



## Mémoire de Master

Présenté par :

- AKKOUICHE Syla
- KHALDI Fouzia

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

*Spécialité : Analyses chimiques*

**Thème :**

# Modélisation mathématique de la décoloration de l'huile de tournesol

Soutenu le : 29/06/2016.

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
AIT AHMED Nadia	Chimie	Présidente
BOUKEHIL Ghouzala	Chimie	Examinatrice
HENACHE Zahir	Chimie	Encadreur



## *Remerciements*

*Tout d'abord nous remercions le Bon Dieu de nous avoir donné la force et le courage d'achever ce modeste travail.*

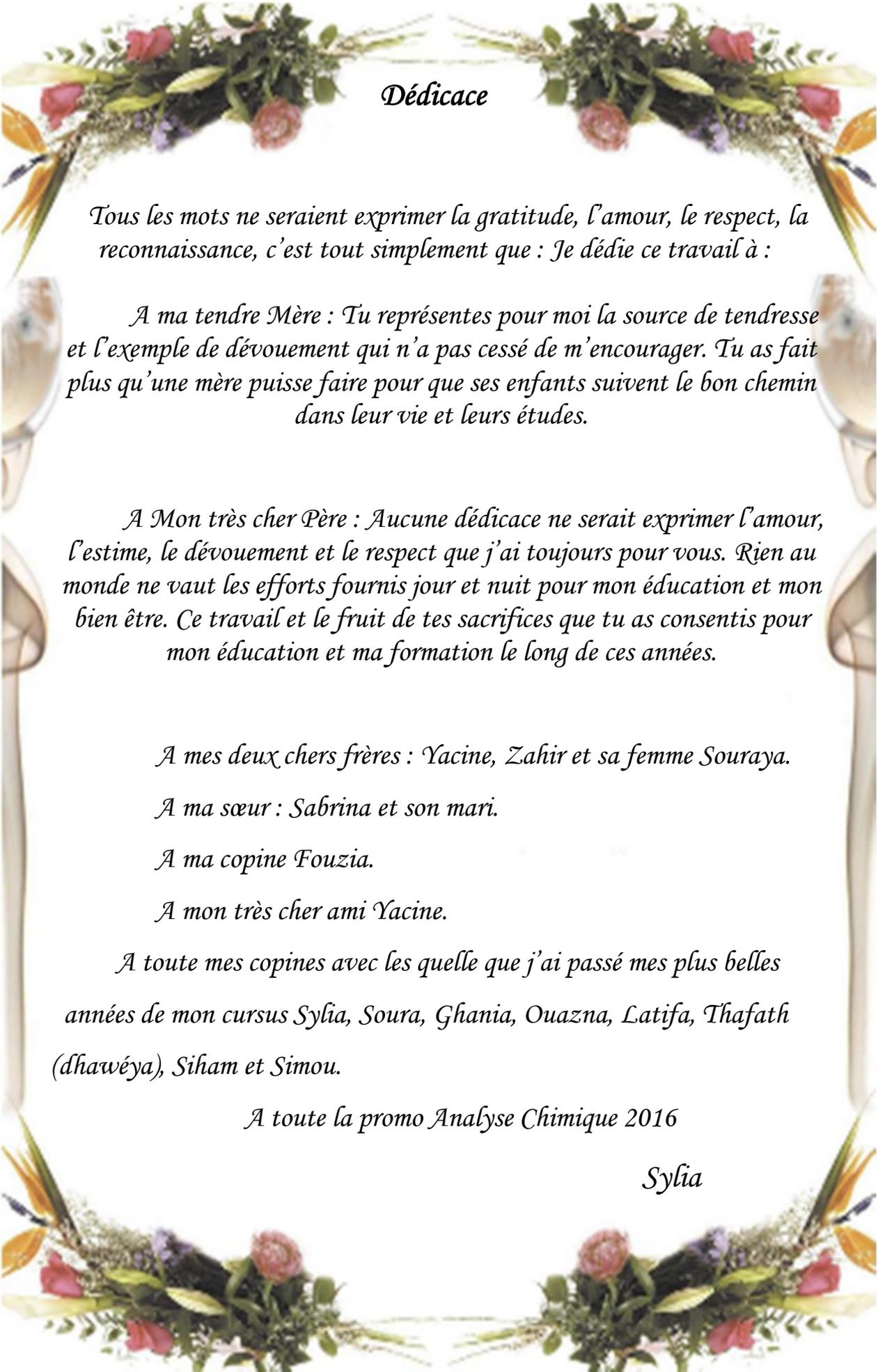
*Notre profonde gratitude va à notre promoteur Mr HENACHE Zahir pour l'honneur qu'il nous a fait en nous encadrant, pour ses précieux conseils, orientations et la confiance placée en nous et pour sa gentillesse.*

*Nous remercions les Membres du jury, Mme BOUKHIL Gh. pour avoir accepté d'examiner notre travail et Mme AIT AHMED N. de présider le jury.*

*Nos remerciements les plus sincères et les plus chaleureux vont, également, à toute la promo Analyse Chimique 2016 et à toutes les personnes qui ont cru en nous et qui nous ont aidés de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.*

*Sylia et Fouzia.*





## Dédicace

*Tous les mots ne seraient exprimer la gratitude, l'amour, le respect, la reconnaissance, c'est tout simplement que : Je dédie ce travail à :*

*A ma tendre Mère : Tu représentes pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.*

*A Mon très cher Père : Aucune dédicace ne serait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail et le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation le long de ces années.*

*A mes deux chers frères : Yacine, Zahir et sa femme Souraya.*

*A ma sœur : Sabrina et son mari.*

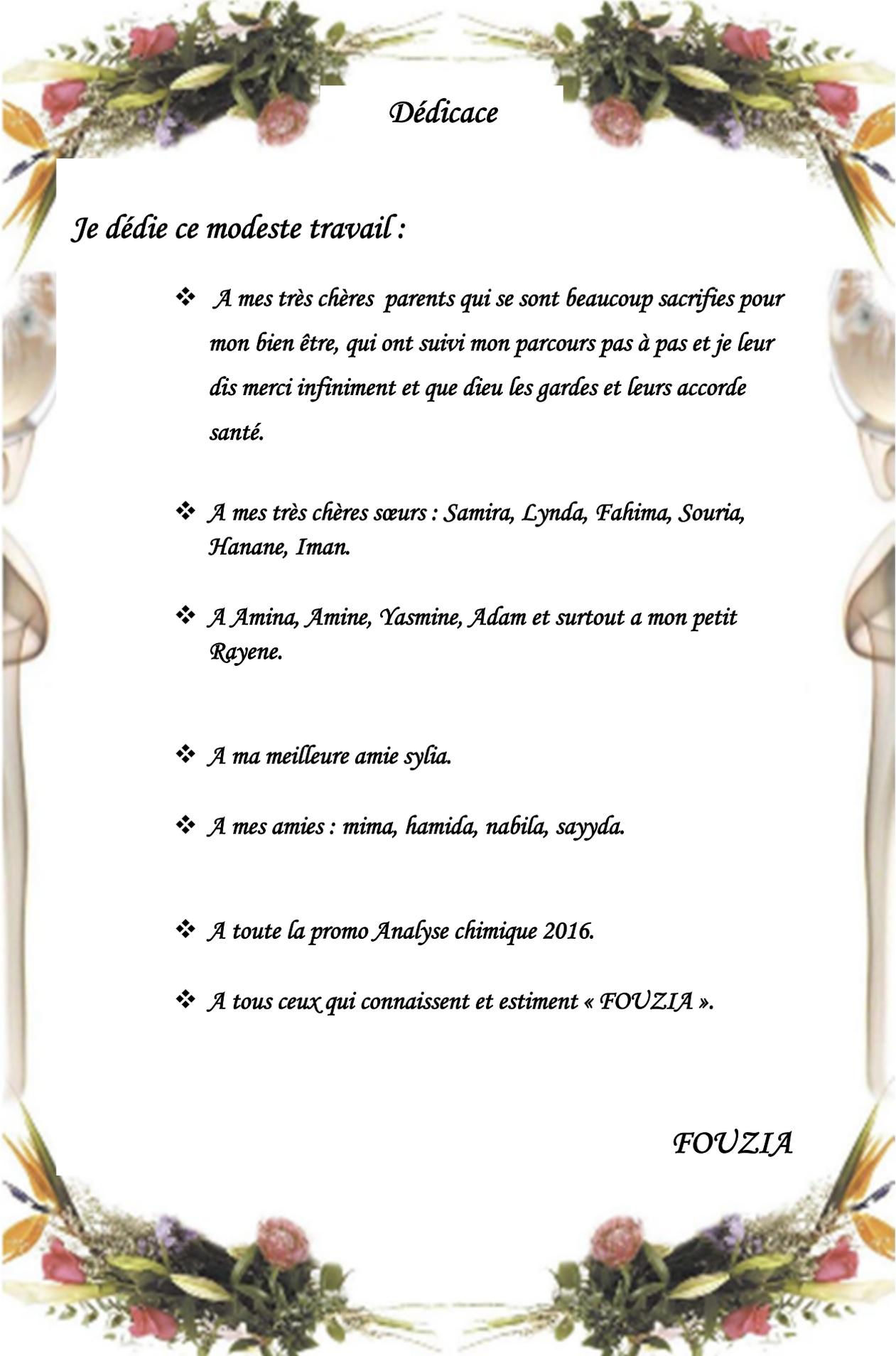
*A ma copine Fouzia.*

*A mon très cher ami Yacine.*

*A toute mes copines avec les quelle que j'ai passé mes plus belles années de mon cursus Sylia, Soura, Ghania, Ouazna, Latifa, Thafath (dhawéya), Siham et Simou.*

*A toute la promo Analyse Chimique 2016*

*Sylia*



## Dédicace

*Je dédie ce modeste travail :*

- ❖ *A mes très chères parents qui se sont beaucoup sacrifiés pour mon bien être, qui ont suivi mon parcours pas à pas et je leur dis merci infiniment et que dieu les gardes et leurs accorde santé.*
- ❖ *A mes très chères sœurs : Samira, Lynda, Fahima, Souria, Hanane, Iman.*
- ❖ *A Amina, Amine, Yasmine, Adam et surtout a mon petit Rayene.*
- ❖ *A ma meilleure amie sylvia.*
- ❖ *A mes amies : mima, hamida, nabila, sayyda.*
- ❖ *A toute la promo Analyse chimique 2016.*
- ❖ *A tous ceux qui connaissent et estiment « FOUZIA ».*

**FOUZIA**

# Sommaire

Liste des abreviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction ..... 1

## **Chapitre I: synthèse bibliographique**

I.1. Corps gras ..... 3

I.1.1. Introduction ..... 3

I.1.2. Origine ..... 3

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

I.1.3.1. Les lipides ..... 3

I.1.3.1.1. Les lipides simples ..... 3

I.1.3.1.2. Les lipides complexes ..... 4

I.1.3.2. Les insaponifiables ..... 5

I.1.3.2.1. Stérols ..... 5

I.1.3.2.2. Les cires ..... 5

I.1.3.2.3. Les pigments ..... 5

I.1.3.2.3.1. Les caroténoïdes ..... 5

I.1.3.2.3.2. Les chlorophylles ..... 6

I.1.4. Propriétés physiques et chimiques des corps gras..... 6

I.1.4.1. Propriétés physiques ..... 6

I.1.4.2. Propriétés chimiques ..... 7

I.2. Les argiles ..... 8

I.2.1. Définition ..... 8

I.2.2. Structure des argiles ..... 8

I.2.2.1. Couche octaédrique ..... 8

I.2.2.2. Couche tétraédrique..... 9

I.2.3. Classification des argiles ..... 10

I.2.3.1. Minéraux à 7 Å° ..... 10

I.2.3.2. Minéraux à 10 Å° ..... 10

I.2.3.3. Minéraux à 14 Å° ..... 10

I.2.3.4. Minéraux inter stratifiés ..... 10

I.3. Raffinage des huiles .....	10
I.3.1. Définition .....	10
I.3.2. Les différentes étapes du raffinage.....	10
I.3.2.1. Démucilagination ou dégommege.....	10
I.3.2.2. Neutralisation .....	10
I.3.2.3. Lavage .....	11
I.3.2.4. Séchage .....	11
I.3.2.5. Décoloration .....	11
I.3.2.6. Désodorisation.....	11
I.4. La décoloration .....	13
I.4.1. Introduction .....	13
I.4.2. Fonctionnement de la décoloration .....	13
I.4.2.1. Décoloration continue .....	13
I.4.2.2. Décoloration discontinue.....	13
I.4.3. Les facteurs influençant la décoloration .....	13
I.4.3.1. Le temps de contact.....	13
I.4.3.2. La température .....	14
I.4.3.3. La terre décolorante.....	14
I.4.3.4. Le vide .....	14
I.4.3.5. L'humidité.....	14
I.4.3.6. L'agitation .....	14
I.5. Adsorption.....	15
I.5.1. Principe de l'adsorption .....	15
I.5.2. Procède de la décoloration .....	15
I.5.2.1. Adsorption chimique .....	15
I.5.2.2. Adsorption physique .....	15
I.5.2.2.1. Charbon actif.....	15
I.5.2.2.2. Terres décolorantes naturelles.....	15
I.5.2.2.3. Terres décolorantes activées.....	16
I.6. Modélisation .....	16
I.6.1. Mathématiques et statistiques .....	16
I.6.1.1. Validité des modèles de régression .....	17
I.6.1.2. Variance résiduelle et le coefficient de détermination .....	18

I.6.1.3. Test de Student .....	19
IV.6.1.4. Test de Fisher-Snedecor .....	19

## **Chapitre II : Expérimentale et modélisation**

II.1. Matériels et Méthodes.....	22
II.1.1. Huile de tournesol .....	22
II.1.1.1. Définition et origine .....	22
II.1.1.2. Composition d’huile de tournesol.....	22
II.1.1.2.1. Composition chimique en corps gras.....	22
II.1.1.3. Propriétés physico-chimique du tournesol.....	23
II.1.2. Spectrophotométrie UV-Visible .....	23
II.1.3. Analyses chimiques de l’huile .....	23
II.1.3.1.détermination de l’acidité .....	23
II.1.3.2. Détermination de l’indice de peroxyde.....	24
II.1.3.1. Détermination de l’indice d’iode ( $I_I$ ) .....	25
II.1.3 Mode opératoire de la décoloration de l’huile de tournesol .....	26
II.2. Modélisation .....	28

## **Chapitre III : Résultats et discussion**

III.1. Spectre d’absorption UV-visible de l’huile de tournesol non décolorée en fonction de la longueur d’onde .....	30
III.2.Spectres d’absorption des échantillons de l’huile de tournesol décolorés en fonction des paramètres de la décoloration .....	30
III.3.Variation des taux de décoloration en fonction du temps de contact et de la température pour une masse fixe aux trois longueurs d’onde .....	32
III.4. Optimisation des paramètres de la décoloration pour l’huile de tournesol .....	40
III.5. Résultats de la modélisation .....	44
III.5.1.Modélisation des taux de décoloration en fonction des paramètres de la décoloration .....	44
III.5.2.Validité des modèles sélectionnés .....	46
III.6. Etude comparative .....	47

III.7. Les analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol.....	51
Conclusion.....	52

Références Bibliographiques

Annexes

Résumé

## Liste des abréviations.

**%** : pourcentage.

**°C** : degré Celsius.

**Å** : Angstrom.

**$\lambda$**  : Longueur d'onde

**CG** : Corps Gras

**cm** : centimètre.

**g** : gramme.

**I<sub>A</sub>** : Indice d'acidité.

**I<sub>I</sub>** : Indice d'iode.

**I<sub>P</sub>** : Indice de peroxyde.

**I<sub>S</sub>** : Indice de saponification.

**Kg** : kilogramme.

**mbar** : millibar.

**mg** : milligramme.

**min** : minute.

**nm** : nanomètre.

**R<sup>2</sup>** : Coefficient de détermination.

**T** : Température.

**t** : temps.

**TD<sub>exp</sub>** : Taux de décoloration expérimentale.

**UV** : ultra-violet.

## Liste des tableaux

<b>Tableau I :</b> Composition des acides gras de l'huile de tournesol .....	22
<b>Tableau II :</b> Principales constantes physico-chimique de l'huile de tournesol .....	23
<b>Tableau III :</b> Taux de décoloration optimums obtenus.....	41
<b>Tableau IV :</b> Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour $\lambda = 429$ nm .....	44
<b>Tableau V:</b> Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour $\lambda = 454$ nm .....	45
<b>Tableau VI :</b> Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour $\lambda = 483$ nm.....	46
<b>Tableau VII:</b> Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour $\lambda = 429$ nm.....	50
<b>Tableau VIII:</b> Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour $\lambda = 454$ nm .....	50
<b>Tableau IX:</b> Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour $\lambda = 483$ nm.....	50
<b>Tableau X :</b> Les résultats d'acidité, l'indice de peroxyde et l'indice d'iode .....	51

## Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Structure du $\beta$ -carotène .....	6
<b>Figure 2.</b> Structure de la chlorophylle (a) et (b) .....	6
<b>Figure 3.</b> Octaédrique .....	8
<b>Figure 4.</b> Tétraédrique .....	9
<b>Figure 5.</b> Représentation des tétraèdres et des octaèdres.....	9
<b>Figure 6.</b> Etapes de raffinage .....	12
<b>Figure 7.</b> Principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle mathématique.....	21
<b>Figure 8.</b> Montage de décoloration.....	26
<b>Figure 9.</b> Spectrophotomètre UV-Visible.....	27
<b>Figure 10.</b> Analyse de la régression.....	29
<b>Figure 11.</b> Spectre d'absorption de l'huile de tournesol non décolorée .....	30
<b>Figure 12.</b> Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes (m=0,25g et T= 70°C).....	31
<b>Figure 13.</b> Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes (m=0,5g et T= 70°C).....	31
<b>Figure 14.</b> Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes (m=0,25g et T= 80°C).....	32
<b>Figure 15.</b> Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde $\lambda= 429\text{nm}$ . .....	35
<b>Figure 16.</b> Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde $\lambda= 454\text{nm}$ . .....	37
<b>Figure 17.</b> Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde $\lambda= 483\text{nm}$ . .....	40
<b>Figure 18.</b> La variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour $\lambda= 429\text{ nm}$ .....	47

<b>Figure 19.</b> La variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour $\lambda= 454$ nm .....	48
<b>Figure 20.</b> La variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour $\lambda= 483$ nm .....	49

# Introduction

## INTRODUCTION

Chaque huile possède une saveur, un parfum et une qualité nutritive spécifique [26]. Les huiles brutes alimentaires contiennent des composés indésirables tels que les acides gras libres, les phospholipides, les pigments colorés, les traces de métaux, les produits secondaires d'oxydation... Ces composés indésirables contribuent à la dégradation de ces huiles et limitent leur conservation et utilisation, c'est ainsi qu'il est impératif de les raffiner pour fournir des huiles comestibles ayant une longue durée de conservation [29].

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles alimentaires des impuretés présentes, à leur donner un goût discret et à permettre leur bonne conservation. L'opération de raffinage passe par plusieurs étapes : dégommage, neutralisation, lavage, séchage, décoloration, désodorisation [39]. Dans cette étude nous intéressons à la décoloration qui est une étape importante du processus de raffinage, elle consiste à éliminer les matières colorantes (chlorophylle a et  $\beta$  carotène) présentes dans l'huile [40], en ajoutant une terre décolorante activée (la tonsil) qui n'est autre qu'une argile par un acide fort.

La décoloration est obtenue par l'adsorption de ces matières colorantes communément appelée pigments colorés sur une terre décolorante possédant de grandes capacités d'adsorption maintenue en contact avec l'huile alimentaire.

Ce travail a pour objectif d'élaborer des modèles mathématiques régissant la décoloration (élimination des pigments colorés) et d'optimiser ses paramètres (la température, le temps de contact et le dosage de la terre) pour l'huile de tournesol préalablement dégommée et neutralisée au niveau de la raffinerie de Cevital de Bejaia.

La modélisation est effectuée à l'aide d'un logiciel MATLAB disponible en y introduisant des méthodes d'analyses statistiques.

Ce mémoire est constitué de trois chapitres à savoir :

Le premier chapitre sera consacré pour des rappels théoriques dans lequel seront présentés les corps gras, les argiles, le raffinage des huiles alimentaires, en portant un intérêt particulier à l'étape de décoloration et à la fin la modélisation.

Le deuxième chapitre sera consacré à la présentation des protocoles expérimentaux, ainsi que à l'exploitation des méthodes de modélisation du phénomène d'adsorption. Dans le troisième chapitre en rassemblera tous les résultats obtenus et leurs interprétations, et en termine par une conclusion générale.

# Chapitre I

## Synthèse bibliographique

## **I.1. Corps gras**

### **I.1.1. Introduction**

Il est convenu d'appeler « corps gras » les esters du glycérol et d'acide gras. Ils sont les constituants essentiels des huiles et des graisses, qu'elles soient d'origine végétale ou animale.

Ils ont une importance fondamentale dans l'alimentation humaine, non seulement par leur haute valeur énergétique (9Kcal), mais également par leur rôle d'élément de structure et de régulation [7].

Ils sont insolubles dans l'eau à cause de la présence des molécules organiques de longues chaînes hydrocarbonées. Les corps gras sont solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le benzène, l'hexane, et le chloroforme [3].

### **I.1.2. Origine**

Les corps gras sont répartis en deux groupes :

❖ **Les corps gras d'origine animale** : proviennent des tissus adipeux des animaux tels que le porc, bœuf... et ils sont répartis dans tous les organes (suif et saindoux).

❖ **Les corps gras d'origine végétale** : sont les plus souvent extraites des graines (graines oléagineuses), des végétaux (arachide, tournesol, colza, soja), comme ils peuvent être extraites à partir des pulpes de certains fruits notamment ; l'olive et le palme [16].

### **I.1.3. Composition d'un corps gras**

#### **I.1.3.1. Les lipides**

Les corps gras sont partagés en deux groupes :

##### **I.1.3.1.1. Les lipides simples**

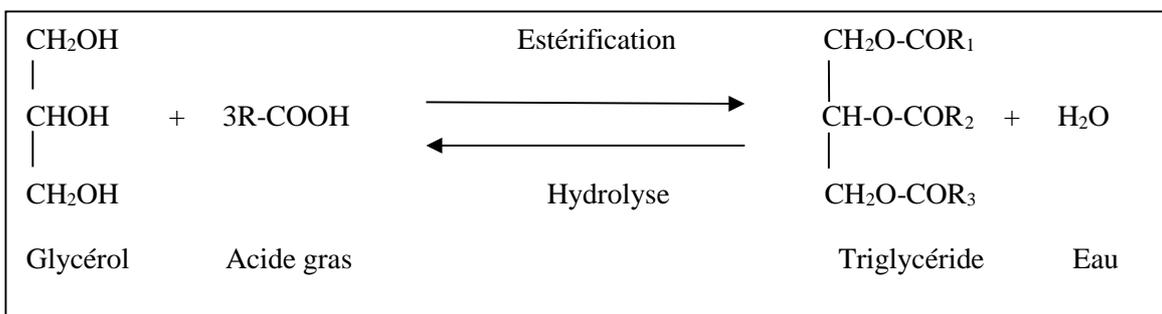
Les lipides simples contiennent seulement les atomes de carbone, d'oxygène et d'hydrogène. On cite quelques exemples :

❖ **Les triglycérides**

Ces composés représentent 90 à 98% de la composition totale des huiles organiques, ce sont des esters des acides gras et de glycérol. La réaction **1** d'estérification est réversible,

en présence d'eau sous l'influence de divers facteurs (pression, température... etc.) ; elle peut s'effectuer totalement ou partiellement dans le sens d'hydrolyse.

**Réaction 1 : Réaction générale d'estérification des acides gras [15].**



❖ **Les acides gras saturés**

Ils sont solides, stables, dépourvus de doubles liaisons, ont une formule générale C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub>O<sub>2</sub>, et leur formule semi développée : CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-COOH ; les plus rencontrés sont l'acide stéarique (C18 :0) et l'acide palmitique (C16 :0) [39].

❖ **Les acides gras insaturés**

Ils sont liquides à température ambiante, on distingue les acides gras mono-insaturés (acide oléique) et poly-insaturés (acide linoléique) [20].

**I.1.3.1.2. Les lipides complexes**

Ces lipides contiennent au moins des atomes suivants : azote, phosphore, ou soufre.

Ils sont représentés par :

❖ **Sphingolipides**

Ce sont des phospholipides dont laquelle le glycérol est remplacé par la sphingosine.

On distingue :

- Les sphingomyélines.
- Les cébrosides ou glycosphingolipides [9].

### ❖ **Phospholipides ou phosphatides**

Les phospholipides constituent plusieurs classes de composés ou entrent les esters du glycérol, l'acide gras, l'acide phosphorique et dans certains cas des bases alcooliques azotées ou des acides aminés [9].

#### **I.1.3.2. Les insaponifiables**

Leur présence dans les corps gras est faible, environ de 2%, on trouve généralement les cires, les acides gras libres, les vitamines et les stérols [3].

##### **I.1.3.2.1. Les stérols**

Ces composés sont présents en faible quantité dans les corps gras. Ce sont des composés tétra cycliques comportent les plus souvent 27 à 28 atomes de carbones [7].

##### **I.1.3.2.2. Les cires**

Les cires sont des esters d'acides gras et de mono alcool 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 [10].

##### **I.1.3.2.3. Les pigments**

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

Les principaux pigments naturels appartiennent à trois grandes catégories :

- Pigments porphyriniques, parmi lesquels les chlorophylles.
- Les caroténoïdes, parmi lesquels la  $\beta$ -carotène.
- Les flavonoïdes et leurs dérivés [25].

###### **I.1.3.2.3.1. Les caroténoïdes**

Les caroténoïdes sont des pigments liposolubles, de couleur jaune à orange, leur squelette de base comprend 40 atomes de carbone, ils contiennent une chaîne centrale hautement polyinsaturée [33].

Selon leur composition chimique, les caroténoïdes sont classés en deux groupes : les carotènes et les xanthophylles [6]. La bêta-carotène, le lycopène et la lutéine sont des exemples des caroténoïdes [31].

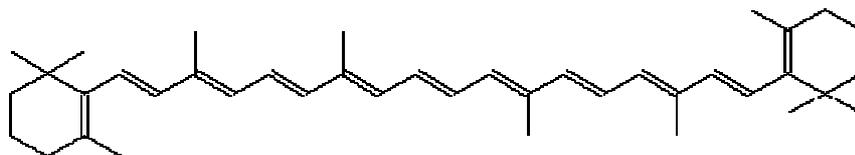


Figure 1. Structure du  $\beta$ -carotène

#### I.1.3.2.3.2. Les 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 isocycle à cinq membres et par la présence d'un atome de magnésium complexé en leur centre [27].

La formule de la chlorophylle « a » est  $C_{55}H_{72}O_5N_4Mg$  et celle de la chlorophylle « b » est  $C_{55}H_{70}O_6N_4Mg$ .

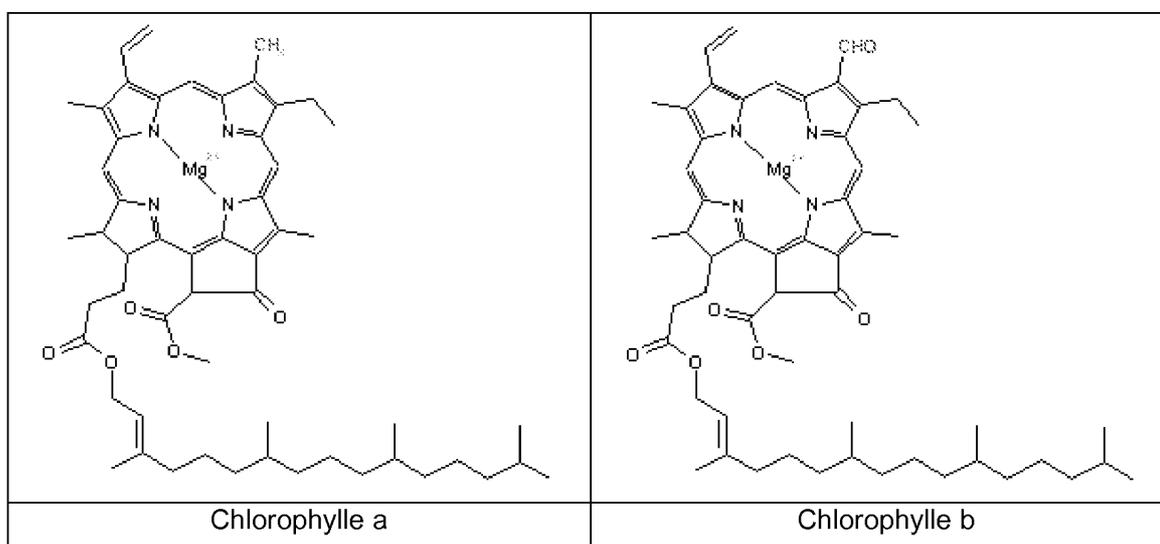


Figure 2. Structure de la chlorophylle a et b [11].

### I.1.4. Propriétés physiques et chimiques des corps gras

#### I.1.4.1. Propriétés physiques

##### ❖ Etat naturel et aspect

On sait que les corps gras sont liquides ou solides à une température ambiante.

❖ **Densité**

La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964.

❖ **Solubilité**

Tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieure à 8 ; sont insolubles dans l'eau, et sont généralement solubles dans les solvants organique tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [13].

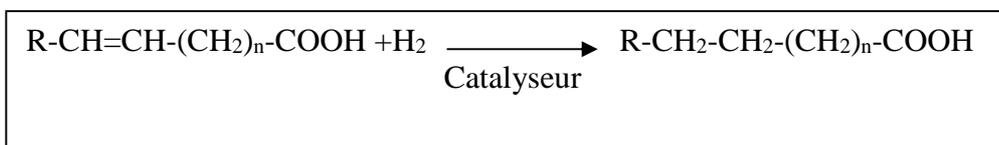
❖ **La viscosité**

La viscosité des corps gras dépend de leurs structures chimiques et de la température. En effet l'élévation du poids moléculaire ou la présence des fonctions secondaires sur les chaînes grasses entraine une augmentation de la viscosité [13].

**I.1.4.2. Propriétés chimiques**❖ **Hydrogénation**

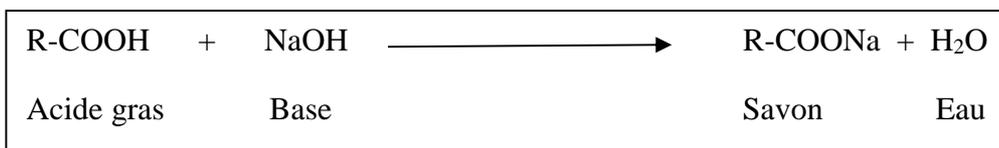
L'hydrogénation consiste à saturer les doubles liaisons par des atomes d'hydrogène. Comme illustre la réaction 2.

**Réaction 2** : Hydrogénation des corps gras[5].

❖ **Saponification**

Son principe est de transformer en savons solubles (sodique ou potassique) la totalité des acides gras présents dans une matière grasse selon la réaction 03

**Réaction 3** : Saponification des acides gras [7].



## I.2. Les argiles

### I.2.1. Définition

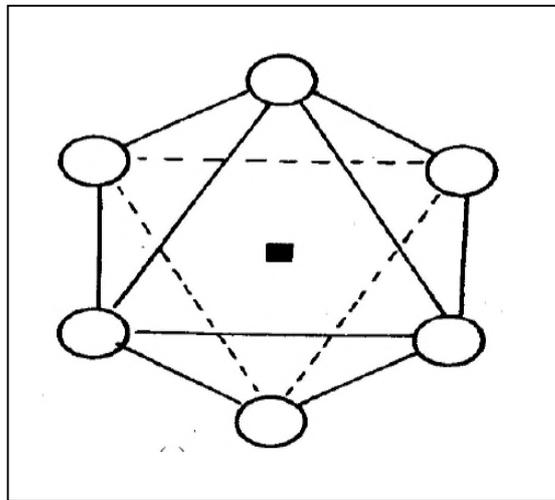
Il existe plusieurs définitions des argiles. Le terme « argile » désigne un ensemble d'espèces minérales, une famille de roches, une catégorie de sols ou encore une classe granulométrique. Sous cette appellation générique se cache une grande variété de matériaux, dont le point commun est de procéder des minéraux argileux, qui sont de nature bien précise : ils sont à base de silicatés et leur structure confère à ces matériaux ; comparativement à d'autres types de sols ou de roches, des propriétés bien spécifiques quant à leur interaction avec l'eau [1].

### I.2.2. Structure des argiles

La structure de ces feuillets est caractérisée par la superposition de deux types de couche.

#### I.2.2.1. Couche octaédrique

Cette structure est composée de deux feuillets d'oxygènes ou l'hydroxyle compact dans lesquels des ions d'aluminium, de fer et de magnésium sont incrustés.



**Figure 3.** Géométrie octaédrique [1].

I.2.2.2. Couche tétraédrique

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.

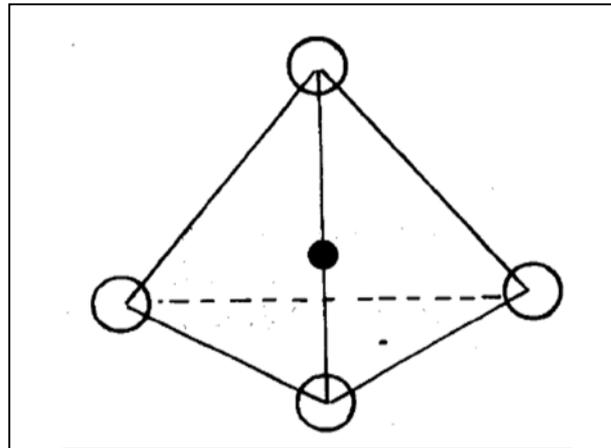


Figure 4. Géométrie tétraédriques [1].

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, ainsi que la modification de la structure de base qui forment la gamme de minéraux argileux possédant des caractéristiques différentes [1].

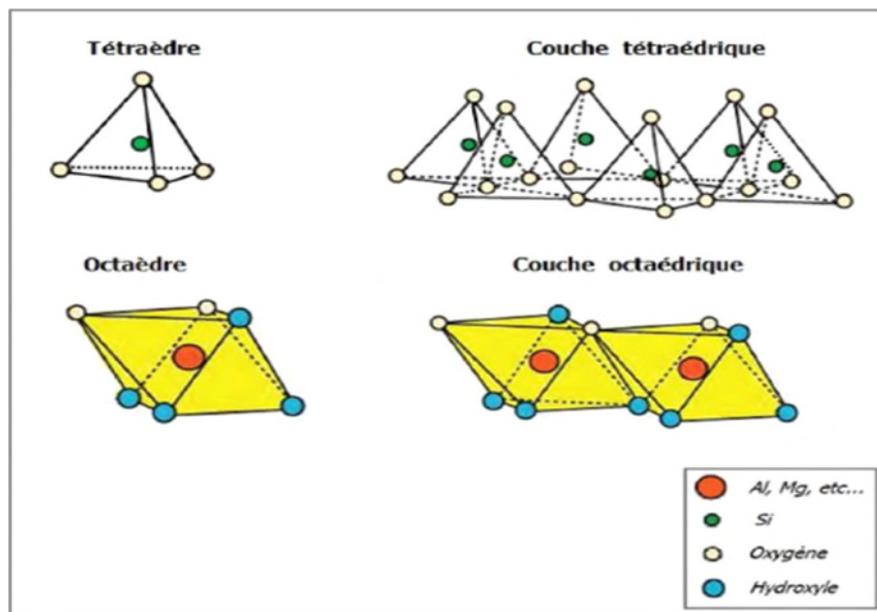


Figure 5. Représentation des tétraèdres et des octaèdres [1].

### **I.2.3. Classification des argiles**

La classification est basée sur des paramètres structuraux : l'épaisseur et la structure du feuillet. En distingue ainsi quatre groupes :

#### **I.2.3.1. Minéraux à 7 Å°**

Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O ou de type 1:1. Son épaisseur est d'environ 7 Å° [17].

#### **I.2.3.2. Minéraux à 10 Å°**

Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique, il est qualifié de T:O:T ou de type 2:1. Son épaisseur est environ 10Å° [17].

#### **I.2.3.3. Minéraux à 14 Å°**

Le feuillet est constitué par l'alternance de feuillets T:O:T et de couches octaédriques interfoliaires. Son épaisseur est d'environ 14 Å° [17].

#### **I.2.3.4. Minéraux inter stratifiés**

L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultant du mélange régulier ou irrégulier d'argiles telles que ces trois familles les plus importantes : kaolinites, illites et smectites [17].

## **I.3. Raffinage des huiles**

### **I.3.1. Définition**

Le raffinage des huiles est l'ensemble des opérations qui servent à transformer l'huile brute en un produit comestible et à obtenir une huile aux qualités organoleptiques et chimiques satisfaisantes en éliminant les substances indésirables et nuisibles à la qualité de l'huile.

### **I.3.2. Les différentes étapes du raffinage**

#### **I.3.2.1. Démucilagination ou dégommage**

C'est une opération qui consiste à débarrasser les phospholipides hydratables et non hydratables [21].

#### **I.3.2.2. Neutralisation**

La neutralisation vise à éliminer les acides gras libres contenus dans l'huile brute, elle permet également de débarrasser l'huile de la totalité des phospholipides piégés lors de la démucilagination [3].

**I.3.2.3. Lavage**

C'est l'opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile après neutralisation, ainsi que les dernières traces de métaux et des phospholipides [7].

**I.3.2.4. Séchage**

L'humidité présente dans l'huile lavée est éliminée avant l'opération de décoloration, car elle peut provoquer un colmatage des filtres, surtout en présence de savon [7].

**I.3.2.5. Décoloration**

Cette opération vise à éliminer les pigments et autres matières colorantes dissous dans l'huile et préjudiciable à sa bonne conservation. Cette opération se fait à l'aide de terre décolorantes ou de charbons actifs [37].

**I.3.2.6. Désodorisation**

Ce traitement est destiné à éliminer les substances odorantes de l'huile décolorée. Elle est réalisée sous vide à haute température. Il s'agit, en effet d'un entraînement à la vapeur d'eau sous vide de ces composés qui résultent de la dégradation de l'huile [40].

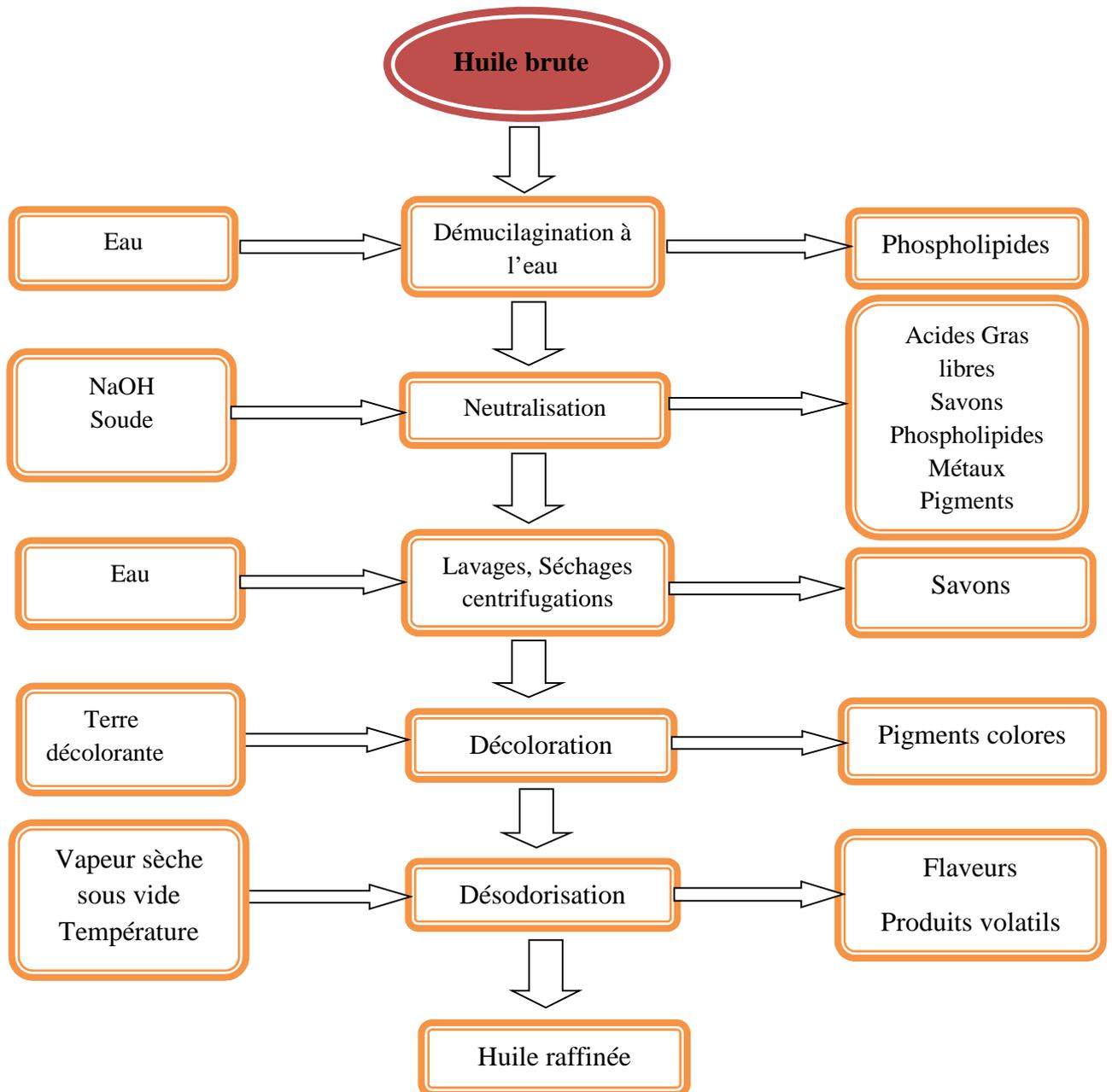


Figure 6. Etapes de raffinage

## **I.4. La décoloration**

### **I.4.1. Introduction**

La décoloration est l'une des étapes essentielles du raffinage des huiles végétales, elle permet non seulement l'élimination des pigments (chlorophylles et caroténoïdes) qui donnent une mauvaise couleur à l'huile, mais aussi les traces de savons, les métaux et le phosphore, comme elle permet également l'amélioration de la qualité de l'huile en terme de conservation [24].

### **I.4.2. Fonctionnement de la décoloration**

L'opération est généralement effectuée sur la matière sèche, sous vide, à une température aussi basse que possible (de l'ordre 70 à 110°C). La durée de contact doit rester limitée pour éviter les risques de réversion ultérieure de couleur (désorption des pigments colorés). Elle est de l'ordre de 10 à 30 minutes. Elle dépend notablement de l'agitation ou de tout dispositif de contact et on distingue deux types de décolorations : décoloration continue et la décoloration discontinue [2].

#### **I.4.2.1. Décoloration continue**

Ce procédé de décoloration continue se réalise grâce à une terre décolorante qui est ajoutée à l'huile. La terre décolorante et l'huile sont séparées par filtration après un certain temps [41].

#### **I.4.2.2. Décoloration discontinue**

La décoloration discontinue est effectuée dans un ou plusieurs récipients équipés d'une terre décolorante. Cette dernière est ajoutée à l'huile à une certaine température. La suspension est agitée pendant 15-30 minutes.

A la fin de la décoloration le mélange huile-terre est séparé par filtration [41].

### **I.4.3. Les facteurs influençant la décoloration**

#### **I.4.3.1. Le temps de contact**

Généralement un temps de 15 à 25 min est suffisant pour une bonne décoloration, la prolongation de la durée de contact peut conduire à la formation de composés indésirables [23].

**I.4.3.2. La température**

L'adsorption est un phénomène exothermique, une augmentation de la température au-delà de 110°C provoque la diminution de l'adsorption et favorise la désorption [23].

**I.4.3.3. La terre décolorante**

Son influence vis-à-vis de la décoloration dépend de plusieurs paramètres :

**❖ Le taux de la terre**

Le taux varie avec la terre et la nature de l'huile, si ce taux est faible elle n'aura aucun rendement (effet) sur la décoloration. La détermination de la quantité de terre décolorante à utiliser, passe par l'optimisation des conditions opératoires dans le but d'avoir un rendement maximal de décoloration [41].

**❖ L'activation de la terre décolorante**

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 [12].

**❖ La surface spécifique de la terre**

Elle a une grande importance car elle influence sur le rendement de la décoloration, étant donné que la quantité adsorbée est proportionnelle à cette surface.

**I.4.3.4. Le vide**

La décoloration s'effectue sous vide léger pour empêcher l'oxydation et favorise la dispersion d'huile sur la terre décolorante. Il est fixé généralement de 45 à 60 mbar [7].

**I.4.3.5. L'humidité**

L'humidité de la terre a une influence favorable sur le débit de la filtration, le gain temps de filtration et de décoloration. Mais les phénomènes s'inversent lorsqu'on a des teneurs en eau de l'huile importantes. En effet, la résistance de la membrane filtrante augmente avec la teneur en eau de l'huile [7].

**I.4.3.6. L'agitation**

Elle permet de mettre rapidement le milieu à décolorer et homogénéiser le contact huile/terre [23].

## **I.5. Adsorption**

### **I.5.1. Principe de l'adsorption**

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

La substance qui se fixe est appelée adsorbat ou soluté. Elle peut être liquide ou gazeuse.

La surface sur laquelle se produit ce phénomène, elle limite généralement une phase condensée (solide) et reçoit le nom d'adsorbant [34].

### **I.5.2. Types d'adsorptions :**

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

#### **I.5.2.1. Adsorption chimique**

Ce type d'adsorption fait appel à des réactions chimiques telles que la carbonisation (avec l'acide sulfurique), l'oxydation (avec l'oxygène) ou encore la réduction (avec de l'anhydre sulfureux) [7].

#### **I.5.2.2. Adsorption physique**

Ce type d'adsorption fait appel à l'utilisation d'un adsorbant tel que le charbon actif et la terre décolorante.

##### **I.5.2.2.1. Charbon actif**

Le charbon actif est un adsorbant carboné qui possède une forme cristalline très développée avec une structure interne extrêmement poreuse. Le charbon actif est comme une éponge, la distribution des pores et leurs dimensions sont très importantes, les micros et les méso-pores qui sont formés lors du procédé d'activation lui donnent cette capacité d'adsorption [21].

##### **I.5.2.2.2. Terres décolorantes naturelles**

Ce sont des argiles plastiques très communes dans le bassin parisien, employées telles quelles, car elles possèdent un pouvoir décolorant naturel. Elles sont en général simplement séchées et finement broyées pour accroître la surface du contact. Ces terres

sont peu activées et ne sont pas activables. Leur emploi est donc limité aux huiles très faciles à décolorer [7].

#### I.5.2.2.3. Terres décolorantes activées

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

L'activation acide consiste à transformer les silicates en silice colloïdale qui possède un fort pouvoir adsorbant. Cette transformation est réalisée par voie chimique par l'action d'acides forts (l'acide sulfurique ou l'acide chlorhydrique).

L'acide fort agit en remplaçant les cations de l'argile par des protons tout en augmentant la surface adsorbante [7].

Toutes les argiles smectiques n'ont pas un pouvoir décolorant susceptible d'être amélioré par traitement acide. Seuls quelques types, en particulier les bentonites « argiles contenant 50% au moins de fraction smectique », peuvent être activés pour produire des adsorbants de haute efficacité [36].

### I.6. Modélisation

Toute probabilité d'un système (chimique, physique, biologique...) est basée sur une relation mathématique exprimant le changement du système étudié en fonction de temps. Elle est appelée modélisation. Cette démarche consiste à chercher des relations mathématiques ajustées aux données expérimentales, ensuite généralisée pour prévoir le comportement à long terme [38].

#### I.6.1. Mathématiques et statistiques

La meilleure approche pour la modélisation des phénomènes physiques et chimiques est l'utilisation du modèle linéaire général [29].

Etant donné une fonction réelle  $Y = f(X)$  définie sur  $X \in [a, b]$  de  $\mathbb{R}$  et connue en un ensemble de point  $X_i$ , nous voulons approximer  $f(X)$  par une fonction simple. Le type de modèle le plus usuel dérive de la classe de fonction de la forme générale suivante [18].

$$\hat{Y} = f(X) = C_1 \cdot f_1(X) + C_2 \cdot f_2(X) \dots + C_m \cdot f_m(X) = \sum_{j=1}^m C_j \cdot f_j(X) \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

X : Variable;

$C_j$ : Coefficient du modèle ( $j=1, \dots, m$ ),

$m$ : Nombre des coefficients du modèle ;

$f_j(X)$  : Fonction régulière qui peut être de la forme :

- Monomiale

$$f_j(X) = X^{j-1} \dots\dots\dots(2)$$

- Exponentielle:

$$f_j(X) = \alpha_j \cdot \exp(\beta_j \cdot X) \dots\dots\dots(3)$$

- Trigonométrique:

$$f_j(X) = \alpha_j \cdot \sin(\beta_j \cdot X) + \gamma_j \cdot \cos(\delta_j \cdot X) \dots\dots\dots(4)$$

- Logarithmique:

$$f_j(X) = k_j \cdot \log(v_j \cdot X) \dots\dots\dots(5)$$

Dans cette étude, la modélisation de la décoloration de l’huile de tournesol est réalisée en utilisant l’analyse par la régression linéaire multiple où la fonction réelle Y dépend de trois variables ( $X_1, X_2$  et  $X_3$ ). Le modèle de régression linéaire multiple est une généralisation du modèle de régression linéaire simple lorsque les variables explicatives sont en nombre fini [32].

- $X_1$ : Température
- $X_2$ : Masse de la terre décolorante
- $X_3$ : Temps de contact

Alors, le modèle peut s’écrire :

$$Y = f = C_1 \cdot f_1(X_1, X_2, X_3) + C_2 \cdot f_2(X_1, X_2, X_3) \dots + C_m \cdot f_m(X_1, X_2, X_3) = \sum_{j=1}^m C_j \cdot f_j(X_1, X_2, X_3) \dots\dots\dots(6)$$

**I.6.1.1. Validité des modèles de régression**

Pour le choix du modèle, quatre critères statistiques sont utilisés [4]. La variance résiduelle ;

- Le coefficient de détermination ( $R^2$ ) ;
- Le test de Student ;
- Le test de Fisher-Snedecor.

**I.6.1.2. Variance résiduelle et le coefficient de détermination**

On peut apprécier la qualité de l’ajustement réalisé on observant les valeurs résiduelles. Pour cela, on utilise la droite de régression obtenue par application des moindres carrés. La qualité de l’ajustement peut être mesurée par la variance des résidus appelée variance résiduelle ou MSE (Mean Square Error). Elle mesure la dispersion des résidus de la régression. C’est la partie de la variance de Y qui n’est pas expliquée par la régression linéaire en fonction de X [4].

Soit la différence :

$$(Y_i - \bar{Y}) = (Y_i - \hat{Y}_i) + (\bar{Y} - \hat{Y}_i) \dots \dots \dots (7)$$

$\bar{Y}$  : Moyenne arithmétique des  $Y_i$

Par conséquent :

$$\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2 = \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2 + \sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2 + 2 \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i) (\hat{Y}_i - \bar{Y}) \dots (8)$$

Ou bien :

$$\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i) (\hat{Y}_i - \bar{Y}) = 0 \dots \dots \dots (9)$$

Donc :

$$\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2 = \sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2 + \sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2 \dots \dots \dots (10)$$

La variance se décompose en deux termes : la partie de la variance expliquée par la régression linéaire et la partie résiduelle inexpliquée par la régression linéaire.

On appelle R 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  $R^2$  s’interprète en termes de variance expliquée. Il est appelé coefficient de détermination.

$$R^2 = \frac{\text{variance expliquée par la régression}}{\text{variance totale}} \dots \dots \dots (11)$$

D’où:

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2}{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2} \dots\dots\dots (12)$$

$R^2$  est la proportion de la variance Y qui est expliquée par la régression linéaire de Y en fonction de X. Il est mesuré la qualité de l’ajustement de Y par  $\hat{Y}$ .

**I.6.1.3. Test de Student**

La loi approximativement normale des coefficients de la régression permet de réaliser aisément le test de l’hypothèse  $H_0$  qu’un coefficient de la régression est nul, c’est-à-dire que la variable indépendante n’explique pas du tout la variable dépendante.

On teste alors :  $H_0 \ll C_j = 0 \gg$  contre  $H_1 \ll C_j \neq 0 \gg$  [22].

Ce test est basé sur la statistique :

$$T = \frac{|c_j|}{\sigma(C_j)} \dots\dots\dots (13)$$

Avec :

$\sigma(C_j)$  : Elément de la diagonale de la matrice variance covariance (écart type des coefficients) qui est le rapport de l’estimateur de son erreur type.

On spécifie un niveau  $\alpha$  par exemple 5% qui représentent la probabilité de rejeter l’hypothèse  $H_0$ .

Cette statistique T suit la loi de Student à (n-m) degrés de liberté noté t (n-m).

Si  $T > t(n-m, \alpha/2)$ , on rejette l’hypothèse  $H_0$ , le paramètre  $C_j$  est différent de 0.

Si  $T < t(n-m, \alpha/2)$ , on accepte l’hypothèse  $H_0$ , le paramètre  $C_j$  est nul.

**I.6.1.4. Test de Fisher-Snedecor**

Il est fréquent de s’interroger sur la validité globale du model. Le modèle est-il globalement explicatif ? Cela revient à tester l’hypothèse que tous les coefficients de la régression sont simultanément nuls [4].

Le test de la validité de la régression est basé sur la variation de :

$$\frac{1}{\sigma^2} \sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2 \dots\dots\dots (14)$$

$\sigma^2$  est la variance commune des écarts  $e_i [e_i = (Y_i - \hat{Y}_i)]$  dont la moyenne est nulle [4].

Comme  $\sigma^2$  est inconnue on le remplace par son estimateur sous biais  $S^2$ .

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2}{(n-m)/(m-1)} \dots\dots\dots (15)$$

On obtient la statistique :

$$F = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y})^2 / (m-1)}{\sum_{i=1}^n (Y_i - \hat{Y}_i)^2 / (n-m)} \dots\dots\dots (16)$$

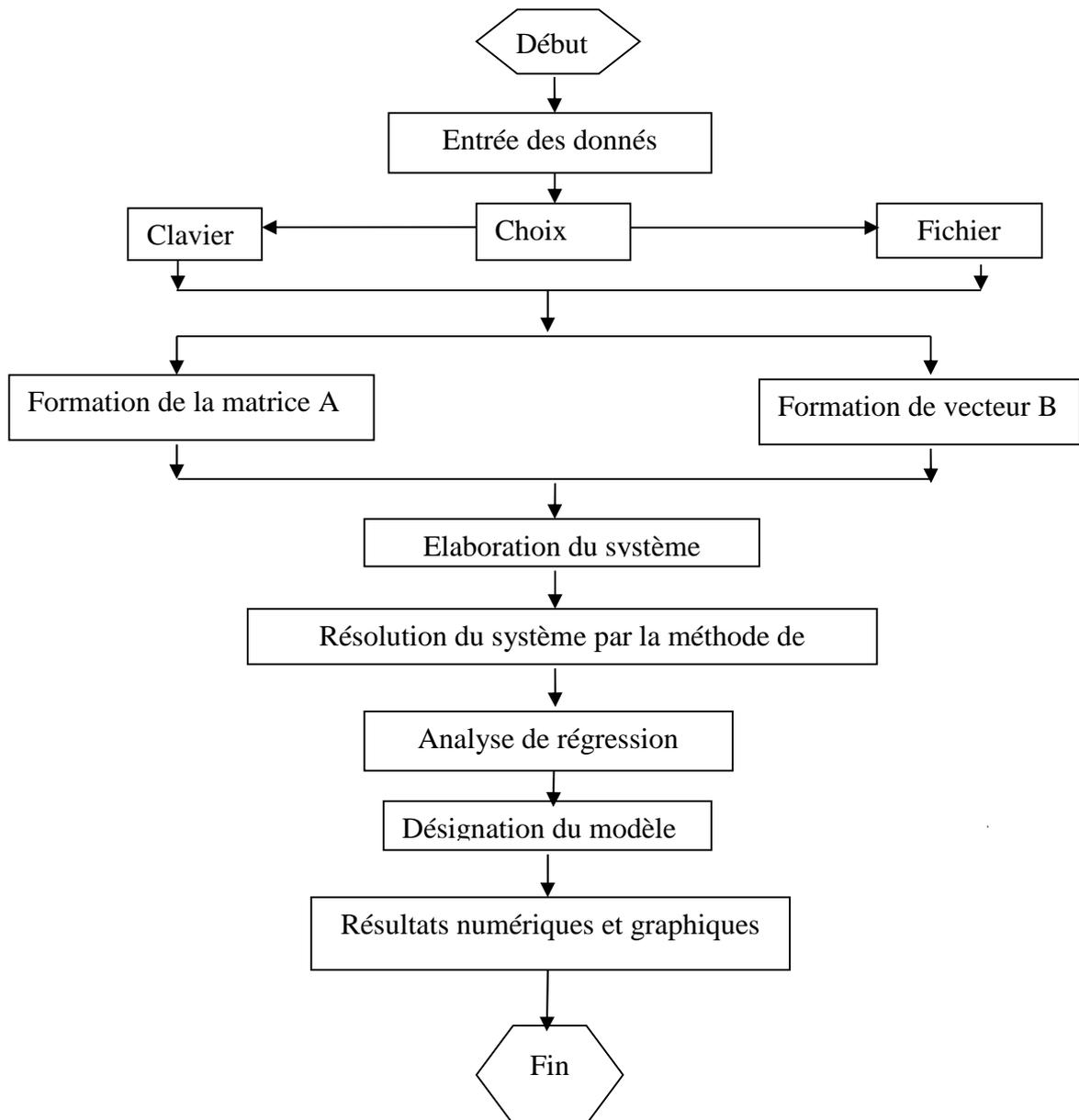
Qui suit une loi de Fisher à (m-1) et (n-m) degrés de liberté noté f (m-1, n-m ;  $\alpha$ ).

Si :  $F > f(m-1, n-m ; \alpha)$ , on rejette  $H_0$ , le modèle est alors accepté.

Si :  $F < f(m-1, n-m ; \alpha)$ , on accepte  $H_0$ , le modèle est alors rejeté.

Avec :  $f(m-1, n-m ; \alpha)$  est une valeur lue sur la table de Fisher.

Les principales étapes suivies pour l'élaboration du modèle sont résumées sur l'organigramme montré sur la figure 7.



**Figure7.** Principale étapes suivies pour l'élaboration du modèle mathématique.

# Chapitre II

## Expérimentale et modélisation

## II.1. Matériels et Méthodes

### II.1.1. Huile de tournesol

#### II.1.1.1. Définition et origine

Le tournesol est une plante, son nom scientifique est « *Hélianthus annus* », appartient à la famille des Astéracées [20].

Le tournesol était originalement cultivé par les indiens d'Amérique du nord et son apparition en Europe vers le milieu de XVI<sup>e</sup> siècle [28].

Son intérêt nutritionnel en qualité d'oléagineux se révélera au XVIII<sup>e</sup> siècle et s'étendra à toute l'Europe pour atteindre la Russie ou seront réalisées les premières améliorations [10].

L'huile de tournesol est jaune pale, pratiquement dépourvue de goûts, sa teneur en acide linoléique est très élevée (62 à 70%), ce qui en fait l'une des meilleures sources d'acides gras essentiels fortement insaturés [20].

#### II.1.1.2. Composition de l'huile de tournesol

##### II.1.1.2.1. Composition chimique en corps gras

L'huile de tournesol se compose essentiellement de triglycérides (97 à 98%) et de composés appelés composés mineurs (insaponifiables), car ils représentent moins de 2% de l'huile raffinée [20].

La composition en quelques acides gras de l'huile de tournesol est illustrée dans le tableau I.

**Tableau I :** Composition des acides gras de l'huile de tournesol [20].

Acides gras	Nature	Acides gras totaux (%)
Acide palmitique	C16 :0	5-7
Acide palmitoleique	C16 :1	≤0,4
Acide stéarique	C18 :0	4-6
Acide oléique	C18 :1	15-25
Acide linoléique	C18 :2	62-70
Acide linoléinique	C18 :3	≤0,2
Acide arachidique	C20 :0	<1
Acide gadoleique	C20 :1	<0,5
Acide béhénique	C22 :0	<0

### II.1.1.3. Propriétés physico-chimiques du tournesol

L'huile de tournesol possède certaines propriétés physico-chimiques qui sont représentées dans le tableau ci-après.

**Tableau II** : Principales constantes physico-chimique de l'huile de tournesol [20].

Caractéristiques	
Densité à 20°C	0,920-0,925
Indice de réfraction à 20°C	1,474-1,476
Indice d'iode (g d'iode/100g de corps gras)	120-134
Indice de saponification	188-193
Viscosité à 20°C	51-57

La terre décolorante de marque (Tonsil) ainsi que l'huile de tournesol utilisé dans les tests de décoloration proviennent de la raffinerie des huiles alimentaires de CEVITAL-SPA Béjaia.

### II.1.2. Spectrophotométrie UV-Visible :

La spectrophotométrie est une méthode analytique quantitative, qui consiste à mesurer l'absorbance d'une substance chimique donnée.

Généralement en solution, plus l'échantillon est concentré, plus il absorbe la lumière dans les limites de proportionnalité énoncées par la loi de Beer Lambert : [19].

$$A = \epsilon l c$$

A : Absorbance

C : Concentration de la solution (mg/l)

l : longueur de la cuve (1cm)

### II.1.3. Analyses chimiques de l'huile :

#### II.1.3.1. détermination de l'acidité :

a) **Définition** : L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique de masse molaire  $M=282g/mol$ .

b) **Principe** : le principe consiste à neutraliser les acides gras libres à l'aide d'une solution de NaOH en présence de phénophtaléine comme indicateur coloré.



**c) Mode opératoire :**

Peser 10g d'huile dans un bécher. Ajouter à la prise d'essai 75ml d'alcool neutralisé par une solution soude (0,1N) en présence de phénolphthaléine jusqu'à l'obtention d'une couleur rose, puis chauffer légèrement le tout sur une plaque chauffante jusqu'à la dissolution d'huile, puis titrer par la solution de NaOH à (0,1) avec agitation jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant quelques secondes et on note le volume de la chute de burette.

**d) Expression des résultats :** l'acidité est donnée par la relation suivante

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

**M** : Masse molaire d'acide oléique

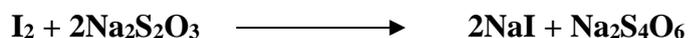
**N** : Normalité de NaOH(0,1N)

**P** : Poids de la prise d'essai

**V** : volume de NaOH utilisé pour le titrage

**II.1.3.2. Détermination de l'indice de peroxyde (Ip) :**

- a) Définition :** L'indice de peroxyde est le nombre de milliéquivalents d'oxygène contenus dans un kilogramme (kg) de corps gras et oxydant l'iodure de potassium avec libération de l'iode, ce paramètre nous renseigne sur le degré d'oxydation des huiles.
- b) Principe :** Traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

**c) Mode opératoire :**

Dans un flacon de 250 ml, on introduit 2g d'huile que l'on dissous dans 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique. Ajouter 1ml de solution d'iodure de potassium, boucher aussitôt le flacon, l'agiter pendant une minute et l'abandonner pendant cinq minutes à l'abri de la lumière puis ajouter 75ml d'eau distillée. Titrer

en agitant vigoureusement et en présence d'empois d'amidon comme indicateur, l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,01N.

Effectuer sans le corps gras un essai à blanc.

**d) Expression des résultats :**

$$I_p \text{ (meq d'oxygène actif/ kg de CG)} = (V - V_0) \times N \times 1000 / m$$

**$I_p$**  : indice de peroxyde en milliéquivalent d'oxygène / kg de CG

**V** : volume de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisée pour le titrage

**$V_0$**  : volume de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}$  utilisée pour l'essai à blanc

**N** : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium

**m** : masse de la prise d'essai en (g).

**II.1.3.1. Détermination de l'indice d'iode ( $I_I$ ) :**

**a) Définition :** C'est le nombre de gramme d'halogène fixé par 100 g de produit, exprimé en iode. Il se détermine de plusieurs façons, suivant les réactifs employés. Dans notre travail, nous avons utilisé le réactif de Wijs.

**b) Principe :** Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer l'instauration des corps gras.

**c) Mode opératoire :**

Introduire 2g d'huile dans une fiole de 500ml ajouter 20ml du solvant a volume égale cyclohexane et acide acétique, ajouter exactement 25ml du réactif de Wijs, boucher, agiter énergiquement le contenu, et placer la fiole dans un endroit sombre pendant une heure, puis ajouter 20ml de la solution saturé de l'iodure de potassium et 150ml d'eau, boucher et agiter vigoureusement pendant 5min.

Titrer avec une solution de thiosulfate de sodium jusqu'à ce que la couleur jaune due à l'iode ait pratiquement disparu.

Ajouter quelques gouttes de la solution d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaît après avoir agité le contenu.

On effectue la même détermination avec un essai à blanc dans les mêmes conditions.

**d) Expression des résultats :**

$$I_I = [(V-V_0) \times N \times 12.69] / P_E$$

$V_0$  : volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium (0.1) versé dans l'essai à blanc.

$V$  : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

$N$  : Normalité de thiosulfate de sodium.

**12.69** : Masse d'iode correspondant à 1 ml de thiosulfate de sodium pour 100 g de corps gras.

$P_E$  : Prise d'essai en gramme.

**II.1.3 Mode opératoire de la décoloration de l'huile de tournesol :**

L'huile de tournesol utilisée dans notre étude est préalablement dégommée et neutralisée au niveau de la raffinerie de CEVITAL-SPA de Bejaia. Pour effectuer la décoloration au niveau du Laboratoire de Génie des procédés- Université A/MIRA Bejaia, nous avons utilisé le montage illustré sur la figure suivante :



**Figure 8.** Montage de décoloration

Tous les essais ont été effectués sur ce montage, le dispositif a été fabriqué de telle sorte à réaliser un seul essai de décoloration et de régler la température, l'agitation et le vide.

- La température a été variée de 70°C à 110°C et suivie par un thermomètre.

- Le vide a été gardé entre 45 à 60 mbar avec une pompe a vide.
- L'agitation a été assurée par un barreau magnétique approximativement à 300 tr/min.

Les essais ont été effectués selon les étapes suivantes :

- ✓ Peser différentes quantités de terre décolorante correspondantes aux différentes masses utilisées de 0,25 à 1.25g avec un pas de 0.25g.
- ✓ Introduire dans un ballon une masse de 100 g de l'huile de tournesol et chauffer à une température «T» située dans la fourchette 70-110°C avec un pas de 10°C.
- ✓ Ajouter la quantité de terre pesée auparavant, dans ce dernier ballon.
- ✓ Laisser la décoloration s'effectuer pendant un temps de contact variant de 10 à 30 minutes avec un pas de 5min.

En fixant un paramètre et en faisant varier les deux autres, 125 essais ont été réalisés.

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 ( $\lambda$ ) comprises entre 400 et 600 nm et en mesurant, pour chaque  $\lambda$  l'absorbance. Enfin, on obtient les spectres représentant l'absorbance en fonction de la longueur d'onde, l'appareil utilisé est de marque UV-1800 SHIMADZU UV SPECTROPHOTOMETER.



**Figure 9.** Spectrophotomètre UV-Visible.

Les taux de décoloration de l'huile traitée (décolorée) sont calculés par une relation qui est fonction des absorbances des huiles avant et après traitement. Par exemple à  $\lambda = 429$  nm on aura un taux de décoloration (%) par rapport à l'huile de référence qui est l'huile avant décoloration (dégommée et neutralisée), exprimé par la relation suivante :

$$TD(\%) = \frac{A_{429}^0 - A_{429}^1}{A_{429}^0} \times 100 \dots \dots \dots (17)$$

Avec :

$A_{429}^0$  : Absorbance correspond à  $\lambda_{\max}(429\text{nm})$  de l'huile dégommée et neutralisée).

$A_{429}^1$  : Absorbance correspond à  $\lambda_{\max}(429\text{nm})$  de l'huile traitée (décolorée).

## II.2. Modélisation :

Avant de développer les modèles mathématiques décrivant la décoloration de l'huile de tournesol, plusieurs modèles ont été testés, principalement ceux cités précédemment en chapitre I, (Equation 2, 3, 4 et 5), à l'aide d'un programme de simulation qui a été élaboré et en procédant à son exécution en utilisant les données expérimentales (taux de décoloration, température, dosage de la terre et le temps de contact).

Le meilleur modèle ( $Y$ ) doit satisfaire quatre critères statistiques (critère de validité du modèle) qui sont : la variance résiduelle, le coefficient de corrélation ( $R^2$ ), le test de Student et le test de Fisher-Snedecor. D'après les critères de validité des modèles mathématiques proposés il s'avère que le modèle polynomial (Equation 2) l'emporte sur les autres.

Il est à noter que la confiance limite sur le test de Student et le test de Fisher est de 95%.

Pour l'analyse de la régression, l'organigramme sur la figure 10 montre clairement la procédure et les méthodes utilisées.

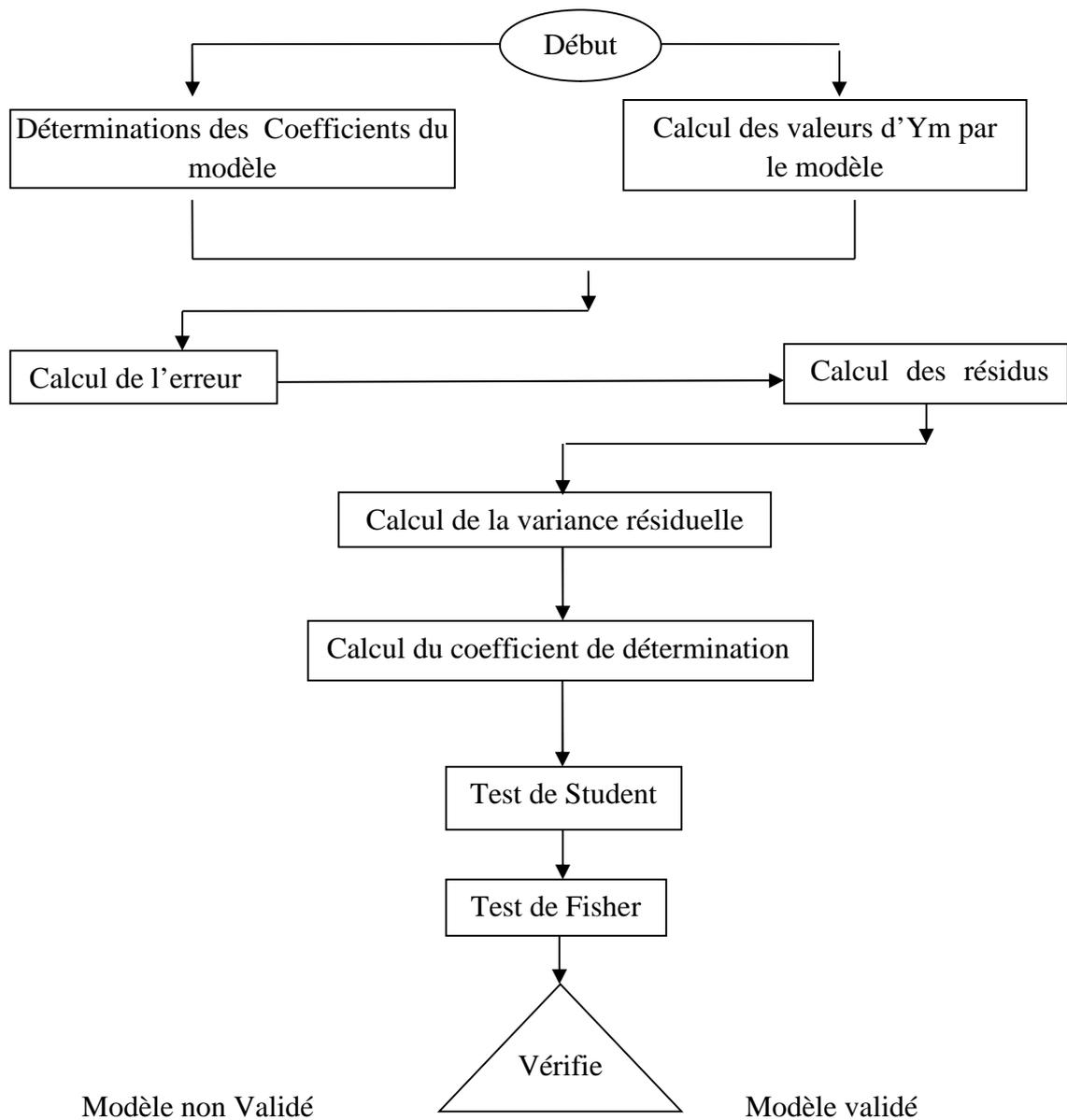


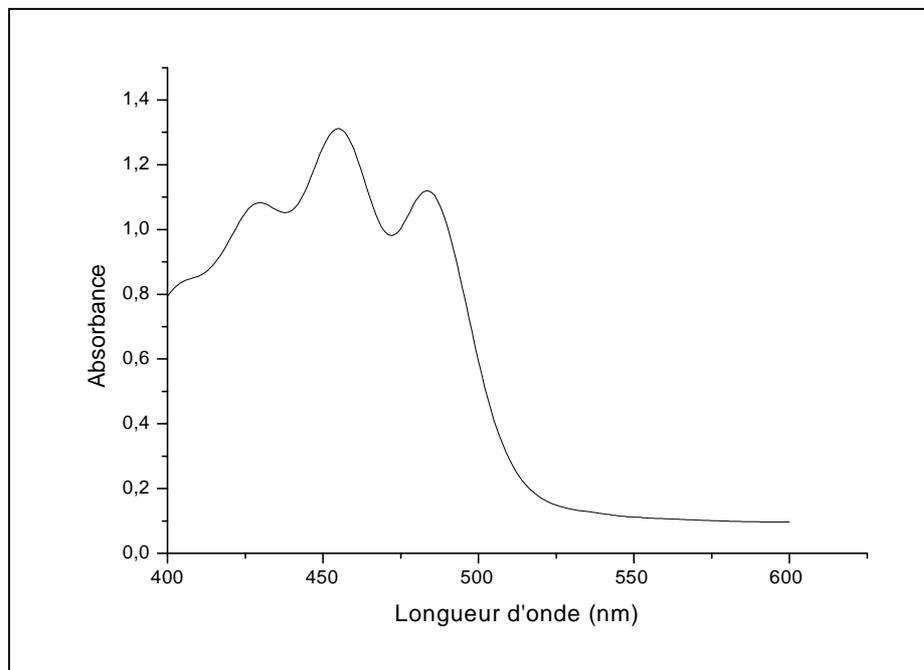
Figure 10. Analyse de la régression.

# Chapitre III

## Résultats et discussion

### III.1. Spectre d'absorption UV-visible de l'huile de tournesol non décolorée en fonction de la longueur d'onde

La figure suivante (figure 11) représente le spectre d'absorption de l'huile de tournesol en fonction de la longueur d'onde.



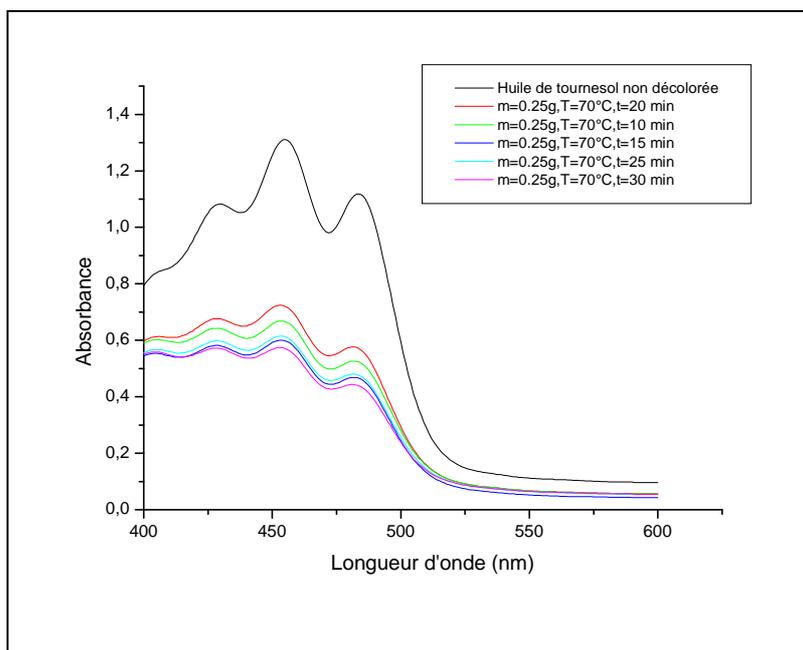
**Figure 11.** Spectre d'absorption de l'huile de tournesol non décolorée

Le spectre d'absorption de l'huile de tournesol entre 400 et 600 nm (figure 11) présente trois pics d'absorption à 429, 454 et 483 nm. Le pic d'absorption à 429 nm correspond à la bande de la chlorophylle-a, tandis que ceux observés à 454 et à 483 nm correspondent, respectivement, à la bande du  $\beta$ -carotène [14], [34].

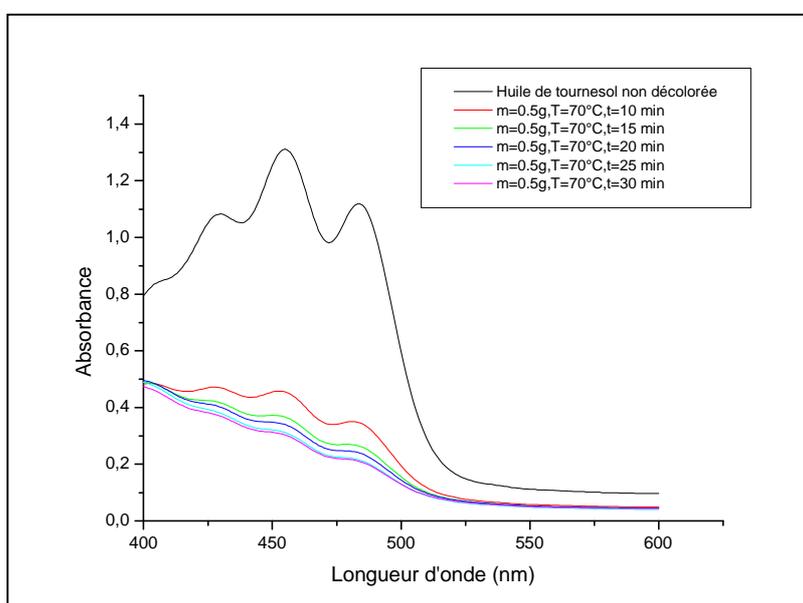
### III.2. Spectres d'absorption des échantillons de l'huile de tournesol décolorés en fonction des paramètres de la décoloration

Les spectres d'absorption des échantillons de l'huile de tournesol décolorés en fonction des différents paramètres influant l'opération de décoloration (masse de la terre décolorante, le temps de contact et la température) comparés à celui de l'échantillon de l'huile non décoloré sont représentés ci-après. Ils mettent en évidence la diminution puis la disparition de pics d'absorption de la chlorophylle-a et du  $\beta$ -carotène ce qui se traduit par la diminution de leurs teneurs ou bien de leurs élimination dans l'huile. En effet, cent vingt cinq (125) essais ont été réalisés dans cette étude, cependant et dans la mesure du possible

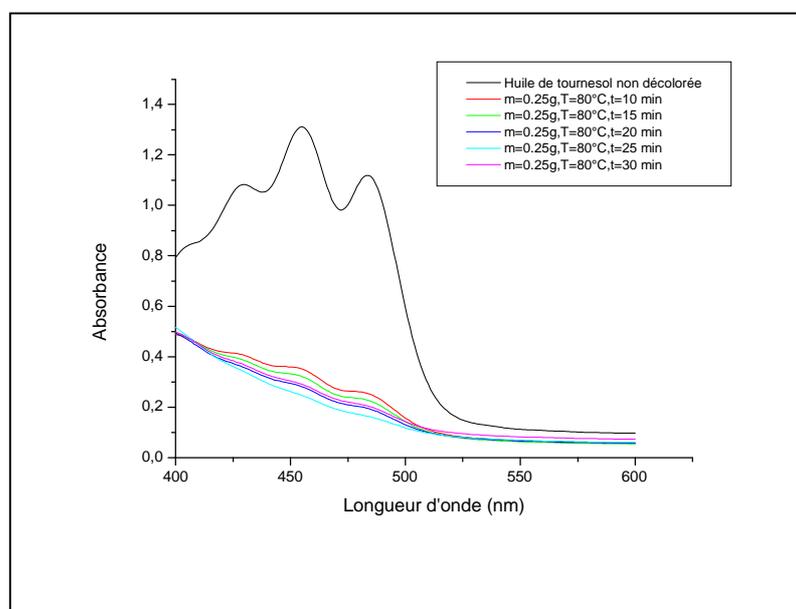
on présentera dans ce qui suit les meilleurs spectres de point de vue disparition des pics de chlorophylle a et du  $\beta$ -carotène et les autres spectres seront donnés en annexe I.



**Figure 12.** Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes ( $m=0,25g$  et  $T= 70^{\circ}C$ ).



**Figure 13.** Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes ( $m=0,5g$  et  $T= 70^{\circ}C$ ).



**Figure 14.** Spectres exprimant l'évolution des absorbances en fonction des longueurs d'ondes ( $m=0,25g$  et  $T= 80^{\circ}C$ ).

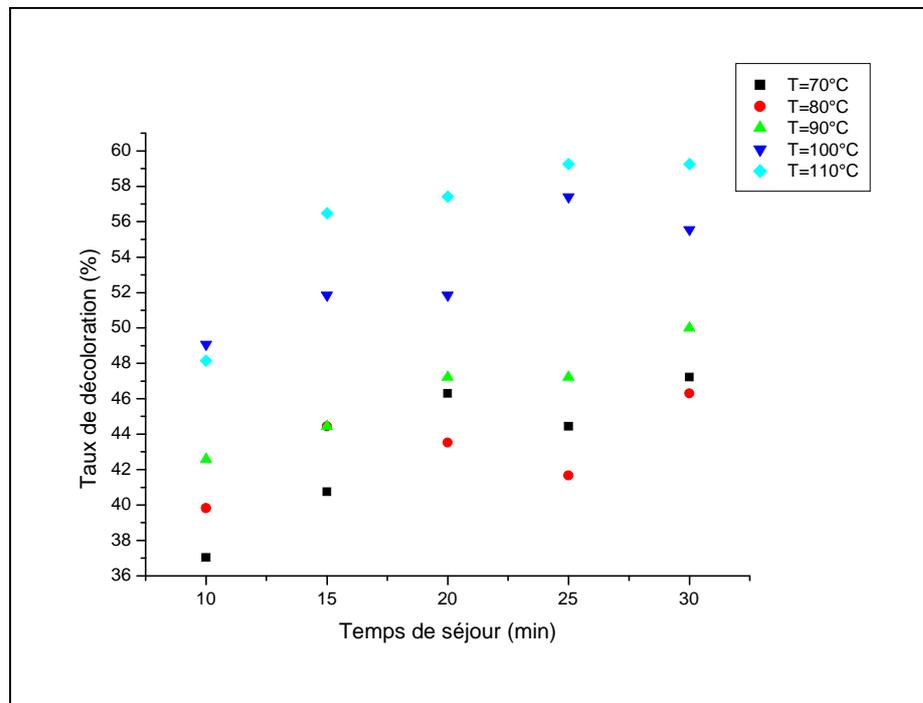
Il est à noter qu'une diminution de l'absorbance (disparition des pics) des échantillons décolorés de l'huile de tournesol par rapport à l'échantillon non décoloré est observée et l'intensité des pics diminue de plus en plus avec l'augmentation de la température, du temps de contact et du dosage de la terre décolorante utilisée. Cette disparition des pics peut être expliquée par l'élimination de la chlorophylle-a et du  $\beta$ -carotène par le phénomène d'adsorption et cela est dû aux bonnes propriétés absorbantes et au fort pouvoir décolorant de la terre décolorante utilisée dans cette étude.

### **III.3.Variation des taux de décoloration en fonction du temps de contact et de la température pour une masse fixe aux trois longueurs d'onde**

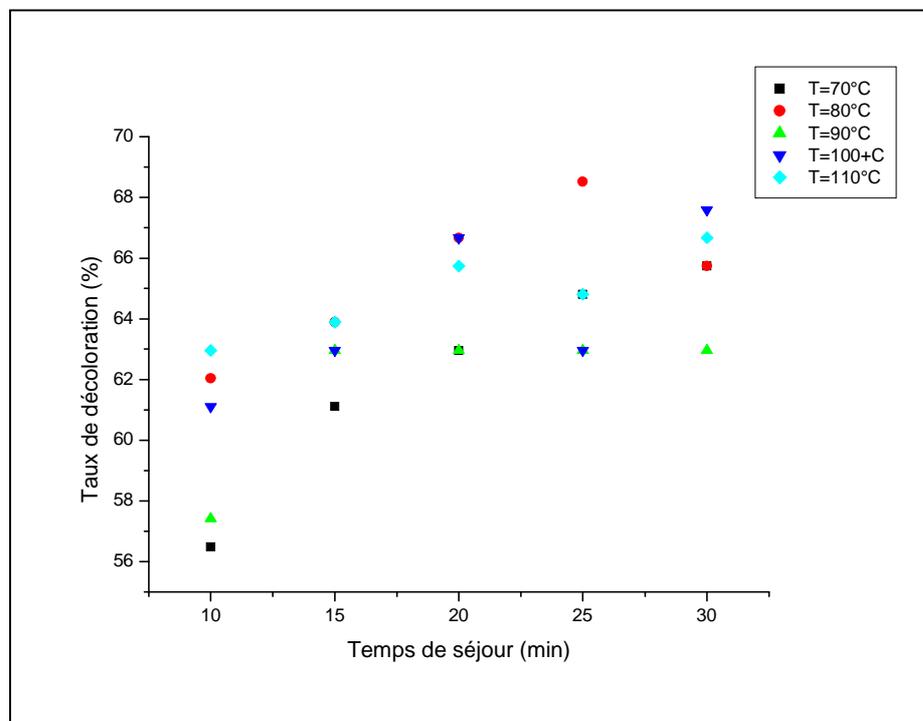
Les figures suivantes représentent la variation des taux de décoloration de l'huile de tournesol en fonction de temps de contact en utilisant comme critères d'influences sur la qualité du produit la température, le dosage de la terre décolorante aux trois différentes longueurs d'ondes ( $\lambda=429$  nm,  $\lambda=454$  nm et  $\lambda=483$  nm).

- $\lambda=429$  nm

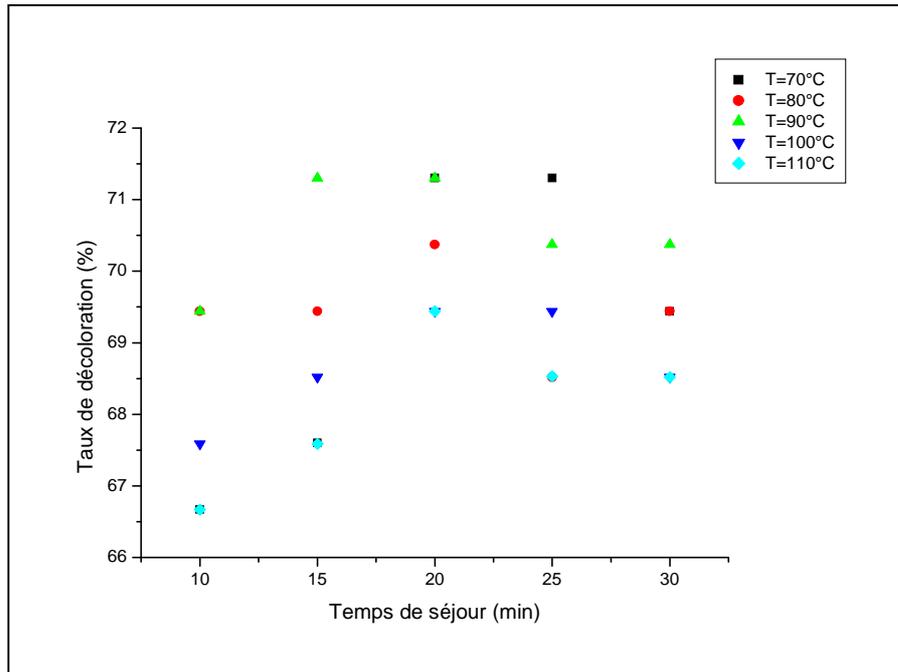
- $m=0.25$  g



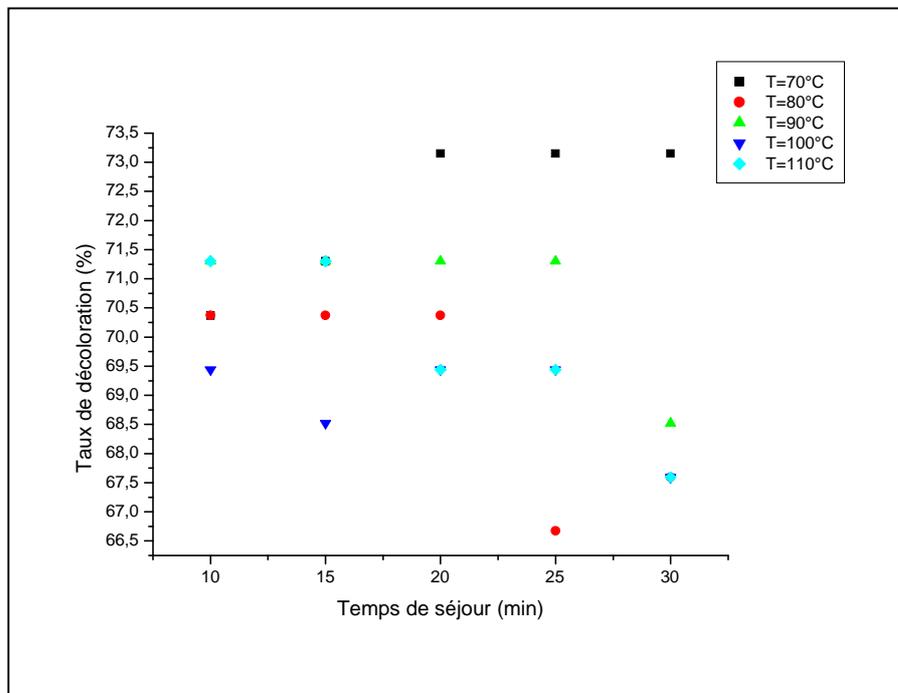
- $m=0.5$  g



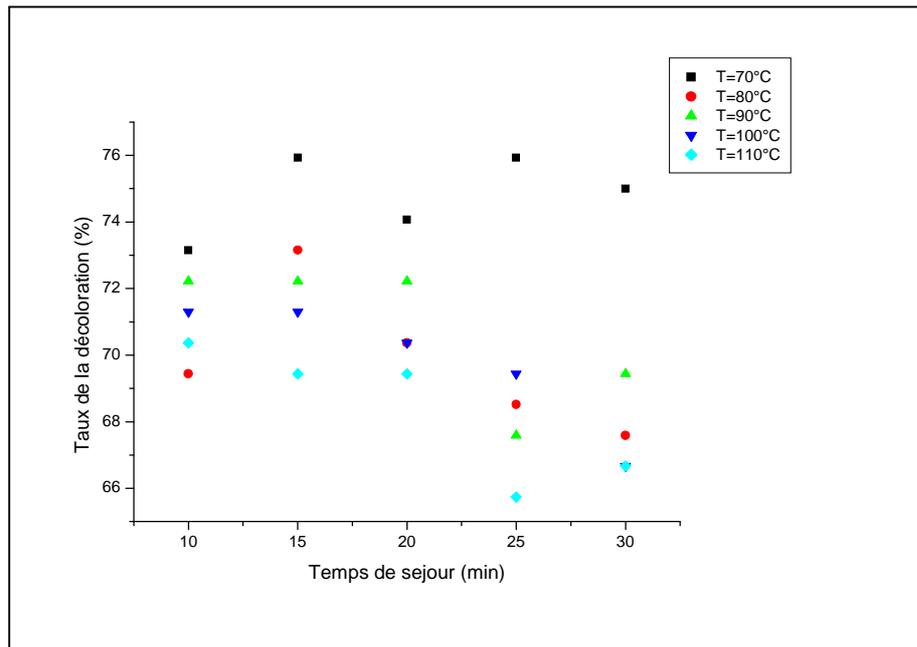
➤ **m= 0.75 g**



➤ **m= 1 g**



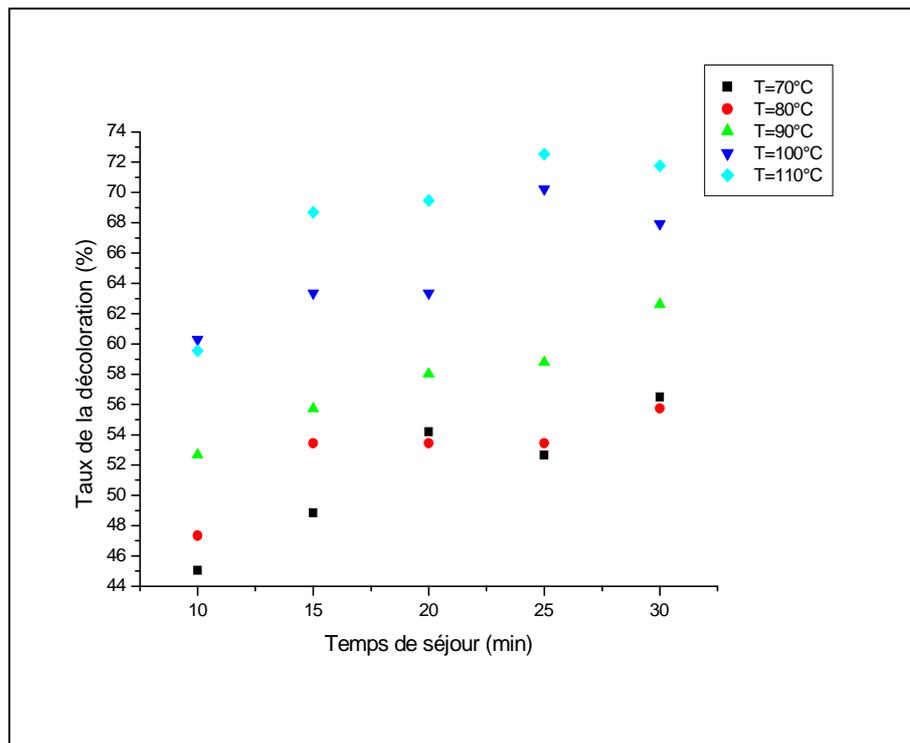
➤  $m= 1.25 \text{ g}$



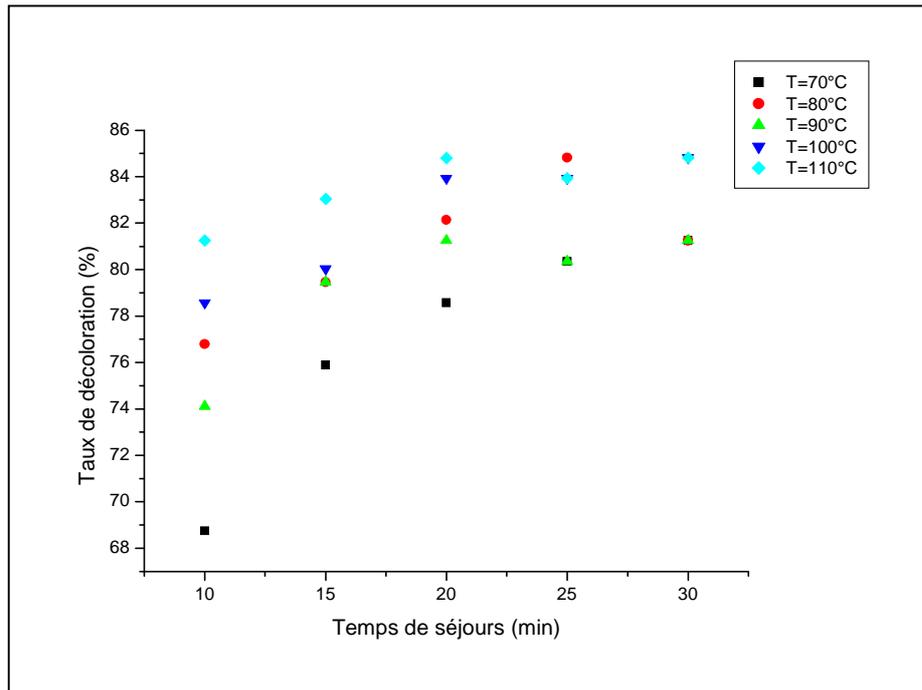
**Figure 15.** Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde  $\lambda= 429 \text{ nm}$ .

•  $\lambda=454 \text{ nm}$

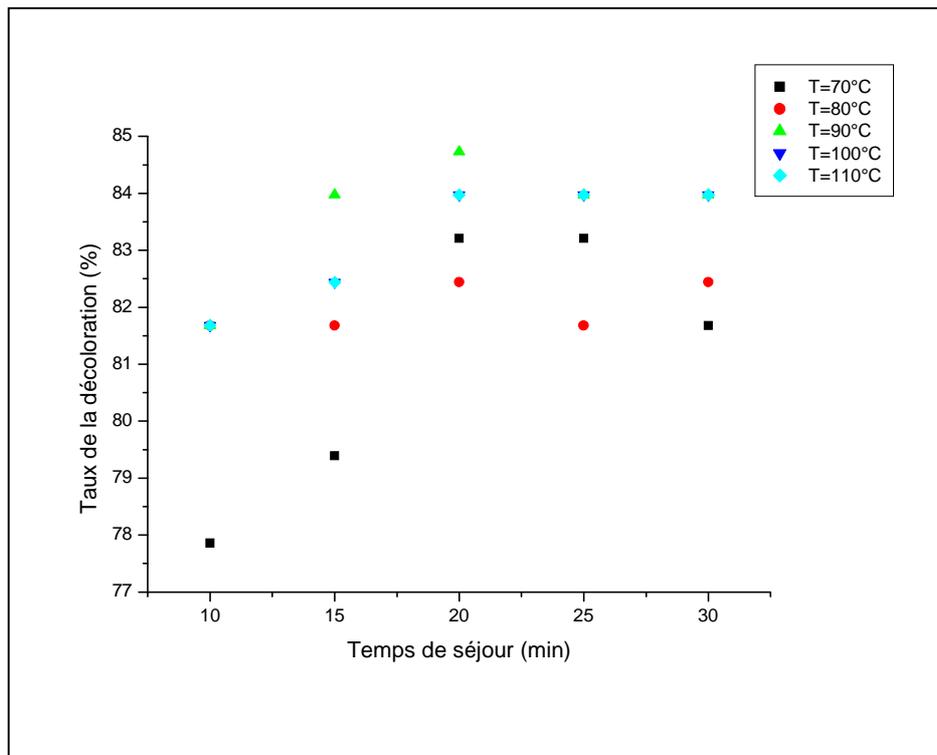
➤  $m=0.25 \text{ g}$



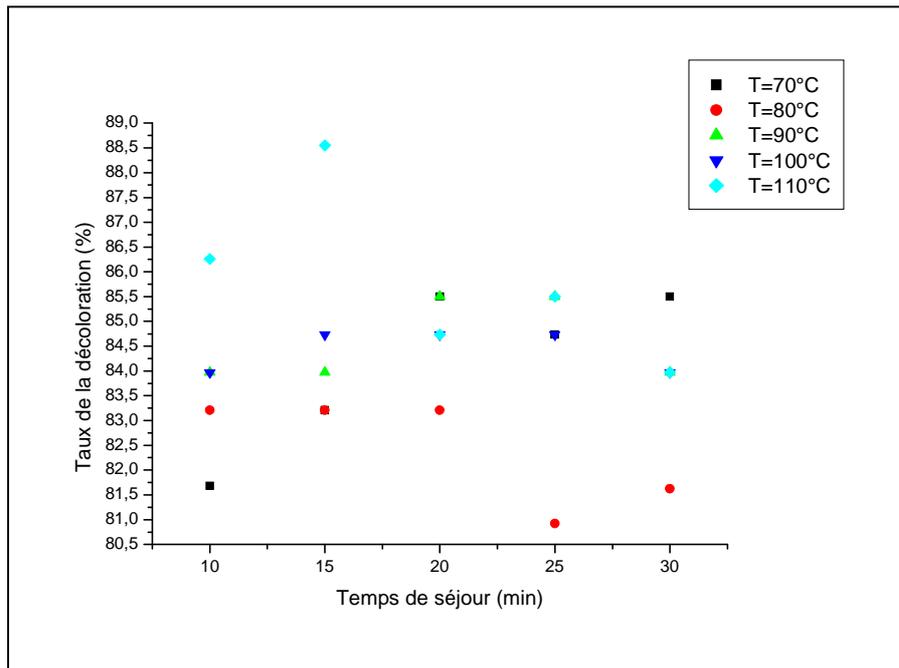
➤ m=0.5 g



➤ m=0.75 g



➤ m=1 g



➤ m=1.25 g

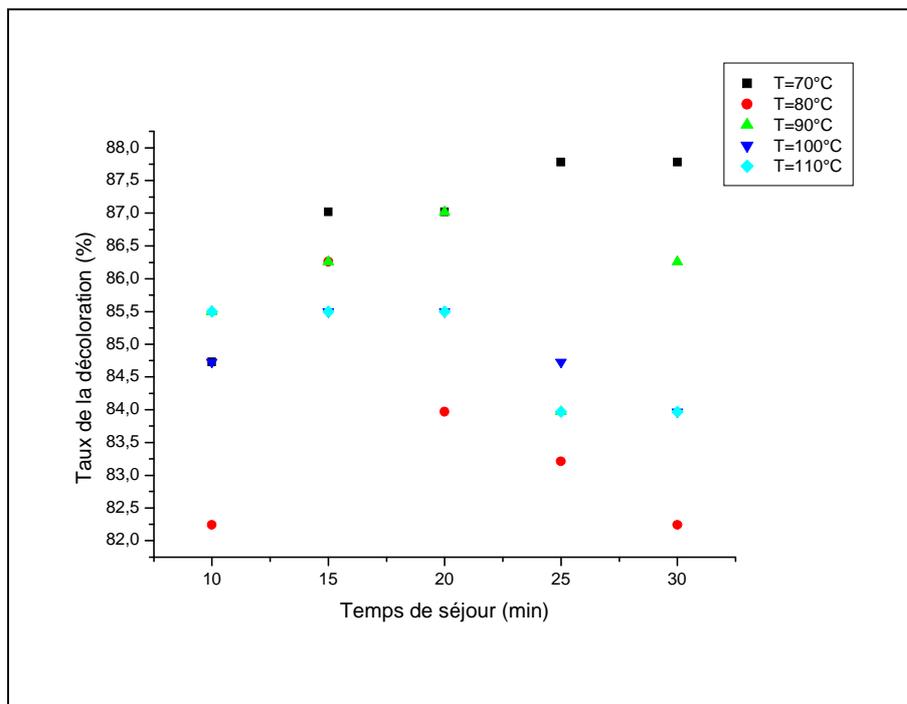
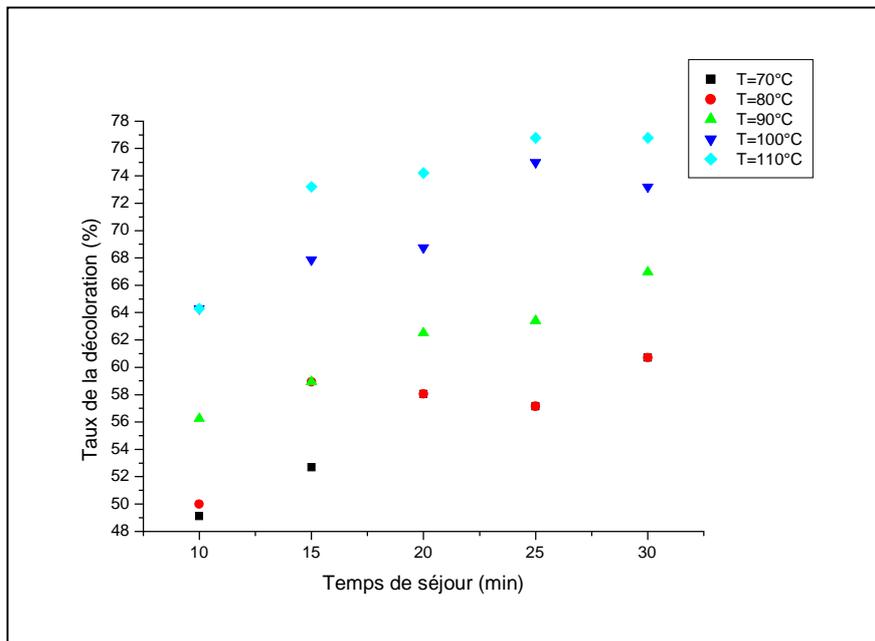
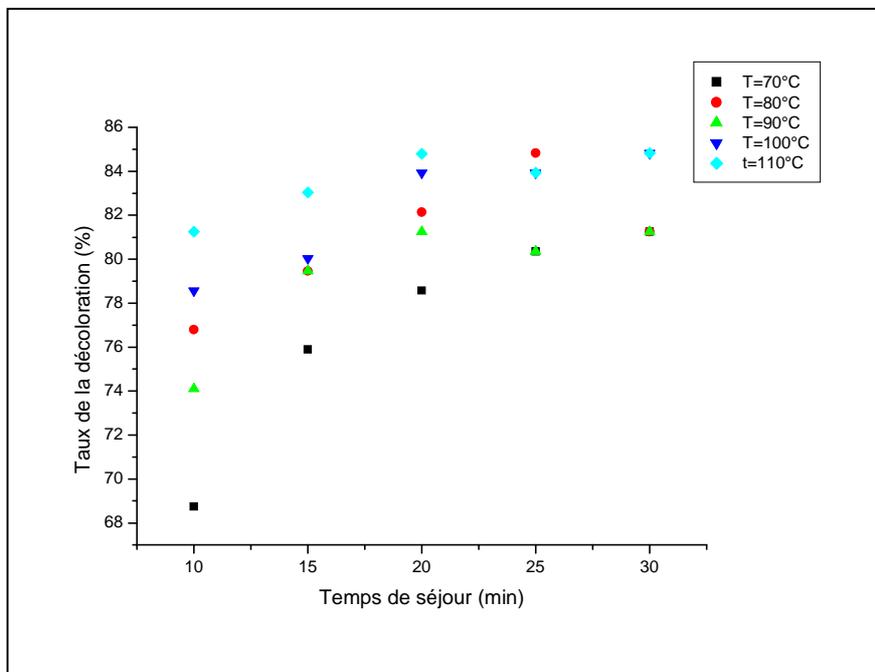


Figure 16. Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde  $\lambda = 454\text{nm}$

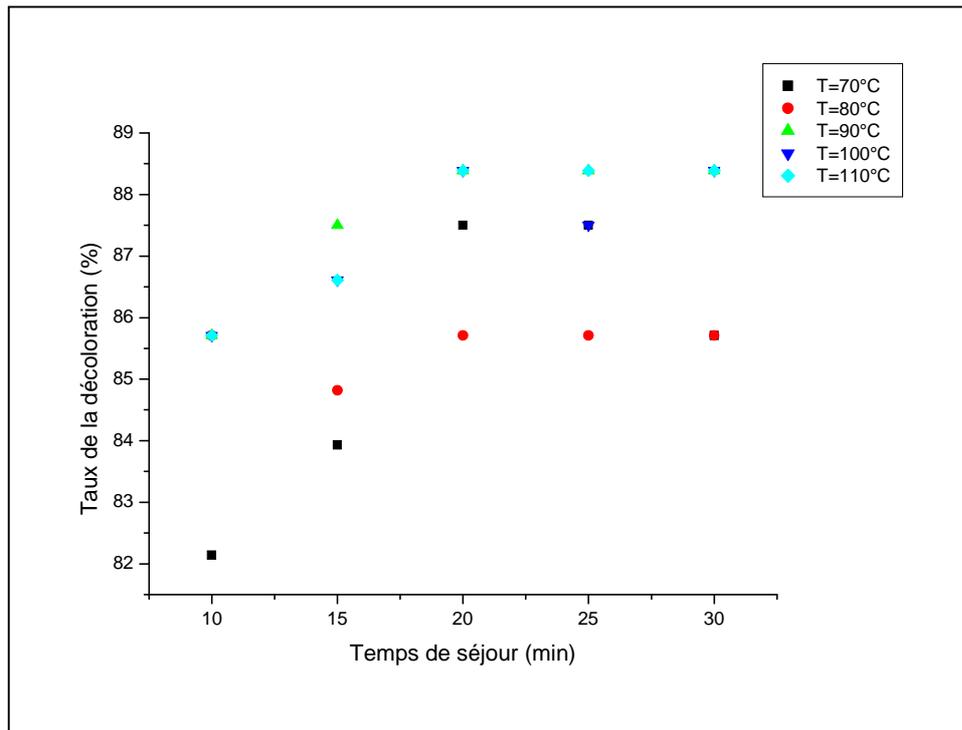
- $\lambda = 483 \text{ nm}$
- $m = 0.25 \text{ g}$



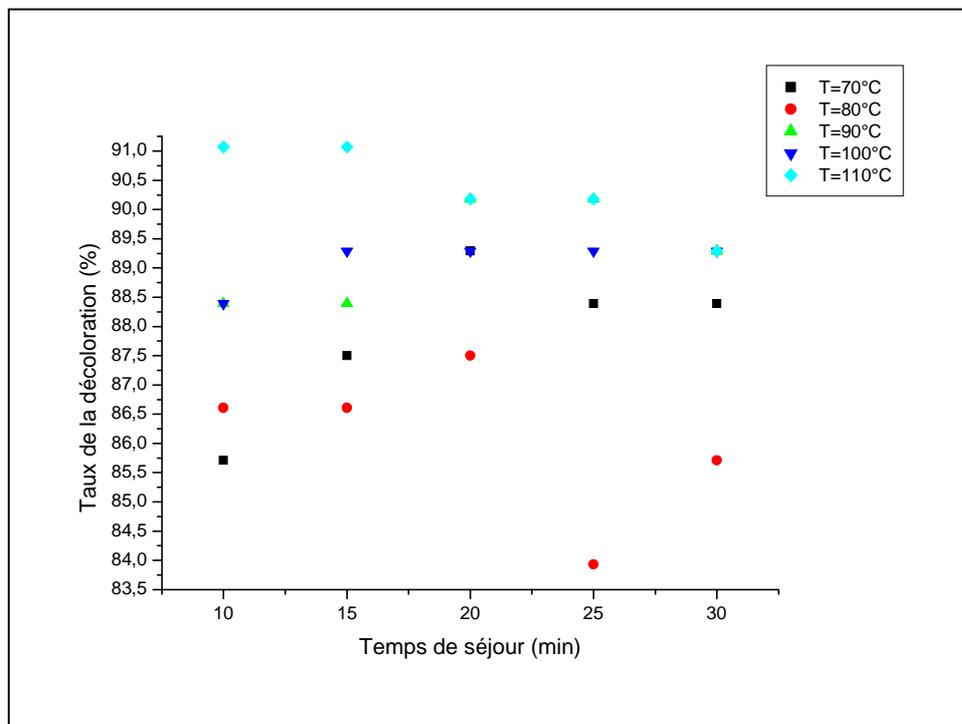
- $m = 0.5 \text{ g}$



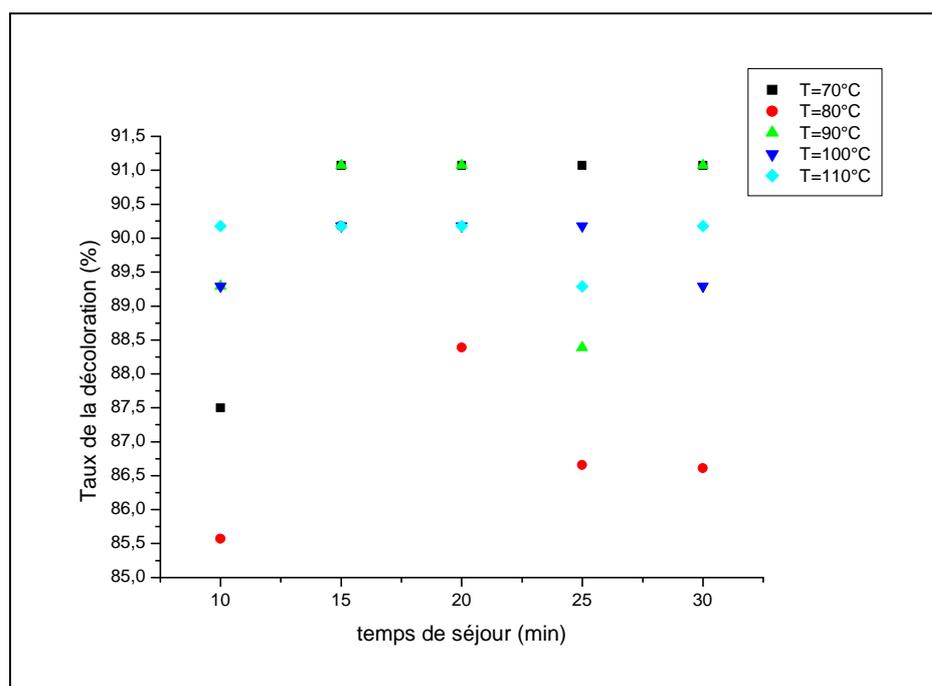
➤  $m = 0.75 \text{ g}$



➤  $m = 1 \text{ g}$



➤  $m = 1.25 \text{ g}$



**Figure 17.** Variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact à la longueur d'onde  $\lambda = 483 \text{ nm}$ .

Les figures montrent que le taux de décoloration de l'huile de tournesol varie de manière significative en fonction des paramètres expérimentaux (température, masse de la terre et le temps de contact) atteignant 71.30% pour  $\lambda = 429 \text{ nm}$ , 86.50% pour  $\lambda = 454 \text{ nm}$  et 90.18% pour  $\lambda = 483 \text{ nm}$  sous certaines conditions opératoires. Il augmente avec l'augmentation de la température, du dosage de la terre et du temps de contact excepté dans quelques cas où ce taux diminue ce qui est expliqué par le fait qu'à températures élevées et à long temps de contact, l'équilibre d'adsorption se déplace vers la désorption et certaines molécules de pigments adsorbées par la terre décolorante se dissolvent à nouveau dans l'huile [8].

#### III.4. Optimisation des paramètres de la décoloration pour l'huile de tournesol

Le tableau III ci-après représente les taux de décoloration en fonction de différents paramètres (température, la masse de la terre décolorante et le temps de contact), on a sélectionné uniquement les taux de décoloration optimums dépassants 69% pour  $\lambda = 429 \text{ nm}$ , 85% pour  $\lambda = 454 \text{ nm}$  et 89% pour  $\lambda = 483 \text{ nm}$ . Les taux de décoloration sont calculés en utilisant l'équation (17), quand aux absorbances, elles sont déterminées à partir des spectres d'absorptions (lues directement).

Tableau III : Taux de décoloration optimums obtenus.

$\lambda$ (nm)	T (°C)	m (g)	t (min)	TD <sub>exp</sub> (%)	
429	70	0,75	20	70,3	
	70	0,75	25	69,30	
	70	1	10	70,37	
	70	1	15	69,30	
	70	1	20	71,15	
	70	1	25	69,15	
	70	1	30	70,15	
	70	1,25	10	71,15	
	70	1,25	15	70,93	
	70	1,25	20	71,07	
	70	1,25	25	70,93	
	70	1,25	30	71	
	80	0,75	20	70,37	
	80	1	10	70,37	
	80	1	20	70,37	
	80	1,25	15	71,15	
	80	1,25	20	70,37	
	90	0,75	15	71,10	
	90	0,75	20	71,00	
	90	0,75	25	70,37	
	90	0,75	30	70,17	
	90	1	10	70,18	
	90	1	15	70,90	
	90	<b><u>90</u></b>	<b><u>1</u></b>	<b><u>20</u></b>	<b><u>71,3</u></b>
	90	1	25	71,3	
	90	1,25	10	70,22	
	90	1,25	15	71,22	
	90	1,25	20	70,22	
	100	1,25	10	71,3	
	100	1,25	15	71,3	

	100	1,25	20	70,37	
	110	1	10	71,3	
	110	1	15	70,3	
	110	1,25	10	70,37	
454	70	1	20	85,50	
	70	1	30	85,50	
	70	1,25	15	86,02	
	70	1,25	20	86,02	
	70	1,25	25	86,28	
	80	1,25	15	85,26	
	<b><u>90</u></b>	<b><u>1</u></b>	<b><u>20</u></b>	<b><u>86,50</u></b>	
	90	1	25	85,50	
	90	1,25	10	85,50	
	90	1,25	15	85,26	
	90	1,25	20	85,02	
	90	1,25	30	86,26	
	100	1,25	15	85,52	
	110	1	10	86,26	
	110	1	25	85,50	
	110	1,25	10	85,00	
	110	1,25	15	85,50	
	110	1,25	20	85,50	
		70	1	20	89,29
		70	1,25	15	90,17
70		1,25	20	90,03	
70		1,25	25	90,07	
70		1,25	30	90,17	
80		1,25	15	90,18	
80		1,25	20	90,07	
<b><u>90</u></b>		<b><u>1</u></b>	<b><u>20</u></b>	<b><u>90,18</u></b>	
90		1	25	90,18	
90		1	30	89,29	
90		1,25	10	89,29	

483	90	1,25	15	90,17
	90	1,25	20	89,07
	90	1,25	30	90,07
	100	1	15	89,19
	100	1	20	89,29
	100	1	25	89,09
	100	1	30	89,29
	100	1,25	10	89,29
	100	1,25	15	90,18
	100	1,25	20	90,08
	100	1,25	25	90,18
	100	1,25	30	89,29
	110	1	10	90,07
	110	1	15	90,07
	110	1	20	90,18
	110	1	25	90,18
	110	1	30	89,29
	110	1,25	10	89,18
	110	1,25	15	90,00
	110	1,25	20	90,18
110	1,25	25	89,29	
110	1,25	30	90,18	

Après une analyse approfondie des résultats obtenus (enregistrés dans le tableau III), 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)= 90, Temps de séjour : t (min)=20.

### III.5. Résultats de la modélisation

#### III.5.1. Modélisation des taux de décoloration en fonction des paramètres de la décoloration

Les taux de décoloration de l'huile de tournesol par la tonsil aux trois longueurs d'onde sont mis sous forme de modèles mathématiques. Ces modèles élaborés décrivent le phénomène d'adsorption et permettent de prévoir les taux de décoloration (Y) en fonction de la température ( $X_1$ ), de la masse de la terre décolorante ( $X_2$ ) et du temps de contact ( $X_3$ ) et traduisant l'élimination des pigments colorés à chaque longueur d'onde. Les modèles élaborés sont les suivants :

❖ Pour la longueur d'onde  $\lambda = 429$  nm (taux d'élimination de la chlorophylle-a) :

$$Y = -1,09 * 10^2 + 2,16 * X_1 + 1,52 * 10^2 * X_2 + 2,23 * X_3 - 22,74 * 10^{-2} * X_1 * X_2 + 85,18 * 10^{-4} * X_1 * X_3 + 0,46 * X_2 * X_3 - 11,95 * 10^{-3} * X_1 * X_2 * X_3 - 10,51 * 10^{-3} * X_1^2 - 64,65 * X_2^2 - 57,45 * 10^{-3} * X_3^2$$

Ce modèle est sélectionné sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau IV.

**Tableau IV :** Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour  $\lambda = 429$  nm.

		Teste de Fisher-Snedecor								
Variance résiduelle	Coefficient de détermination (%)	Valeur calculer	Valeur tabuler $f(n-m, m-1, \alpha)$							
$0,66.10^{-2}$	99,99	$1,21.10^5$	1,87							
Student tabuler : $T(n-m, \alpha/2)=1.98$										
T(C <sub>1</sub> )	T(C <sub>2</sub> )	T(C <sub>3</sub> )	T(C <sub>4</sub> )	T(C <sub>5</sub> )	T(C <sub>6</sub> )	T(C <sub>7</sub> )	T(C <sub>8</sub> )	T(C <sub>9</sub> )	T(C <sub>10</sub> )	T(C <sub>11</sub> )
16,42	12,84	$2,7.10^2$	48,77	63,16	14,77	6,27	36,44	53,29	$5,61.10^2$	78,04

❖ Pour la longueur d'onde  $\lambda=454$  nm (taux d'élimination de  $\beta$ -carotène) :

$$Y = -3,02 * 10^2 + 4,91 * X_1 + 2,36 * 10^2 * X_2 + 12,88 * X_3 - 0,81 * X_1 * X_2 - 73,26 * 10^{-3} * X_1 * X_3 - 6,47 * X_2 * X_3 + 52,81 * 10^{-3} * X_1 * X_2 * X_3 - 21,23 * 10^{-3} * X_1^2 - 78,62 * X_2^2 - 0,1 * X_3^2$$

Ce modèle est sélectionné sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau V.

**Tableau V:** Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour  $\lambda = 454$  nm

Variance résiduelle (%)	Coefficient de détermination	Teste de Fisher-Snedecor								
		Valeur calculer	Valeur tabuler $f(n-m, m-1, \alpha)$							
0,11	99,92	$1,32 \cdot 10^4$	1,87							
Student tabuler : $T(n-m, \alpha/2)=1.98$										
T(C <sub>1</sub> )	T(C <sub>2</sub> )	T(C <sub>3</sub> )	T(C <sub>4</sub> )	T(C <sub>5</sub> )	T(C <sub>6</sub> )	T(C <sub>7</sub> )	T(C <sub>8</sub> )	T(C <sub>9</sub> )	T(C <sub>10</sub> )	T(C <sub>11</sub> )
56,97	62,91	93,11	32,87	13,05	12,50	6,15	14,55	60,57	$2,32 \cdot 10^2$	82,76

❖ Pour la longueur d'onde  $\lambda=483$  nm (taux d'élimination de la chlorophylle a) :

$$Y = -6,12 + 0,25 * X_1 + 1,31 * 10^2 * X_2 + 1,4 * X_3 - 0,37 * X_1 * X_2 - 19,07 * 10^{-4} * X_1 * X_3 - 0,42 * X_2 * X_3 + 10,53 * 10^{-4} * X_1 * X_2 * X_3 + 13,34 * 10^{-4} * X_1^2 - 41,87 * X_2^2 - 15,95 * 10^{-3} * X_3^2$$

Ce modèle est sélectionné sur la base des critères statistiques présentés dans le tableau VI

**Tableau VI :** Critères statistiques du modèle décrivant la décoloration de l'huile de tournesol pour  $\lambda = 483$  nm.

Variance résiduelle (%)		Coefficient de détermination		Teste de Fisher-Snedecor					
				Valeur calculer			Valeur tabuler $f(n-m, m-1, \alpha)$		
0.73.10 <sup>-2</sup>		99,99		1,48.10 <sup>5</sup>			1,87		
Student tabuler : T (n-m, $\alpha/2$ )=1.98									
T(C <sub>1</sub> )	T(C <sub>2</sub> )	T(C <sub>3</sub> )	T(C <sub>4</sub> )	T(C <sub>5</sub> )	T(C <sub>6</sub> )	T(C <sub>7</sub> )	T(C <sub>8</sub> )	T(C <sub>9</sub> )	T(C <sub>10</sub> )
12,06	28,03	3.02.10 <sup>2</sup>	77,95	82,20	10,59	21,50	4,85	29,02	5,70.10 <sup>2</sup>
86,96									

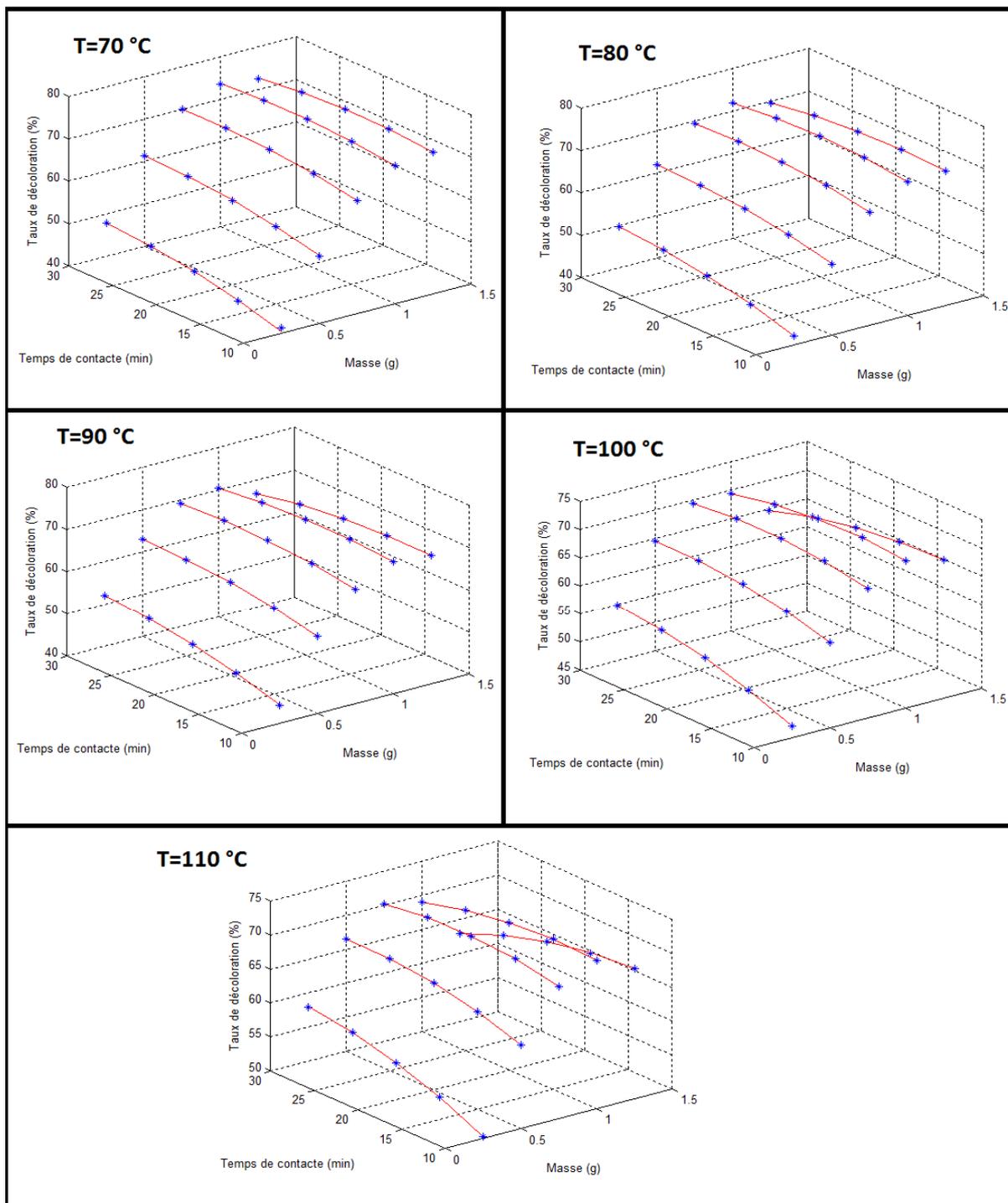
### III.5.2. Validité des modèles sélectionnés

La validité des modèles mathématiques sélectionnés est vérifiée en utilisant les critères statistiques, c'est-à-dire, la variance résiduelle, le coefficient de détermination ( $R^2$ ), le test de Student et le test de Fisher-Snedecor. Ces trois modèles testés ont donné lieu aux critères statistiques mentionnées dans les tableaux précédents (tableau IV, V et VI), ils montrent une variance résiduelle, qui tend vers zéro, elle est d'ordre de  $0.66.10^{-2}$  pour  $\lambda=429$  nm; d'ordre de 0.11 pour  $\lambda=454$  nm et d'ordre de  $0.73 \cdot 10^{-2}$  pour  $\lambda=483$  nm, ce qui signifie qu'il ne reste pas d'autres informations à apporter sur le phénomène de la décoloration, elles montrent également la valeur maximale du coefficient de corrélation ( $R^2 = 99.99\%$ ) pour les deux longueurs d'onde 429 et 483nm et ( $R^2 = 99.92\%$ ) pour longueur d'onde 454 nm, ce qui nous confirme un meilleur ajustement des données expérimentales, tandis que les valeurs des tests Student calculés sont supérieures aux valeurs du Student tabulées ce qui indique que tous les coefficients de ces modèles sont retenus et enfin la valeur du test de Fisher-Snedecor calculé est beaucoup plus grande que la valeur du test de Fisher tabulé, ce qui nous valide les modèles en entier.

**III.6. Etude comparative**

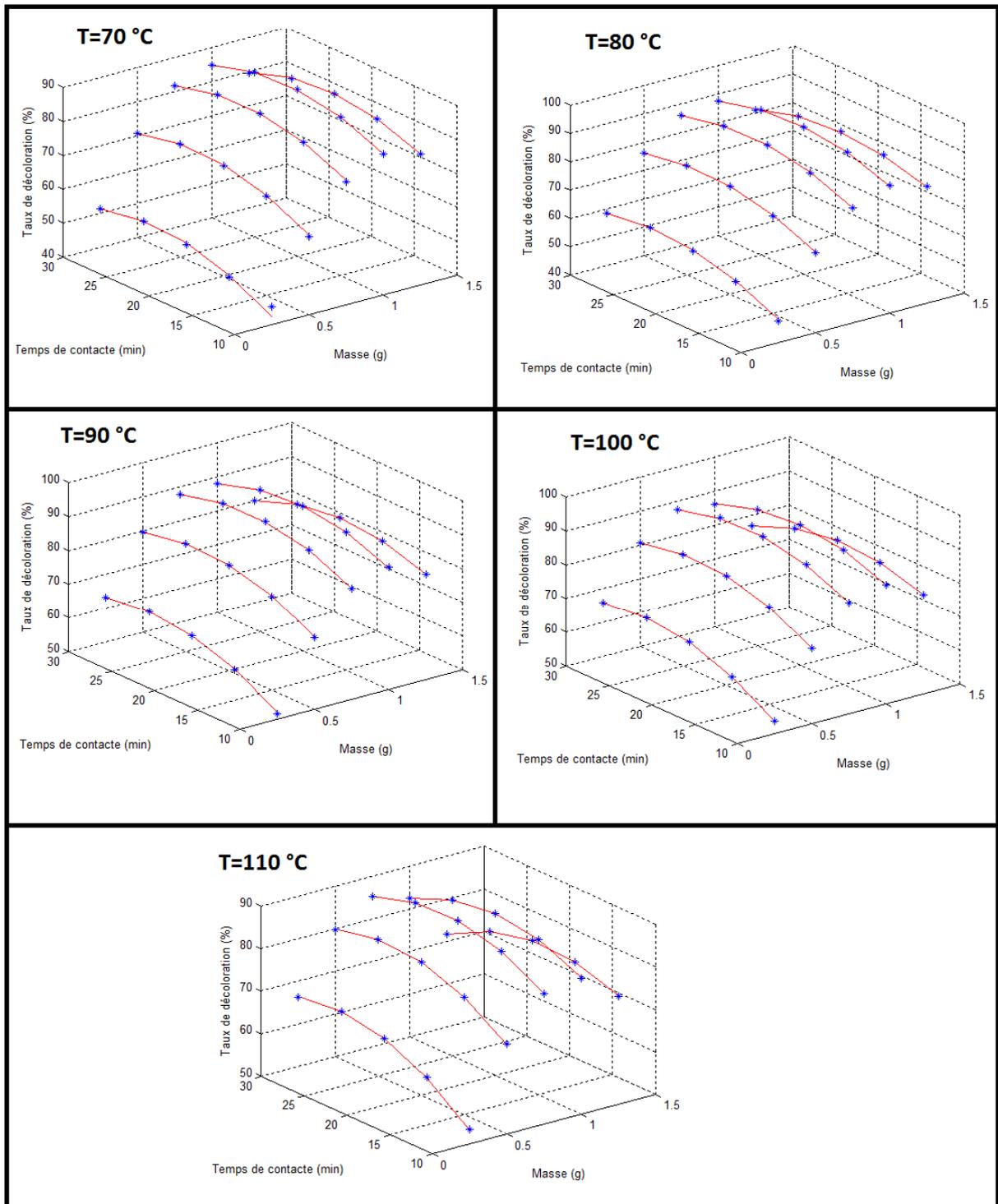
La présentation graphique du modèle général théorique comparé aux résultats expérimentaux pour les trois longueurs d'onde présente une grande concordance comme illustré sur les figures 16, 17 et 18 et les tableaux VI, VIII et IX.

- Pour  $\lambda=429$  nm :



**Figure 18:** la variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour  $\lambda= 429$  nm.

- Pour  $\lambda=454 \text{ nm}$  :



**Figure 19:** la variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour  $\lambda= 454 \text{ nm}$ .

Pour  $\lambda=483$  nm

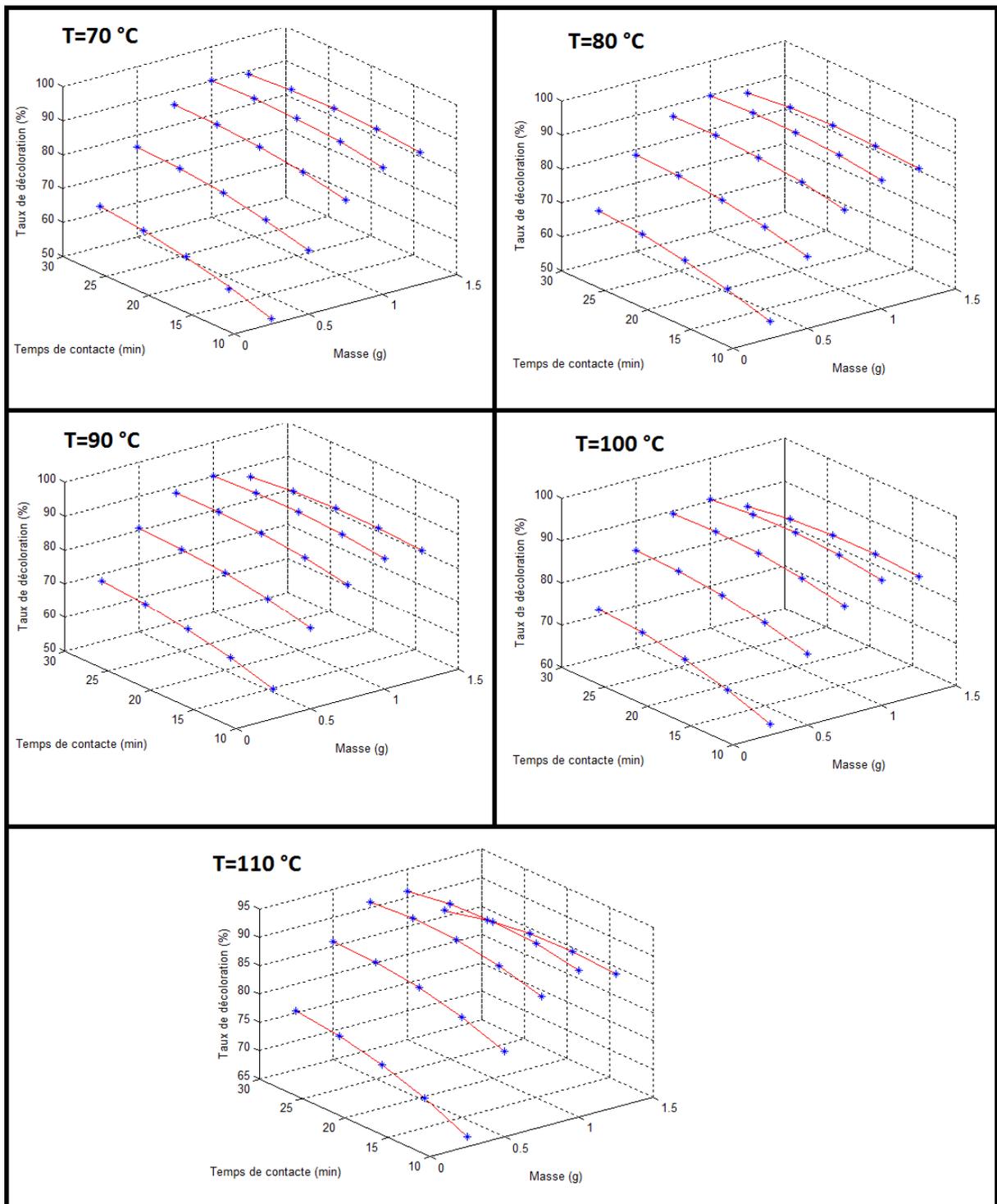


Figure 20: la variation du taux de décoloration en fonction du temps de contact, dosage de la terre, température, pour  $\lambda= 483$  nm.

**Tableau VII:** Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour  $\lambda = 429 \text{ nm}$

	Masse en (g)	Température en (°C)	Temps de séjours en (min)	Taux de décoloration à (429nm)
Expérimental	1	90	20	71.30
Simulation	0.98	90.05	17	71.90

**Tableau VIII:** Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour  $\lambda = 454 \text{ nm}$

	Masse en (g)	Température en (°C)	Temps de séjours en (min)	Taux de décoloration à (454nm)
Expérimental	1	90	20	86.50
Simulation	0.92	90.51	21.18	86.19

**Tableau IX :** Les résultats obtenus de l'expérimentation et de la simulation pour  $\lambda = 483 \text{ nm}$

	Masse en (g)	Température en (°C)	Temps de séjours en (min)	Taux de décoloration à (483nm)
Expérimental	1	90	20	90.18
Simulation	1.06	90.06	21.93	90.83

D'après les faibles écarts enregistrés entre les valeurs simulées et expérimentales, on conclut que les modèles proposés décrivent le mieux le phénomène de décoloration et qu'ils ont apporté toutes les informations nécessaires sur l'élimination par adsorption de la chlorophylle-a et du  $\beta$ -carotène contenus dans l'huile de tournesol.

**III.7. Les analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol**

Les résultats obtenus en termes de qualité de l'huile de tournesol décoloré aux conditions optimales concernant, l'acidité, l'indice de peroxyde et l'indice d'iode sont regroupés dans le tableau X.

**Tableau X** : Les résultats d'acidité, l'indice de peroxyde et l'indice d'iode.

<b>Analyses</b>	<b>Indice d'iode (%)</b>	<b>Acidité (%)</b>	<b>Indice de peroxyde (meqd'O<sub>2</sub>/kg)</b>
<b>Résultats</b>	128	0.01	0,9
<b>Normes</b>	118-141	0.12 max	1 max

Les résultats obtenus sont conformes aux normes de l'entreprise CEVITAL.

# Conclusion

## **CONCLUSION**

L'huile brute contient des pigments de carotène et de chlorophylle, qui sont des colorants nuisibles, et pour donner à l'huile une nature clair, en valorisant sa qualité, on lui fait subir une opération industrielle appelé procède de décoloration.

Dans cette étape l'huile de tournesol sur une terre décolorante de commerce utilisée au niveau de la raffinerie des huiles alimentaires CEVITAL SPA. L'opération de décoloration est influencée par plusieurs paramètres à savoir la température, la masse de la terre décolorante ainsi que le temps de contact.

L'optimisation de ces trois paramètres nous permet d'obtenir une huile débarrassée de ces colorants toutes en réduire les quantités de la terre décolorante, d'économiser l'énergie servant en chauffage de l'huile et de minimiser le temps de contact. Ce contrôle passe par l'élaboration des modèles mathématiques régissant le phénomène de décoloration.

En se basant sur les résultats expérimentaux des taux de décoloration en fonction des différents paramètres (masse de la terre, la température de décoloration et le temps de contact) et en utilisant la programmation avec le MATLAB R 2009b, des modèles mathématiques décrivant la décoloration de l'huile de tournesol aux trois longueurs d'onde d'absorption des pigments colorés présents dans cette huile ont été élaborés. Ces modèles mathématiques traduisent l'élimination de la chlorophylle-a et du  $\beta$ -carotène par le phénomène d'adsorption, ces modèles permettent de prévoir le taux de décoloration de l'huile de tournesol en fonction des paramètres influant cette décoloration. La validité de ces modèles a été confirmée en utilisant l'analyse statistique.

Le modèle validé précédemment, nous a permet d'obtenir une maillure qualité du produit fini avec un temps de contact.

En se servant de ces modèles mathématiques, les conditions optimales de décoloration de l'huile de tournesol donnant les meilleurs taux de décoloration sont : dosage de la terre décolorante (1%), la température de décoloration (90°C) et le temps de contact (20 minutes).

Il est souhaitable que ce travail puisse être approfondi par :

- Une poursuite de l'huile décolorée à l'étape de désodorisation.
- Utiliser d'autres terres décolorantes.

# Références bibliographiques

## **Références Bibliographiques**

[1] : Bendou S., « Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de tonture ». Mémoire de magister Université de Boumerdes (2009).

[2] : Champetier G et AL, « les industries des corps gras», technique et documentation, Lavoisier, paris (1974).

[3] : Claude,J,Cheftel., « Introduction à la biochimie à la technologie des aliments », Lavoisier tome I, (1977).

[4] : Coutrot G., Dreesbeke F., In «Les Méthodes de prévision», Presses Universitaires de France, Paris (1984).

[5] : Dehouche k.,Amzal W., « Suivi du procédé d'hydrogénation au niveau de l'entreprise CO-G-B (la belle)» Université de Bejaia, mémoire d'ingénieur (2007).

[6]: Delia et Rodrigues-Amaya, « A guide to colotenoïd analysis in food”, printed in the united states of Americ. ISBN 1-57881-072-8 (2001).

[7] : Denise,J., «Raffinage des corps gras», In : manuel des corps gras tome II, Ed.Tec-Doc, Paris. Lavoisier, pp789-842 (1992).

[8]: Dubravka Skevin, Tomislav Domijan, Klara Kraljic, Jasenka Gajdos Kljusuric, Sandra Nederal and Marko Obranovic, Optimization of bleaching parameters for soybean oil. Food Technol. Biotechnol. 50 (2) 199–207 (2012).

[9]: Ellefson Wayne C. et Min David B., « fat analysis » Food analysis, Boston pp 117-132 (2010).

[10]: Evrard J et AL. « conditionnement, transformation, produits. Cahier technique tournesol », édition. Cetion,40p (1986).

[11] : Folly, « catabolism de a chlorophyll (b) ». doctoral dissertation, Université de Fribourg (2000).

[12]: Francisco R., Valenzuela D., Persios S., studies of the acid activation of BRAZILIAN smectitic clays. Quin NOVA.24: p345-353 (2001).

- [13] : Frenot et Vierling, « biochimie des aliments Diététique du sujet bien partant », Ed 2 : Doin éditeurs, centre régional de documentation pédagogique Aquitaine. Bordeaux p297 (2001).
- [14]: Gonzdrlez, E., Pradas, M., Villafranca Shchez, M., Socias Viciano, A., Gallego, C., “Adsorption of chlorophyll-a from acetone solution on natural and activated bentonite”, J. Chem. Tech. Biotechnol., 61,175-178( 1994).
- [15] : Gornay,J., «Transformation par voie thermique de triglycérides et d’acide gras application à la polarisation chimique des déchets lipidiques», thèse de doctorat, (2006).
- [16] : Graille,J., «Les corps gras alimentaires aspects chimique, biochimique et nutritionnelles» In : les lipides et corps gras alimentaire. Paris. Ed : Lavoisier. Collection science et technique agro alimentation, (2003).
- [17] : Jozja N., Etude de matériaux argileux Albanais : Caractérisation multi-échelle d’une bentonite magnésium. Impact de l’interaction avec le nitrate de plomb sur la perméabilité. Thèse de doctorat de l’Université d’Orléans (2003).
- [18]: Kaci M., Sadoun T., Moussaceb K., Akroune N., «modeling of the kinetics degradation of Unstabilized and HALS-Stabilized LDPE Film Under thermo-Oxidation and natural Weathering conditions», J . APPLI. Polym. Sci., 82(13), 3284 (2001).
- [19]: Kadish, K. M., Mu, X. H., & Lin, X. Q. Microvoltammetry and in situ FTIR, ESR, and UV-visible spectroelectrochemical studies of (TPP) Co (NO) oxidation/reduction in dichloromethane. *Inorganic chemistry*, 27(8), 1489-1492. (1988).
- [20] : Karleskind A., « principaux constituant chimique des corps gras, propriétés chimiques des corps gras», in manuel des corps gras, tome I, Ed. Lavoisier, 95p,358p (1992).
- [21] : Karleskind A., manuel des corps gras, tome II, édition Tec et Doc, Lavoisier Paris, pp 1571-1578 (1992).
- [22] : Kashi Imad, Modélisation de la cinétique de dégradation des films de PEBD soumis aux différents environnements, Pour l’obtention du diplôme de MAGISTER, Université Abderrahmane Mira-Béjaïa, (2015).
- [23]: Kaynak G., Ersoz M.,Kara H., “Investigation of the properties of oil at the bleaching unit of an oil refinery”. *Journal of Colloid and Interface science*. 280:131-138 (2004).

- [24]: Kheok S C., “ Mechanism of palm oil bleaching by montmorillonite clay activated at various acid concentrations. Journal of American Oil chemists society” ,volume 5, Issue 3, pp129-131 (1982).
- [25] : Linden.G.Lorient.D., « huile et graisse végétales», In : biochimie agroindustriel. Ed : &Masson. Paris. Milan Barcelone p 287-338 (1994).
- [26] : Labouret .P «the different advantages of different oils on health. 2005.
- [27] : Mansour.H.B and Tlemcani., « les colorants naturels sont-ils de bons additifs alimentaires ? », phytothérapie, 7(4) ;202-210 (2009).
- [28] : Merrien A., « Physiologie de a formation du rendement cher le tournesol», Info Tech.Cetion, 83(II), 72p (1983).
- [29]: Moussaceb K., “modeling of the kineties degradation of Unsrabilized and HALS-Stabilized LDPE Film Under thermo-Oxidation and natural Weathering conditions”, Arab. J. Sci. Eng., 37, 1327-1338 (2012).
- [30]: Nguetnkam J.P. , R. Kamga , F. Villiéras, G.E. Ekodeck , J. Yvon , Assessing the bleaching capacity of some Cameroonian clays on vegetable oils, Applied Clay Science 39,113–121 (2008).
- [31] : Pelli et Lyly, « Les antioxydants dans l’alimentation », ISBN: 27380-1069-5, Institut National de la recherché agronomique, France (2003).
- [32] : Pierre-André Cornillon et Éric Matzner-Løber, Régression : Théorie et applications, Springer-Verlag France, Paris, (2007).
- [33] : Richter. G., « métabolisme des végétaux physiologie et biochimie», Edition française. ISBN : 2-88074-231-5 (1993).
- [34] : Robert L., « Adsorption », Technique de l’ingénieur, J 2730, 1-9 (1989).
- [35]: Sarier, N., Giiler, C.,  $\beta$ -Carotene adsorption on acidactivated montmorillonite, J. Am. Oil Chem. SOC, 65 (5). 776790 (1988).
- [36] : Srasra E., « argile et acidité, mécanisme de l’activation acide et propriétés résultantes », 2<sup>e</sup>thèse de doctorat d’état Es-sciences physiques faculté des sciences de Tunis (2002).
- [37] : Tremodieres J., et AL, manuel d’alimentation humaine (1980).

[38]: Verdu J., In « Vieillissement des plastiques » Ed. Afnor Technique, Paris, (1984)

[39] : Well.J.H., « structure des lipides ». In : biochimie générale 10eme édition, Paris-Dunod. pp273 (2001).

[40] : Xavier Pages, Odile Morin, Celine Birot, Marie Gaud, Stephane Fazeuilh, Morgan Gouband, « Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants », Institut des corps gras. France O CLVOL. 17 N°2 Mars- Avril (2010).

[41]: Zschau W., “Bleaching of fats and oils”, European Journal of lipid science an technology, volume 103, N° (08). Aout (2001).

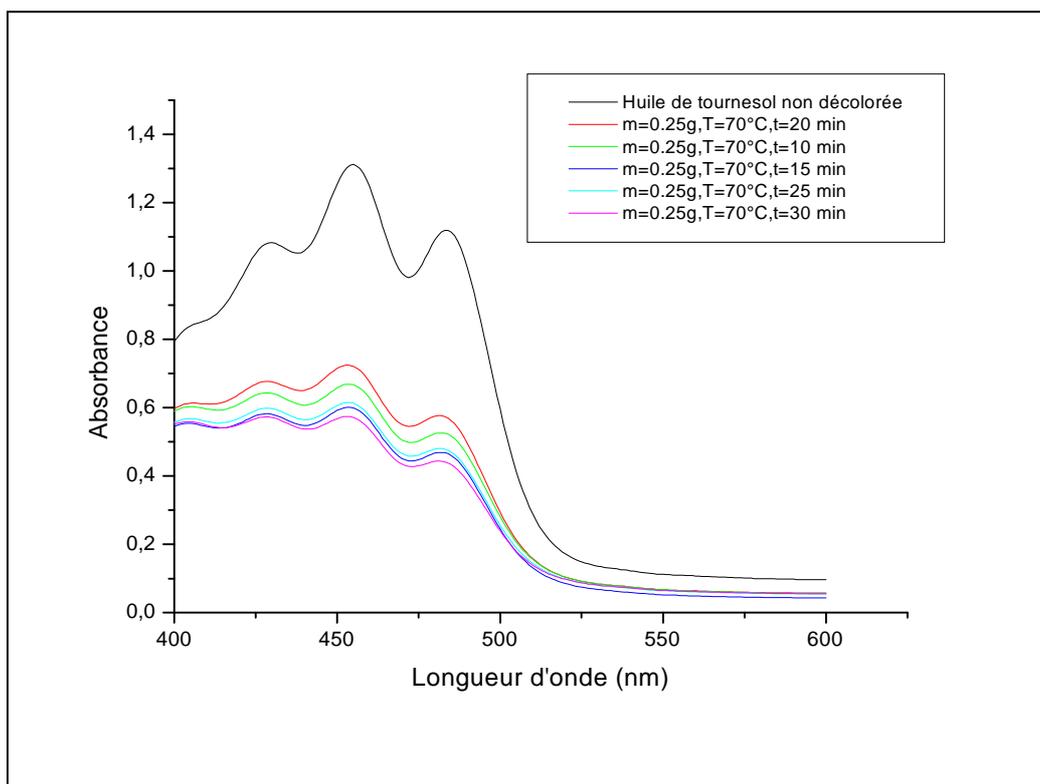
# Annexes

## Annexe I

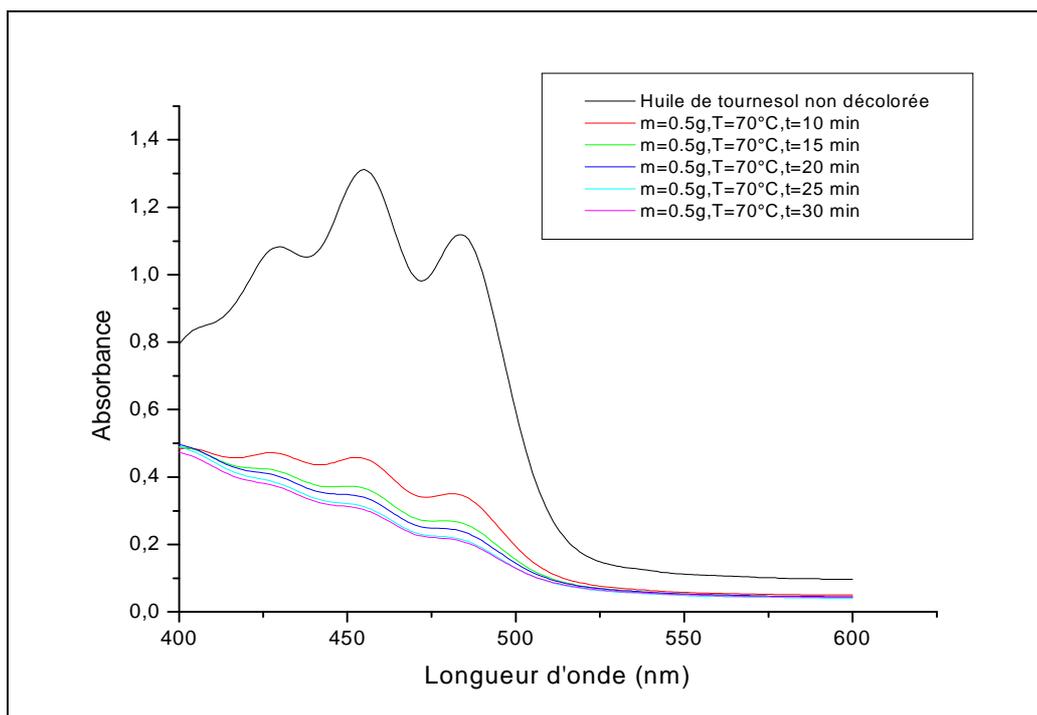
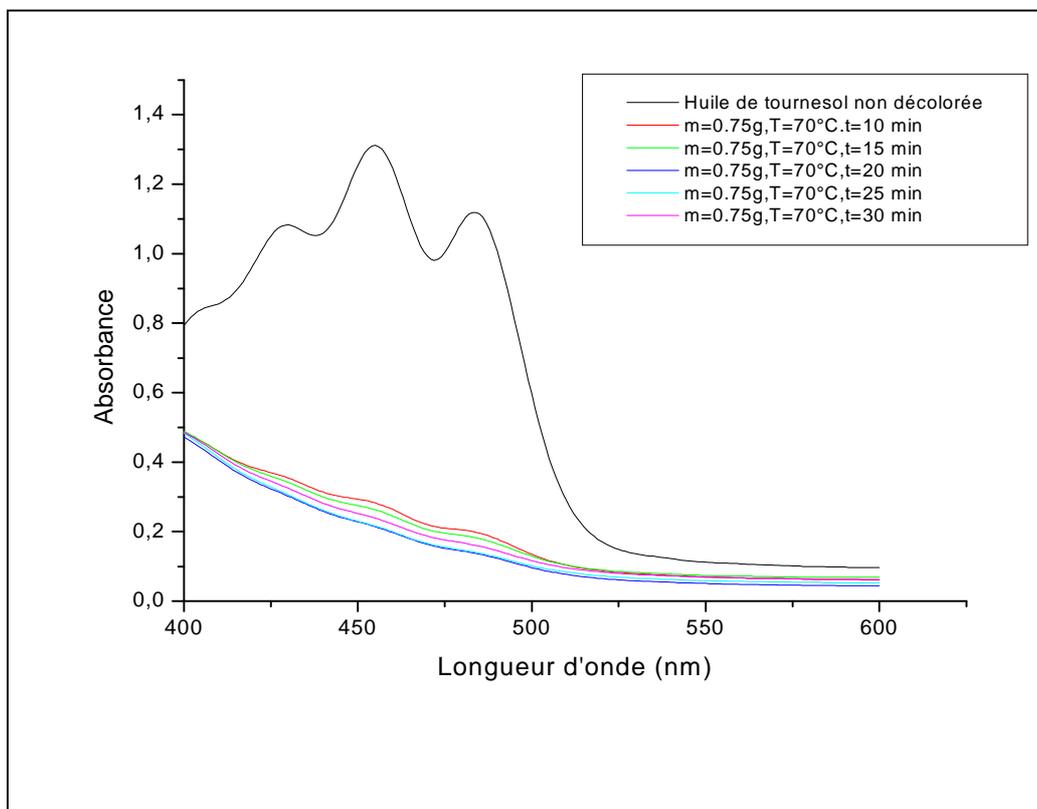
Les figures ci-dessous illustre la variation de l'absorbance de l'huile traité en fonction de la longueur d'onde à différentes températures, une masse fixe et pour différents temps de séjours, qui sont réalisé sous un spectrophotomètre UV-visible.

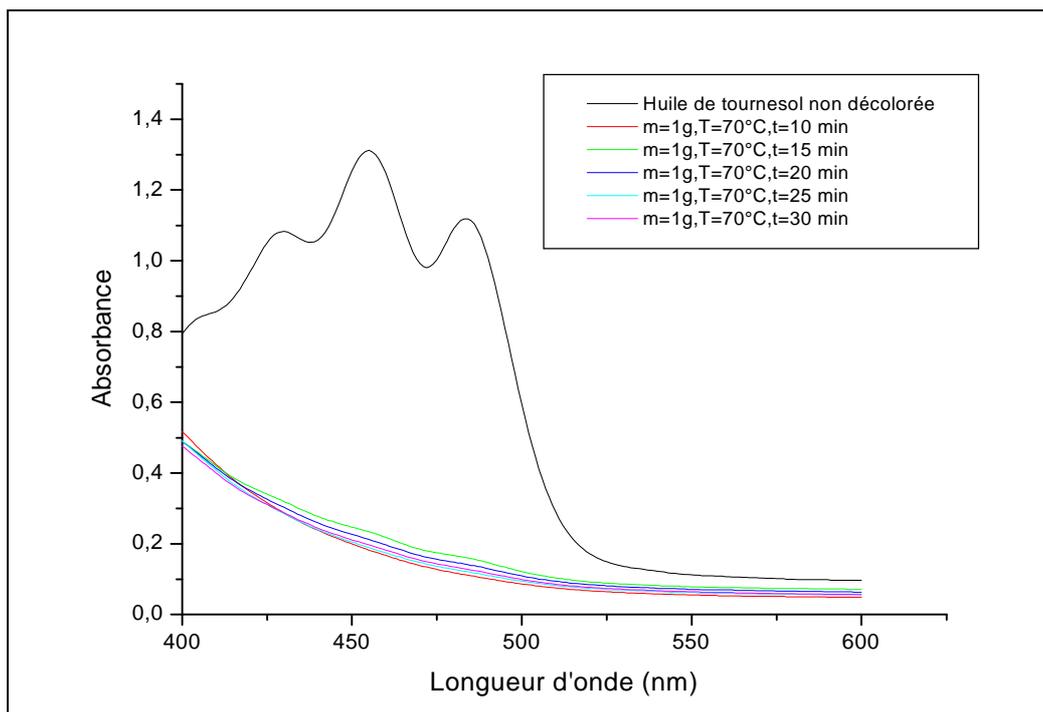
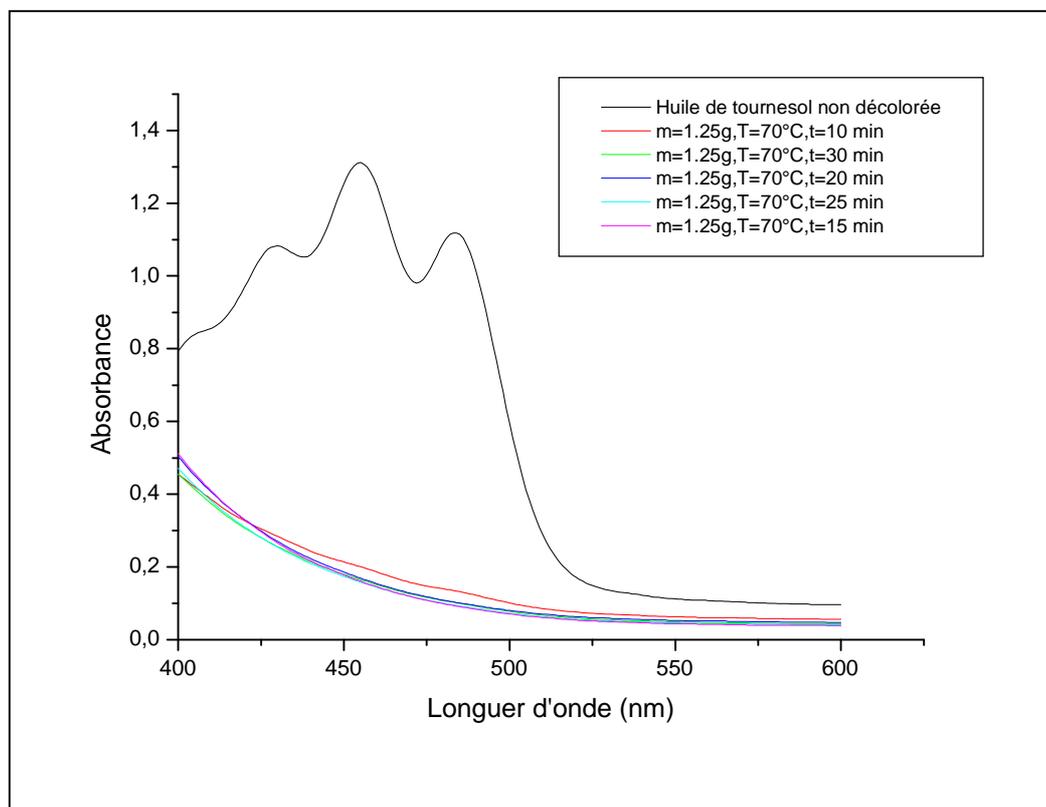
➤ **T=70°C**

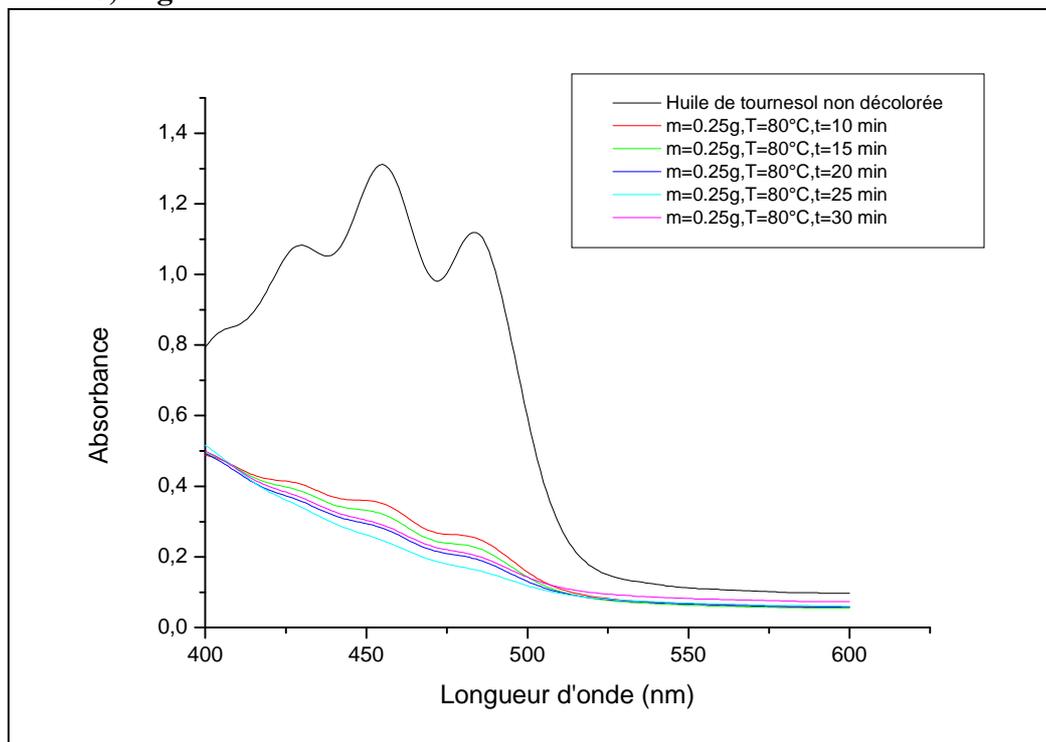
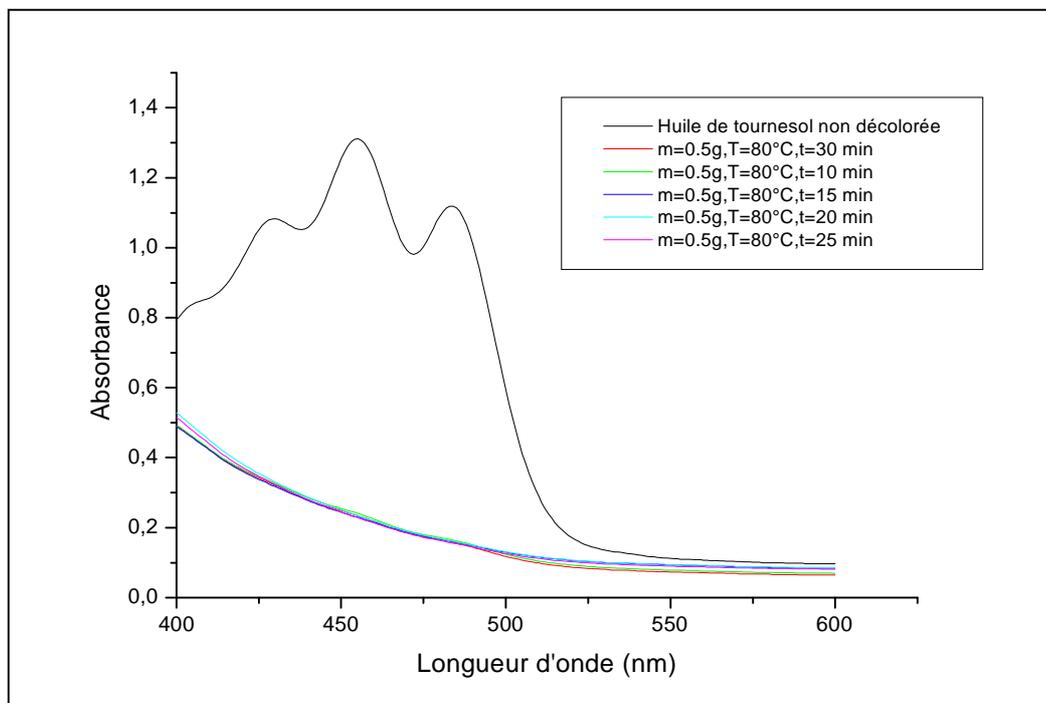
• **m=0.25 g**



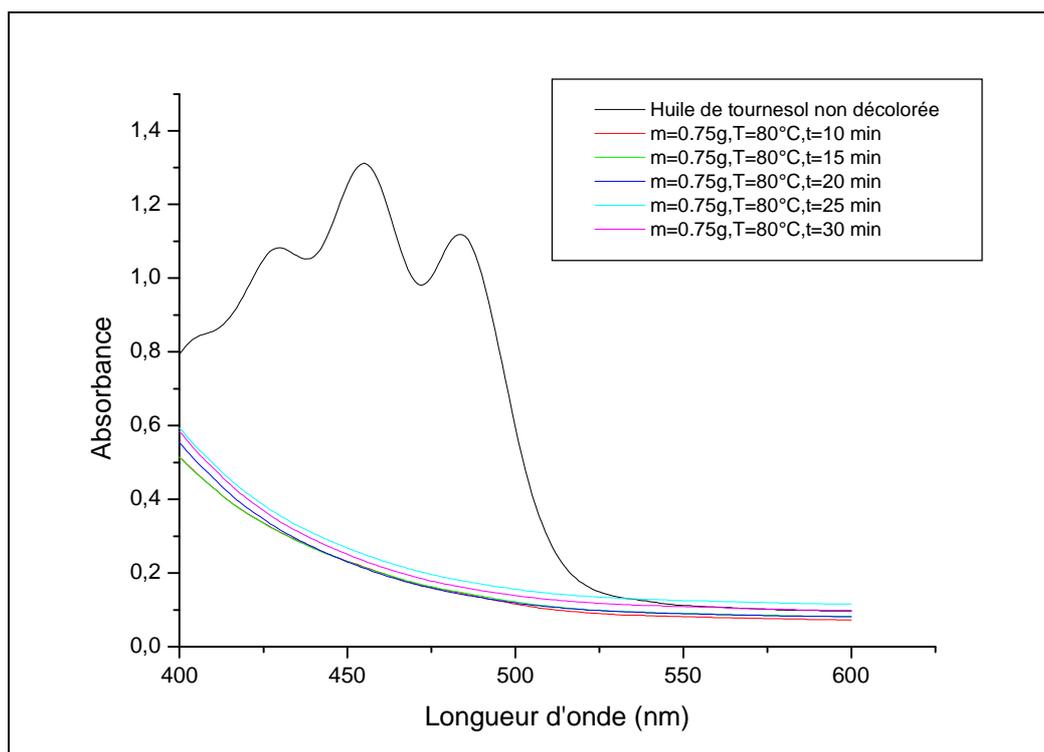
**Figure a.1** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

• **m=0,5 g****Figure a.2** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde• **m=0,75g****Figure a.3** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

• **m=1g****Figure a.4** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde• **m=1,25g****Figure a.5** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

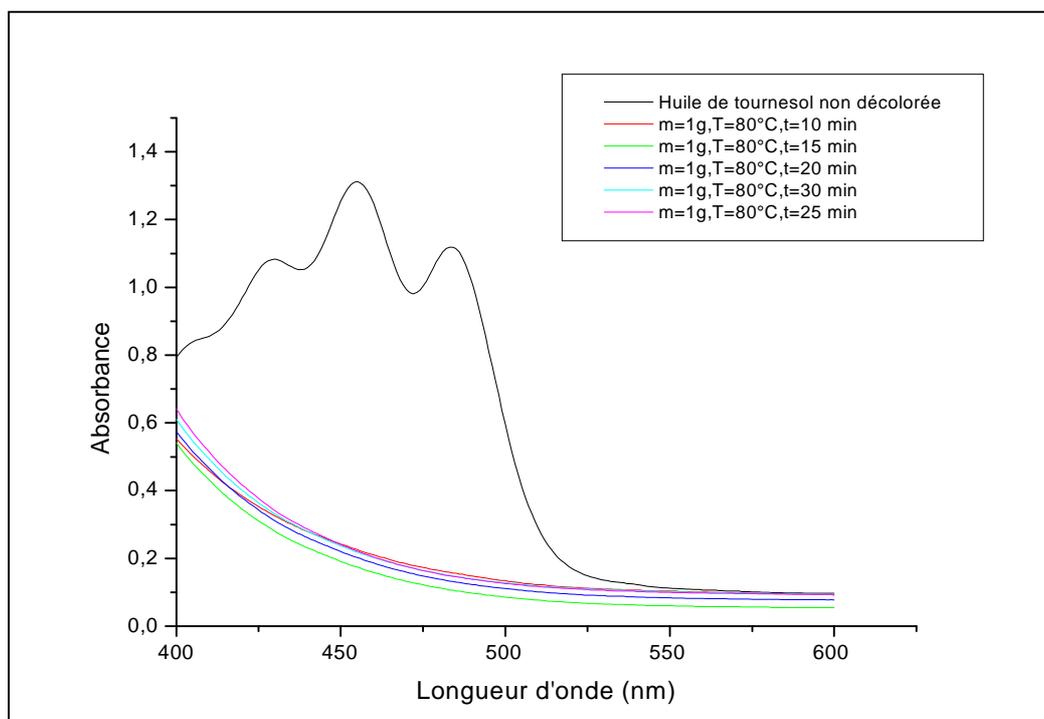
➤  $T=80^{\circ}\text{C}$ •  $m=0,25\text{ g}$ **Figure b.1** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde•  $m=0,5\text{ g}$ **Figure b.2** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

- **m=0,75 g**



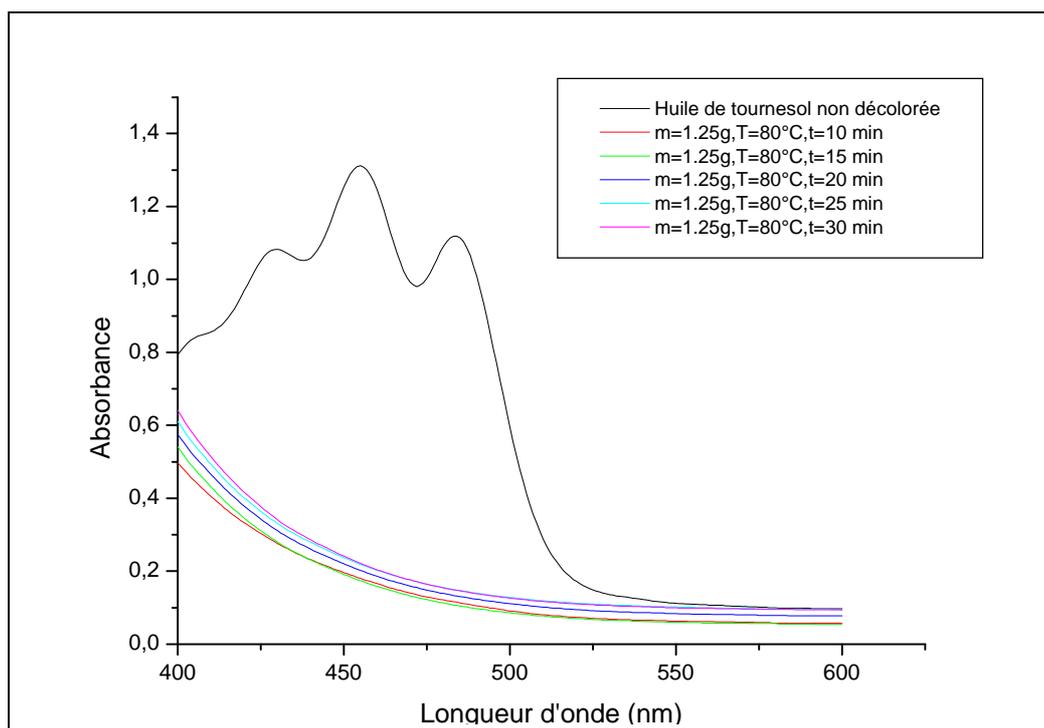
**Figure b.3 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

- **m=1g**



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

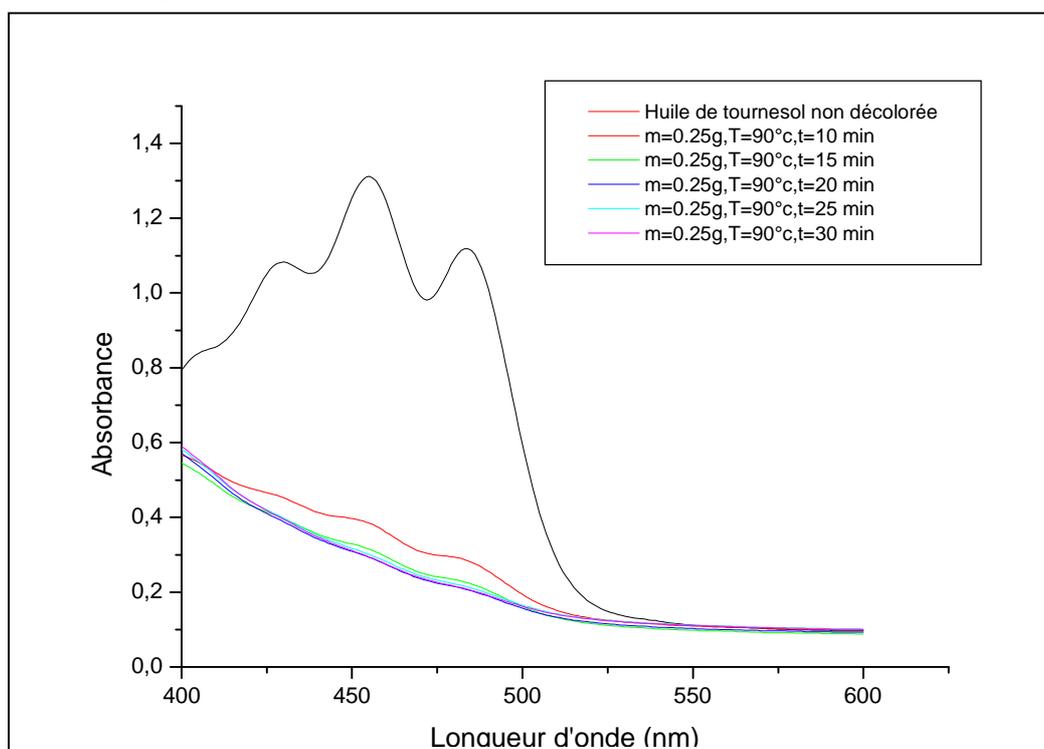
- $m=1,25\text{ g}$



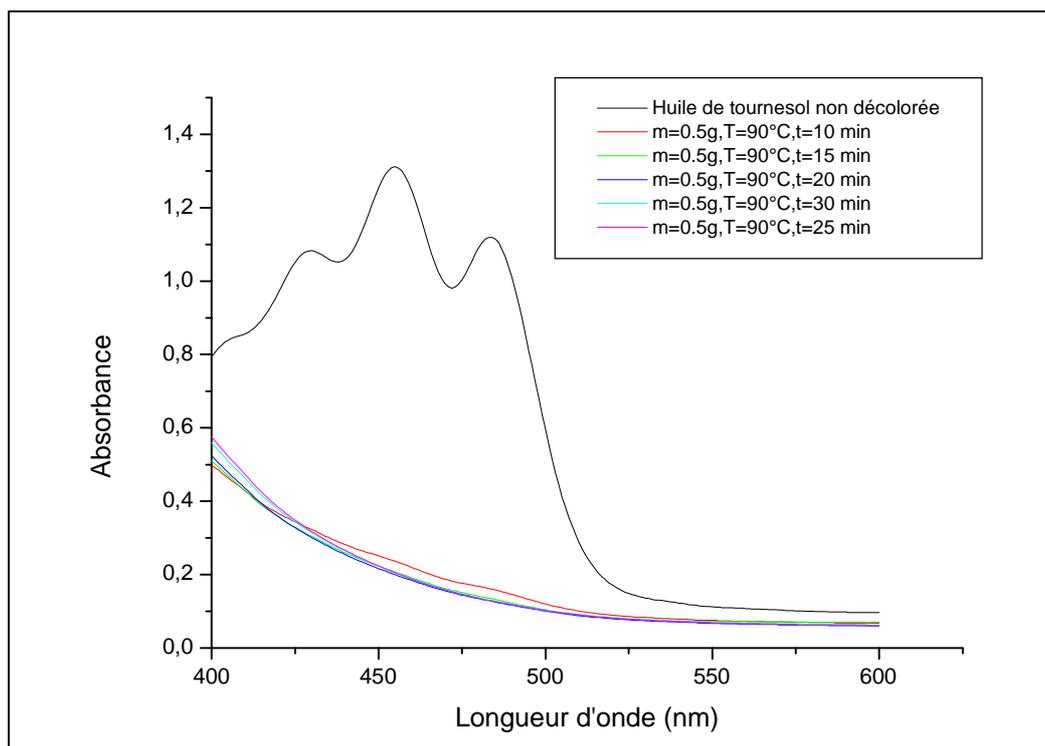
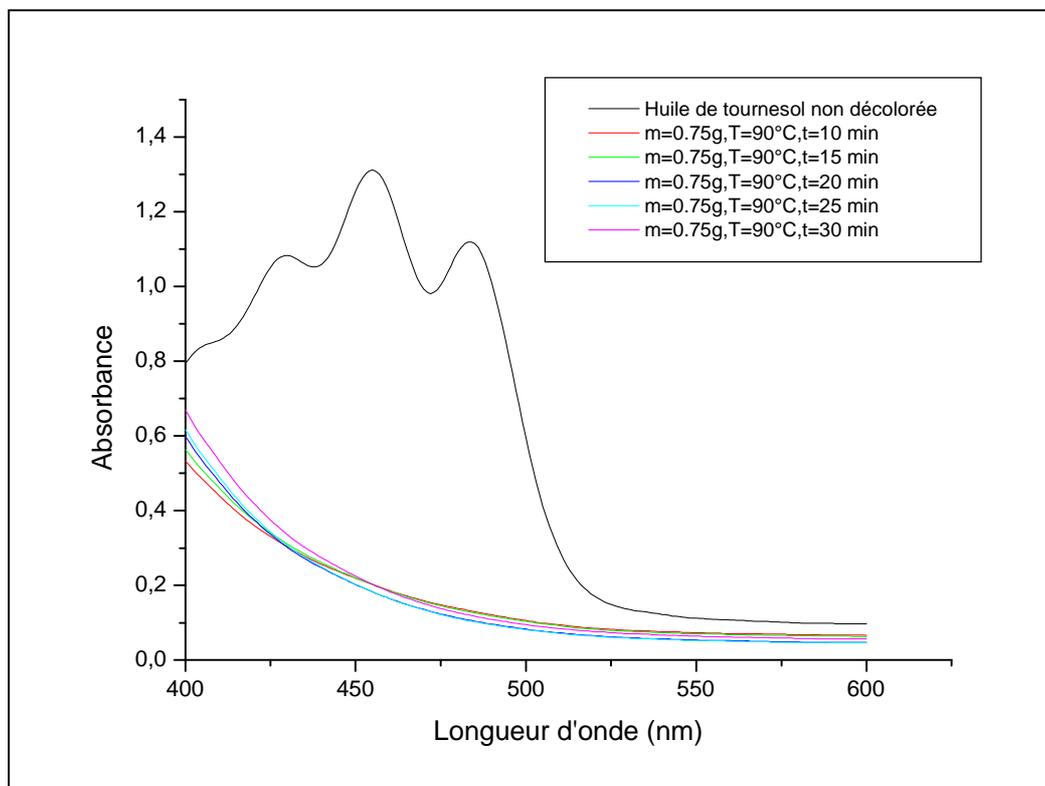
**Figure b.5 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

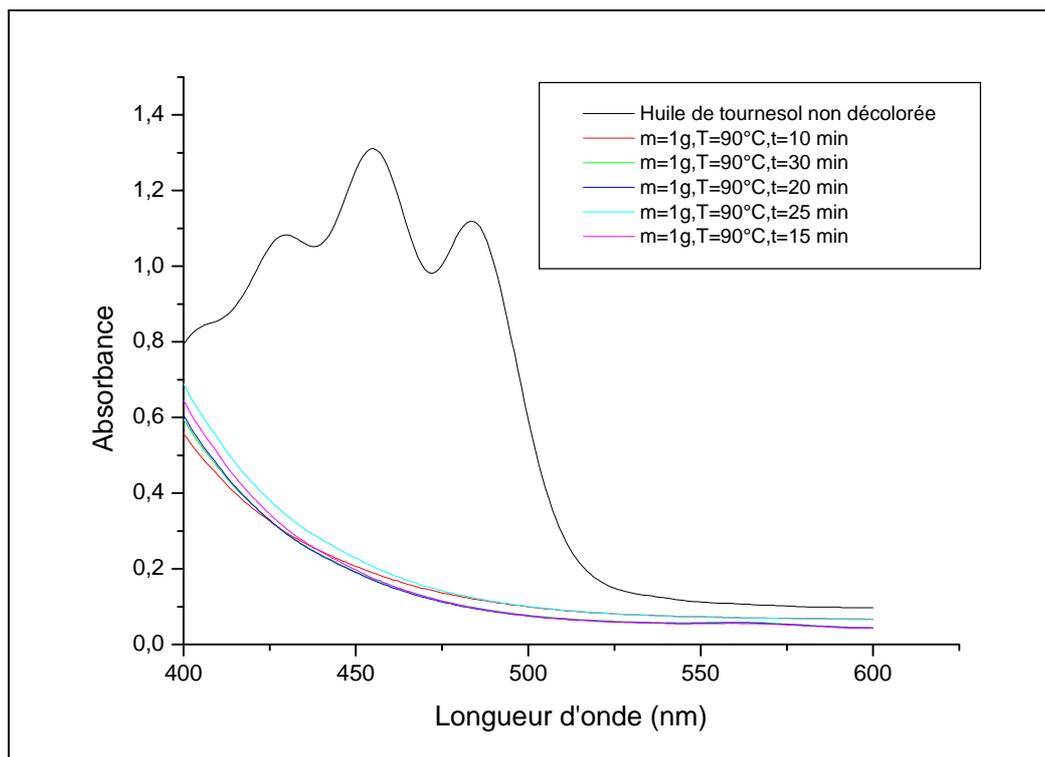
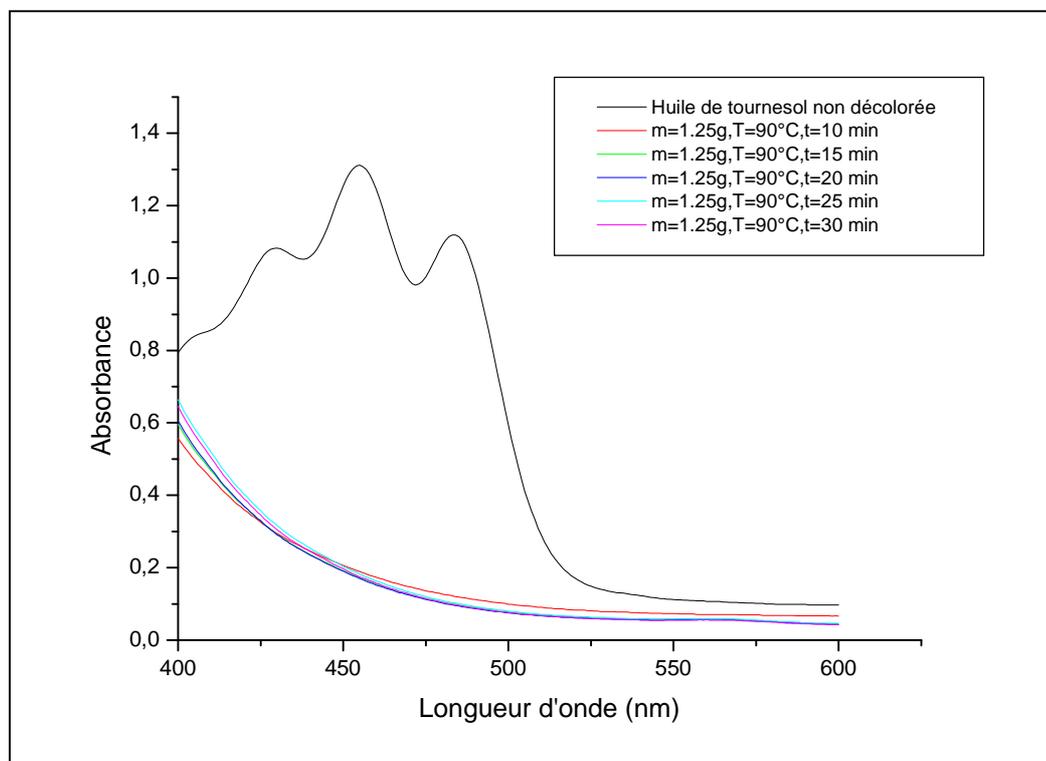
➤  $T=90^\circ\text{C}$

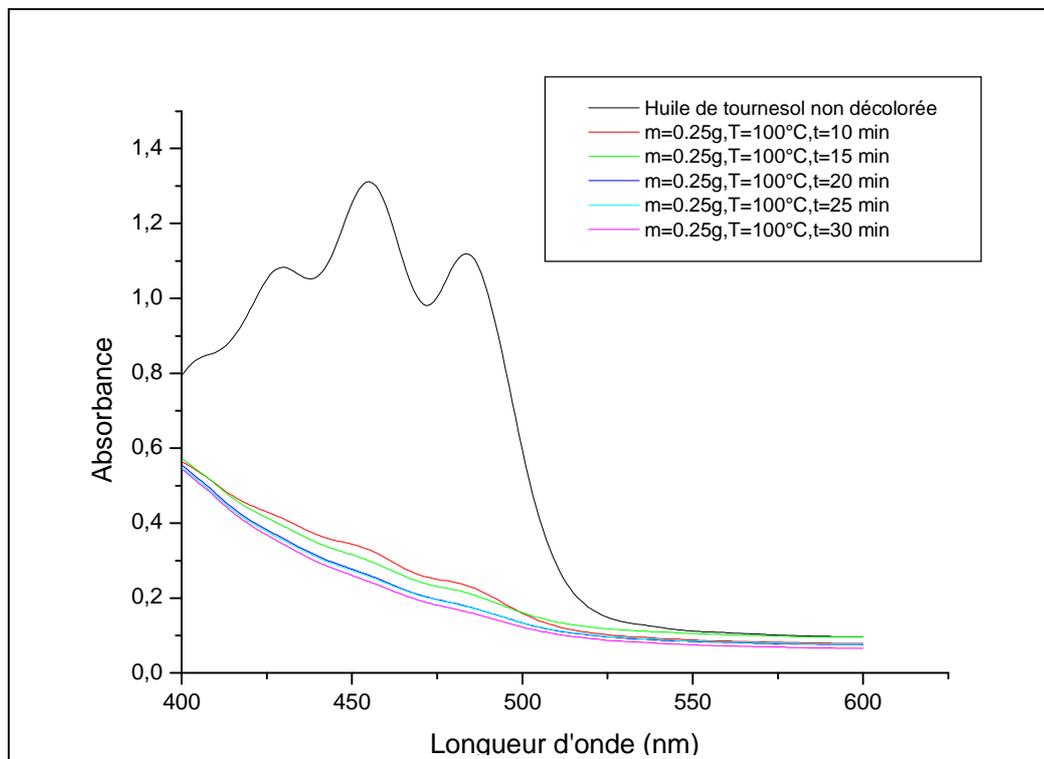
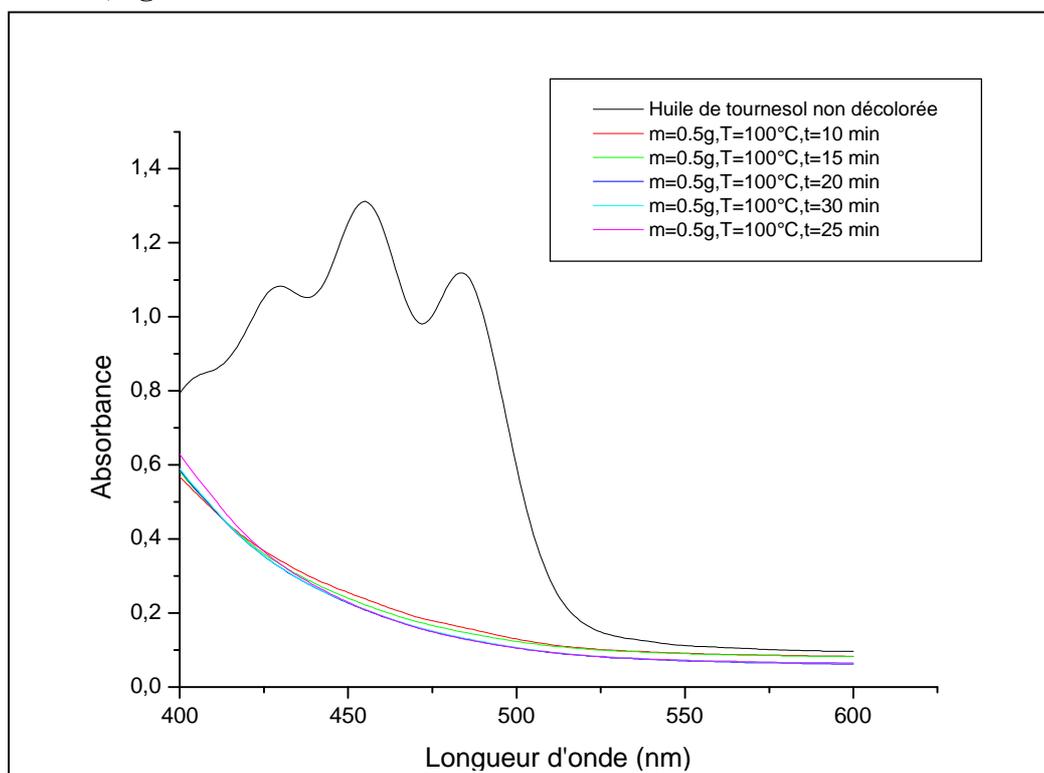
- $m=0,25\text{ g}$



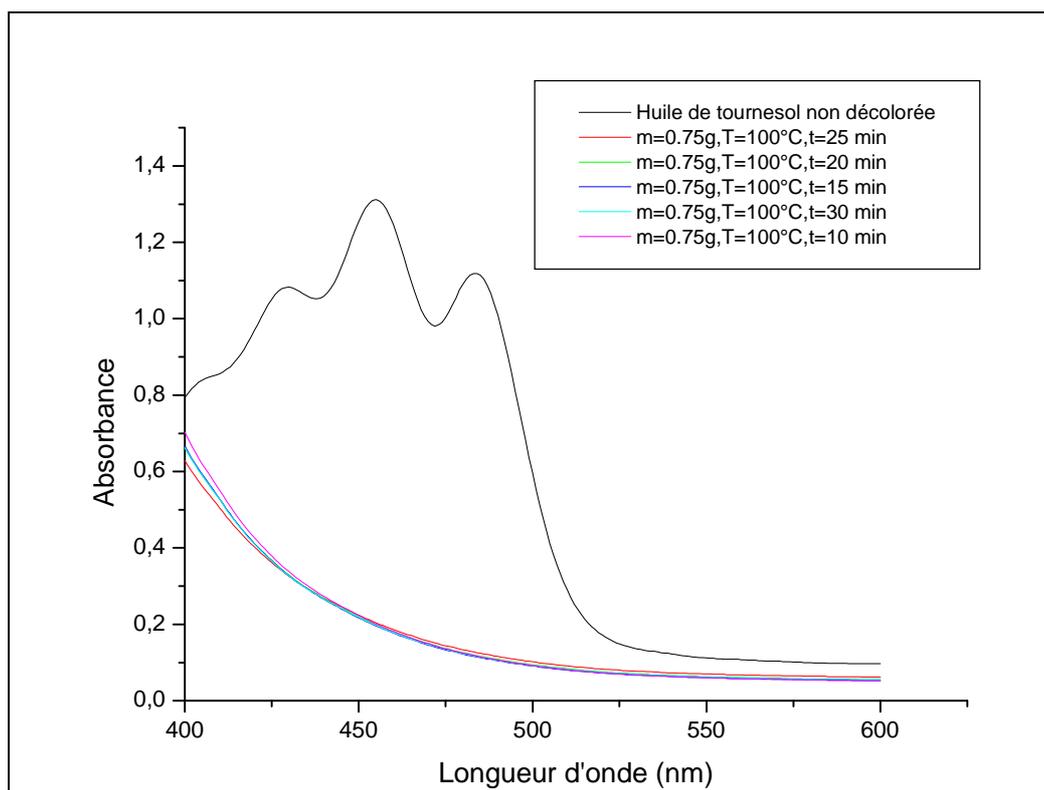
**Figure c.1 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

• **m=0,5 g****Figure c.2** : variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde• **m=0,75 g****Figure c.3** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

• **m=1 g****Figure c.4** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde• **m=1,25 g****Figure c.5** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

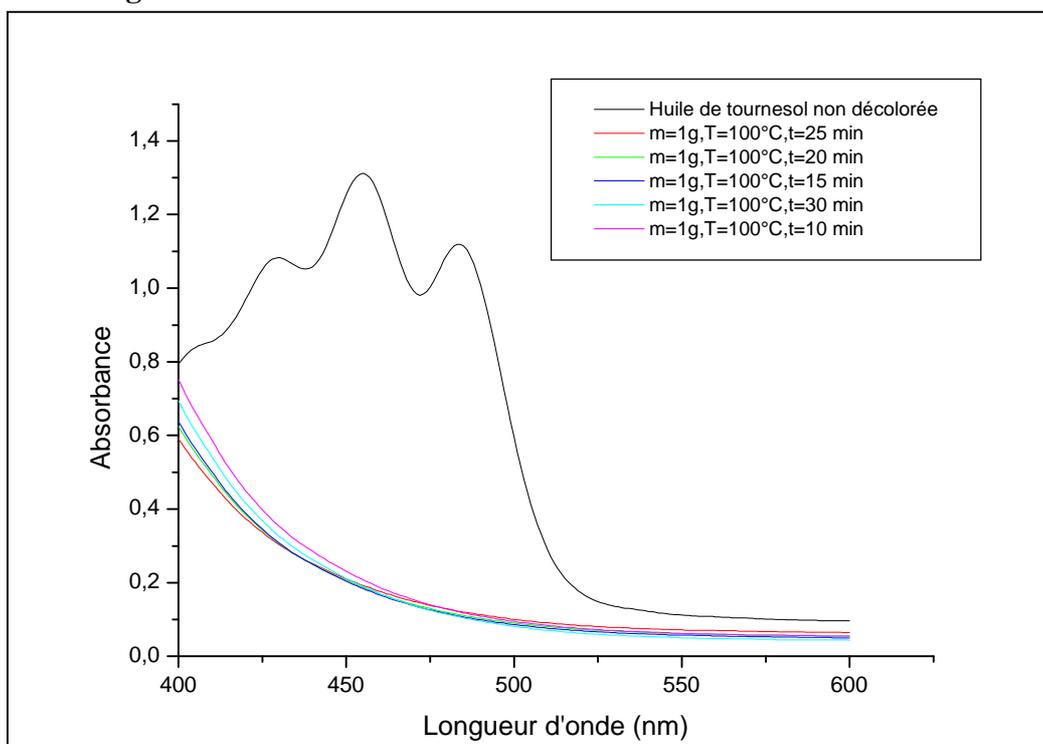
➤  $T=100^{\circ}\text{C}$ •  $m=0,25\text{ g}$ **Figure d.1** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde•  $m=0,5\text{ g}$ **Figure d.2** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

- **m=0,75 g**



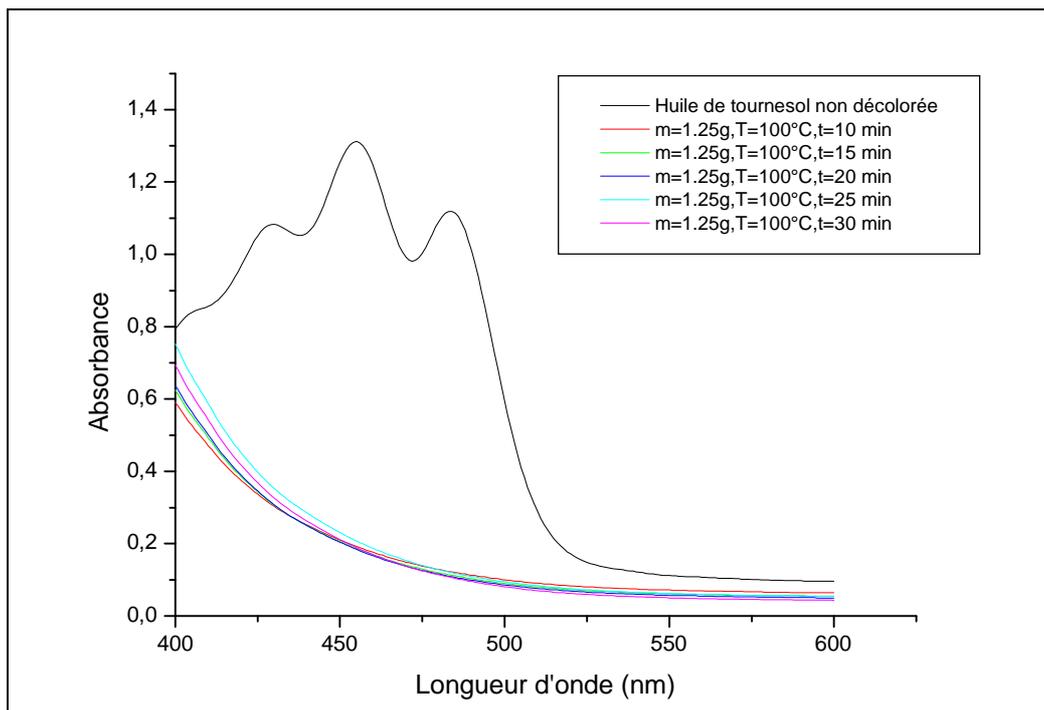
**Figure d.3 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

- **m=1 g**



**Figure d.4 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

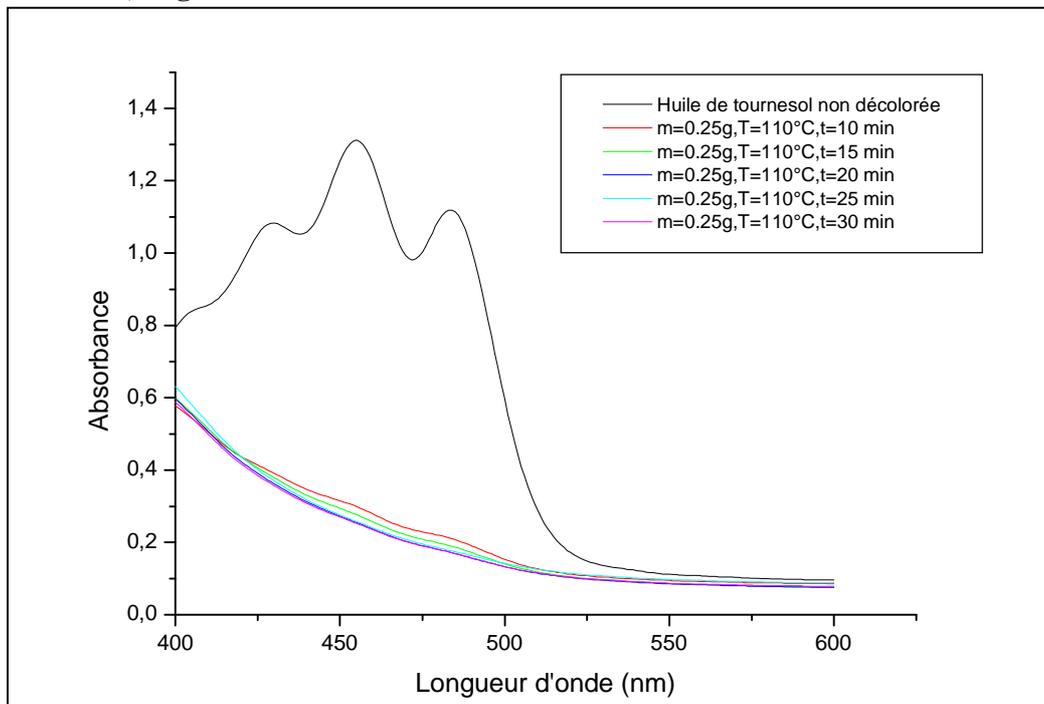
- **m=1,25 g**



**Figure d.5 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

➤ **T=110 °C**

- **m=0,25 g**



**Figure e.1 :** Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

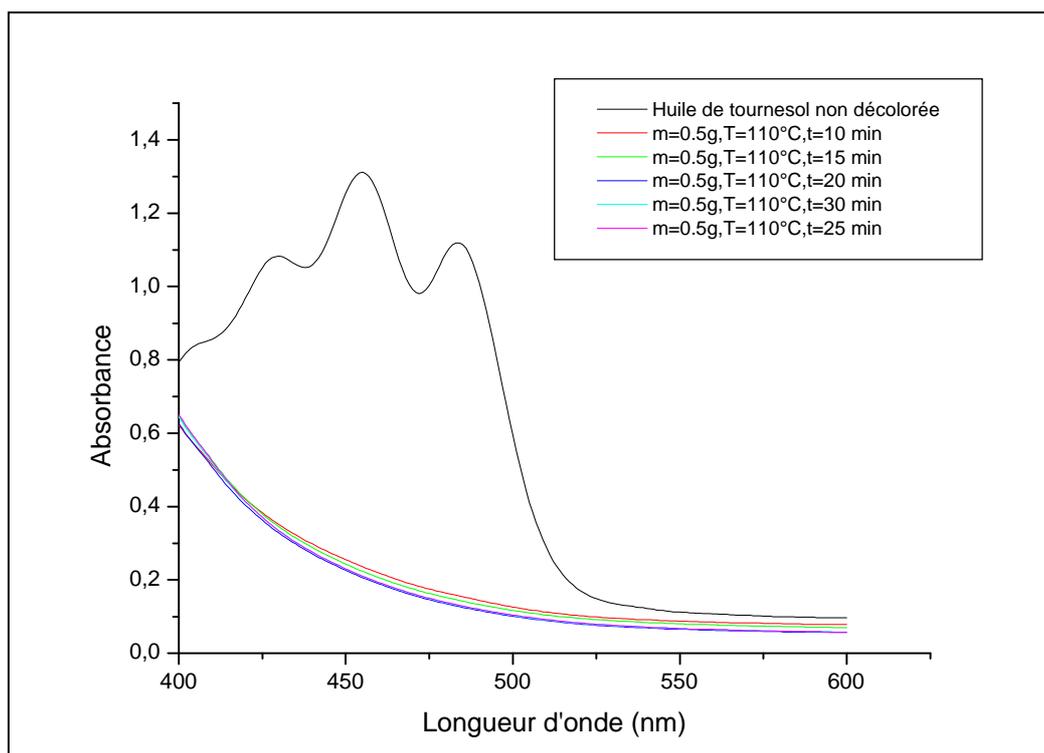
•  $m=0,5\text{ g}$ 

Figure e.2 : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

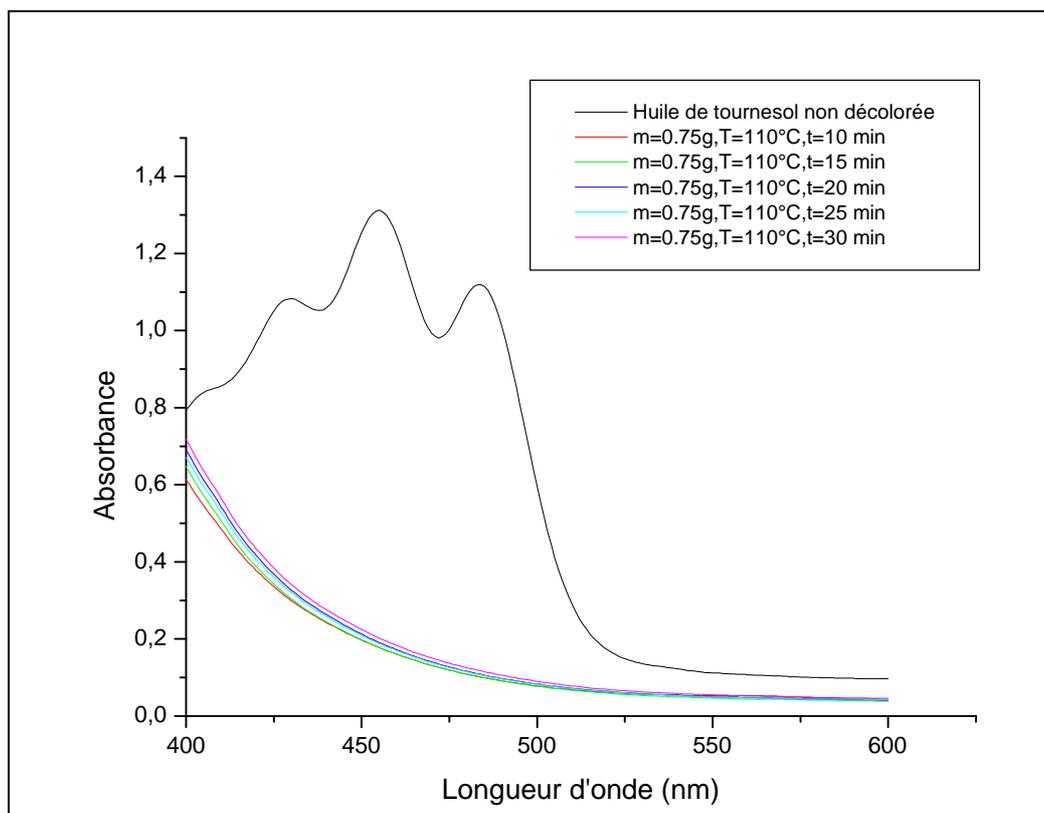
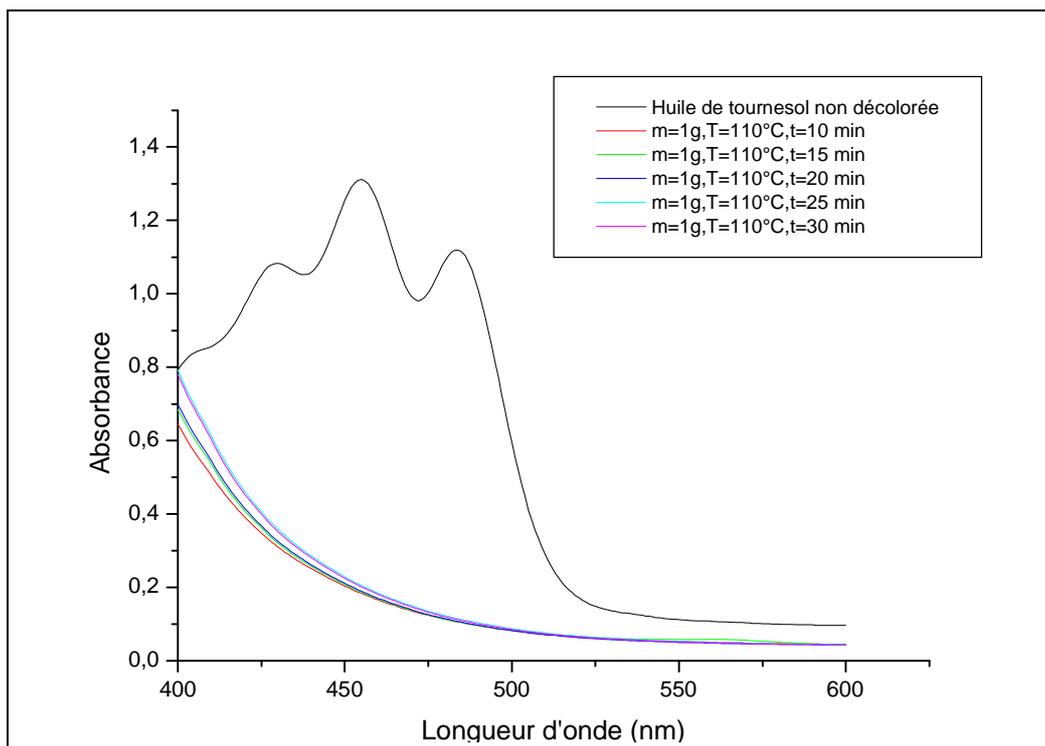
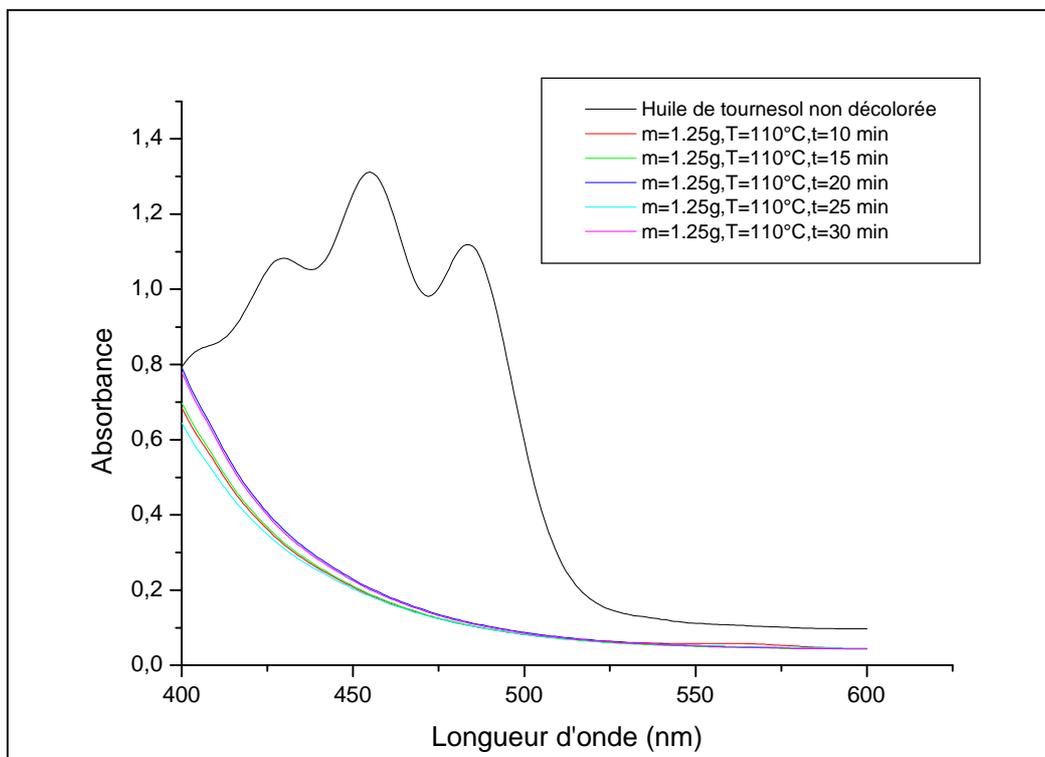
•  $m=0,75\text{ g}$ 

Figure e.3 : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

• **m=1 g****Figure e.4** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde• **m=1,25 g****Figure e.5** : Variation d'absorbance en fonction de la longueur d'onde

## Annexe II

Le tableau ci-dessous présente la variation du taux de décoloration en fonction de temps de contact aux différentes températures à une masse fixée.

X : les valeurs de la température (°C).

Y<sub>obs</sub> : les résultats des tests effectués expérimentalement (Taux de décoloration (%)).

$\lambda$  : longueur d'onde (nm).

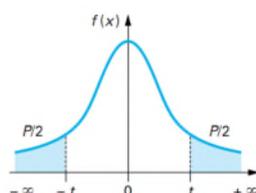
**Tableau :** Taux de décoloration en fonction du temps de contact aux différentes températures, masse de la terre décolorante et longueur d'onde.

masse		$\lambda=429$ nm					$\lambda=454$ nm				
		Y <sub>obs</sub> à 10 min	Y <sub>obs</sub> à 15 min	Y <sub>obs</sub> à 20 min	Y <sub>obs</sub> à 25 min	Y <sub>obs</sub> à 30 min	Y <sub>obs</sub> à 10 min	Y <sub>obs</sub> à 15 min	Y <sub>obs</sub> à 20 min	Y <sub>obs</sub> à 25 min	Y <sub>obs</sub> à 30 min
m=0.25g	70	37,04	40,74	46,3	44,44	47,22	45,04	48,85	54,2	52,67	56,49
	80	39,81	44,44	43,52	41,67	46,30	47,33	53,44	53,44	53,44	55,73
	90	42,59	44,44	47,22	47,22	50,00	52,67	55,73	58,02	58,78	62,60
	100	49,07	51,85	51,85	57,41	55,56	60,31	63,36	63,36	70,23	67,94
	110	48,15	56,48	57,41	59,26	59,26	59,54	68,70	69,47	72,52	71,76
m=0.5g	70	56,48	61,11	62,96	64,81	65,74	64,89	71,76	74,05	75,57	76,34
	80	62,04	63,89	66,67	68,52	65,74	73,28	75,57	78,63	80,92	77,86
	90	57,41	62,96	62,96	62,96	62,96	70,28	75,57	77,10	77,10	77,10
	100	61,11	62,96	66,67	62,96	67,59	74,81	77,10	80,15	80,15	80,92
	110	62,96	63,89	65,74	64,81	66,67	77,10	78,63	80,15	80,10	80,15
m=0.75g	70	66,67	67,60	70,30	69,30	69,44	77,68	79,39	83,21	83,21	81,68
	80	69,44	69,40	70,37	68,52	69,44	81,68	81,68	82,44	81,02	82,44
	90	69,44	71,10	71,00	70,37	70,17	81,68	83,97	84,73	83,97	83,97
	100	67,59	68,52	69,44	69,44	68,52	81,68	82,44	83,97	83,97	83,97
	110	66,67	67,59	69,44	68,53	68,52	81,68	82,44	83,97	83,97	83,97
m=1g	70	70,37	69,30	70,15	69,15	70,15	81,68	83,21	85,50	84,73	85,50
	80	70,37	70,27	70,37	66,67	67,59	83,21	83,21	83,21	80,92	81,62
	90	70,18	70,90	71,30	71,30	68,52	83,97	83,97	86,50	85,50	83,97
	100	69,44	68,52	89,44	69,44	67,59	83,97	84,73	83,73	84,73	83,97
	110	71,30	70,30	69,44	69,44	67,59	86,26	84,55	84,73	85,50	83,97
m=1.25g	70	71,15	70,93	71,07	70,93	71,00	84,73	86,02	86,02	86,28	84,78
	80	69,44	71,15	70,37	68,52	67,59	82,24	85,26	83,97	83,21	82,24
	90	70,22	71,22	70,22	67,59	69,44	85,50	85,26	85,02	83,97	85,26
	100	71,30	71,30	70,37	69,44	66,67	84,73	85,52	84,50	84,73	83,97
	110	70,37	69,44	69,44	65,74	66,67	85,00	85,50	85,50	83,97	83,97

masse	$\lambda=483 \text{ nm}$					
	$Y_{\text{obs}}$ à 10 min	$Y_{\text{obs}}$ à 15 min	$Y_{\text{obs}}$ à 20 min	$Y_{\text{obs}}$ à 25 min	$Y_{\text{obs}}$ à 30min	
m=0.25g	70	49,11	52,68	58,04	57,14	60,71
	80	50,00	58,93	58,04	57,14	60,71
	90	56,25	58,93	62,50	63,39	66,96
	100	64,29	67,86	68,75	75,00	73,21
	110	64,29	73,21	74,21	76,79	76,79
m=0.5g	70	68,75	75,89	78,57	80,36	81,25
	80	76,79	79,46	82,14	84,82	81,25
	90	74,11	79,46	81,25	80,36	81,25
	100	78,57	80,04	83,93	83,93	84,82
	110	81,25	83,04	84,80	83,93	84,82
m=0.75g	70	82,14	83,93	87,50	87,50	85,71
	80	85,71	84,82	85,71	85,71	85,71
	90	85,71	87,50	88,29	88,39	88,39
	100	85,71	86,61	88,39	87,50	88,39
	110	85,71	86,61	88,19	88,39	88,29
m=1g	70	85,71	87,50	89,29	88,30	88,39
	80	86,61	86,60	87,50	83,93	85,71
	90	88,29	88,39	90,18	90,18	89,29
	100	88,39	89,19	89,29	89,09	89,29
	110	90,07	90,07	90,18	90,18	89,29
m=1.25g	70	87,50	90,17	90,03	90,07	90,17
	80	85,57	90,18	88,39	86,66	86,61
	90	89,29	90,17	90,07	88,39	90,07
	100	89,29	90,18	90,08	90,18	89,29
	110	89,18	90,00	90,18	89,29	90,18

### Annexe III

### Table de Student



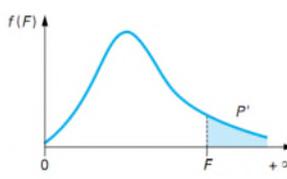
v	P											
	0,90	0,80	0,70	0,60	0,50	0,40	0,30	0,20	0,10	0,05	0,01	
1	0,158 4	0,324 9	0,509 5	0,726 5	1,000 0	1,376 4	1,962 6	3,077 7	6,313 7	12,706 2	63,655 9	
2	0,142 1	0,288 7	0,444 7	0,617 2	0,816 5	1,060 7	1,386 2	1,885 6	2,920 0	4,302 7	9,925 0	
3	0,136 6	0,276 7	0,424 2	0,584 4	0,764 9	0,978 5	1,249 8	1,637 7	2,353 4	3,182 4	5,840 8	
4	0,133 8	0,270 7	0,414 2	0,568 6	0,740 7	0,941 0	1,189 6	1,533 2	2,131 8	2,776 5	4,604 1	
5	0,132 2	0,267 2	0,408 2	0,559 4	0,726 7	0,919 5	1,155 8	1,475 9	2,015 0	2,570 6	4,032 1	
6	0,131 1	0,264 8	0,404 3	0,553 4	0,717 6	0,905 7	1,134 2	1,439 8	1,943 2	2,446 9	3,707 4	
7	0,130 3	0,263 2	0,401 5	0,549 1	0,711 1	0,896 0	1,119 2	1,414 9	1,894 6	2,364 6	3,499 5	
8	0,129 7	0,261 9	0,399 5	0,545 9	0,706 4	0,888 9	1,108 1	1,396 8	1,859 5	2,306 0	3,355 4	
9	0,129 3	0,261 0	0,397 9	0,543 5	0,702 7	0,883 4	1,099 7	1,383 0	1,833 1	2,262 2	3,249 8	
10	0,128 9	0,260 2	0,396 6	0,541 5	0,699 8	0,879 1	1,093 1	1,372 2	1,812 5	2,228 1	3,169 3	
11	0,128 6	0,259 6	0,395 6	0,539 9	0,697 4	0,875 5	1,087 7	1,363 4	1,795 9	2,201 0	3,105 8	
12	0,128 3	0,259 0	0,394 7	0,538 6	0,695 5	0,872 6	1,083 2	1,356 2	1,782 3	2,178 8	3,054 5	
13	0,128 1	0,258 6	0,394 0	0,537 5	0,693 8	0,870 2	1,079 5	1,350 2	1,770 9	2,160 4	3,012 3	
14	0,128 0	0,258 2	0,393 3	0,536 6	0,692 4	0,868 1	1,076 3	1,345 0	1,761 3	2,144 8	2,976 8	
15	0,127 8	0,257 9	0,392 8	0,535 7	0,691 2	0,866 2	1,073 5	1,340 6	1,753 1	2,131 5	2,946 7	
16	0,127 7	0,257 6	0,392 3	0,535 0	0,690 1	0,864 7	1,071 1	1,336 8	1,745 9	2,119 9	2,920 8	
17	0,127 6	0,257 3	0,391 9	0,534 4	0,689 2	0,863 3	1,069 0	1,333 4	1,739 6	2,109 8	2,898 2	
18	0,127 4	0,257 1	0,391 5	0,533 8	0,688 4	0,862 0	1,067 2	1,330 4	1,734 1	2,100 9	2,878 4	
19	0,127 4	0,256 9	0,391 2	0,533 3	0,687 6	0,861 0	1,065 5	1,327 7	1,729 1	2,093 0	2,860 9	
20	0,127 3	0,256 7	0,390 9	0,532 9	0,687 0	0,860 0	1,064 0	1,325 3	1,724 7	2,086 0	2,845 3	
21	0,127 2	0,256 6	0,390 6	0,532 5	0,686 4	0,859 1	1,062 7	1,323 2	1,720 7	2,079 6	2,831 4	
22	0,127 1	0,256 4	0,390 4	0,532 1	0,685 8	0,858 3	1,061 4	1,321 2	1,717 1	2,073 9	2,818 8	
23	0,127 1	0,256 3	0,390 2	0,531 7	0,685 3	0,857 5	1,060 3	1,319 5	1,713 9	2,068 7	2,807 3	
24	0,127 0	0,256 2	0,390 0	0,531 4	0,684 8	0,856 9	1,059 3	1,317 8	1,710 9	2,063 9	2,797 0	
25	0,126 9	0,256 1	0,389 8	0,531 2	0,684 4	0,856 2	1,058 4	1,316 3	1,708 1	2,059 5	2,787 4	
26	0,126 9	0,256 0	0,389 6	0,530 9	0,684 0	0,855 7	1,057 5	1,315 0	1,705 6	2,055 5	2,778 7	
27	0,126 8	0,255 9	0,389 4	0,530 6	0,683 7	0,855 1	1,056 7	1,313 7	1,703 3	2,051 8	2,770 7	
28	0,126 8	0,255 8	0,389 3	0,530 4	0,683 4	0,854 6	1,056 0	1,312 5	1,701 1	2,048 4	2,763 3	
29	0,126 8	0,255 7	0,389 2	0,530 2	0,683 0	0,854 2	1,055 3	1,311 4	1,699 1	2,045 2	2,756 4	
30	0,126 7	0,255 6	0,389 0	0,530 0	0,682 8	0,853 8	1,054 7	1,310 4	1,697 3	2,042 3	2,750 0	
40	0,126 5	0,255 0	0,388 1	0,528 6	0,680 7	0,850 7	1,050 0	1,303 1	1,683 9	2,021 1	2,704 5	
50	0,126 3	0,254 7	0,387 5	0,527 8	0,679 4	0,848 9	1,047 3	1,298 7	1,675 9	2,008 6	2,677 8	
60	0,126 2	0,254 5	0,387 2	0,527 2	0,678 6	0,847 7	1,045 5	1,295 8	1,670 6	2,000 3	2,660 3	
80	0,126 1	0,254 2	0,386 7	0,526 5	0,677 6	0,846 1	1,043 2	1,292 2	1,664 1	1,990 1	2,638 7	
100	0,126 0	0,254 0	0,386 4	0,526 1	0,677 0	0,845 2	1,041 8	1,290 1	1,660 2	1,984 0	2,625 9	
120	0,125 9	0,253 9	0,386 2	0,525 8	0,676 5	0,844 6	1,040 9	1,288 6	1,657 6	1,979 9	2,617 4	
200	0,125 8	0,253 7	0,385 9	0,525 2	0,675 7	0,843 4	1,039 1	1,285 8	1,652 5	1,971 9	2,600 6	
∞	0,125 7	0,253 3	0,385 3	0,524 4	0,674 5	0,841 6	1,036 4	1,281 6	1,644 9	1,960 0	2,575 8	

## Annexe IV

## Table de Fisher

$v_1$  : degré de liberté au numérateur

$v_2$  : degré de liberté au dénominateur



$v_2$	$v_1$															
	1	2	3	4	5	6	8	10	12	18	24	30	50	60	120	
1	161,446	199,499	215,707	224,583	230,160	233,988	238,884	241,882	243,905	247,324	249,052	250,096	251,774	252,196	253,254	
2	18,513	19,000	19,164	19,247	19,296	19,329	19,371	19,396	19,412	19,440	19,454	19,463	19,476	19,479	19,487	
3	10,128	9,552	9,277	9,117	9,013	8,941	8,845	8,785	8,745	8,675	8,638	8,617	8,581	8,572	8,549	
4	7,709	6,944	6,591	6,388	6,256	6,163	6,041	5,964	5,912	5,821	5,774	5,746	5,699	5,688	5,658	
5	6,608	5,786	5,409	5,192	5,050	4,950	4,818	4,735	4,678	4,579	4,527	4,496	4,444	4,431	4,398	
6	5,987	5,143	4,757	4,534	4,387	4,284	4,147	4,060	4,000	3,896	3,841	3,808	3,754	3,740	3,705	
7	5,591	4,737	4,347	4,120	3,972	3,866	3,726	3,637	3,575	3,467	3,410	3,376	3,319	3,304	3,267	
8	5,318	4,459	4,066	3,838	3,688	3,581	3,438	3,347	3,284	3,173	3,115	3,079	3,020	3,005	2,967	
9	5,117	4,256	3,863	3,633	3,482	3,374	3,230	3,137	3,073	2,960	2,900	2,864	2,803	2,787	2,748	
10	4,965	4,103	3,708	3,478	3,326	3,217	3,072	2,978	2,913	2,798	2,737	2,700	2,637	2,621	2,580	
11	4,844	3,982	3,587	3,357	3,204	3,095	2,948	2,854	2,788	2,671	2,609	2,570	2,507	2,490	2,448	
12	4,747	3,885	3,490	3,259	3,106	2,996	2,849	2,753	2,687	2,568	2,505	2,466	2,401	2,384	2,341	
13	4,667	3,806	3,411	3,179	3,025	2,915	2,767	2,671	2,604	2,484	2,420	2,380	2,314	2,297	2,252	
14	4,600	3,739	3,344	3,112	2,958	2,848	2,699	2,602	2,534	2,413	2,349	2,308	2,241	2,223	2,178	
15	4,543	3,682	3,287	3,056	2,901	2,790	2,641	2,544	2,475	2,353	2,288	2,247	2,178	2,160	2,114	
16	4,494	3,634	3,239	3,007	2,852	2,741	2,591	2,494	2,425	2,302	2,235	2,194	2,124	2,106	2,059	
17	4,451	3,592	3,197	2,965	2,810	2,699	2,548	2,450	2,381	2,257	2,190	2,148	2,077	2,058	2,011	
18	4,414	3,555	3,160	2,928	2,773	2,661	2,510	2,412	2,342	2,217	2,150	2,107	2,035	2,017	1,968	
19	4,381	3,522	3,127	2,895	2,740	2,628	2,477	2,378	2,308	2,182	2,114	2,071	1,999	1,980	1,930	
20	4,351	3,493	3,098	2,866	2,711	2,599	2,447	2,348	2,278	2,151	2,082	2,039	1,966	1,946	1,896	
21	4,325	3,467	3,072	2,840	2,685	2,573	2,420	2,321	2,250	2,123	2,054	2,010	1,936	1,916	1,866	
22	4,301	3,443	3,049	2,817	2,661	2,549	2,397	2,297	2,226	2,098	2,028	1,984	1,909	1,889	1,838	
23	4,279	3,422	3,028	2,796	2,640	2,528	2,375	2,275	2,204	2,075	2,005	1,961	1,885	1,865	1,813	
24	4,260	3,403	3,009	2,776	2,621	2,508	2,355	2,255	2,183	2,054	1,984	1,939	1,863	1,842	1,790	
25	4,242	3,385	2,991	2,759	2,603	2,490	2,337	2,236	2,165	2,035	1,964	1,919	1,842	1,822	1,768	
26	4,225	3,369	2,975	2,743	2,587	2,474	2,321	2,220	2,148	2,018	1,946	1,901	1,823	1,803	1,749	
27	4,210	3,354	2,960	2,728	2,572	2,459	2,305	2,204	2,132	2,002	1,930	1,884	1,806	1,785	1,731	
28	4,196	3,340	2,947	2,714	2,558	2,445	2,291	2,190	2,118	1,987	1,915	1,869	1,790	1,769	1,714	
29	4,183	3,328	2,934	2,701	2,545	2,432	2,278	2,177	2,104	1,973	1,901	1,854	1,775	1,754	1,698	
30	4,171	3,316	2,922	2,690	2,534	2,421	2,266	2,165	2,092	1,960	1,887	1,841	1,761	1,740	1,683	
31	4,160	3,305	2,911	2,679	2,523	2,409	2,255	2,153	2,080	1,948	1,875	1,828	1,748	1,726	1,670	
32	4,149	3,295	2,901	2,668	2,512	2,399	2,244	2,142	2,070	1,937	1,864	1,817	1,736	1,714	1,657	
33	4,139	3,285	2,892	2,659	2,503	2,389	2,235	2,133	2,060	1,926	1,853	1,806	1,724	1,702	1,645	
34	4,130	3,276	2,883	2,650	2,494	2,380	2,225	2,123	2,050	1,917	1,843	1,795	1,713	1,691	1,633	
35	4,121	3,267	2,874	2,641	2,485	2,372	2,217	2,114	2,041	1,907	1,833	1,786	1,703	1,681	1,623	
40	4,085	3,232	2,839	2,606	2,449	2,336	2,180	2,077	2,003	1,868	1,793	1,744	1,660	1,637	1,577	
50	4,034	3,183	2,790	2,557	2,400	2,286	2,130	2,026	1,952	1,814	1,737	1,687	1,599	1,576	1,511	
80	3,960	3,111	2,719	2,486	2,329	2,214	2,056	1,951	1,875	1,734	1,654	1,602	1,508	1,482	1,411	
100	3,936	3,087	2,696	2,463	2,305	2,191	2,032	1,927	1,850	1,708	1,627	1,573	1,477	1,450	1,376	
120	3,920	3,072	2,680	2,447	2,290	2,175	2,016	1,910	1,834	1,690	1,608	1,554	1,457	1,429	1,352	

## ***Résumé***

---

Le but de cette étude est de proposer des modèles mathématiques régissant la décoloration de l'huile de tournesol sur une terre décolorante de commerce utilisée au niveau de la raffinerie des huiles alimentaires de CEVITAL-SPA en fonction des paramètres l'influant (la température : 70 – 110°C, le dosage de la terre : 0.25 – 1.25% et le temps de contact : (10 – 30 min). La modélisation a été réalisée en utilisant la programmation avec le langage MATLAB R 2009b. Les variables d'entrée sont la température de décoloration ( $X_1$  in °C), le dosage de la terre ( $X_2$ ) le temps de contact ( $X_3$ ) et le paramètre de sortie est le taux de décoloration (Y). La validité des modèles sélectionnés a été analysée en utilisant les quatre critères statistiques : la variance résiduelle, le coefficient de détermination, le test de Student et le test de Fisher–Snedecor. Les modèles élaborés permettent de prévoir le taux de décoloration de l'huile de tournesol traduisant l'élimination des pigments de chlorophylle a et de  $\beta$ -carotène en fonction de la température, du dosage de la terre et du temps de contact.

**Mots-clés :** Huile de tournesol, Décoloration, Argile, chlorophylle a,  $\beta$ -carotène.

## ***Abstract***

---

The aim of this study is to propose mathematical models governing discoloration of sunflower oil on a commerce clay used at the edible oil refining factory (Cevital at Bejaia,) as a function of the parameters influencing (temperature : 70 – 110°C, le clay dosage: 0.25 – 1.25% and the contact time: (10 – 30 min). The model was developed using the Matlab R 2009b programming language. The input variables are the bleaching temperature ( $X_1$  in °C), the clay dosage ( $X_2$ ), the contact time ( $X_3$ ) and the output parameter is the bleaching capacity (Y). The validity of the selected models was analyzed using four statistical criteria: the residual variance, the coefficient of determination, the Student's test and the Fisher–Snedecor test. The developed models allowed predicting the bleaching capacity of sunflower oil representing the removal of the chlorophyll-a pigments and  $\beta$ -carotene as a function of the temperature, the clay dosage and the contact time.

**Keywords:** Sunflower oil, Bleaching, Clay, chlorophyll a,  $\beta$ -carotene