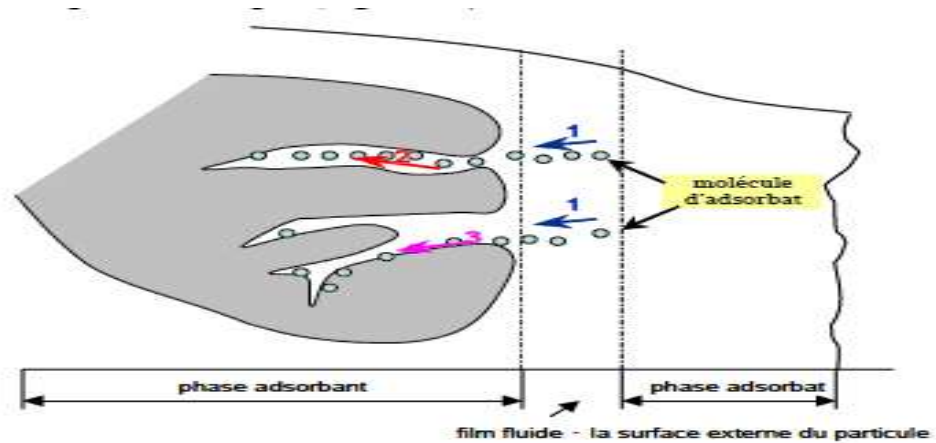


Figure 13. Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbant au sein d'un grain

Avec : 1 – diffusion externe ; 2 – diffusion interne (dans les pores) ; 3 – diffusion de surface.

Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de matière a lieu de la phase fluide vers les sites actifs de l'adsorbant, ce processus s'opère en trois étapes :[31]

- Le transfert de matière externe qui se fait par diffusion moléculaire à travers la couche limite de fluide présente autour du grain d'adsorbant ;
- Le transfert de matière interne macroporeux : les molécules migrent à l'intérieur des macropores et des mésopores de l'adsorbant, de la surface vers l'intérieur du grain ;
- Le transfert de matière interne microporeux : les molécules diffusent dans les micropores.

V.5.4. ADSORPTION DES PIGMENTS SUR LA TERRE DECOLORANTE

V.5.4.1. Adsorption de la chlorophylle

Les pigments présentent des groupements oléfiniques qui peuvent être protonés par les groupements acides; les figures ci-dessous 14,15 montrent clairement le mécanisme d'adsorption de la chlorophylle sur la terre décolorante. [22]

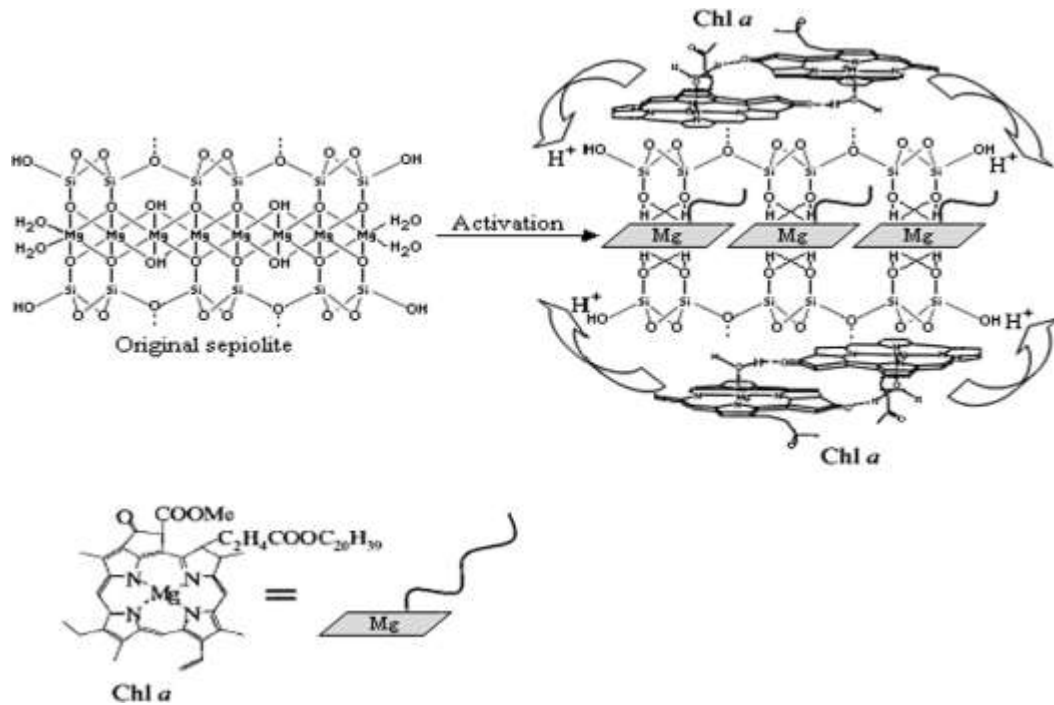


Figure 14. Adsorption de chlorophylle sur la terre décolorante

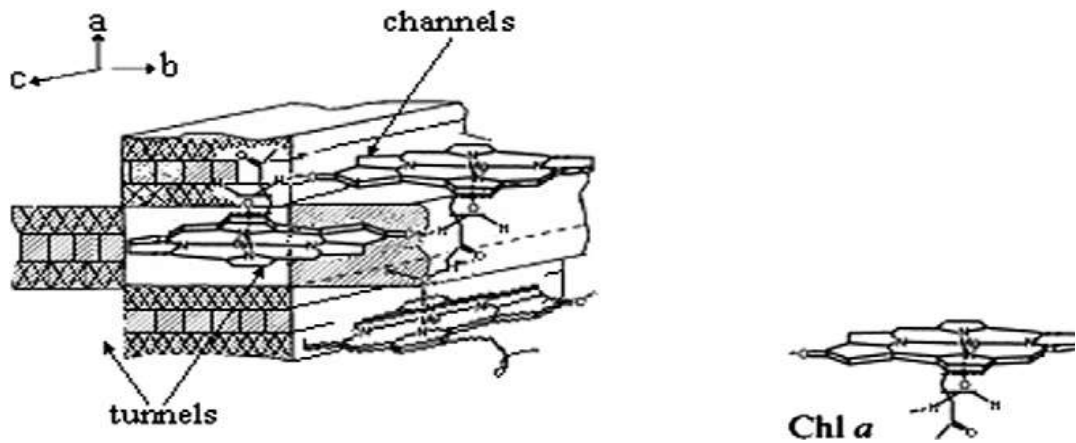


Figure 15. Illustration schématique de la molécule de la chlorophylle a incorporée dans des canaux et tunnels de la terre décolorante .

V.5.4.2. 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) [22], suggère que l'adsorption des carotènes est catalysée par l'acidité de BRONSTED et de LEWIS, comme le montre la figure 16.

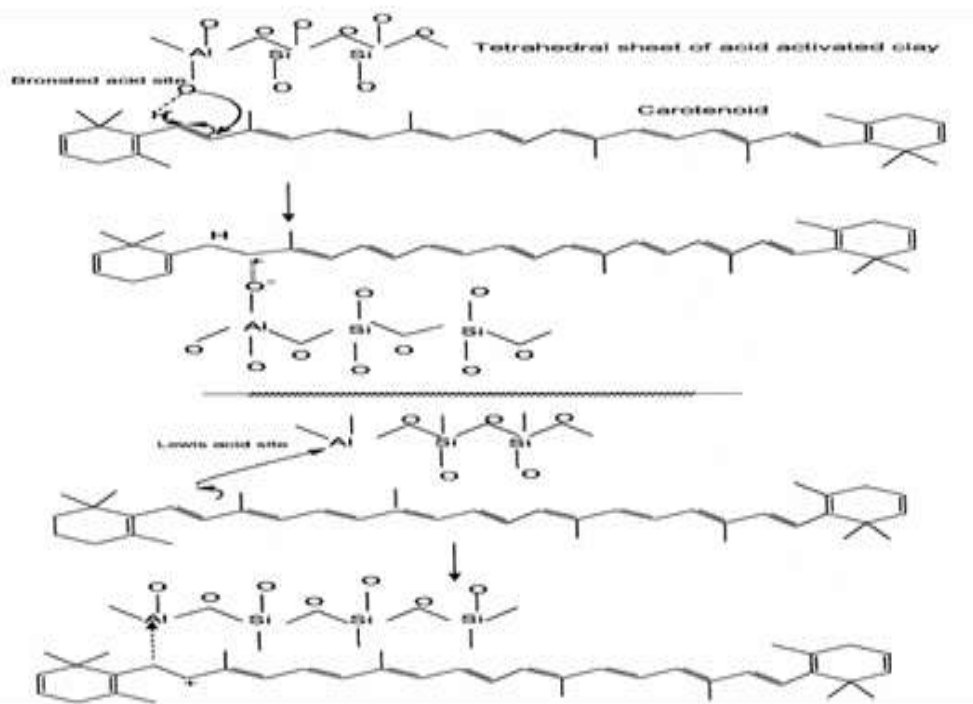


Figure 16. Le mécanisme d'adsorption des carotènes. [22]

V.6. EFFETS SECONDAIRES DE LA DECOLORATION

Outre leur action sur les pigments colorés, les agents décolorants entraînent certain nombre d'effets secondaires : Ils transforment en acide gras les savons encore présents dans l'huile après lavage, bloquent les phospholipides, les polymères et oxypolymères. Toutes fois, les savons et les composés phosphorés diminuent le pouvoir décolorant des terres activées, [24]. Parmi ces effets secondaires seule est importante, la formation des diènes et des triènes conjugués dont la quantité toujours très faible, dépend de la structure même de l'huile (présence d'acide oxydés) et de la proportion de terre activée (le charbon actif ne provoque pas ce genre d'effet).

La présence de ses composés ne provoque pas une altération biologique notable mais considérée comme indésirable. [21]

II. MATERIEL ET METHODES

II.1. QUALITES ANALYTIQUES DE L'HUILE

Les principales analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile avant sa commercialisation [26] Portent sur la mesure des paramètres de l'huile et les plus importants sont:

II.1.1. Analyse physique

II.1.1.1. Détermination de l'humidité et des matières volatiles

L'eau et les matières volatiles sont déterminées par la perte de poids de l'échantillon chauffé à 103°C, pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination de l'eau et des matières volatiles.[33]

II.1.1.1.1. Principe

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

II.1.1.1.2. Mode opératoire

On pèse 20g d'huile dans un bêcher préalablement séché à l'étuve, refroidi dans un dessiccateur et taré. Introduire le bêcher contenant l'huile dans l'étuve réglée à 103±2°C l'y maintenir pendant une heure et demie à deux heures, peser après refroidissement jusqu'à poids constant.

Calcul- Eau et matières volatiles sont estimés comme suit : $\% = \frac{\text{Perte de poids} \times 100}{\text{Poids de la prise d'essai}}$ équation II

II.1.1.2. DENSITE

II.1.1.2.1. Définition

La densité relative d'une huile à 20°C est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile à une température T°C par la masse de même volume à 20°C.

II.1.1.2.2. Mode opératoire

Mettre environ 200 ml d'huile à analyser dans une éprouvette de 250 ml. -Tremper le densimètre avec le thermomètre dans cet éprouvette d'huile et attendre jusqu'à ce qu'il se

stabilise.- Lire la valeur sur le densimètre ainsi que la valeur de la température sur le thermomètre.

II.1.1.2. 3. Expression des résultats

On applique l'équation II-1 pour sa détermination

$$\text{Densité à } 20^{\circ}\text{C} = D_{T_2} = D_{T_1} + 0,00069 (T_1 - T_2) \quad \text{équation II-1}$$

Avec : D_{T_1} : La densité lue directement sur le densimètre à une température T_1

D_{T_2} : La densité à une température T_2 qui est égale à 20°C .

T_1 : La température lue sur le thermomètre.

T_2 : 20°C .

II.1.1.3. DETERMINATION DE LA COULEUR

II.1.1.3.1. Définition

La couleur d'un aliment, une des propriétés organoleptiques de celui-ci, joue un rôle important dans l'évaluation de sa qualité. La couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en oeuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique ou à de mauvaise condition d'entreposage ou à un début de détérioration. On utilise pour cette détermination un colorimètre « LOVIBOND ». [39]

II.1.1.3.2. Principe

Cette méthode consiste à faire une comparaison entre la couleur de la lumière transmise à travers une certaine couche d'huile et la couleur de la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers les lames colorées standardisées.

II.1.1.3. 3. Mode opératoire

Verser l'échantillon à analyser dans une cellule (1cm d'épaisseur) puis déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleurs standard (réglage de deux faces observées jusqu'à obtention de la même couleur de deux côtés).

II.1.1.3.4. Expression des résultats

Détermination de la couleur de l'échantillon consiste à lire sur la planche les valeurs de rouge, jaune et le bleu.

II.1.2. ANALYSE CHIMIQUE

II.1.2.1. DETERMINATION D'ACIDITE ET INDICE D'ACIDE

II.1.2.1.1. Principe

Les corps gras en s'hydrolysant naturellement donnent naissance à des acides gras libres et du glycérol. La mesure de l'acidité libre du corps gras est un des meilleurs moyens pour déterminer son altération par l'hydrolyse. La teneur en acide gras libre d'une matière grasse s'exprime de deux manières: l'acidité et l'indice d'acide.

- L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres, exprimée conventionnellement selon la nature du corps gras en:
 - Acide oléique $C_{17}H_{33}-COOH$ de poids moléculaire 282 g
 - Acide palmitique $C_{15}H_{31}-COOH$ poids moléculaire 256 g
 - Ou acide laurique $C_{11}H_{23}-COOH$ poids moléculaire 200 g

L'acidité oléique est utilisée pour tous les corps gras sauf l'huile de palme dont l'acidité est exprimée en acide palmitique et les graisses lauriques (coprah et palmiste) dont l'acidité est exprimée en acide laurique.

- L'indice d'acide est le nombre de milligrammes (mg) de potasse nécessaire pour neutraliser l'acidité de 1 g de corps gras.[8]

II.1.2.1.2. Mode opératoire

Peser, à 0,01g près, dans un erlenmeyer de 250 ml, de 5 à 10 g de corps gras selon l'acidité présumée. Faire bouillir dans un autre récipient 75 ml d'alcool éthylique ou propylique à 95° neutralisé par de la potasse N/10 en présence du phénol phtaléine jusqu'à coloration rose persistante. Verser cette quantité d'alcool bouillante sur l'huile ainsi que quelques gouttes de phénol phtaléine. Agiter très énergiquement et titrer avec une solution (0,1 N) de potasse jusqu'à coloration rose persistante. Soit V, le volume de potasse utilisée. L'indice d'acidité est exprimé par la relation suivante: Indice d'acide

$$(I_A) = \frac{V \cdot 56,1 \cdot N}{P} \quad \text{équation II-2}$$

Avec :

V : volume de potasse utilisé (ml)

N : normalité de la potasse

P : masse de la prise d'essai (g)

Si le pourcentage d'acidité est exprimé en acide oléique $C_{17}H_{33}COOH$, de poids moléculaire 282, on applique l'équation II-3 pour sa détermination :

$$\% = \frac{282 * V * N}{P} \quad \text{équation II-3}$$

II.1.2.2. DETERMINATION D'INDICE DE SAPONIFICATION

II.1.2.2.1. Définition

L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimée en milligrammes nécessaire pour saponifier (transformer en savon) 1 g de corps gras.

La réaction de saponification est lente et incomplète. Pour l'accélérer et la rendre aussi complète que possible il faut :

- Opérer en phase homogène ;
- Opérer à température élevée en présence d'excès de base.

La réaction de saponification est une réaction complexe se produisant en deux temps :

1. Transformation des glycérides en esters éthyléniques
2. Saponification des esters formés

Ces deux réactions peuvent être accompagnées de réactions secondaires qui se traduisent par une diminution de l'indice de saponification.

II.1.2.2.2. Mode opératoire

Peser dans un ballon environ 2g de matière à 0,01g près, ajouter 25 ml de potasse alcoolique (0,5N) ainsi que quelques grains de pierre ponce. Porter à ébullition sous un réfrigérant à reflux pendant une heure en agitant de temps en temps. Titrer l'excès de potasse alcoolique dans la solution savonneuse chaude par l'acide chlorhydrique 0,5N en présence de phénol phtaléine.

Réaliser dans les mêmes conditions opératoires un essai à blanc pour titrer la liqueur alcoolique de potasse. L'indice de saponification est exprimé comme suit :

$$I_s = \frac{(V_0 - V) * N * 56,1}{P} \quad \text{équation II-4}$$

Soit :

N : normalité de la solution d'acide égale à la normalité de la solution de potasse (dans notre cas)

P: prise d'essai (g)

V_0 : volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc (ml)

V: volume de HCl utilisé pour l'échantillon (ml)

II.1.2.3. INDICE D'IODE

II.1.2.3.1. Définition

Les liaisons éthyléniques en particulier celles des acides gras fixent les halogènes. Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer quantitativement l'insaturation globale des chaînes grasses.

L'indice d'iode correspond au nombre de gramme d'iode fixé sur les doubles liaisons par 100 g de corps gras. Il se détermine de plusieurs façons, suivant les réactifs employés mais le résultat final est à peu près constant. Dans notre travail, nous avons utilisé la méthode dite de Hübl [8].

II.1.2.3.2. Mode opératoire

- Solution 1: Dissoudre 25 g d'iode dans 500 cm³ d'éthanol à 95°.
- Solution 2 : Dissoudre 30 g de chlorure mercurique (HgCl₂) dans 500 cm³ d'alcool à 95°, cette dernière solution est filtrée au besoin.

Conserver les deux solutions à l'obscurité. Le mélange des deux liqueurs en volumes égaux constitue le réactif de Hübl. Dans des flacons fermés par un bouchon en pèse 0,5g d'huile en ajoutant 15 cm³ de chacune des deux solutions de Hübl et en observant un temps de contact d'une 30 minute, à l'obscurité. Après ce temps là en ajoute 15 cm³ de solution de KI à 10% et l'on titre l'iode libéré par le thiosulfate (N/10), en présence d'empois d'amidon vers la fin du titrage. L'indice d'iode est donné par la relation qui suit :

$$I_I = \frac{(V_0 - V) * 12,69 * N}{P} \quad \text{équation II-5}$$

Soit :

N : normalité de la solution de thiosulfate

P: prise d'essai (g)

V_0 : le volume de thiosulfate nécessaire pour titrer l'essai à blanc (ml)

V: Le volume de thiosulfate nécessaire pour titrer l'excès d'iode (ml)

II.1.2.4. INDICE DE PEROXYDE

II.1.2.4. 1. Définition

C'est le nombre de milliéquivalent d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. L'altération chimique des corps gras insaturés par l'oxygène de l'air débute par la formation d'un peroxyde, cette réaction étant une réaction auto catalytique commence très lentement, puis après une période d'induction, s'accélère de façon exponentielle. L'oxygène se fixe sur les chaînes grasses de façons différentes suivant la température à laquelle a lieu l'oxydation : en dessous de 60°C, la réaction prédominante est la formation d'un hydroperoxyde en α de la double liaison. Entre 60 et 130 °C, l'oxygène se fixe sur la double liaison pour donner un épiperoxyde. Au dessus de 130°C, les péroxydes s'ils se forment encore sont détruits immédiatement pour donner naissance à des composés secondaires d'oxydation (cétones, aldéhydes etc.). Les métaux comme Na, Fe et surtout Cu catalyse l'oxydation des corps gras par contre certaines substances organiques les protègent de celle ci en s'oxydant préférentiellement aux acides gras.

II.1.2.4.2. Mode opératoire (méthode à froid)

Effectuer la prise d'essai de 2 g d'huile dans un erlenmeyer (si l'indice de peroxyde présumé est inférieur à 150 microgramme par gramme) et 1 g (s'il est compris entre 150 et 250 microgramme par gramme). Transvaser à l'aide de 10 ml de chloroforme la prise d'essai dans le flacon. Ajouter 15 ml d'acide acétique et 1 ml de la solution saturée d'iodure de potassium. Boucher aussitôt le flacon en l'agitant pendant 1 mn et l'abandonner 5 mn à l'obscurité. Au bout de ce temps ajouter 75 ml d'eau distillée, titrer en agitant vigoureusement l'iode libéré par une solution aqueuse de thiosulfate de sodium (N/100) jusqu'à coloration jaune pâle. A ce moment ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon et continuer le titrage jusqu'à décoloration totale. Effectuer de la même façon un essai à blanc

L'indice de peroxyde exprimé en milliéquivalents /Kg est calculé en utilisant l'équation II-6 :

$$I_p = \frac{(V - V_0) * 10}{P} \quad \text{équation II-6}$$

Soit :

P: prise d'essai (g).

V₀ : volume de thiosulfate nécessaire pour titrer l'essai à blanc (ml).

V: volume de thiosulfate nécessaire pour titrer l'excès d'iode (ml)

II.2. ECHANTILLONNAGE

Tous les prélèvements ont été effectués au niveau de la raffinerie d'huile de CO.G.B. de Béjaia. Pour une analyse préliminaire, des échantillons représentatifs ont été prélevés comme suit :

- Un prélèvement d'échantillon d'huiles brutes (Soja) au niveau des bacs de stockage, dans le but de le caractériser (acidité, indice peroxyde).
- Un prélèvement d'huiles au niveau du sécheur (entrée de la décoloration), dans le but de réaliser les essais de décoloration ainsi que de le caractériser.
- Un autre prélèvement est effectué à la sortie de la décoloration dans le but d'effectuer une comparaison par rapport à la décoloration réalisée sur chaîne pilote et la décoloration réalisée sur chaîne industrielle.

Lors de la décoloration, le dosage en terre était de 0,1% à 1% et la température de séchage était de 80 à 95°C pour le Soja. Il est à signaler qu'avant l'étape de décoloration, l'huile a subi une démulcination et une neutralisation. [43]

II.3. METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

II.3.1. Mode opératoire de décoloration de l'huile

L'huile utilisée dans cette étude est préalablement démulcinée et neutralisée au niveau de la raffinerie de CO.G.B de Béjaia. Pour étudier la décoloration au niveau du Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés – Université A/MIRA Béjaia, nous avons réalisé le montage schématisé dans la figure 17. La procédure utilisée est inspiré de celle de la littérature [8].

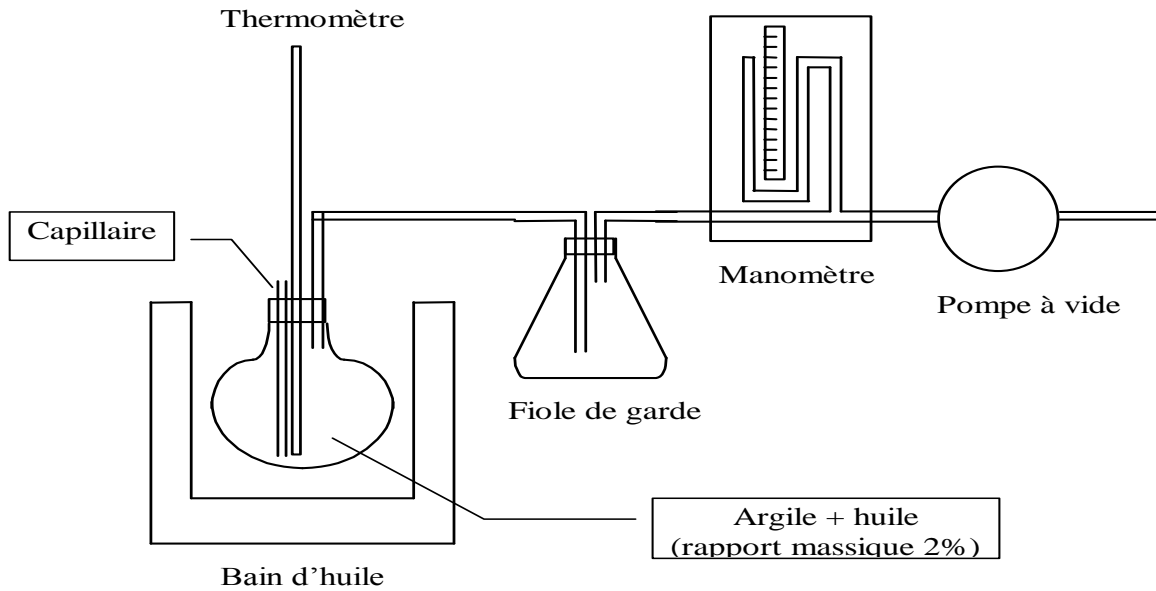


Figure 17 : Dispositif de décoloration [8].

Les essais de décoloration ont été réalisés sur cette chaîne pilote, l'équipement a été fabriqué de telle sorte qu'on puisse réaliser un seul essai et à régler la température, le vide et l'agitation;

- La température a été suivie par un thermomètre intégré à la chaîne pilote, elle varie de 80°C à 100°C ;
- Le vide a été maintenu entre 3,2 à 3,9 mm H₂O avec une pompe à vide ;
- L'agitation a été assurée par un baromètre magnétique approximativement à 300 tr/min.

Les essais ont été effectués selon les étapes suivantes :

- ✓ Nous avons Pesé différentes quantités de terre décolorante correspondantes aux différents pourcentages utilisés, de 0,15g à 2g.
- ✓ On a Introduit dans un ballon un volume de 100ml d'huile et on le laisse chauffer à une température « T » sous agitation.
- ✓ On a Ajoute progressivement la quantité de terre pesée auparavant, dans ce dernier ballon.
- ✓ On Laisse la décoloration s'effectuer pendant un temps de séjours qui varié comme suit : 10 min à 30min avec un pas de 5min.

Les échantillons ainsi décolorés à différentes températures, à différents dosages en terre et à différents temps de contact sont filtrés sur papier filtre Whatman 115. Les huiles obtenues, sont examinées par spectrophotométrie dans le visible en réalisant un balayage des longueurs d'onde(λ) comprises entre 395 et 600 nm et en mesurant, pour chaque λ l'absorbance. On progresse par intervalles de 5 nm. Enfin, on trace les spectres représentant l'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

Le taux de blanchiment ou de décoloration de l'huile traitée est calculé par une relation qui est fonction des absorbances des huiles avant et après traitement. Par exemple à $\lambda = 446$ nm on aura un taux de décoloration (%) par rapport à l'huile de référence qui est l'huile avant décoloration (démucilaginée et neutralisée), exprimé par la relation suivante :

$$\% = \frac{A_{446}^0 - A_{446}^1}{A_{446}^0} \times 100 \quad \text{équation II-7}$$

Avec :

A_{446}^0 : Absorbance correspondant à λ_{\max} (446) de l'huile (Huile démulcinée et neutralisée).

A_{446}^1 : Absorbance correspondant à λ_{\max} (446) de l'huile traitée (décolorée).

II.4 OPTIMISATION DES PARAMETRES QUI INFLUENT SUR LE PHENOMENE DE LA DECOLORATION DES HUILES VEGETALES (HUILE DE SOJA)

II.4.1 Introduction

Toute prévision de l'état futur d'un système (chimique, physique, biologique) est basée sur une relation mathématique exprimant l'évolution de système. Cette approche est appelée modélisation. Dans certains cas, la connaissance des paramètres régissent le système nous permet de proposer un modèle mathématique précis, déterministe, que l'on nomme modèle de connaissance. Mais souvent on ignore ces mécanismes ou encore les mesures effectuées sur le phénomène étudié peuvent être influencées par des facteurs aléatoires. On peut alors proposer un modèle statique dont on cherchera à estimer les paramètres à partir de l'échantillon de mesures ainsi effectuées. Par ailleurs, il n'est pas toujours possible de proposer un modèle précis et de faire des hypothèses sur les données. Cette partie de la statistique sont modèle appelée analyse des données. [51]

L'objectif de cette section de travail est de proposer des modèles mathématiques qui optimisent les paramètres caractérisant la qualité du produit final en utilisant l'approximation

aux moindres carrés ou la régression linéaire multiple. Le type de modèle linéaire adapté dans ce cas est le suivant :

$$Y = F(X) = \sum_{j=1}^m (C_j * f_j(x(i)))$$

Equation II-8

Y= Critère de produit.

X= type de facteur.

C_j= Coefficient du modèle (à déterminer).

m= nombre de coefficient du modèle.

Nous avons supposé que l'évolution d'un critère à travers le type de facteur est linéaire par rapport aux coefficients (ou paramètres) du modèle.

La forme de la fonction est : Y= F(X)

Le principe de cette modélisation consiste à introduire dans le programme élaboré, en langage fortran, les résultats expérimentaux. La validité des résultats obtenus par le programme de calcul est réalisée par quatre critères statistiques, à savoir : la variance résiduelle, le coefficient de corrélation, le test de Student et de Fisher Snedecore. Il est à noter que la confiance limite sur le test Student et le test de Fisher est de 95%. [51]

Les principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle sont résumées sur l'organigramme montré sur la figure 18. Pour la partie analyse de la régression, l'organigramme sur la figure 19 montre clairement la procédure et les méthodes utilisées.

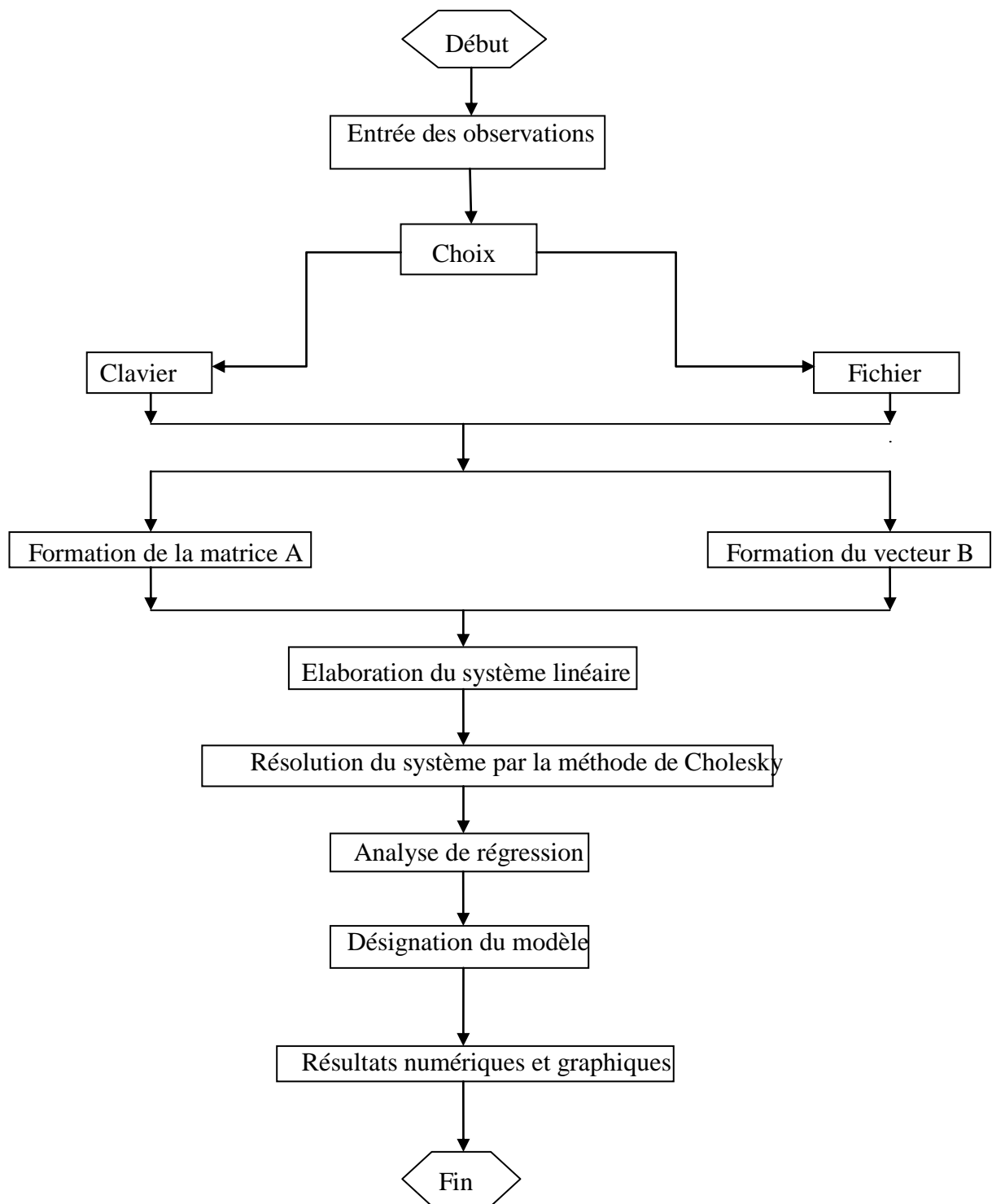


Figure 18. Principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle [51]

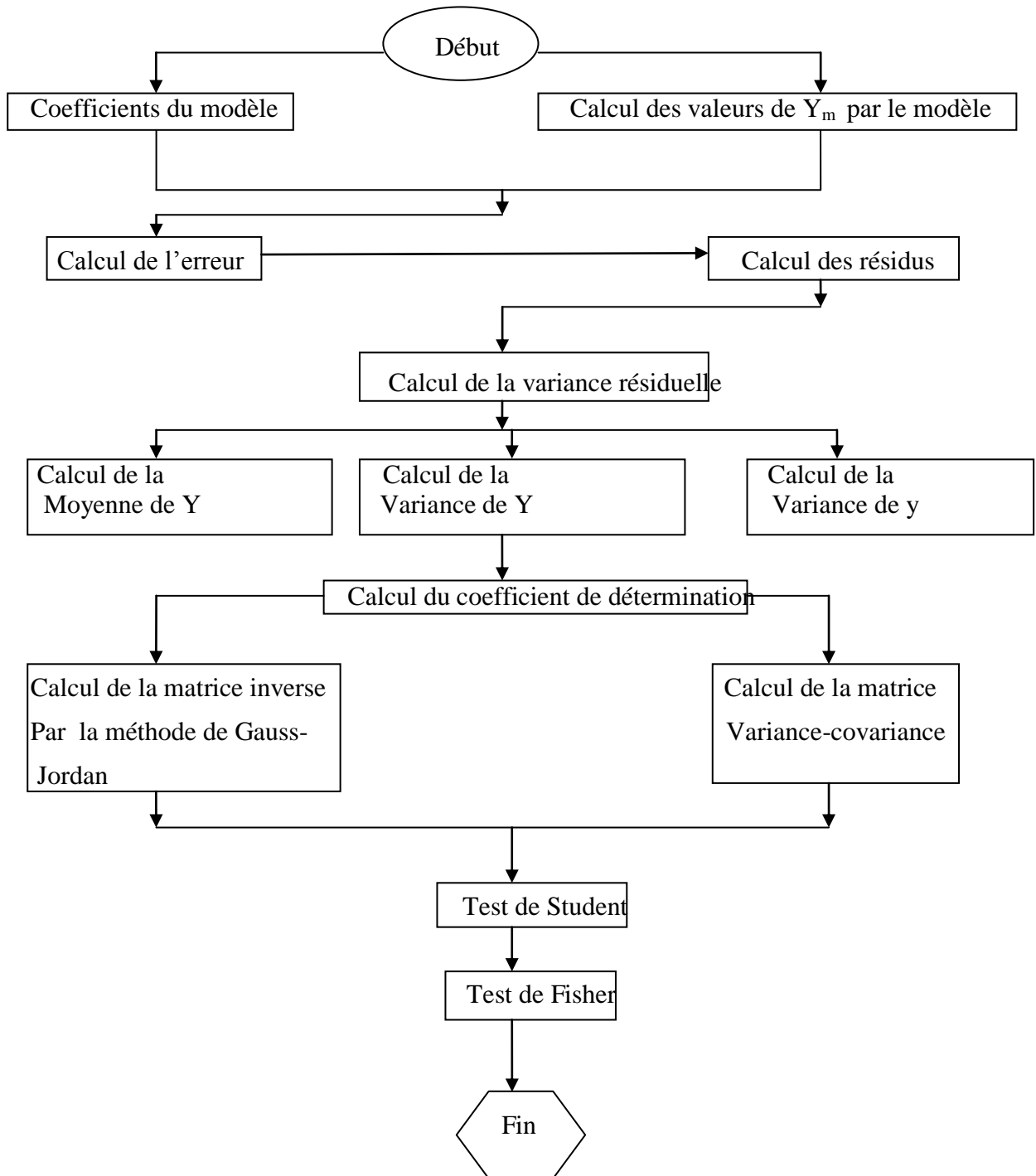


Figure 19. Analyse de la régression [51]

III. RESULTAT DE L'ANALYSE

III.1. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Les figures suivantes illustrent l'évolution du taux de décoloration des huiles brutes en fonction du temps de séjours en utilisant comme critères d'influences sur la qualité finale du produit la température, la masse de la terre décolorante et les déférentes longueurs d'ondes (λ nm).

- Résultats obtenus pour $m = 0.15$ g

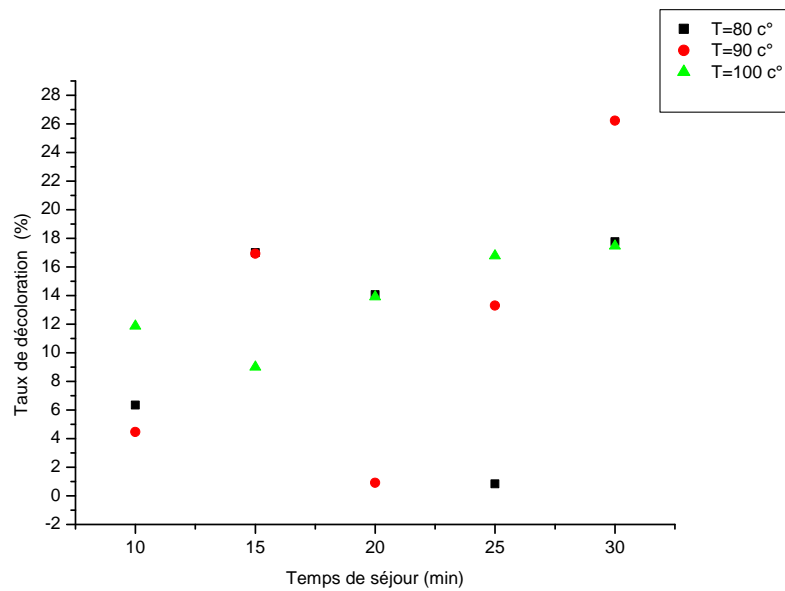


Figure 20-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,15$ g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.

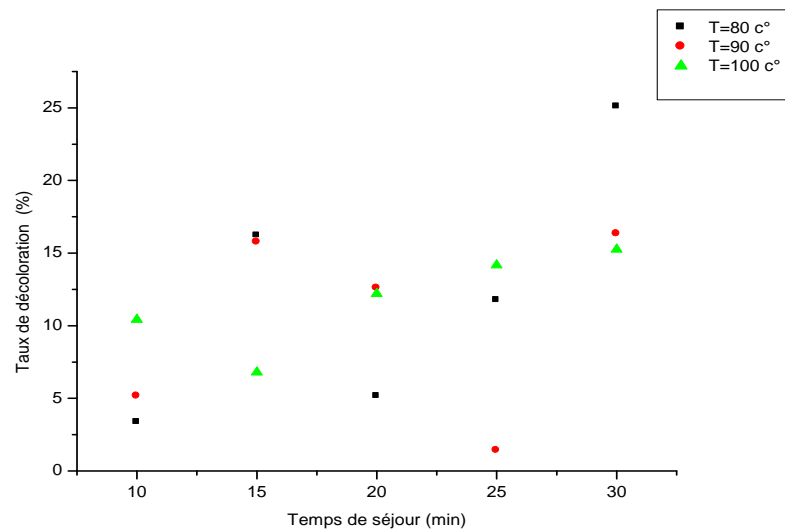


Figure 20-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour

m = 0,15 g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm

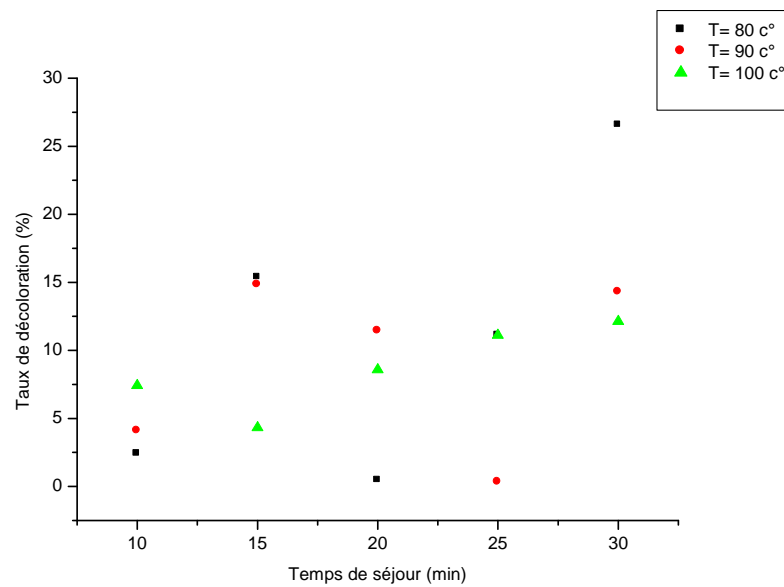


Figure 20-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m = 0,15 g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm

• **Résultats obtenus pour m = 0.25 g**

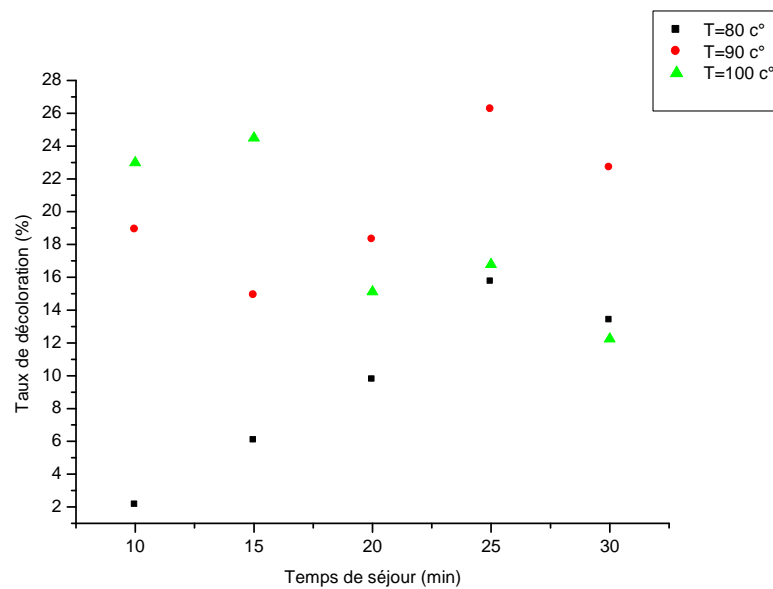


Figure 21-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m = 0,25 g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm

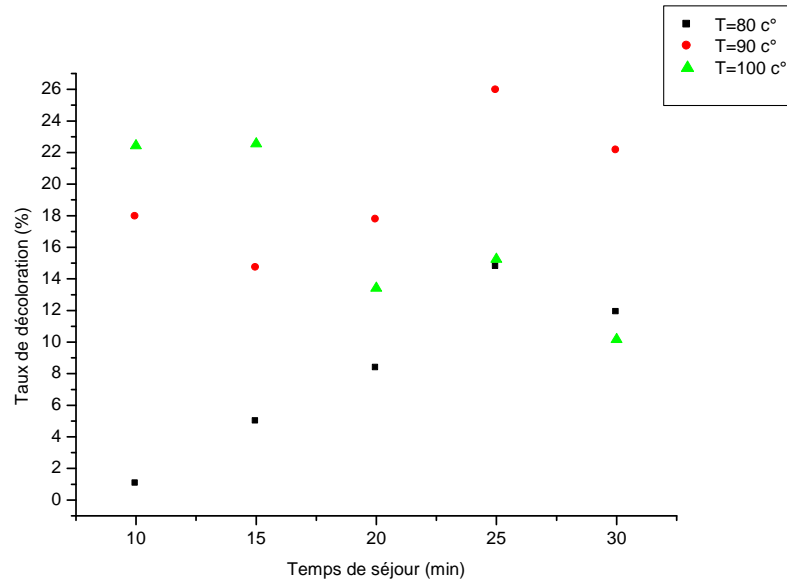


Figure 21-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,25$ g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm

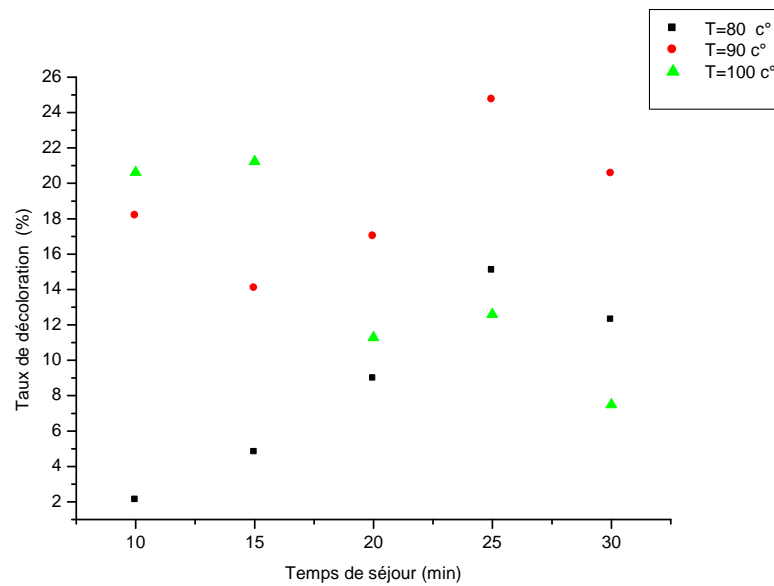


Figure 21-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,25$ g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm

• Résultats obtenus pour $m = 0.5 \text{ g}$

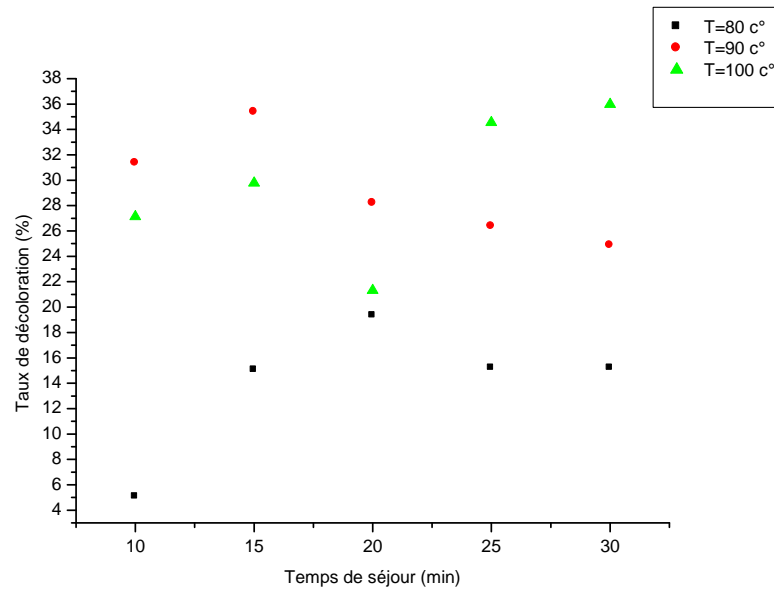


Figure 22-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,5 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda=475 \text{ nm}$

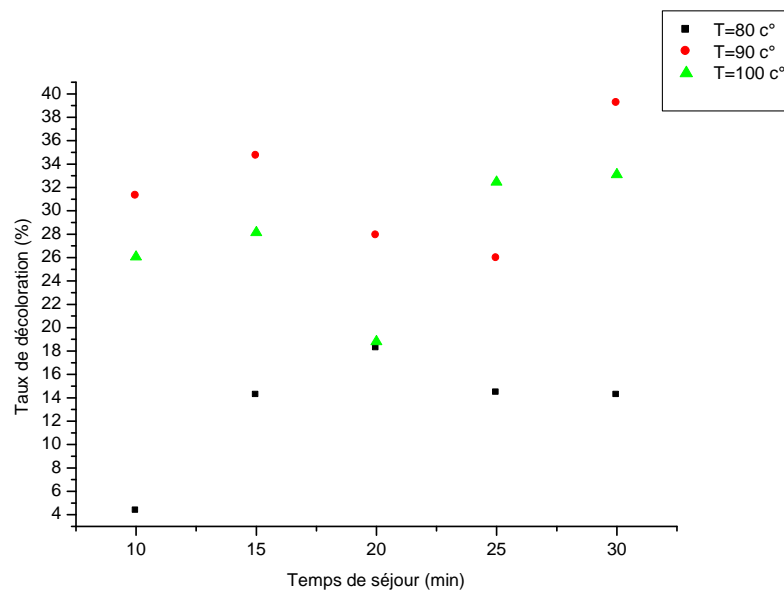


Figure 22-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,5 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda=446 \text{ nm}$

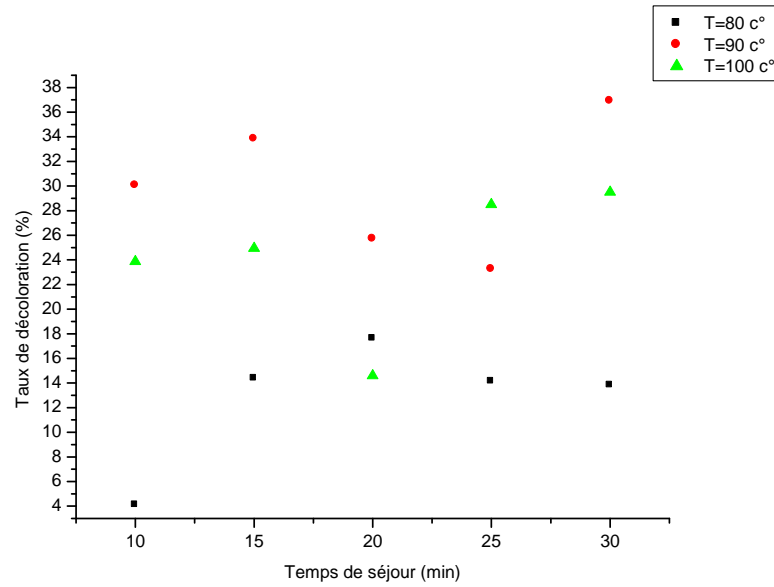


Figure 22-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,5$ g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm

- **Résultats obtenus pour $m = 0.75$ g**

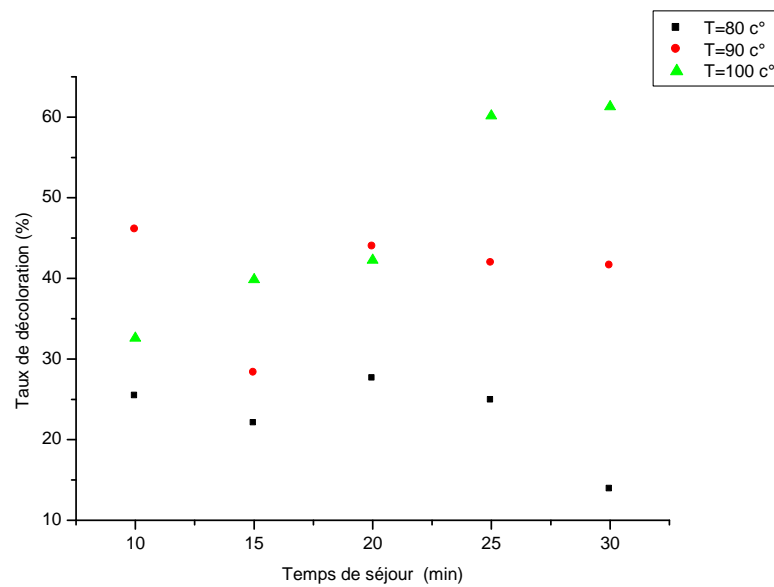


Figure 23-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,75$ g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm

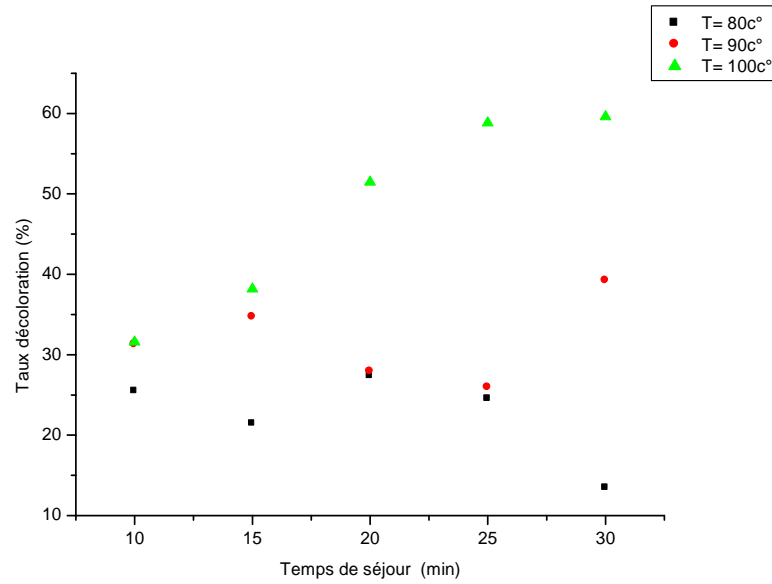


Figure 23-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,75$ g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm .

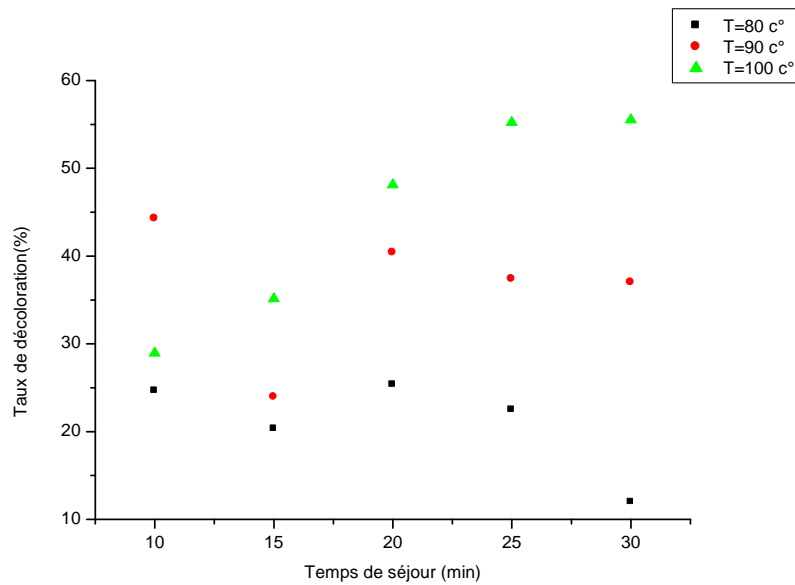


Figure 23-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 0,75$ g à la longueur d'onde $\lambda=423$ nm.

• Résultats obtenus pour $m = 1$ g

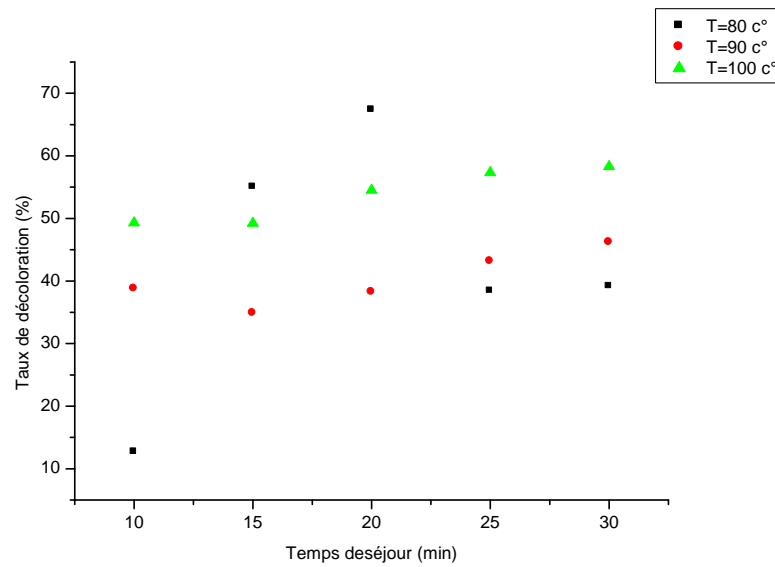


Figure 24-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1$ g à la longueur d'onde $\lambda=475$ nm.

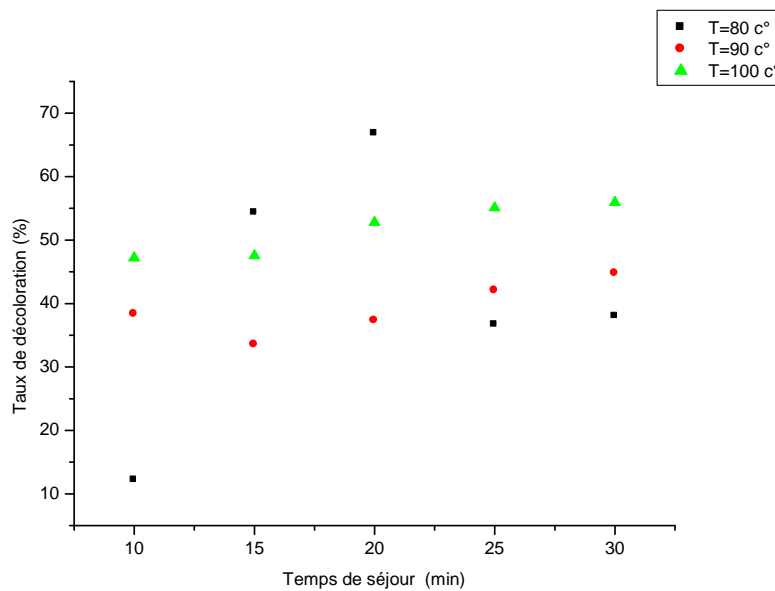


Figure 24-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1$ g à la longueur d'onde $\lambda=446$ nm.

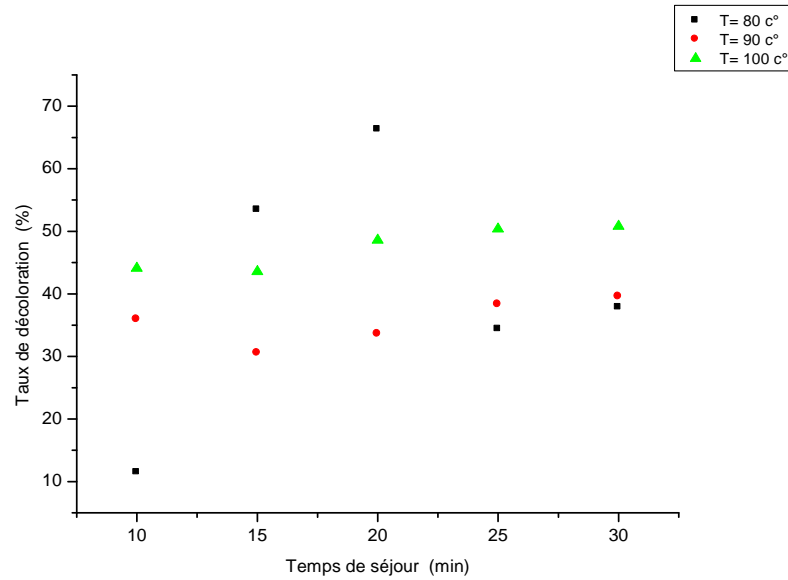


Figure 24-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1$ g à la longueur d'onde $\lambda = 423$ nm.

- **Résultats obtenus pour $m = 1.25$**

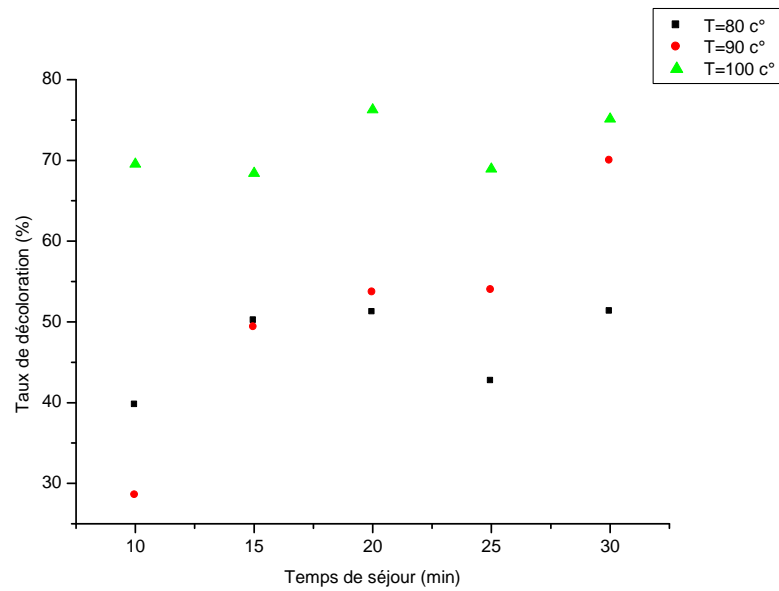


Figure 25-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.25$ g à la longueur d'onde $\lambda = 475$ nm.

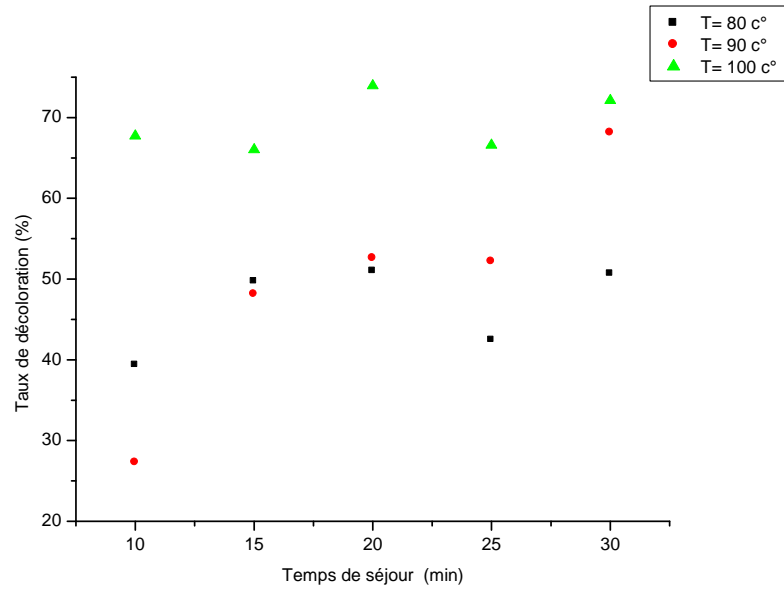


Figure 25-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.25 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 446 \text{ nm}$.

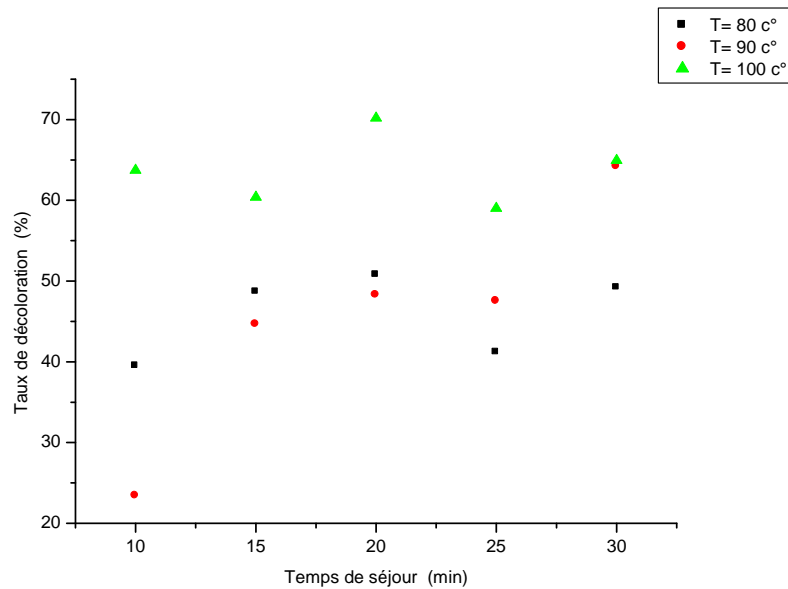


Figure 25-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.25 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 423 \text{ nm}$.

- **Résultats obtenus pour $m = 1.5 \text{ g}$**

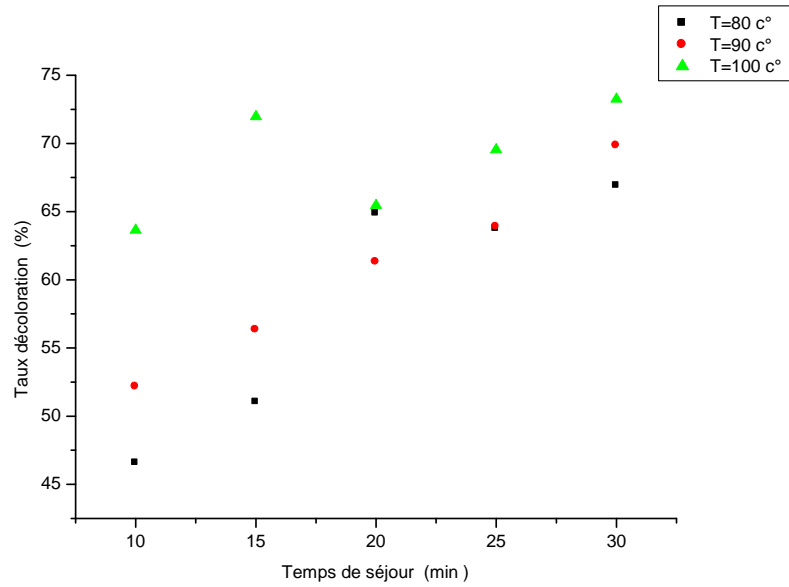


Figure 26-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.5 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 475 \text{ nm}$.

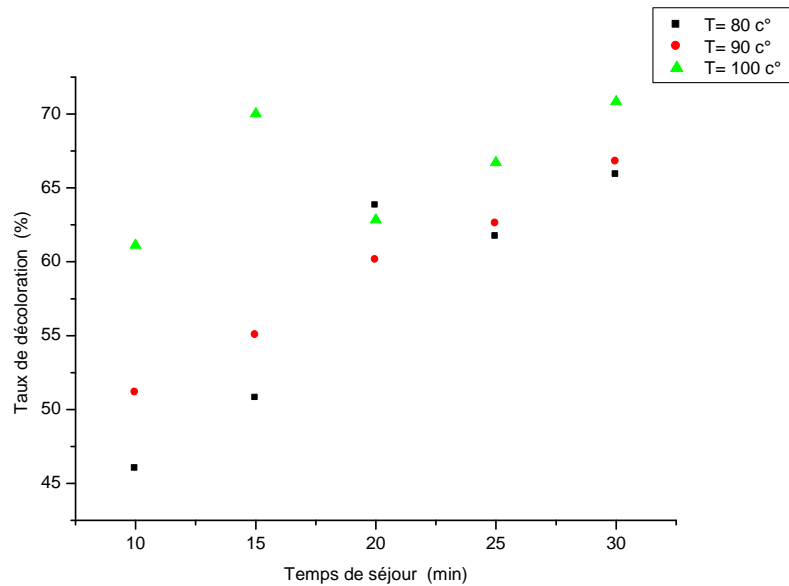


Figure 26-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.5 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 446 \text{ nm}$.

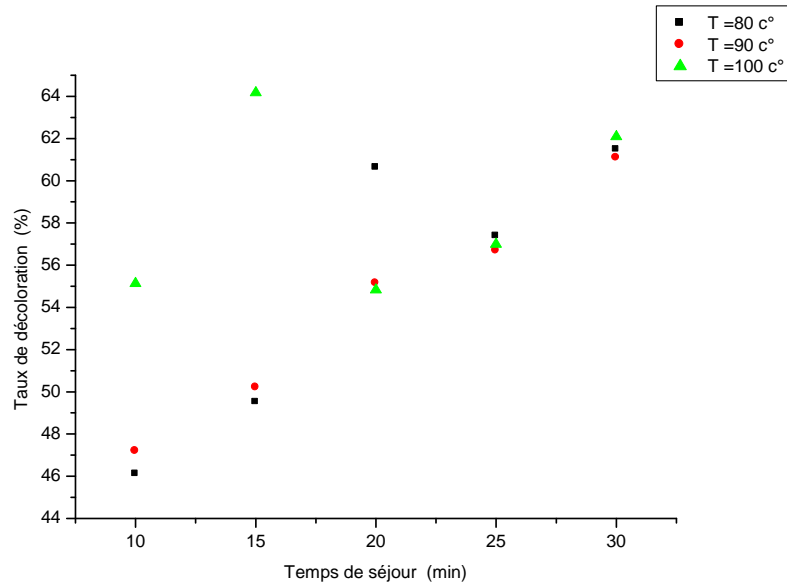


Figure 26-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.5 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda=423\text{nm}$.

- **Résultats obtenus pour $m = 1.75 \text{ g}$**

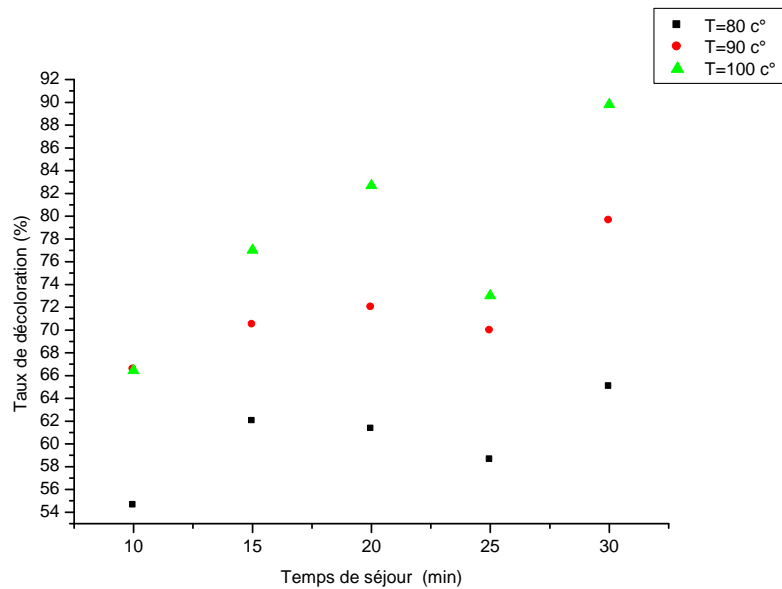


Figure 27-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.75 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda=475\text{nm}$.

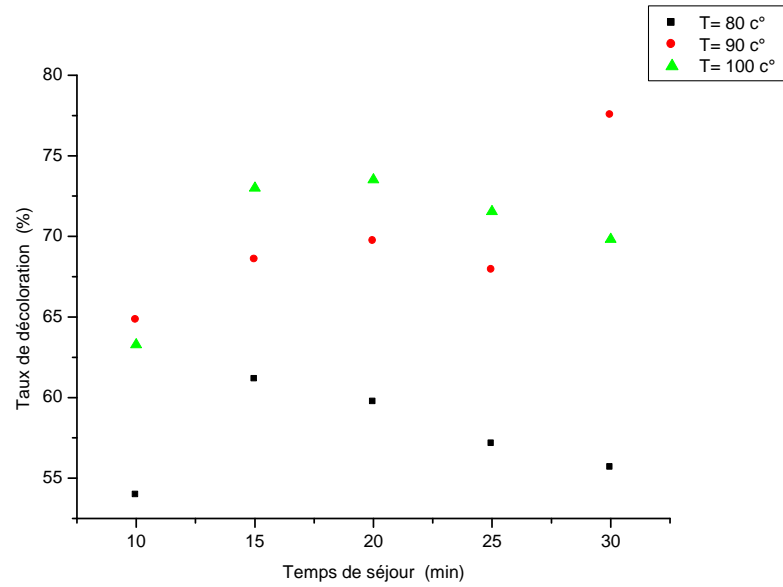


Figure 27-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.75 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 446 \text{ nm}$.

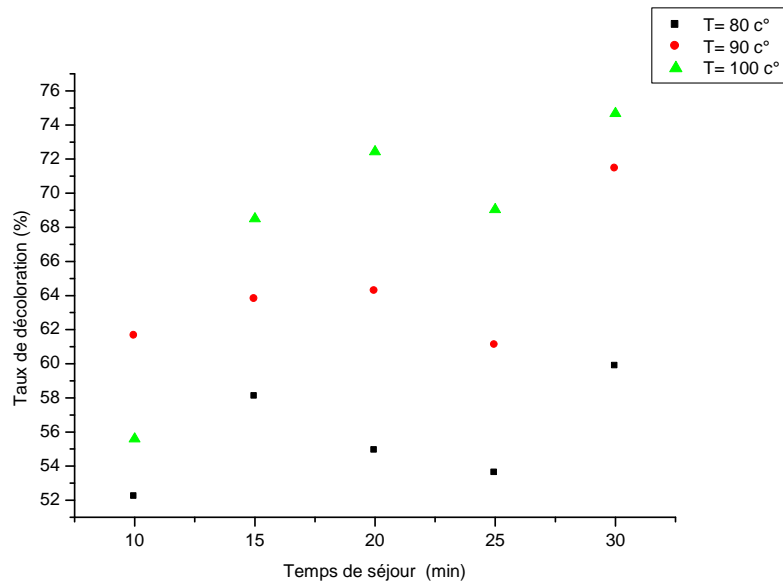


Figure 27-c : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 1.75 \text{ g}$ à la longueur d'onde $\lambda = 423 \text{ nm}$.

• Résultats obtenus pour $m = 2g$

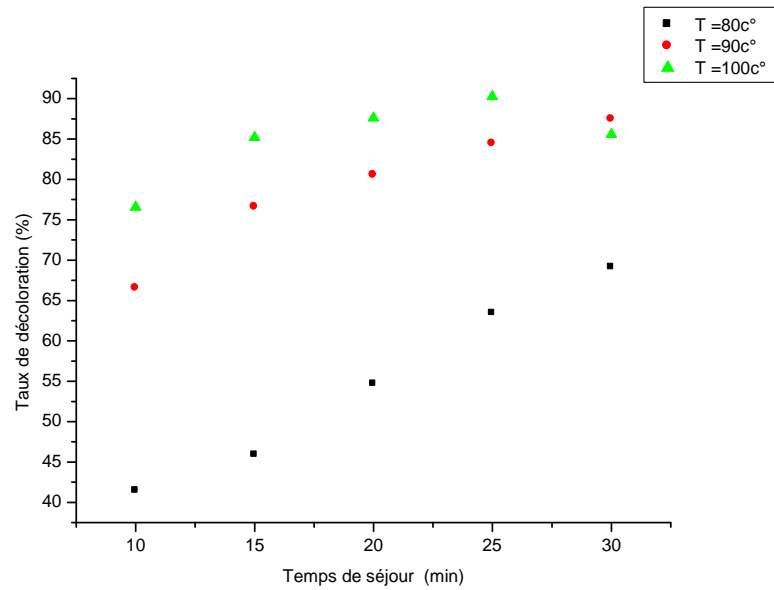


Figure 28-a : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 2 g$ à la longueur d'onde $\lambda=475nm$.

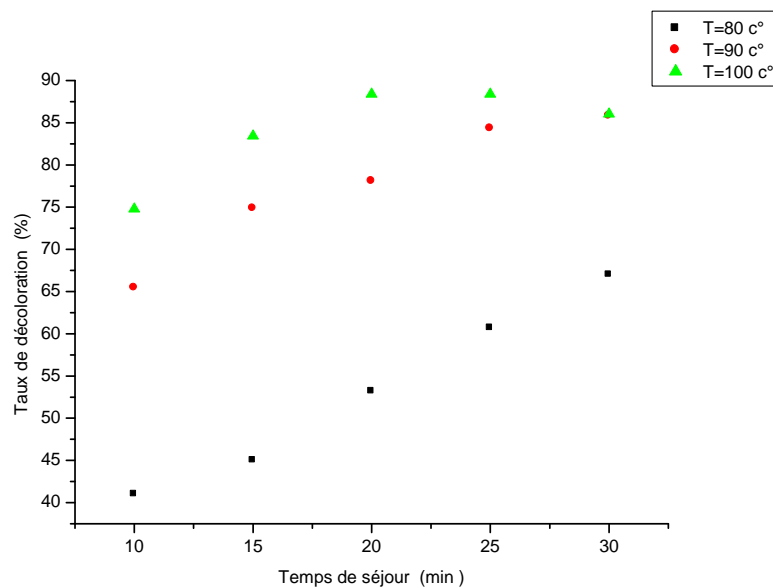
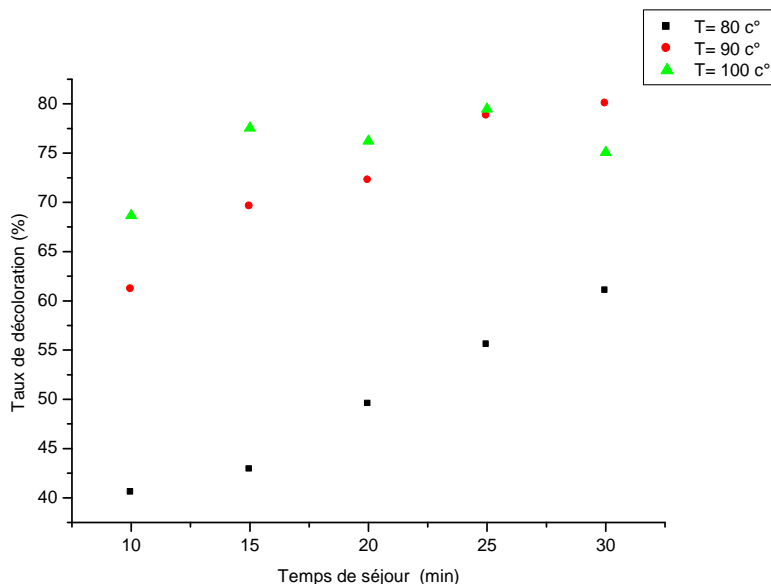


Figure 28-b : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour $m = 2 g$ à la longueur d'onde $\lambda=446nm$.



• **Figure 28-c** : variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjour pour m = 2 g à la longueur d’onde $\lambda=423\text{nm}$.

D’après les résultats illustrés sur les figures représentées précédemment, une convergence des indices de qualité (a et b-chlorophylle et le α -carotène) a été observée pour une même masse de terre décolorante, une même température et pour différentes longueurs d’ondes.

III.2 taux de décoloration optimale :

Le tableau ci-dessous représente les taux de décoloration optimale en fonction de différents paramètres (Température, temps du séjour et la masse de la décolorante). On a sélectionné uniquement les valeurs dépassant celle de 62, 37 qui est le taux de décoloration de l’huile traitée dans l’industrie)

Tableau 8 : Taux de décoloration optimale obtenus à partir des courbes ci-dessus.

Longueur d’onde(λ)	Température (c°)	Taux de décoloration (%)	Temps de séjour (min)	Masse de la terre décolorante (g)
λ_{475}	80	67,34693	20	1
	90	69,916	30	1.25
	100	69,53892	10	1.25
	100	76,26606	20	1.25
	80	64,852	20	1.5
	100	63,643	10	1.5
	100	71,957	20	1.5
	100	75,132	30	1.5
	90	66,51549	10	1.75
	90	70,44595	15	1.75
	90	71,95767	20	1.75
	90	79,591	30	1.75
	100	77,02191	15	1.75
	100	82,69085	20	1.75

	100	89,795	30	1.75
	90	76,56840	15	2
	90	80,49886	20	2
	90	84,42932	25	2
	90	87,4527	30	2
	100	76,56840	10	2
	100	85,18518	15	2
	100	87,60393	20	2
	100	90,24943	25	2
	100	85,5631	30	2
λ_{446}	80	66,77255	20	1
	100	67,72554	10	1.25
	100	73,95171	20	1.25
	80	65,8831	30	1.5
	100	70,01270	15	1.5
	90	68,55146	15	1.75
	90	69,69504	20	1.75
	90	77,5095	30	1.75
	100	72,99872	15	1.75
	100	73,50698	20	1.75
	90	74,84116	15	2
	90	78,08132	20	2
	90	84,30749	25	2
	90	85,7687	30	2
	100	74,77763	10	2
	100	83,41804	15	2
	100	88,37357	20	2
	100	88,37357	25	2
	100	86,0228	30	2
λ_{423}	80	66,25482	20	1
	100	63,70656	10	1
	100	70,19305	20	1
	100	64,16988	15	1.25
	90	63,78378	15	1.5
	90	64,24710	20	1.5
	90	71,4285	30	1.75
	100	68,49420	15	1.75
	100	72,43243	20	1.75
	100	69,03474	25	1.75
	100	74,67181	30	1.75
	90	69,57528	15	2
	90	72,20077	20	2
	90	78,764	25	2
	90	80	30	2
	100	68,64864	10	2
	100	77,52895	15	2
	100	79,45945	25	2

Après une analyse approfondie des résultats obtenus (enregistrés dans le tableau 8), on conclut que la masse, de la terre décolorante, optimale est estimée à 1g. Les paramètres optimisés qui correspondent à une meilleure décoloration de notre huile sont les suivants : Température : T (°C)= 80, Temps de séjour : t (min)=20.

III.3 RESULTATS DE LA SIMULATION

Une fois que le phénomène de la décoloration des huile par la bentonite est mis sous forme d'un modèle mathématique et le programme de simulation est réalisé on a procédé à son exécution en utilisant les données expérimentales (taux de décoloration et temps de séjours).

Plusieurs modèles on été testé à savoir : Logarithmique, exponentiel, polynomiales ... etc. D'après les critères de validité des modèles mathématiques proposés il s'avère que le modèle polynomial l'importe sur les autres.

Le modèle proposé est le suivant :

$$Y = C_1 + C_2X + C_3X^2 + C_4X^3 + C_5X^4 \quad \text{équation III-1}$$

Ce modèle est de la forme polynomiale avec les coefficients suivants :

$$C_1 = -6.551604 \quad ; \quad C_2 = -20.71178 \quad ; \quad C_3 = 3.876391 \quad ; \quad C_4 = -0.189459615 \quad ; \quad C_5 = 0.002834267$$

Le choix de modèle (équations (III)) présenté a été effectué sur la base des critères statistiques dans le tableau

III.4 Critères statistiques de modèle

Variance résiduelle et coefficient de corrélation :

Soit la différence : $(y_i - \bar{y}) = (y_i - \hat{y}_i) + (\bar{y} - \hat{y}_i)$ avec \bar{y} la moyenne arithmétique des y_i

$$\text{Avec } (y_i - \bar{y})^2 = ((y_i - \hat{y}_i) + (\hat{y}_i - \bar{y}))^2$$

$$(y_i - \bar{y})^2 = (y_i - \hat{y}_i)^2 + 2(y_i - \hat{y}_i) \cdot (\hat{y}_i - \bar{y}) + (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

$$\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 + \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i) \cdot (\hat{y}_i - \bar{y}) + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$$

Par bonne approximation nous entendons que $(y_i - \hat{y}_i)$ doit être minimum (ou nulle) dans un certain sens. $e = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 = 0$

$$\text{D'où : } (y_i - \hat{y}_i)^2 = 0$$

$$\Leftrightarrow \frac{2}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i) \cdot (\hat{y}_i - \bar{y}) = 0$$

Par conséquent,

$$\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 + \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 \quad \text{(III-2)}$$

De ce fait, la variance de y se décompose en deux termes : le second est expliqué et le premier (partie résiduelle) est inexpliqué par la régression linéaire. On note r le coefficient de corrélation entre la série y_1, y_2, \dots, y_n et la série $\hat{y}_1, \hat{y}_2, \dots, \hat{y}_n$.

Son carré r^2 noté R^2 s'interprète en terme variance expliquée il est appelé coefficient de détermination.

$$R^2 = \frac{\text{variance expliquée par la regression}}{\text{variance totale}} = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2} \quad (\text{III-3})$$

R^2 est la proportion de la variance de y expliquée par les variables explicatives. Il sert à tester la fiabilité de l'ajustement de y par \hat{y} .

Il est préférable d'utiliser le coefficient de détermination corrigé \bar{R}^2 donné par la formule suivante :

$$\bar{R}^2 = R^2 - (1 - R^2) \cdot (m-1/n-m) \quad (\text{III-4})$$

la quantité : $S_r^2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2$ est la partie non expliquée par régression. Elle est appelée variance résiduelle. La relation (III-2) peut s'écrire : $S_y^2 = R^2 S_y^2 + S_r^2$, d'où on déduit ;

$$S_r^2 = S_y^2 (1 - R^2) \quad (\text{III-5})$$

S_y^2 = variance totale de y

S_r^2 = variance inexpliquée par la régression ou variance résiduelle.

Test de validité de la régression

Il est fréquent de s'interroger sur la validité globale du modèle : le modèle est-il globalement explicatif ? Cela revient à tester l'hypothèse que tous les coefficients de régression soit simultanément nuls ; (H_0) ; « $C_1=C_2=\dots=C_m=0$ »

Le test de validité de la régression est basée sur la statistique : $\frac{1}{\delta^2} \sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2$.

δ^2 est la variance commune des écarts e_i [$e_i=(y_i - \hat{y}_i)$] dont la moyenne est nulle. Comme δ^2 est généralement inconnue, on la remplace par son estimateur sans biais S^2 .

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2}{\frac{(n-m)}{(m-1)}}$$

On obtient la statistique :

$$F = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / (m-1)}{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 / (n-m)} = \frac{R^2 \cdot \frac{m-1}{1-R^2}}{n-m} \quad (\text{III-6})$$

Qui obéit à la loi de Fisher à $(m-1)$ et $(n-m)$ degré de liberté noté $F(m-1, n-m)$.

Pour un niveau α donné, on compare F_{obs} avec $F(m-1, n-m)$

Si $F_{\text{obs}} > F(m-1, n-m, \alpha) \Rightarrow$ on rejette l'hypothèse $(H_0) \Rightarrow$ le modèle est accepté.

Si $F_{obs} < F(m-1, n-m, \alpha) \Rightarrow$ on accepte l'hypothèse (H_0) \Rightarrow le modèle est rejeté.

Signalons que $F(m-1, n-m, \alpha)$ est une fractale lue sur la table de Fisher.

Tableau 9. Critères statistiques

Variance résiduelle	Coefficient de corrélation (%)	<u>Les tests student</u> Les tests Student tabulé $T(n-m, \alpha/2) = 1$					Le Fischer calculé	Le Fischer tabulé
		T (C ₁)	T (C ₂)	T (C ₃)	T (C ₄)	T (C ₅)		
0.174	1						2559.198	4.95
		1.2757404	3.730006	8.383364	11.62875	13.77072		

Les résultats des critères statistiques illustrés dans le tableau 9 montrent :

- Une variance résiduelle d'ordre de 0.174, ce qui explique que toutes les informations, sur le phénomène, sont portées.
- La valeur trouvée du Coefficient de corrélation est plus importante par rapport à d'autres modèles testés.
- Les valeurs des tests Student indiquent que tous les Coefficient du modèle sont retenus, car elles sont supérieures à la valeur du Student tabulée.

La valeur du test de Fischer calculée est beaucoup plus grande que la valeur du test de Fischer tabulée, ce qui nous valide le modèle en entier.

III.4. ETUDE COMPARATIVE

La présentation graphique du modèle sélectionné, illustrée en figure 20, donne pour une masse de la terre décolorante de 1g, les paramètres optimales suivants : un taux de décoloration de 69.0346% et un temps de séjour de 18 minutes.

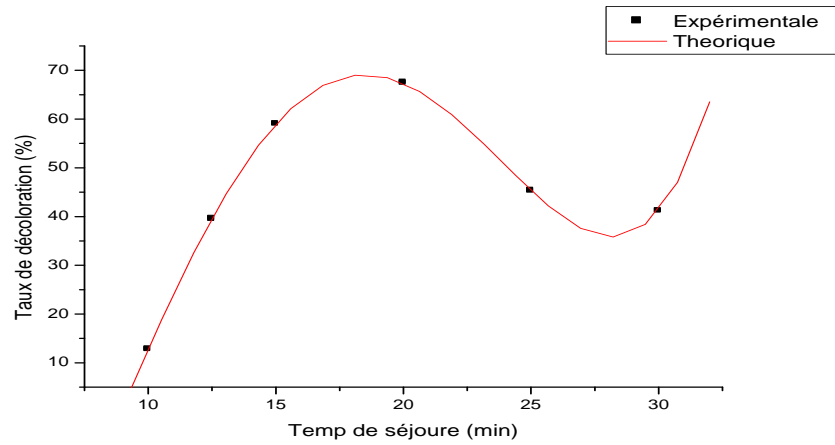


Figure 29 : La variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjours.

Les résultats présentés sur le tableau 10 montrent que le modèle proposé donne des résultats meilleurs avec une réduction de temps de séjours à 18 minutes et une augmentation de taux de décoloration à 69.0346%.

Tableau 10. Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la Simulation

	Masse (g)	Température (°C)	Temps de séjours (min)	Taux de décoloration
Expérimental	1	80	20	67,34693
Simulation	1	80	18	69.0346

CONCLUSION

L'Huile brute contient des pigments de carotène et de chlorophylle, qui sont des colorants nuisibles; qui dénature l'huile en diminuant sa valeur marchande.

Pour donner à l'huile une nature claire ; en valorisant sa qualité, on lui fait subir une opération industrielle appelé procédés de décoloration.

Dans cette étape l'huile subit un traitement d'adsorption par un solide minéral, appelé terre décolorante. L'opération de décoloration est influencée par plusieurs paramètres à savoir la température, la durée du contact entre l'huile et la terre décolorante, ainsi que la masse du l'adsorbant.

L'optimisation de ces trois paramètres nous permet, d'une part d'obtenir une huile débarrassée de ces colorants toute en minimisant la quantité de terre décolorante, par conséquent diminuer la quantité du déchet industrielle polluant qui sont par ailleurs rejeté dans l'environnement. Sans subir aucun traitement

Alors, pour solutionner ce problème nous avons optés ; d'abord à faire varier trois paramètres, on s'inspirant des conditions opératoires utilisées dans les industries du raffinage des huiles. Ensuite, l'analyse des résultats obtenus a permis de choisir la condition idoine permettant d'effectuer la modélisation par la méthode des moindres carrés ou la régression.

Ce modèle mathématique obtenu, a été réalisé sous langage fortran et suite à des tests dits « Critères statistiques » satisfaisants, le modèle de type polynomial a été retenu et validé.

Le modèle validé précédemment, nous a permis d'obtenir une meilleure qualité du produit fini avec un temps de séjour de 18 minutes inférieur à celui des résultats expérimentaux et avec un taux de décoloration supérieur à celui obtenu expérimentalement.

Au cours de notre travail, nous avons conclu que les conditions optimales de décoloration de l'huile pour l'obtention d'un produit avec une couleur appréciable étaient les suivantes:

Température : 80 (°C)

Masse de terre décolorante : 1 (g)

Temps de séjour : 20 (minute)

Au terme de cette étude nous présumons avoir atteint l'objectif tracé au départ, car l'application de ces trois paramètres signalés précédemment, nous ont permis de décolorer l'huile avec un taux de décoloration de 69.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] **LOUAZANI, M.A Cherif**, < Décoloration d'une huile végétale par la bentonite de MAGHNIA activée par l'acide chlorhydrique>. Mémoire d'ingénieur. Institut national agronomique (I.N.A) (1990).
- [2] **S.AGGAZ, L.HANIFI**, < Etude comparative entre le procédé chimique et le procédé enzymatique pour le raffinage de l'huile de soja>. Mémoire d'ingénieur Université Abderrahmane Mira (Bejaia). (2007).
- [3] **S. Cailler, S. Hennin**, <Minéralogie des argiles tome II (classification et nomenclature)> Technique et documentation, (1982).
- [4] **G. PHILIPONNAT, B. HUBERT**. <Fondations et ouvrages en terre>, pp21-32(2007).
- [5] **L. AMIROUCHE**. <Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes>. Mémoire de magister. Université Mouloud Mammeri (TIZI-OUZOU). (2011).
- [6] **S. BENDOUI**. <Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture>. Mémoire de magister. Université de Boumerdes (2009).
- [7] **N. BOUGDAH**. < Etude de l'adsorption de micropolluants organique sur la bentonite>. Mémoire de magister. Université Skikda (2007).
- [8] **A. BOUKERROUI**, Thèse de Doctorat Es-Science, USTO Oran. (2002).
- [9] **Y. SARIKAYA, M. ONAL, B. BARAN, T. ALEMDAROGLU**, « The effect of thermal treatment on some of the physicochemical properties of a bentonite », Clays and Clay Minerals N° (18), pp557-562. (2000)
- [10] **E. BOJEMUELLER, A. NENNEMANN, G. LAGALY**, « Enhanced pesticide adsorption by thermally modified bentonites », Applied Clay Science N° (18), pp 277–284. (2001)
- [11] **W. P. GATES, J. S. ANDERSON, M.D. RAEN, G. J. CHURCHMAN**, « Mineralogy of a bentonite from Miles, Queensland, Austria and characterisation of its acid activation products », Applied Clay Science N° (20), pp 189-197.(2002)

- [12] **P. KUMAR, R. V. JASRA, T. S. G. BHAT**, «Evolution of porosity and surface acidity in montmorillonite clay on acid activation», *Industrial and Engineering Chemistry Research* N° (34), pp1440-1448. (1995).
- [13] **E. GONZALEZ-PRADAS, E. VILAFRANCA-SANCHEZ, M. VILAFRANCA-SANCHEZ, F. DEL DEL REY-BUENO, A. VALVERDE-GARCIA, A. GARCIA-RODRIGUEZ**, «Evolution of surface properties in a bentonite as a function of acid and heat treatment», *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* N° (52) , pp211-218. (1991)
- [14] **P. KOMADEL, D. SCHMIDT, J. MADEJOVA, B. CICEL**, «Alteration of smectites by treatments with hydrochloric acid and sodium carbonate solution», *Applied Clay Science* N° (5), pp113-122. (1990)
- [15] **W. J. MILES**, «Crystalline silica analysis of Wyoming bentonite by x-ray diffraction after phosphoric acid digestion», *Analytica Chimica Acta* N° (286), pp97-105. (1994)
- [16] **L. KOTAI, B. KAZINCZY, I. GACS, K. SZENTMIHALYI, A. KESZLER, K. SZASZ**, «Utilization of nitric acid wastes from bleaching earth production», *Engineering Chemistry Research* N° (39), pp3920-3925. (2000)
- [17] **A. GIL, G. GUIU, P. GRANGE, M. MONTES**, «Preparation and characterisation of micro porosity of silica-alumina pillared clays », *Journal of Physical Chemistry* N° (99) pp301-312. (1995)
- [18] **I. TRAC, P. KOMADEL, D. MULLER**, « Acid-treated montmorillonite: a study by Si and Al MAS NMR », *Clay Minerals* N° (29), pp11-19. (1994)
- [19] **T. JUNMAO, W. ZHANGSHENG, S. XIFANG, X. XIAOLIN**, «Adsorption kinetic of β - Carotene and Chlorophyll onto Acid activated Bentonite in Model oil», *Chinese Journal of Chemical Engineering* N° (16), pp270-276.(2008)
- [20] **M. A. DIDI, B. MAKHOUKHI, A. AZZOUZ, D. VILLEMIN**, «Colza oil bleaching through optimized acid activation of bentonite. A comparative study», *Applied Clay Science* N°(42), pp 336-344. (2009)
- [21] **R. FRANCOIS**, « Les industries des corps gras », *Technique et Documentation Paris* (1974).

- [22] **E. SABAH, M. C. INAR, M. S. C. ELIK**, « Decolorization of vegetable oils: Adsorption mechanism of β -carotene on acid-activated sepiolite», Food Chemistry N° (100), pp1661–1668. (2007)
- [23] **J. P. WOLL**, « Manuel d'analyse des corps gras», Edition Azoulay Paris (1968).
- [24] **J. DENISE**, « Raffinage des corps gras», In : manuel des corps gras Tome 2, ed.Tec.Doc.Paris, Lavoisier, pp 789-842. (1992)
- [25] **A. BOUKERROUI, S. OUALI M., Z. DERRICHE** « Décoloration d'une huile alimentaire par une bentonite activée au chlorure d'ammonium». Journal de la Société Algérienne de Chimie 9 (2) pp. 237-245 (1999).
- [26] **W. ZSCHAU**, Bleaching of fats and oils, European Journal of lipid Science and Technology, vol: 103, N° (8). Aout (2001)
- [27] **CHRISTIDIS, G.E et KOSIARI, Sotiria**. < Decolorization of vegetable oils: A study of the mechanism of adsorption β -carotène by an acid-activated bentonite from CYPRUS, Clays and Clay Minerals >, Vol. 51, N°(3),pp327–333.(2003)
- [28] **FRANCISCO, R. VALENZUELA** Diaz and Persio de Souza Santos. Studies of the acid activation of BRAZILIAN smectitic clays, Quin Nova. Vol 24, N°(3), pp345-353, (2001).
- [29] **D.R. ERICKSSON. et H WIDERMANN.L**, <Huile de soja, Méthode de traitement et utilisation Actuelle>, ASA, (1989).
- [30] **ONAL, Muserrel**. The effect of acid activation on some physicochemical properties of a bentonite, Turk J chem. N° (26),pp409-416. (2002)
- [31] **Y. BOUNOURI**. <Contribution à l'étude de l'adsorption d'un colorant textile basique par un complexe argile-oxyde métallique, modélisation par la méthode des plans d'expériences >.Mémoire de Magister université de Bejaia (2010).
- [32] **A. ZOUAUI, H. MAKHLOUFI**, <Optimisation des paramètres de la décoloration des huiles végétales (soja, tournesol)>, mémoire de fin d'études d'ingénieur université de Bejaia (2009).
- [33] **TH. DAHMANI, R. KIROUANI**, <Essais de décoloration des huiles végétales>, mémoire d'ingénieur, Université de Bejaia. 2008.

- [34] **J. GORNAY**, <Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acide grasse application à la valorisation chimique des déchets lipidiques>, thèse de doctorat (2006).
- [35] **R. RAHMANI**, <Contribution à l'optimisation de la Décoloration de L'huile de Soja au sein de COGB (UP 07)>, Université de Bejaia. Mémoire d'ingénieur. (2006)
- [36] **K. ZERMANI, S. ATMANI**, <Analyse physico-chimiques de l'huile de tournesol à l'état brut et au cours du raffinage au niveau de CO.G.B «La Belle»>.Mémoire d'ingénieur université de Bejaia (2007)
- [37] **H. MOHDEB, N. N ABET**, <Contribution à l'optimisation de la démulgation de l'huile de soja>, Université de Bejaia. Mémoire d'ingénieur (2006).
- [38] **K. DEHOUCHE, W. AMZAL**, < suivi du procédé d'hydrogénation au niveau de l'entreprise de CO-G-B «La Belle»>. Université de Bejaia, Mémoire d'ingénieur (2007).
- [39] **H. BAZIZ, N. SIFI**, <suivi de procédé de fabrication de la margarine et étude de ses caractéristiques physico-chimiques>.Universite de Bejaia mémoire d'ingénieur. (2008).
- [40] **Anne ROSSIGNOL-CASTERA**, Institut des Corps Gras, ITERG, rue Monge, Parc Industriel, 33600 Pessac.
- [41] Revue français des corps gras (sep/oct. 1991, vol. 38).
- [42] Oléagineux, Revue internationale des corps gras (1988).
- [43] **DEBRUYNE**, Ignace. Soja : <transformation et aspect industriels>, Technique de l'ingénieur F 6030, 128-9064 mars 2001.
- [44] **CHETEL, Henri**. <Introduction à la biochimie et la Technologie des aliments>, Technique et doc –Lavoisier, pp 243-265. (1977)
- [45] **A. POUZET**, <manuel des corps gras>, Technique et Doc, Paris. 787 p, (1992).
- [46] Oléagineux, Corps Gras, Lipides. <Evolution technologiques et corps gras>,pp 45-51, Janvier - Février 1997.
- [47] **A. KARLESKIND**, <manuel des corps gras tome 2>, Editions Tec et Doc, Lavoisier : Paris, pp 1571-1578, (1992).

[48] **G. Linder, D. Lorient**, <Biochimie agro-industrielle>, Edition Masson, Paris, pp 287-338, (1994).

[49] **C. ALAIS, L. Guy, M. Laurent**, < Biochimie Alimentaire>, 5^{ème} édition de l'abrégé, Dunod, Paris, pp 61-71 (2003).

[50] **J. FRITSCH**, < Fabrication et Raffinage des huiles végétales>, Librairie Générale Scientifique & Industrielle, Paris VI, pp 432-479 (1905).

[51] **K. MOUSSACEB**, < Optimisation du système de gestion de l'homogénéisation du cru et du processus technologique de fabrication du ciment dans le système carrière usine de fabrication, Application aux cimenteries Algériennes>, Thèse de doctorat en génies des procédés (2007).

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Annexe I :

Les figures ci-dessous illustre la variation de l'absorbance de l'huile traité à l'échelle pilote en fonction de la longueur d'onde à différentes températures, une masse fixe et pour différents temps du séjour, qui sont réalisé sous un spectrophotomètre UV-visible

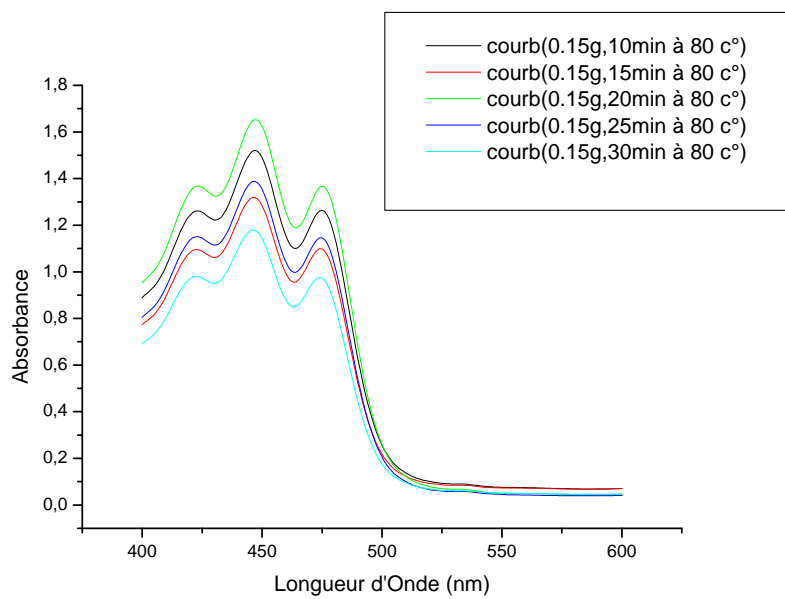


Figure a.1: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde .

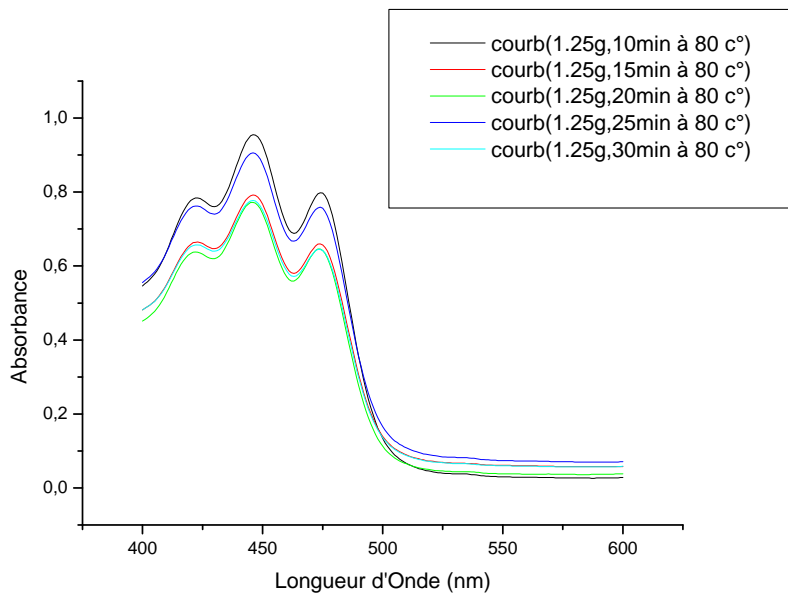


Figure a.2 : variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

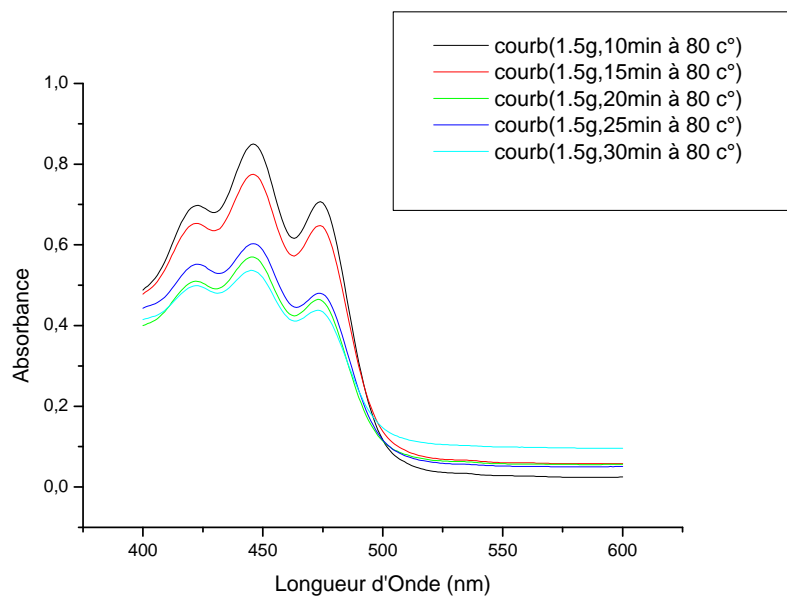


Figure a.3: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

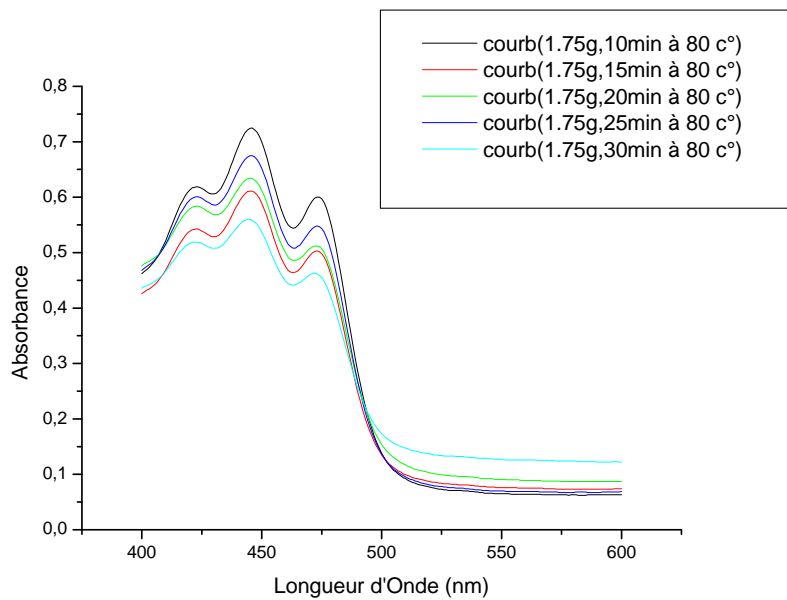


Figure a.4: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde .

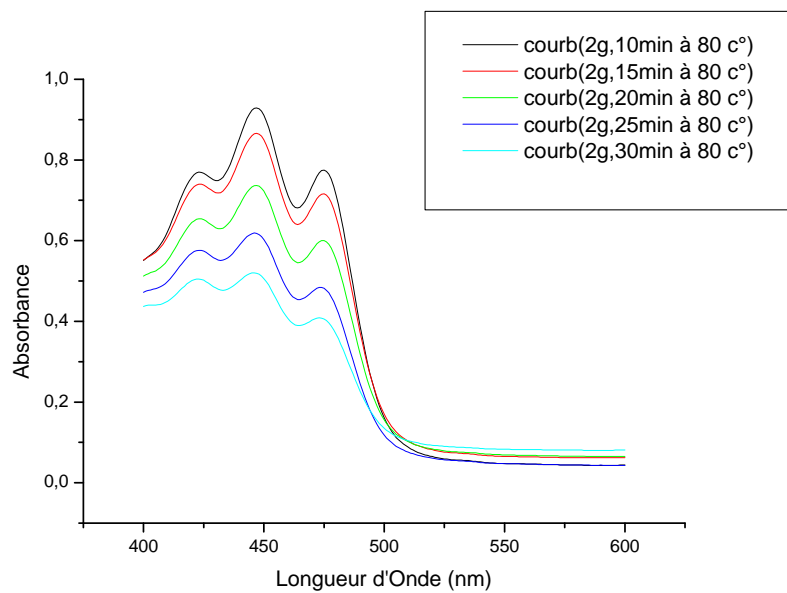


Figure a.5: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

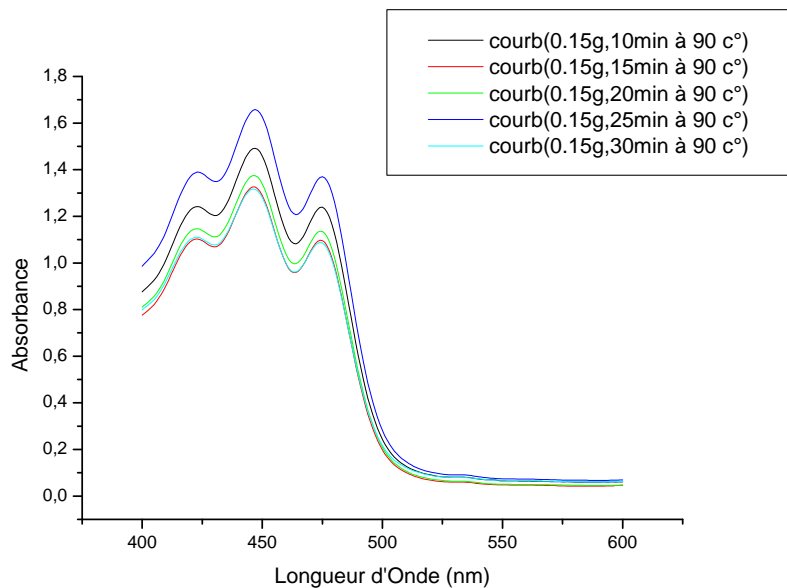


Figure b.1: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

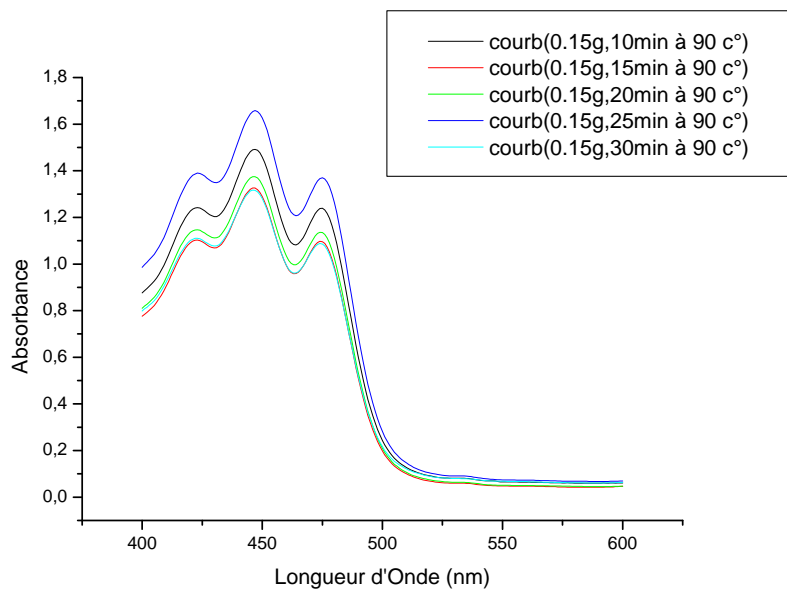


Figure b.2: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

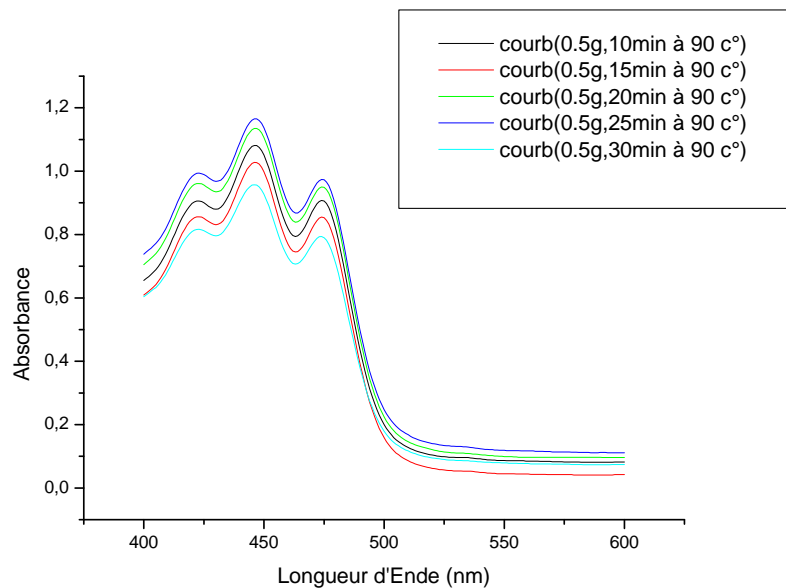


Figure b.3: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

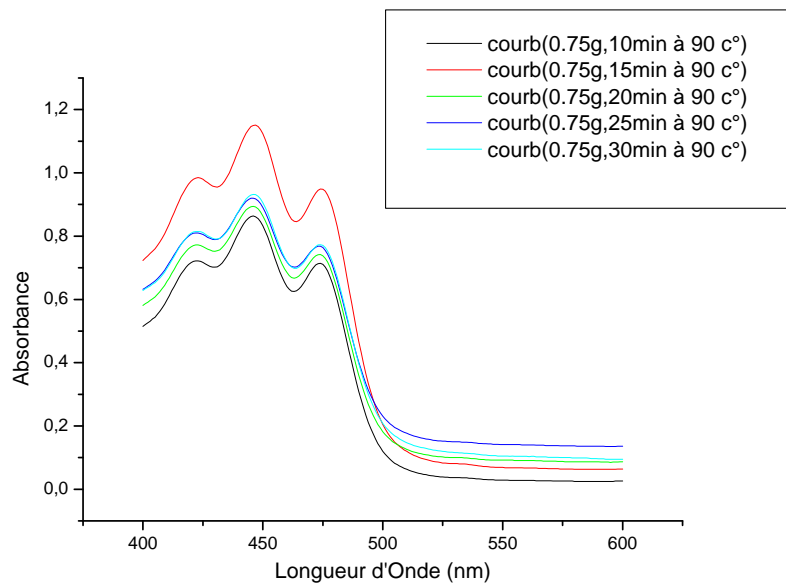


Figure b.4: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

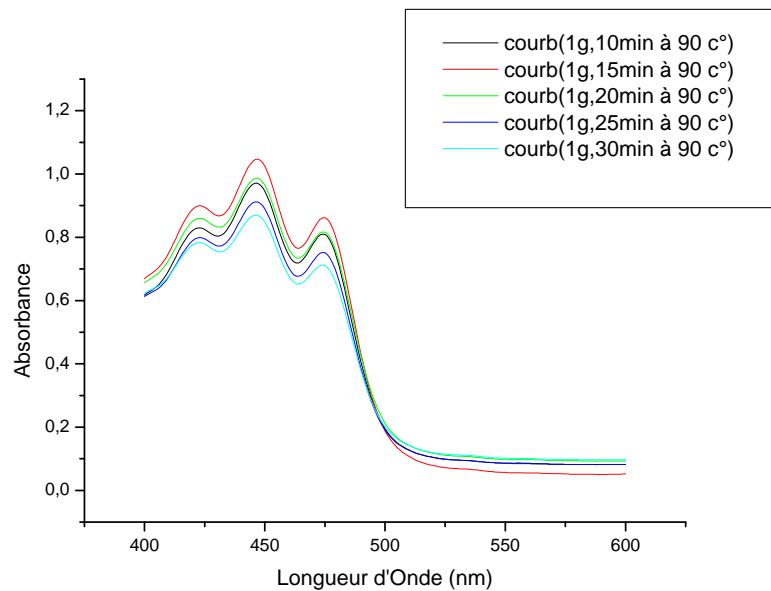


Figure b.5: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

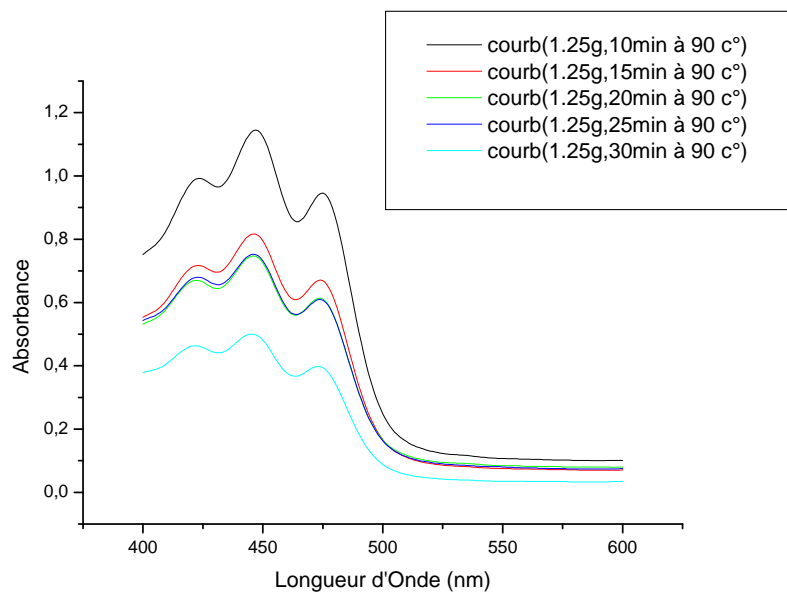


Figure b.6: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

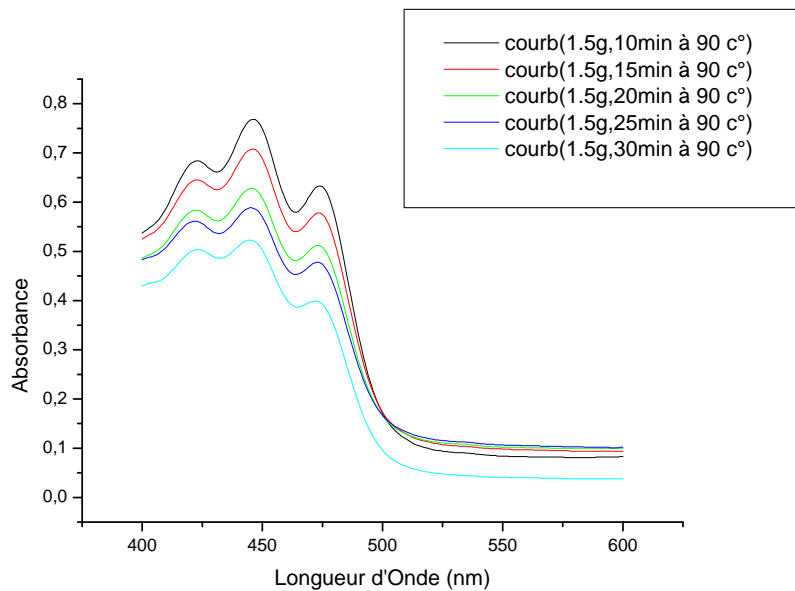


Figure b.7: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

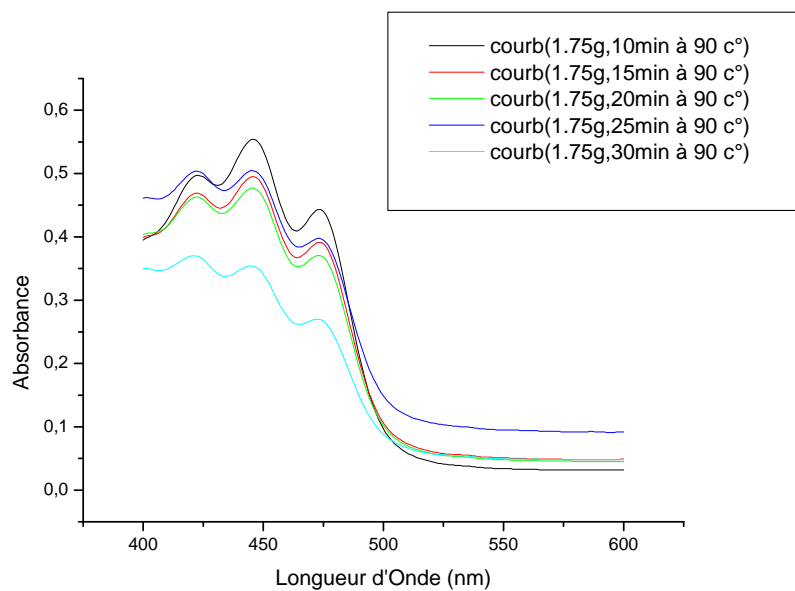


Figure b.8: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

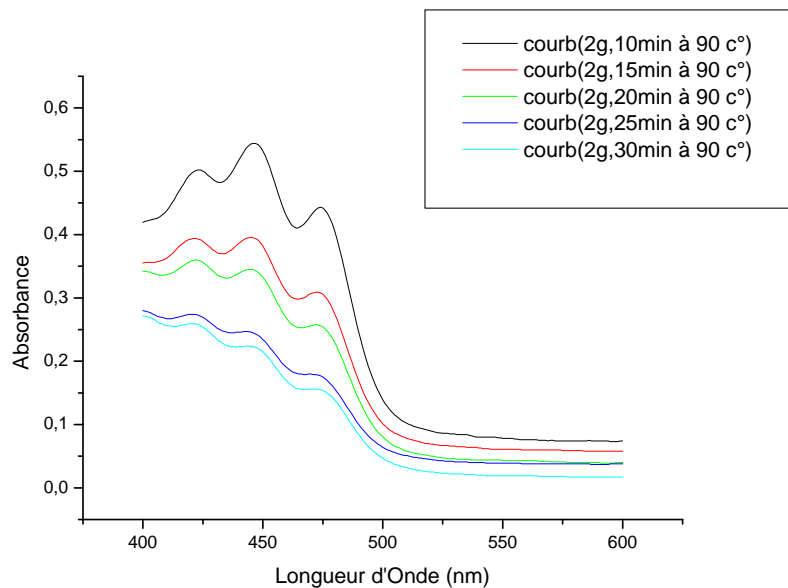


Figure b.9: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

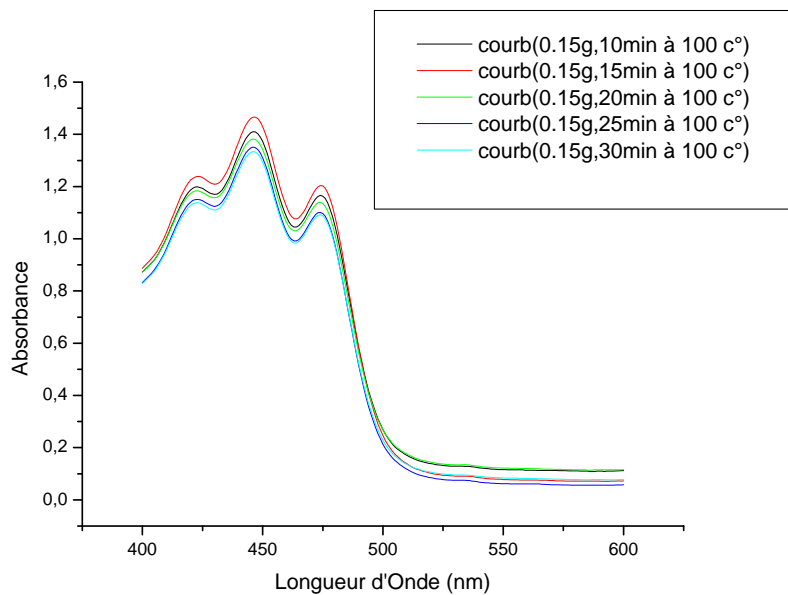


Figure c.1: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

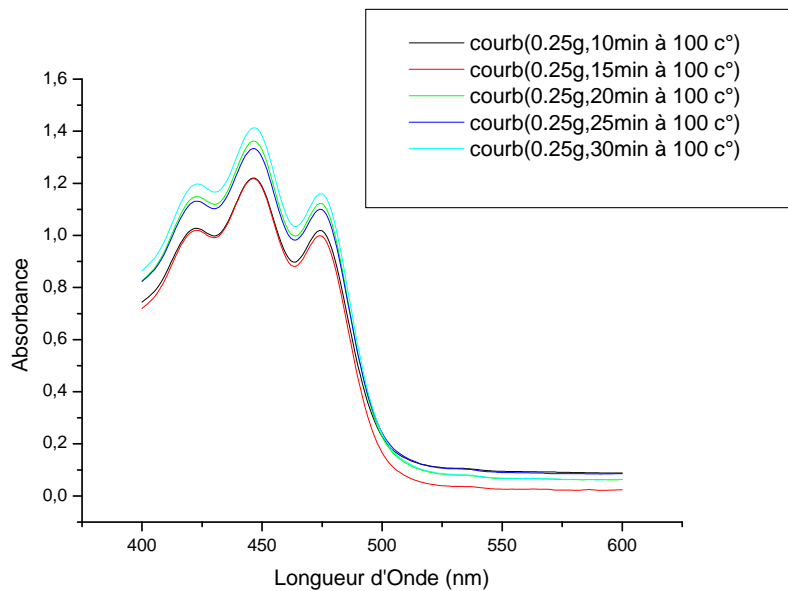


Figure c.2: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

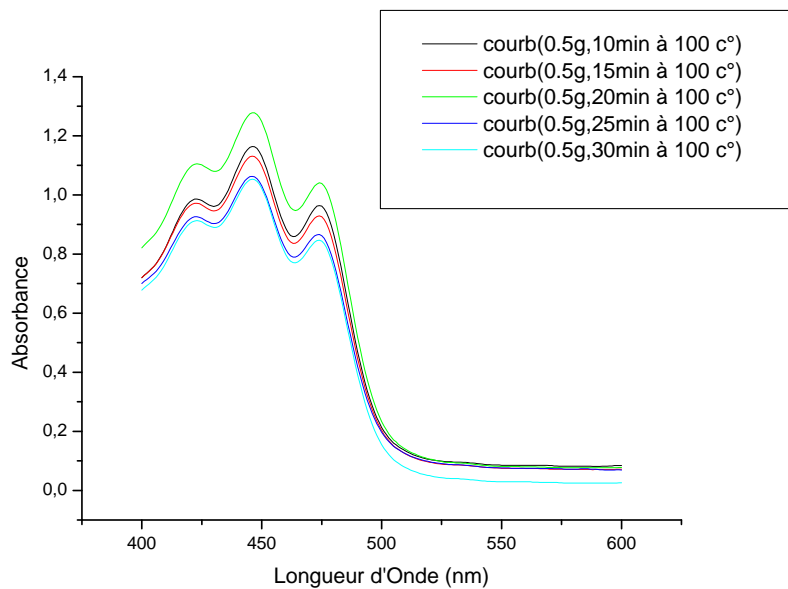


Figure c.3: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

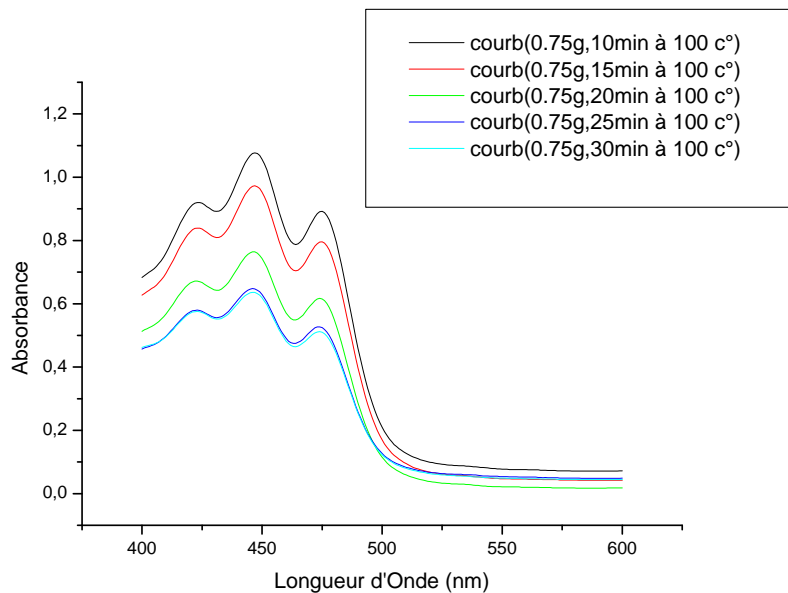


Figure c.4: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

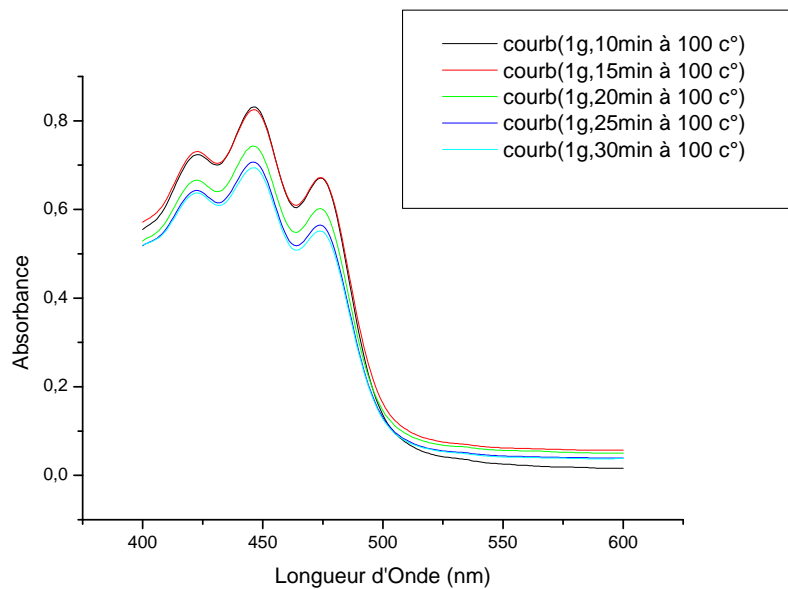


Figure c.5: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

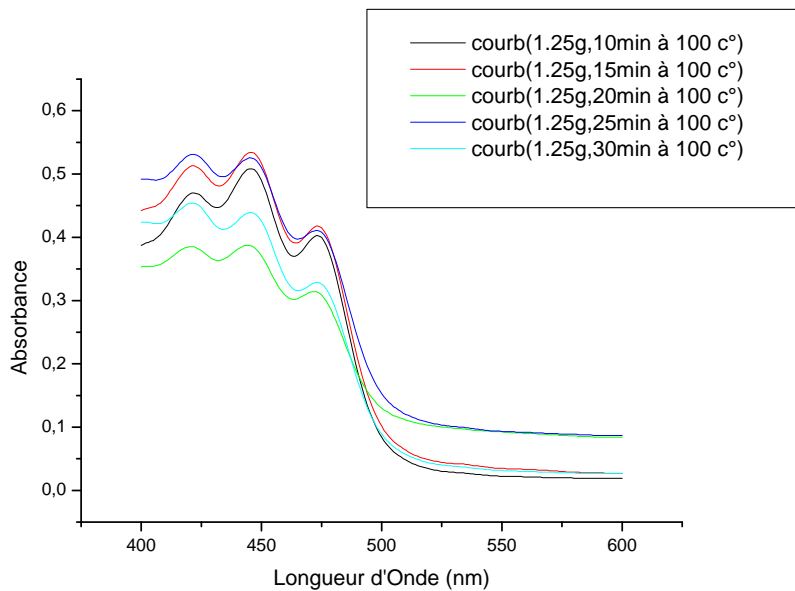


Figure c.6: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

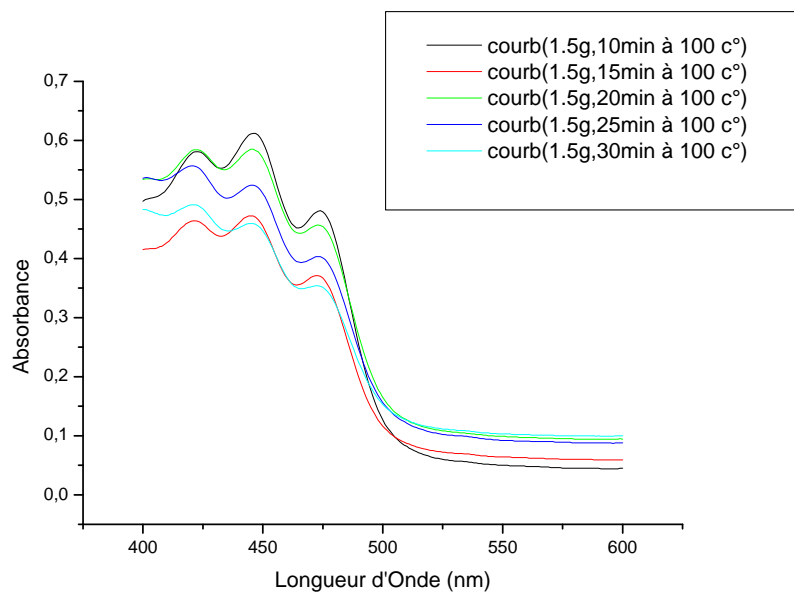


Figure c.7: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

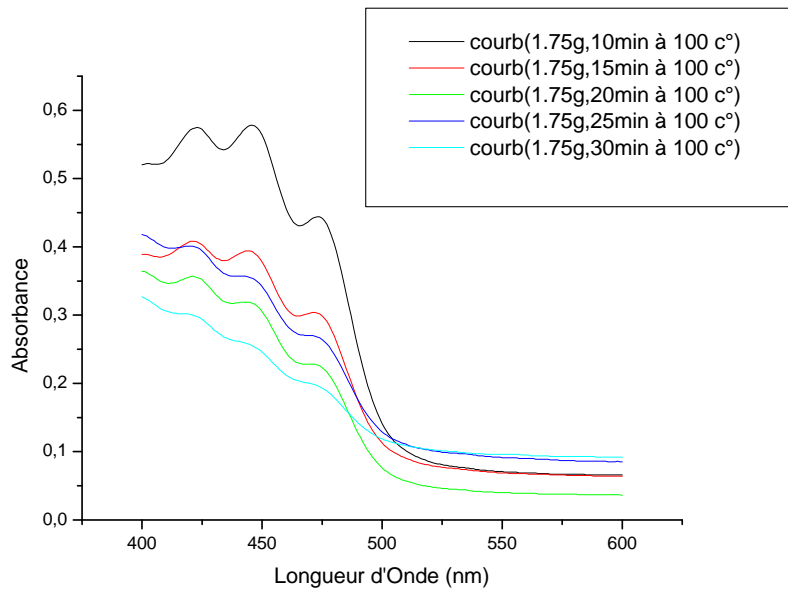


Figure c.8: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

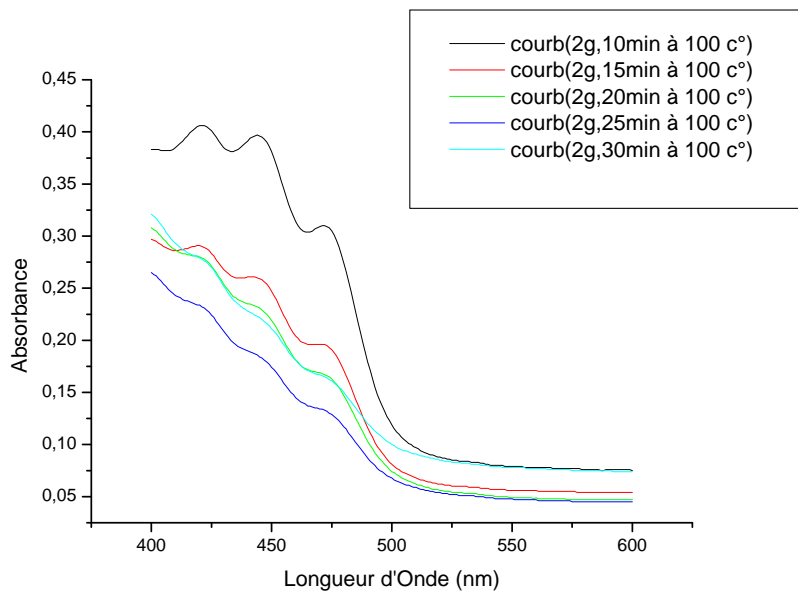


Figure c.9: variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde.

Annexe II :**Taux de décoloration en fonction du temps du séjour aux différentes températures, masses de terre décolorante et longueur d'onde.**

Les tableaux ci-dessous présentent la variation du taux de décoloration en fonction du temps de séjours aux différentes températures à une masse fixée.

X : les valeurs du temps de séjour (minute).

Y_{obs} : les résultats des tests effectués expérimentalement (Taux de décoloration (%)).

λ : longueur d'onde (nm).

Les résultats pour m = 0.15 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°
10	6.34920	4,45956	11,8669	3,367217	5,146124	10,41931	2,39382	4,09266	7,41312
15	17.0068	16,9312	8,99470	16,20076	15,75603	6,797966	15,3667	14,8262	4,32432
20	14.0589	0,90702	13,9077	5,146124	12,57941	12,19822	0,46332	11,4285	8,57142
25	0.83144	13,3030	16,7800	11,75349	1,397712	14,16772	11,1196	0,30888	11,1196
30	17.762	26,228	17,460	25,0952	16,3278	15,24777	26,563707	14,285714	12,123552

Les résultats pour m = 0.25 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°
10	2,116402	18,89644	22,97808	1,016518	17,91613	22,42693	2,084942	18,14671	20,61776
15	6,046863	14,89040	24,48979	4,955527	14,67598	22,55400	4,787644	14,05405	21,23552
20	9,750566	18,29176	15,11715	8,322744	17,72554	13,40533	8,957528	16,98841	11,27413
25	15,72184	26,2282	16,7800	14,73951	25,92121	15,24777	15,05791	24,71042	12,58687
30	13,37868	22,6757	12,2448	11,8805	22,1092	10,1651	12,2779	20,540	7,4903

Les résultats pour m = 0.5 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°	Y_{obs} pour T=80c°	Y_{obs} pour T=90c°	Y_{obs} pour T=100c°
10	5,064247	31,36810	27,1352	4,320203	31,25794	26,04828	4,092664	30,03861	23,86100
15	15,04157	35,37414	29,7808	14,23125	34,68869	28,14485	14,36293	33,82239	24,94208
20	19,34996	28,19349	21,3151	18,23379	27,89072	18,80559	17,60617	25,71428	14,59459
25	15,19274	26,37944	34,5427	14,42185	25,92121	32,46505	14,13127	23,24324	28,49420
30	15,192	24,867	35,978	14,2312	39,1994	33,1003	13,8223	36,9111	29,498069

Les résultats pour m = 0.75 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	25,39682	46,03174	32,57747	25,47649	31,25794	31,57560	24,6332	44,2471	28,95752
15	21,99546	28,26908	39,83371	21,41041	34,68869	38,18297	20,3088	23,9382	35,13513
20	27,58881	43,91534	42,25245	27,31893	27,89072	51,46124	25,3281	40,3861	48,10810
25	24,86772	41,87452	60,16628	24,52350	25,92121	58,83100	22,4710	37,3745	55,21235
30	13,8321	41,57218	61,3	13,4053	39,1994	59,5933	11,969	36,988	55,521

Les résultats pour m = 1 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	12,69841	38,77551	49,28193	12,13468	38,31003	47,20457	11,42857	35,90733	44,09266
15	55,02645	34,84504	49,20634	54,32020	33,48157	47,52223	53,43629	30,50193	43,55212
20	67,34693	38,24640	54,49735	66,77255	37,29351	52,79542	66,25482	33,59073	48,57142
25	38,39758	43,15948	57,2940	36,65819	41,99491	55,08259	34,36293	38,30115	50,34749
30	39,153	46,182	58,276	37,9923	44,7268	55,9085	37,8378	39,5366	50,81081

Les résultats pour m = 1.25 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	39,68253	28,49584	69,53892	39,32655	27,25540	67,72554	39,45945	23,39768	63,70656
15	50,11337	49,28193	68,40513	49,68233	48,09402	66,01016	48,64864	44,63320	60,38610
20	51,17157	53,59032	76,26606	50,95298	52,54129	73,95171	50,73359	48,26254	70,19305
25	42,63038	53,89266	68,93424	42,4396	52,16010	66,58195	41,15830	47,49034	58,99613
30	51,247	69,916	75,1322	50,6353	68,10673	72,1092	49,1891	64,1698	64,9420

Les résultats pour m = 1.5 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	46,560	52,154	63,643	45,99745	51,14358	61,11817	46,10038	47,18146	55,13513
15	51,020	56,311	71,957	50,76238	55,01905	70,01270	49,49806	50,19305	64,16988
20	64,852	61,300	65,457	63,78653	60,10165	62,83354	60,61776	55,13513	54,82625
25	63,718	63,869	69,538	61,6899	62,5794	66,70902	57,374517	56,679536	56,988417
30	66,893	69,916	75,132	65,8831	66,7725	70,83862	61,46718	61,08108	62,08494

Les résultats pour m = 1.75 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	54,57294	66,51549	66,43990	53,93900	64,80304	63,27827	52,20077	61,62162	55,59845
15	61,98034	70,44595	77,02191	61,11817	68,55146	72,99872	58,06949	63,78378	68,49420
20	61,30007	71,95767	82,69085	59,72045	69,69504	73,50698	54,90347	64,24710	72,43243
25	58,57898	69,91685	73,01587	57,11562	67,91613	71,53748	53,59073	61,08108	69,03474
30	65,003	79,591	89,795	55,6543	77,5095	69,8221	59,8455	71,4285	74,67181

Les résultats pour m = 2 g.

X	$\lambda = 475$			$\lambda = 446$			$\lambda = 423$		
	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°	Y _{obs} pour T=80c°	Y _{obs} pour T=90c°	Y _{obs} pour T=100c°
10	41,42101	66,51549	76,56840	40,97839	65,43837	74,77763	40,54054	61,15830	68,64864
15	45,88057	76,56840	85,18518	44,98094	74,84116	83,41804	42,85714	69,57528	77,52895
20	54,64852	80,49886	87,60393	53,17662	78,08132	88,37357	49,49806	72,20077	76,21621
25	63,41647	84,42932	90,24943	60,67344	84,30749	88,37357	55,5212	78,764	79,45945
30	69,085	87,4527	85,5631	66,9631	85,7687	86,0228	61,0038	80	75,05791

Annexe III:**Résultats obtenus lors de l'exécution de programme**

Etude de l'évolution de Taux de décoloration en en fonction de temps de séjour

Cas ou M= 2

LES PARAMETRES SONT LES SUIVANTS:

$$C(1)= 28.382180000000$$

$$C(2)= .844185900000$$

$$\text{Avec une erreur} = 1567.502000$$

$$\text{Moyenne des résidus} = 4.450480E-06$$

$$\text{Somme des résidus} = 2.670288E-05$$

$$\text{Variance expliquée par la régression} = 211.567900$$

$$\text{Le coeff.de détermination} = 1.189205E-01$$

$$\text{le Fisher} = 5.398856E-01$$

I	X	Yobs	Ycal	Residues:
1	10.0000	12.6984	36.8240	-24.1256
2	12.5000	39.6485	38.9345	0.7140
3	15.0000	59.0265	41.0450	17.9815
4	20.0000	67.3400	45.2659	22.0741
5	25.0000	45.3976	49.4868	-4.0892
6	30.0000	41.1530	53.7078	-12.5548

Le test de student est le suivant:

$$1 \quad 1.2335700000$$

6	30.0000	41.1530	34.8563	6.2967
---	---------	---------	---------	--------

Le test de student est le suivant:

1	-2.4451890000
---	---------------

2	3.4366530000
---	--------------

3	-3.2825020000
---	---------------

La variance résiduelle est = 113.794700

Test pour la validité de la régression:

Variance totale = 1779.069000

Var resid+var donnée par la regrées = 1779.069000

Les intervalles Dédé confiance de chaque paramètre:

1	-140.406100000000	-61.832670000000
---	-------------------	------------------

2	11.392620000000	20.097490000000
---	-----------------	-----------------

3	-.481919800000	-.265582600000
---	----------------	----------------

Cas ou M= 4

LES PARAMETRES SONT LES SUIVANTS:

C(1)= -323.554700000000

C(2)= 54.451070000000

C(3)= -2.443905000000

C(4)= .034440460000

Avec une erreur = 36.266370

Moyenne des résidus = 6.039937E-05

Somme des résidus	=	3.623962E-04
Variance expliquée par la régression	=	1743.255000
Le coff.de détermination	=	9.798692E-01
Le Fisher	=	32.045390

I	X	Yobs	Ycal	Residues:
1	10.0000	12.6984	11.0060	1.6924
2	12.5000	39.6485	42.4901	-2.8416
3	15.0000	59.0265	59.5694	-0.5429
4	20.0000	67.3400	63.4286	3.9114
5	25.0000	45.3976	48.4139	-3.0163
6	30.0000	41.1530	40.3557	0.7973

Le test de student est le suivant:

1	-5.7069060000
2	5.6639540000
3	-4.8219900000
4	4.1010940000

La variance résiduelle est = 18.133190

Test pour la validité de la régression:

Variance totale = 1779.069000

Var resid+var donnée par la regrées = 1779.522000

Les intervalles Dédé confiance de chaque paramètre:

1	-377.415300000000	-269.694200000000
2	45.318140000000	63.584010000000
3	-2.925388000000	-1.962421000000
4	.026462480000	.042418440000

Cas ou M= 5

LES PARAMETRES SONT LES SUIVANTS:

$$C(1) = -6.551604000000$$

$$C(2) = -20.711780000000$$

$$C(3) = 3.876391000000$$

$$C(4) = -0.189459600000$$

$$C(5) = 0.002834267000$$

Avec une erreur	=	1.740603E-01
Moyenne des résidus	=	-1.041094E-04
Somme des résidus	=	-6.246567E-04
Variance expliquée par la régression	=	1781.819000
Le coeff.de détermination	=	1.000000
Le Fisher	=	2559.198000

I	X	Yobs	Ycal	Residues:
1	10.0000	12.6984	12.8528	-0.1544
2	12.5000	39.6485	39.3950	0.2535
3	15.0000	59.0265	59.0184	0.0081
4	20.0000	67.3400	67.5754	-0.2354
5	25.0000	45.3976	45.2281	0.1695

6	30.0000	41.1530	41.1948	-0.0418
---	---------	---------	---------	---------

le test de student est le suivant:

1	-1.2757404000
2	-3.7300060000
3	8.3833640000
4	-11.6287500000
5	13.7707200000

La variance résiduelle est = 1.740603E-01

Test pour la validité de la régression:

Variance totale = 1779.069000

Var resid+var donnée par la regrées = 1781.993000

Les intervalles Dédé confiance de chaque paramètre:

1	-29.123640000000	16.020440000000
2	-25.986890000000	-15.436670000000
3	3.437120000000	4.315663000000
4	-.204937300000	-.173981800000
5	.002638739000	.003029794000

RESUME

Dans ce travail, on a étudié les facteurs qui influent sur le phénomène de décoloration des huiles végétales, en l'occurrence l'huile de soja. L'étude concerne trois paramètres, à savoir le temps de séjour, la masse de terre décolorante et la température. Un modèle mathématique a été élaboré, puis implémenté dans le langage de programmation FORTRAN. Les résultats obtenus nous ont permis de déterminer les paramètres optimums permettant d'avoir un gain de temps et d'énergie supérieur à ceux communément pratiqués dans l'industrie.