

République Algérienne Démocratique Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique Université Ibn Khaldoun – Tiaret



Faculté des Sciences de la Matière
Département de Chimie

Mémoire

Présenté par :

M^{elle}. Boussaadia Raounak

Pour obtenir le diplôme de

Master

Filière : Chimie

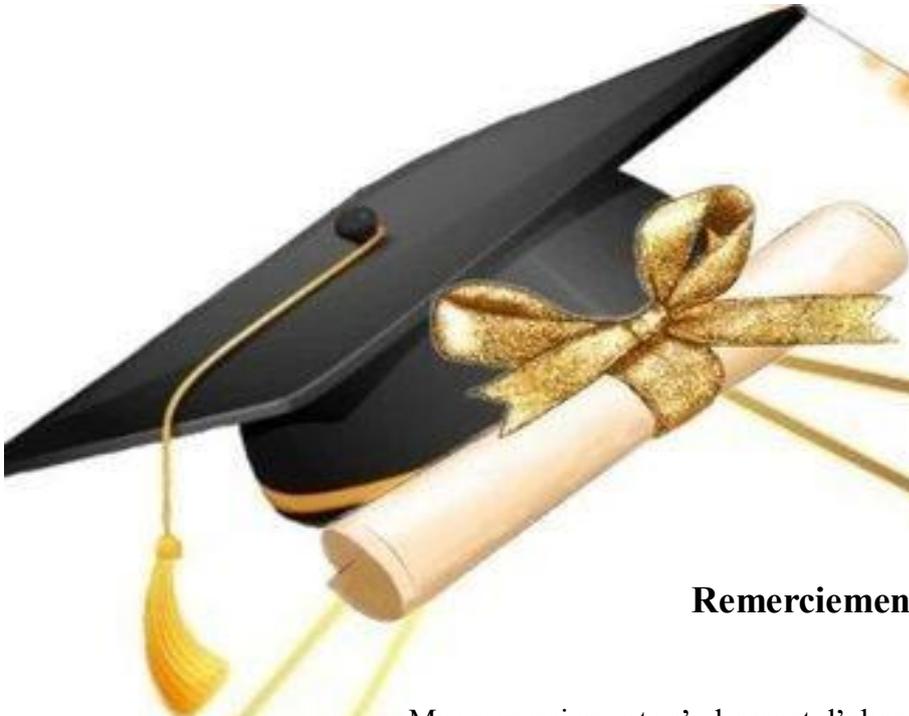
Spécialité : Chimie des matériaux

Thème :

***Traitement d'une huile alimentaire usagée par deux types
d'argiles locales***

Soutenu le 24/06/2024 devant le jury :

Mme. M. DRISSI	Présidente (Prof)	UNIV -Tiaret
Mr. B. DAHO	Examineur (MCB)	UNIV -Tiaret
Mme. F. HATTAB	Co-encadreur (M.A.A)	UNIV -Tiaret
Mme. T. BOUMETHRED	Encadreur (M.C.B)	UNIV -Tiaret



Remerciement

Mes remerciements s'adressent d'abord à Dieu le tout-puissant de m'avoir donné la santé, la volonté, le courage et la patience pour pouvoir réaliser ce travail de recherche.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à mon encadrante **Mme. T. BOUMETHRED** et mon Co-Encadrante **Mme. F. HATTAB** pour leurs patiences, leurs disponibilités et surtout leurs judicieux conseils, leurs aides qu'elles m'ont apportées, et leurs confiances qu'elles m'ont toujours confiées pour mener à bien mon travail.

Je veux ensuite remercier tous les membres du jury qui vont juger ce modeste travail et nous faire profiter de leurs connaissances et remarques constructives à savoir comme présidente de jury **Mme M. DRISSI** et comme examinateur **Mr B. DAHO**

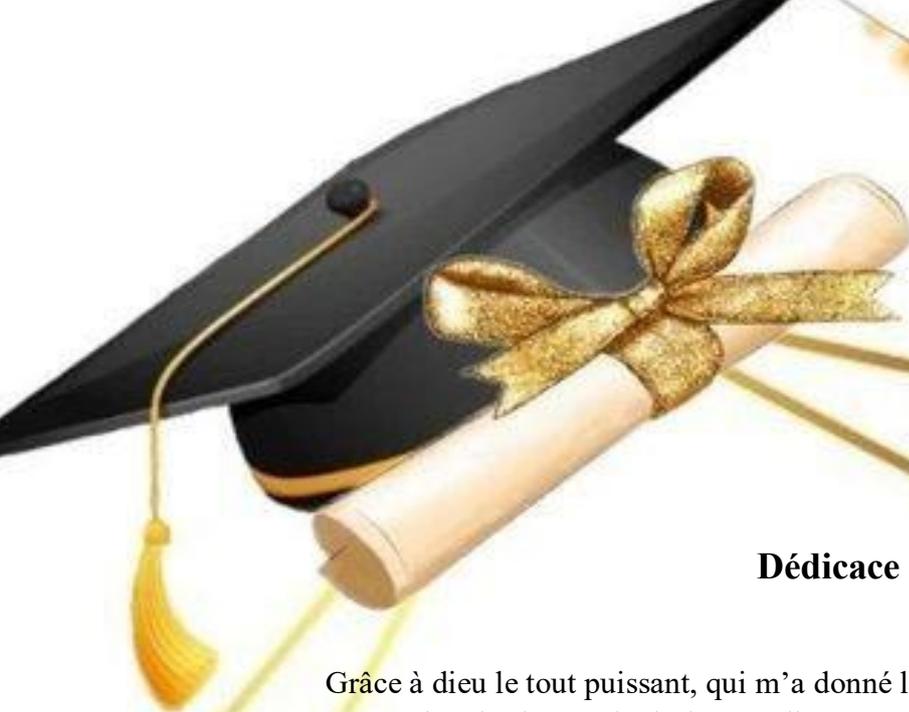
Sans oublier d'adresser nos remerciements les plus sincères à Mr Belarbi directeur de laboratoire de recherche 'Synthèse et Ctalyse'. Aussi l'ensemble d'équipes techniques du laboratoire de chimie Mr **A. LARBI**, Mmes **N. SAHNOUN, S.KOUADRIA, F. BABOU** pour leurs disponibilités et leurs aides.

Tous remerciements et estimations vont à tous les enseignants du département de Chimie de la faculté des sciences de la matière de l'université Ibn Khaldoun de TIARET

Un grand merci à ma mère et mon père, pour leurs encouragements.

Enfin, je remercie toutes les Personnes Qui ont participé de près ou de loin À la réalisation de ce travail





Dédicace

Grâce à dieu le tout puissant, qui m'a donné la volonté, et qui a tracé le chemin de ma vie, j'ai pu réaliser ce travail que je dédie :

A mes chers parents

Qui ont tout sacrifié pour moi, Quoi que je dise ou que je fasse, je n'arrivai jamais à vous remercier comme il se doit. C'est grâce à vos encouragements, vos bienveillances et votre présence à mes côtés, c'est grâce à vous que je suis là, et grâce à vous que je serais loin.

A mes sœurs « Hadjer Inas Chifaa » et mon frère

« Mohamed »

Pour leurs soutiens indéfectibles et pour avoir toujours cru en moi. Leurs encouragements ont été mon refuge et ma motivation durant tout temps

À tous les membres de ma famille. En les remerciant pour leurs encouragements et leurs aides sans cesse renouvelée. À tous mes amis, mes camarades et mes collègues pour leurs collaborations et leurs encouragements.

Raounak



SOMMAIRE

Liste d'abréviation

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....01

Chapitre I : Les huiles alimentaires usagées et leur traitement.....4

I.1. Introduction :5

I.2. Qu'est-ce qu'une huile ?.....5

I.2.1. Les huiles végétales :5

I.2.2. Les huiles animales :5

I.2.3. Les huiles minérales :5

I.3. Les huiles alimentaires :6

I.4. Différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition :6

I.5. Les huiles alimentaires usagées HAU :7

I.6. Dégradation des huiles de friture :8

I.7. Impacts des huiles alimentaires usagées :8

I.7.1. Sur l'environnement :8

I.7.2. Sur le compostage :9

I.7.3. Sur les canalisations et les stations d'épuration :9

I.7.4. Sur l'économie :9

I.8. Les différentes façons de traiter les huiles alimentaires usagées :10

I.8.1. Le processus de traitement préalable des huiles alimentaires usées :10

I.8.2. Traitement par l'acide sulfurique :12

I.8.3. Traitement par l'argile :12

I.9. Conclusion :12

Chapitre II : Généralité sur les argiles.....13

II.1. Introduction :14

II.2. Définition :14

II.3. Origine :14

II.4. Structure :14

II.5. Classification des argiles :15

II.5.1. Minéraux à 7 A° :15

II.5.2. Minéraux à 10 A° :16

II.5.3. Minéraux à 14 A° :17

II.5.4. Minéraux interstratifiés :17

II.6. Les différents types d'argiles :.....	19
A. Kaolinite :	19
B. Montmorillonite :	24
II.7. Conclusion :	28
Chapitre III : Protocole expérimentale et résultats	30
III.1. Introduction :.....	31
III.2. Matériels et Méthodes :	31
III.2.1. Argile	31
III.2.2. Composition chimique de kaolinite	31
III.2.3. Composition chimique de montmorillonite.....	31
III.3. Activation d'argile :.....	32
III.4. Les techniques de caractérisations :.....	33
III.4.1. Diffraction des rayons X (DRX) :	33
III.4.2. Spectroscopie Infrarouge :	36
III.5. Les huiles alimentaires usagées HAU :	40
III.6. Caractérisation physico-chimique des huiles :.....	40
III.6.1. Densité :	40
III.6.2. La viscosité :	41
III.6.3. Indice de réfraction (IR) :.....	42
III.6.4. Indice d'acidité (IA) :	42
III.6.5. Indice de saponification (IS) :	43
III.6.6. Indice de peroxyde (IP) :.....	44
III.7. Caractérisation physico-chimique des huiles (neuve-usagée) :.....	45
III.8. Les procédés de traitement d'huile alimentaire usagée par argile :.....	45
III.8.1. Agitation mécanique :.....	45
III.8.2. La Méthode de la Seringue :	46
III.9. Résultats de caractérisation physico-chimique de l'huile alimentaire usagée :.....	46
III.10. Interprétation des résultats :.....	47
III.10.1. La Densité :	47
III.10.2. Viscosité :	47
III.10.3. L'indice de réfraction (IR) :	47
III.10.4. Indice d'acide :	48
III.10.5. Indice de peroxyde :.....	49
III.10.6. Indice de saponification :	49
III.11. Résultats de Caractérisation spectroscopiques infrarouge :	50
III.12. Conclusion :	51
Conclusion générale	41

Références bibliographiques.....	55
Résumé	55

Liste des abréviations :

AKH : L'argile kaolinite contacte par les huiles.

AMH : L'argile montmorillonite contacte par les huiles.

CEC Capacité d'échange Cationique

DRX : Diffraction des rayons X

HAU Les huiles alimentaires usagées

HK Huile traitée par KNH

HM Huile traitée par MNH

HU. : Huile usée

IA : Indice d'acidité

IP : Indice de peroxyde

IR :Infrarouge Infrarouge,

KN kaolinite

KN-H kaolinite activée

MN Montmorillonite naturelle.

MN-H Montmorillonite activée.,

pH Potentiel Hydrogène

STEP station de traitement des eaux polluées

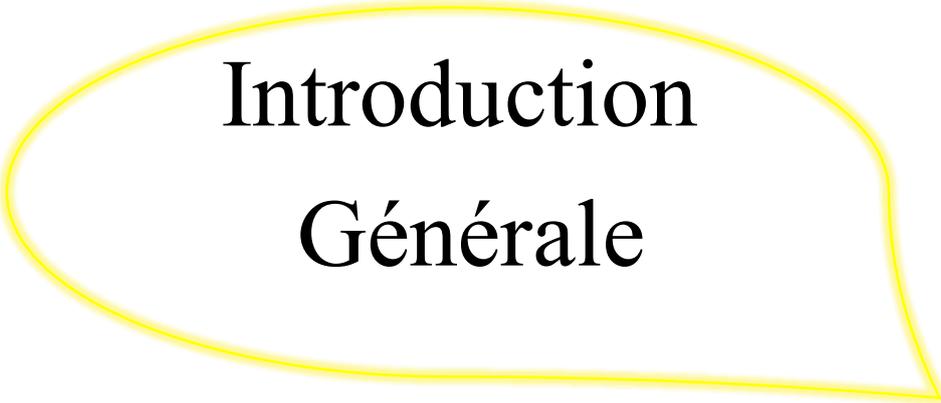
Liste des figures :

Figure I.1: Différentes marques d'huiles végétales alimentaires sur le marché Algérien	6
Figure I.2 : Les huiles alimentaires usagées	7
Figure I.3 : Réaction de transformation des huiles lors de la friture	8
Figure I.4 : Canalisation bouchée à cause des huiles	9
Figure I.5 : Collecte des huiles alimentaires usagées	10
Figure I.6 : Filtration des huiles usagées	10
Figure I.7 : Procédé de décantation et filtration	11
Figure I.8 : Schéma du traitement des huiles alimentaires usagées	11
Figure I.9 : les étapes de traitement l'huile usagée	12
Figure II.1 : Schématisation d'un feuillet, couche, et d'un plan d'atomes.....	15
Figure II.2 : Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux (Cas de la kaolinite)	16
Figure II.3 : Représentation schématique des empilements de tétraèdres et d'octaèdres.	16
Figure II.4 : Représentation du chlorite	17
Figure II.5 : Structure des minéraux interstratifiées	17
Figure II.6 : Kaolin.....	19
Figure II.7 : Structure cristallographique de la kaolinite	20
Figure II.8 : Schéma des particules de kaolin (les lignes pointillées représentent l'eau absorbée)	22
Figure II.9 : Structure de la montmorillonite	24
Figure II.10 : Schéma de la structure de la montmorillonite	25
Figure II.11 : Structure multi-échelle de la montmorillonite	26
Figure III.1: Montmorillonite	32
Figure III.2:Kaolin.....	31
Figure III.3: Activation de l'argile locale	32
Figure III.4: Protocole de l'activation par l'acide sulfurique.....	33
Figure III.5: Spectre DRX de MN.	35
Figure III.6: Spectre DRX de MN-H.....	34
Figure III.7: Spectre DRX de MN et MN-H.....	34
Figure III.8: Spectre DRX de KN.	36
Figure III.9: Spectre DRX de KN-H	35
Figure III.10: Spectre DRX de KN et KN-H	35
Figure III.11: Spectre IR de KN.....	37
Figure III.12: Spectre IR de KNH.....	37
Figure III.13: Spectre IR de KN et KNH.....	37

Figure III.14: Spectre IR de MN	39
Figure III.15: Spectre IR de MN	38
Figure III.16: Spectre IR de MN et MNH	39
Figure III.17: HAU.....	40
Figure III.18: Pycnomètre vide et le pycnomètre remplie par l'huile alimentaire usagée.....	40
Figure III.19: Rotors du viscosimètre	42
Figure III.20: Le viscosimètre	41
Figure III.21: Réfractomètre.....	43
Figure III.22: réfraction view.....	42
Figure III.23: Protocole de l'indice d'acidité (IA).....	43
Figure III.24: Montage de l'indice de saponification (IS).....	44
Figure III.25: Agitation mécanique d'huile avec l'argile.....	45
Figure III.26: l'écoulement d'huile par la Seringue	46
Figure III.27: Histogramme de la densité des huiles.....	47
Figure III.28: Histogramme de IR des huiles.....	48
Figure III.29: Histogramme de IA des huiles.....	48
Figure III.30: Histogramme de IP des huiles	49
Figure III.31: Histogramme de IS des huiles	49
Figure III.32: Spectre d'IR des HU.....	50
Figure III.33: Spectre d'IR des HM	51
Figure III.34: Spectre d'IR des HK	50
Figure III.35: Spectre d'IR des AKH	51
Figure III.36: Spectre d'IR des AMH.....	50

LISTE DES TABLEAUX :

Tableau I.1: Compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie [3]	7
Tableau II.1 : Classification des minéraux argileux selon la proportion et la composition des couches T et O. [40]	18
Tableau II.2 : Propriétés physico-chimiques de kaolinite.....	21
Tableau II.3 : Propriétés générales du kaolin	23
Tableau II.4 : Utilisations industrielles du kaolin [45]	23
Tableau III.1: Composition chimique élémentaire de la Kaolinite [61]	31
Tableau III.2: Composition chimique élémentaire de la Montmorillonite [62].....	31
Tableau III.3: Caractéristique des argiles	35
Tableau III.4: Les tailles moyennes des particules des échantillons	36
Tableau III.5: Nombre d'onde et attribution des bandes IR de Kaolinite	38
Tableau III.6: Nombre d'onde et attribution des bandes IR d'une Montmorillonite.....	39
Tableau III.7: Les caractéristiques de l'huile de friture.....	45
Tableau III.8: Résultats des tests.....	46
Tableau III.9: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de huiles usagée et les huiles usagée contact par l'argile MN-H, KN-H	51
Tableau III.10: Nombre d'onde et attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de kaolinite et montmorillonite contacte par les huiles usagées	51



**Introduction
Générale**

Introduction générale

Introduction générale :

Les huiles et les graisses ont toujours fait partie intégrante de l'alimentation humaine.[1] Malheureusement, ces huiles sont instables et peuvent subir une oxydation rapide pendant le stockage ou la préparation culinaire ce qui altère caractéristiques organoleptiques et physicochimiques, et qui affectent ainsi leur durée de conservation.[2]

Notre société, consomme énormément d'huiles alimentaires et produit également beaucoup d'huiles alimentaires usagées notamment les huiles de friture[3]

Les huiles alimentaires usagées sont les huiles de cuisson ou de friture. Ce sont des résidus de matières grasses, principalement d'origines végétales, provenant des opérations de friture et destinées à l'alimentation humaine (industrie agro-alimentaire), ou provenant de la restauration commerciale et collective.[4] Ces huiles ont des impacts et des problèmes graves sur l'environnement, entraînant une pollution de l'eau à grande échelle à la surface. Car elles ont tendance à former une pellicule à la surface de l'eau, empêchant ainsi l'oxygène de pénétrer dans l'eau et menaçant ainsi la faune et la flore aquatique d'asphyxie et aussi des colmatages dans les réseaux d'assainissement.[5] De plus, les huiles alimentaires usagées peuvent provoquer des dysfonctionnements des stations d'épuration des eaux usées. En effet, lorsqu'elles sont rejetées dans les égouts, ces huiles ont tendance à se solidifier et à créer des bouchons dans les canalisations et les équipements de traitement.[6]

Actuellement, dans le cadre du développement durable et de la protection de l'environnement il est impératif de mettre en œuvre un système de collecte sélective et un traitement spécifique de ces huiles.[7], le traitement à l'argile activée est une technique qui présente la plus grande polyvalence pour les processus à petite échelle. Pour un système plus important. [8]

Les minéraux argileux sont devenus des matériaux d'intérêt dans la plupart des domaines de production, qu'ils soient utilisés comme matière première ou adjuvant. En raison de leurs propriétés, leur abondance et leur faible coût, Ces matériaux argileux sont largement employés dans l'industrie agroalimentaire, en particulier dans les raffineries d'huiles, comme adsorbants lors de la décoloration.[9]

L'objectif de ce travail consiste à traiter une huile alimentaire usagée par deux types d'argile tels que : la Montmorillonite de Maghnia et la Kaolinite de Rahouia à titre de comparaison après leurs activations par l'acide sulfurique, l'intérêt de ce traitement est de réduire le taux de pollution.

Introduction générale

Cette étude s'est réalisée en deux étapes :

La première partie théorique qui est la partie bibliographique qui comprend deux chapitres,

Le premier chapitre représente des généralités sur les huiles alimentaires usagées et leur impact ainsi que leur dégradation suivie par les différents traitements d'une manière générale et en particulier le traitement par l'argile.

Le deuxième chapitre regroupe quelques notions de base sur les argiles d'une manière générale à savoir leurs caractéristiques, leur origine et leurs différents domaines d'application, une description détaillée sur deux types d'argiles tels que la kaolinite et la montmorillonite qu'on a choisi dans notre étude.

La deuxième partie qui est la partie expérimentale regroupe le protocole expérimental suivi d'une présentation des différentes caractérisations de nos matériaux avant et après le traitement.

La conclusion générale rassemble les résultats les plus significatifs obtenus dans ce travail.

Première Partie :
Etude bibliographique

Chapitre I : Les huiles alimentaires usagées et leur traitement



I.1. Introduction :

Les huiles alimentaires usagées se réfèrent aux huiles qui ont servi de matières premières aux opérations de cuisson dans les restaurants, cantines, friteries et industries alimentaires, etc.[6] la majeure partie de ces huiles est rejetée dans les égouts, ce qui entraîne[10] des soucis liés à l'obturation des canalisations, à la pollution des cours d'eau ou des nappes phréatiques, ou aux problèmes de maintenance des stations d'épuration.[11] Pour cette raison, Il est indispensable de mettre en œuvre un système de collecte sélective et un traitement particulier pour ces huiles, afin d'obtenir de nouveaux produits qui seront utilisés comme matières premières dans l'élaboration des aliments, des peintures, des détergents, des tensioactifs, des biocombustibles, et de minimiser par la même occasion les rejets d'huiles non contrôlés.[10]

I.2. Qu'est-ce qu'une huile ?

Une huile est formée par triglycérides et acides gras à température ambiante elle se trouve à l'état liquide, [12]ne se mélange pas à l'eau. [11]Les huiles sont des liquides gras, visqueux provenant d'animaux, de plantes, de minéraux ou synthétiques.[13] Elles se distinguent des graisses qui sont pâteuses dans des conditions normales d'utilisation. Il existe plusieurs catégories d'huiles (Palme, olive, colza, tournesol, arachide) et pour chaque type on sa propre masse molaire et sa propre densité.[12]

Les huiles et graisses sont généralement divisées en ces principales classes :[11]

I.2.1. Les huiles végétales :

Elles sont parfois comestibles, mais pour certaines, elles sont exclusivement utilisées dans l'industrie, la peinture, la savonnerie, la cosmétique ou la pharmacie. Les principales huiles végétales, en termes de production, sont : huiles d'arachides, de Colza, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix, de pépins de raisin.

I.2.2. Les huiles animales :

Elles sont également utilisées dans le secteur industriel, la peinture, la savonnerie ou la pharmacie. Les principales huiles et graisses animales sont : saindoux (graisse de porc), suif (graisse de bœuf et de mouton), huile de cheval, graisse d'oie.

I.2.3. Les huiles minérales :

Elles sont distillées à partir de houille, de pétrole ou de certains schistes bitumineux, et servent principalement à lubrifier les organes mécaniques des machines et des moteurs. Elles sont aussi couramment utilisées dans les produits cosmétiques.

I.3. Les huiles alimentaires :

L'huile alimentaire est un liquide gras insoluble dans l'eau. Facilement dissous dans les solvants organiques.[14] Elles sont fabriquées à partir de graines ou de fruits oléagineux, germes ou pépins de production végétale. En général, on distingue les huiles des graisses en fonction de leur point de diffusion.[15] Elles sont utilisées en cuisine, telles que les huiles de cuisson ou les huiles pour friture. Chaque huile, à une température critique (ou point de fumage) au-dessus de laquelle il ne faut pas la chauffer. Lorsque l'huile atteint une température critique, ses composants se dégradent, forment des composés toxiques et l'huile fume. C'est pourquoi certaines huiles, comme l'huile de noix à température critique faible, ne doivent pas être cuites.[11]

I.4. Différentes huiles commercialisées en Algérie et leur composition :

En Algérie, il existe plusieurs marques d'huiles végétales alimentaires sur le marché, qu'elles soient pures (huile de soja et de tournesol) ou mélangées, celles-ci sont utilisées pour l'assaisonnement, la cuisson ou la friture.[16]



Figure I.1: Différentes marques d'huiles végétales alimentaires sur le marché Algérien [16]

Les différentes compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie sont représentées dans le tableau suivant.

Tableau I.1: Compositions des huiles alimentaires fabriquées en Algérie [3]

Marque	Nature de l'huile
Huile ELIO	80% Soja ,20% Tournesol
Huile FLEURUAL	100% Tournesol
Huile AFIA	95% Soja ,5% Mais
Huile HUILOR	100% Soja
Huile BONAL	100% Soja
Huile LYNOR	90% Soja,10% Palme
Huile SAFIA	100% Soja

I.5. Les huiles alimentaires usagées HAU :

Sont les huiles de cuisson ou de friture elles sont des résidus de matières grasses, principalement d'origine végétale.[17] Issue des opérations de friture et des processus de cuisson utilisés dans les restaurants, les cantines, les friteries, les industries alimentaires, etc.[10] Ce sont des déchets spéciaux non dangereux.[13]



Figure I.2 : Les huiles alimentaires usagées [17]

I.6. Dégradation des huiles de friture :

À des températures élevées entre 160 °C et 180 °C, en présence d'eau et d'oxygène. Les triglycérides subissent un grand nombre de réactions complexes qui peuvent être classées en trois grandes familles : oxydation, polymérisation et hydrolyse.[16]

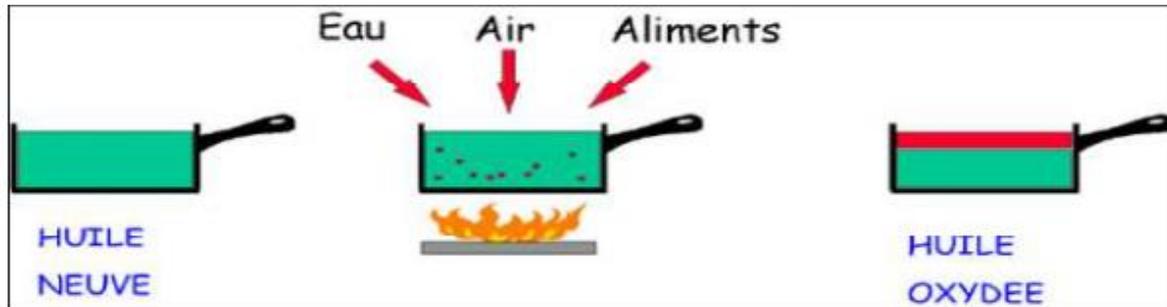


Figure I.3 : Réaction de transformation des huiles lors de la friture [3]

I.7. Impacts des huiles alimentaires usagées :

L'huile usée ne doit pas être utilisée une fois qu'elle est épuisée. On la considère comme un déchet spécial. Au quotidien, nous effectuons de petites actions sans prendre conscience de leur impact sur l'environnement, tels que jeter ou verser l'huile usée dans l'évier de la cuisine. Ce qui provoque des obstructions et des odeurs désagréables.

I.7.1. Sur l'environnement :

✓ L'air :

L'air n'est pas affecté par l'huile alimentaire usagée, sauf lorsqu'elle est mélangée ou éliminée avec les déchets ménagers et mise en décharge à l'air libre. Ce qui peut provoquer une pollution de l'air.[18]

✓ Sol :

La diminution de l'huile dans le sol entraîne une augmentation de la salinité et du pH, ce qui a un impact direct ou indirect sur la croissance des plantes. Qui peut compromettre la fertilité de ce sol à long terme.[16]

✓ Eau :

L'huile est non nocive et entraîne : l'huile présente une densité inférieure à celle de l'eau, ce qui la rend flottante et se maintient à la surface en créant une couche ou une pellicule imperméable qui empêche l'oxygène de pénétrer et asphyxie la flore et la faune aquatique.

Certains composants de cette huile s'attachent aux branchies et à la peau des poissons, ce qui perturbe leur mode de vie.[18]

I.7.2. Sur le compostage :

Le processus de compostage consiste à décomposer des déchets organiques par des microorganismes dans un environnement aérobie avec de l'oxygène, de l'air et de l'humidité. Et converti en humus contenant des nutriments, il fournit aux racines des plantes de l'azote, du phosphore et tous les éléments nutritifs nécessaires à la croissance des végétaux. Lorsque les huiles alimentaires usagées sont présentes dans les déchets, cela endommage l'opération de compostage car elles entravent au phénomène de fermentation lors du compost.[14]

I.7.3. Sur les canalisations et les stations d'épuration :

La graisse jetée dans le siphon peut causer des problèmes d'odeur. En outre, une obstruction des tuyaux peut entraîner une accumulation d'eau dans la cuisine ou un débordement du réservoir à graisse. [13] Quand l'huile atteint une station d'épuration, elle continuera à exercer son effet néfaste en réduisant les capacités de traitement.



Figure I.4 : Canalisation bouchée à cause des huiles [13]

I.7.4. Sur l'économie :

Les effets de ces huiles vont au-delà de l'environnement, car tous les dommages se traduisent par des conséquences économiques exemple, la réparation des canaux bouchés ou ruptures nécessitent des investissements, le processus de déshuilage dans les STEP nécessite de l'énergie et décontamine un sol ou une rivière touchée par ces huiles demande beaucoup de fonds.[18]

I.8. Les différentes façons de traiter les huiles alimentaires usagées :

I.8.1. Le processus de traitement préalable des huiles alimentaires usées :

Les huiles alimentaires usagées doivent être récupérées et stockées dans des futs étanches fermés (double parois) et identifiés, afin de ne pas les mélanger avec d'autres produits. Ensuite, les collecter et les transporter jusqu'aux centres de traitement. [19]



Figure I.5 : Collecte des huiles alimentaires usagées [3]

Les principales étapes du processus de traitement sont : [10][13]

✓ La filtration :

Il est nécessaire de retirer les substances les plus volumineuses, puis de procéder au traitement à l'eau chaude afin de rendre l'huile à traiter complètement claire



Figure I.6 : Filtration des huiles usagées [13]

✓ **La décantation et la filtration :**

Les huiles et les graisses collectées sont séparées de l'eau et des impuretés restantes, puis elles sont pompées pour une deuxième filtration et une nouvelle décantation. À chaque décantation supplémentaire, l'huile obtenue devient de plus en plus séparée et plus pure.



Figure I.7 : Procédé de décantation et filtration [13]

✓ **La purification :**

Cette étape consiste à faire circuler l'huile la plus impure dans un réacteur agité à température élevée afin d'évaporer l'eau éventuellement toujours présente. Cette eau sera ensuite éliminée via un condensateur.

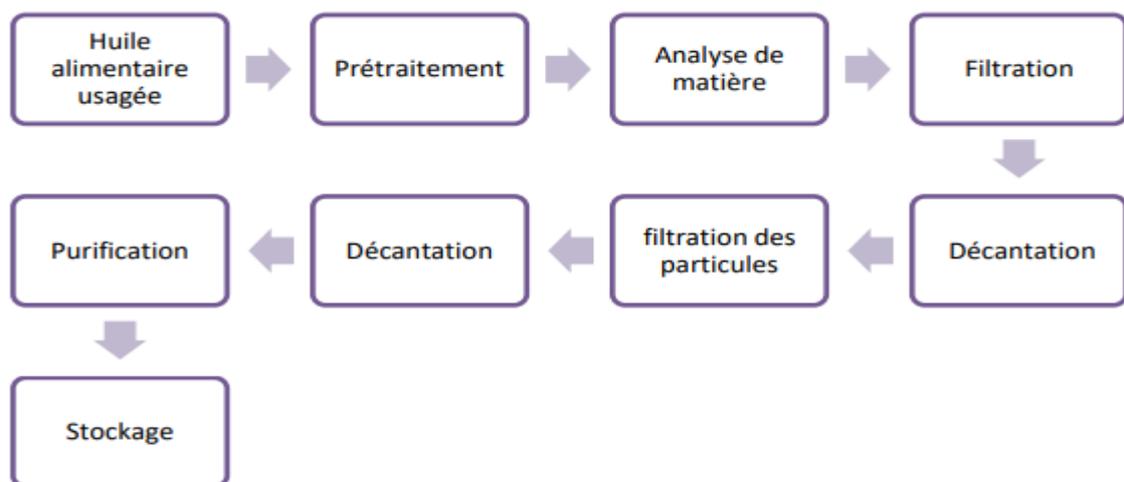


Figure I.8 : Schéma du traitement des huiles alimentaires usagées[13]

I.8.2. Traitement par l'acide sulfurique :

L'utilisation de l'acide sulfurique pour traiter l'huile usagée est l'une des méthodes de traitement les plus courantes pour les huiles usées. Dans cette méthode, on traite l'huile usée en utilisant de l'acide sulfurique. Cet acide entre en réaction avec des substances telles que l'oxygène, le soufre et certains composés à base d'azote afin de créer des boues. De plus, on procède au processus de raffinage pour éliminer les hydrocarbures paraffiniques et naphthéniques. [20]

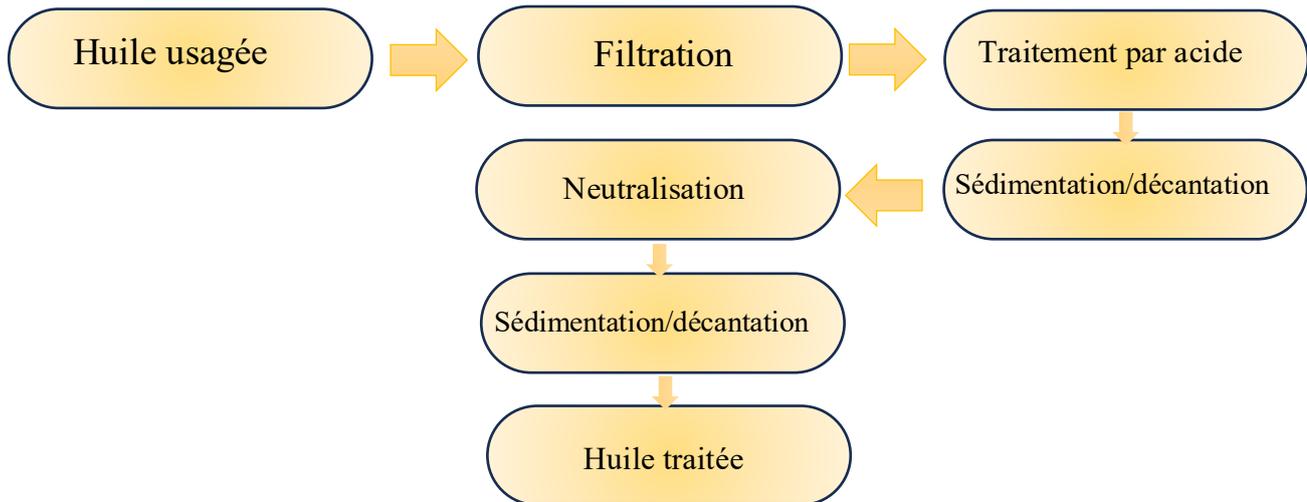


Figure I.9 : les étapes de traitement de l'huile usagée [20]

I.8.3. Traitement par l'argile :

Notre idée repose sur le traitement des huiles alimentaires usagées par argile locale, en raison de leur disponibilité et de leur faible coût. Cette idée a été choisie pour les raisons suivantes :

- Elles se trouvent dans la nature en grande quantité et sont facilement exploitables.
- L'argile est une ressource naturelle
- Les argiles présentent comme des particules extrêmement fines (de l'ordre $2\mu\text{m}$).
- Les argiles imbibées d'eau deviennent plastiques et imperméables [21]
- Elle est employée dans le raffinage d'huile alimentaire,
- C'est un matériau qui présente une grande valeur industrielle à travers ses différentes propriétés chimiques et physique. [22]

I.9. Conclusion :

L'étude bibliographique suggère des généralités sur les huiles spécialement alimentaires, leur impact ainsi que leur dégradation suivi par leur processus de traitements d'une manière générale et en particulier le traitement par l'argile.

Chapitre II : Généralité sur les argiles

Chapitre II : Généralité sur les argiles

II.1. Introduction :

L'argile est une matière première utilisée depuis la plus haute antiquité [23] est l'un des minéraux les plus répandus à la surface de la terre.[24] Elles sont adaptées à diverses indications en raison de leur structure unique et de leurs nombreuses propriétés L'argile est déformable, transformable, adhérente, coulante à un pouvoir d'adsorption, elle a ainsi de multiples capacités.[25] Les argiles ont un impact considérable dans une gamme variée de problèmes environnementaux et leur utilisation ne cesse d'augmenter.[26]

II.2. Définition :

Les argiles sont des matériaux naturels composés principalement de minéraux finement divisés inférieurs à 2-4 μm , c'est-à-dire des matériaux non visibles en microscopie optique.[27] Ce sont des phyllosilicates hydratés (silicates en feuillets).[26] Elles sont constituées d'un empilement de feuillets séparés par des intervalles appelés espaces inter foliaires.[28]

Actuellement, il n'existe pas de définition unique du terme 'argile'. Le mot 'argile' englobe deux connotations, l'une liée à la taille des grains ($< 2\mu\text{m}$) et l'autre à la minéralogie [29]

II.3. Origine :

Le mot argile provient du latin Argilla. Ce même mot est dérivé du grec argillos, dont la racine, Argos, signifie " d'une blancheur éclatante.[25] Cette nomination par les anciens est semble-t-il due à la couleur du matériau utilisé en céramique. [29]

Les argiles proviennent de l'altération et de la dégradation des roches : une altération physique due aux variations de température, et une altération chimique au contact de l'eau qui permet la dégradation en particules très fine. Les conditions dans lesquelles cette dégradation a eu lieu, ainsi que l'état d'avancement de cette dégradation peuvent expliquer la grande diversité des argiles.[30] Le terme générique, « argile » est utilisé fréquemment pour désigner diverses roches sédimentaires, cristaux, qui renferment une forte teneur en minéraux. Il n'existe pas une mais des argiles. Selon leurs composition et concentration en minéraux, les différentes argiles ont des structures et des propriétés différentes.[25]

II.4. Structure :

La composition et la structure des argiles les différencient les unes des autres. Selon la géologie, une argile est un minéral dont la taille est inférieure à 4 μm .[25]

Les minéraux argileux font partie de la famille des phyllosilicates. Ils se présentent sous forme de particules de petites dimensions.[31] Ces minéraux sont formés par un empilement de

Chapitre II : Généralité sur les argiles

feuillet, qui sont eux-mêmes composés d'un empilement de couches planes infinies. Le feuillet est constitué d'unités structurales tétraédriques et octaédriques, reliées par leurs sommets.[23]

- ✓ **Les couches tétraédriques** : sont formées de tétraèdres dont le centre est un cation de type Si^{4+} , Al^{3+} ou Fe^{3+} entouré de 4 oxygènes liés à des tétraèdres adjacents par 3 sommets.[27]
- ✓ **Les couches octaédriques** : sont constituées d'octaèdres dont le cation octaédrique est Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} ou Mg^{2+} entourés de 6 oxygènes liés aux voisins par des faces.[27]

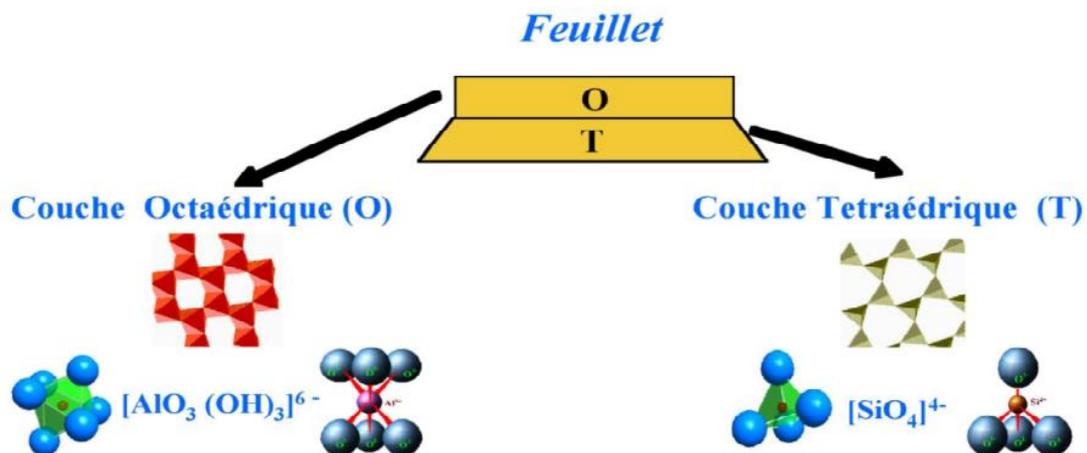


Figure II.1 : Schématisation d'un feuillet, couche, et d'un plan d'atomes.[32]

II.5. Classification des argiles :

Il existe différentes classifications des minéraux argileux. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. [33] On distingue ainsi 4 groupes :

II.5.1. Minéraux à 7 Å :

Sont constitués de feuillets comprenant une couche tétraédrique (T) accolée à une couche octaédrique,[34] On le désigne comme T:O ou de type 1 :1. Son épaisseur est d'environ 7Å. C'est la famille des kaolinites.[26]

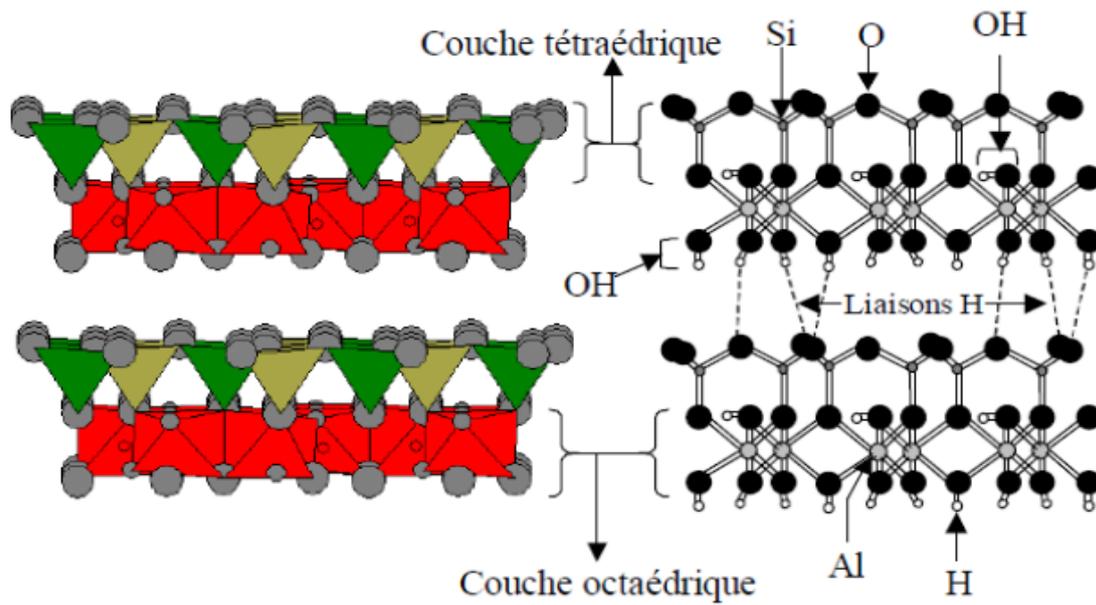


Figure II.2 : Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux (Cas de la kaolinite) [35]

II.5.2. Minéraux à 10 Å :

Les feuilletts sont composés de deux couches de silicium tétraédriques qui encadrent une couche d'aluminium octaédrique.[36] Il est qualifié de TOT ou de type 2 :1. Son épaisseur est d'environ 10 Å. C'est la famille des smectites.[26]

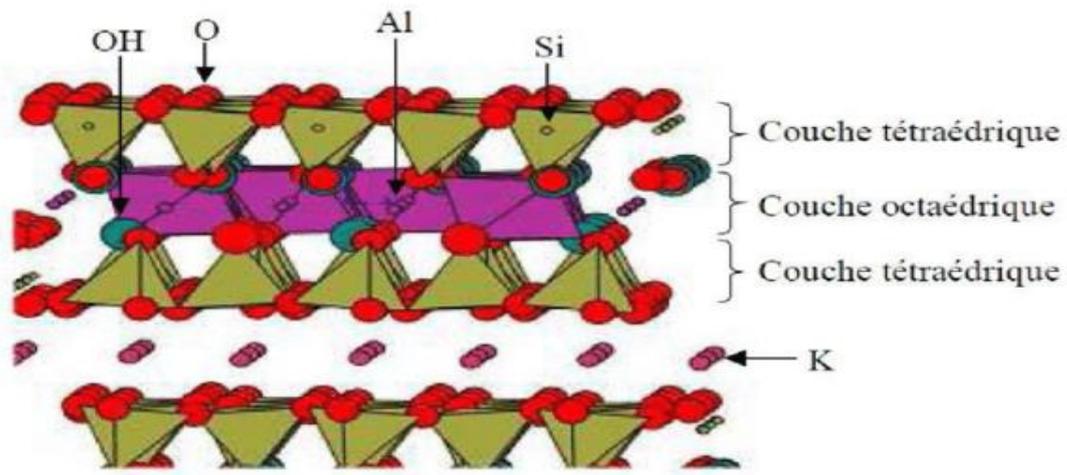


Figure II.3 : Représentation schématique des empilements de tétraèdres et d'octaèdres.[34]

II.5.3. Minéraux à 14 Å :

Ces minéraux sont issus de la combinaison de deux couches octaédriques avec deux couches tétraédriques.[29] On le désigne comme TOTO ou de type 2/1/1 Son épaisseur est d'environ 14Å. C'est la famille chlorites.[26]

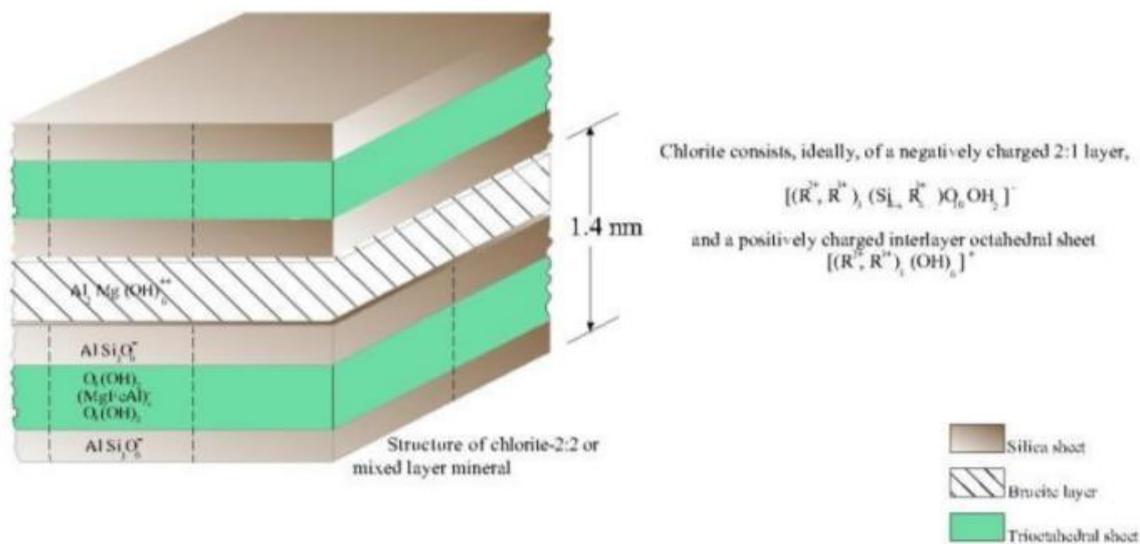


Figure II.4 : Représentation du chlorite[37]

II.5.4. Minéraux interstratifiés :

L'épaisseur du feuillet est variable. Ces minéraux résultent du mélange régulier ou irrégulier d'argile appartenant aux groupes ci-dessus.[38]

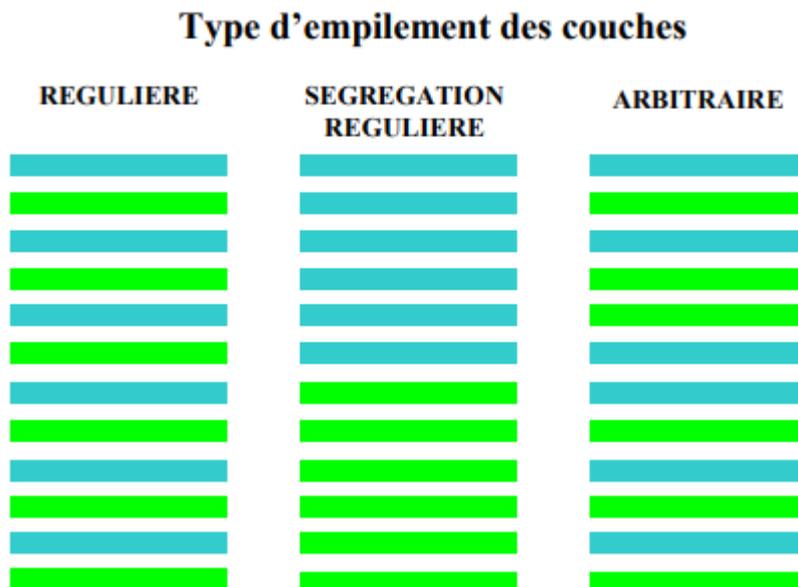


Figure II.5 : Structure des minéraux interstratifiées [39]

Chapitre II : Généralité sur les argiles

Tableau II.1 : Classification des minéraux argileux selon la proportion et la composition des couches T et O. [40]

Nature de feuillet	Nature des cations inter foliaires	Groupes	Nature de la couche octaédrique	Exemples
1 : 1	Pas de cation ou seulement de l'eau	Kaolinite	Diocatédrigue	Kaolinite Halloysite Nacrite, dickite
2 : 1	Pas de cation	Pyrophyllites	Diocatédrigue	Talc
	Cations hydratés et échangeables	Smectites	Diocatédrigue	Montmorillonite nontronite beidellite saponite
		Vermiculites	Diocatédrigue	Vermiculite Diocatédrigue à trioctatédrigue
		Micas	Diocatédrigue	Muscovite, Illite, Paragonite, Biotite
		Micas durs	Diocatédrigue	Margarites, Clintonite
		Chlorite	Diocatédrigue	Donbassites, Sudoite, Clinochore
2 : 1 Fibré	/	Palygorskites, Sépiolites	Diocatédrigue	Sépiolites Palygorskites

II.6. Les différents types d'argiles :

Les argiles sont classées en trois (3) grandes familles en fonction de l'empilement des couches, et la distance entre elles sont présentes un peu partout dans la terre en différentes proportions[37]

- La Kaolinite.
- Le chlorite.
- La Smectite : cette famille regroupe plusieurs types, la plus connue est la Montmorillonite.

A. Kaolinite :

A.1 Origine :

Le nom de cette roche argileuse provient du site chinois kao-Ling où elle a été découverte. Il tire son nom du mot chinois "gao ling", qui signifie "hautes collines". On appelle la roche kaolin et le minéral argileux kaolinite[25] où cette matière blanche et plastique a été exploitée.[29]

A.2 Définition :

La kaolinite est un phyllosilicate du type 1 : 1, composé d'un empilement régulier de feuillets constitués d'une couche tétraédrique siliceuse en alternance avec une couche octaédrique alumineuse[41] les feuillets sont liés les uns aux autres par des liaisons hydrogènes relativement fortes.[42] La kaolinite se présente sous la forme de particules hexagonales formées par des empilements des feuillets.[37] Sa formule structurale est $2[\text{Si}_2\text{O}_5\text{Al}_2(\text{OH})_4]$.[39] La faible capacité d'échange des kaolinites est due à des sites de surface amphotère. [30]



Figure II.6 : Kaolin

Chapitre II : Généralité sur les argiles

A.3 Structure :

La structure de la kaolinite est de type 1 :1, avec une épaisseur de 7Å[43] qui constitué d'une couche de Al (OH)₆ octaédrique disposée au-dessus de chaque couche de SiO₄ tétraédrique[44] En cas de superposition de deux feuillets, les H⁺ situés sur la surface inférieure et les O⁻ situés sur la surface supérieure forment une forte liaison hydrogène (O-H) entre eux. La liaison hydrogène et la liaison de Van der Waals sont parfaitement stables pour faire face à l'influence de l'eau. Ainsi les minéraux argileux kaolinites sont stables et leurs structures élémentaires sont protégés vis-à-vis de l'eau.[40]

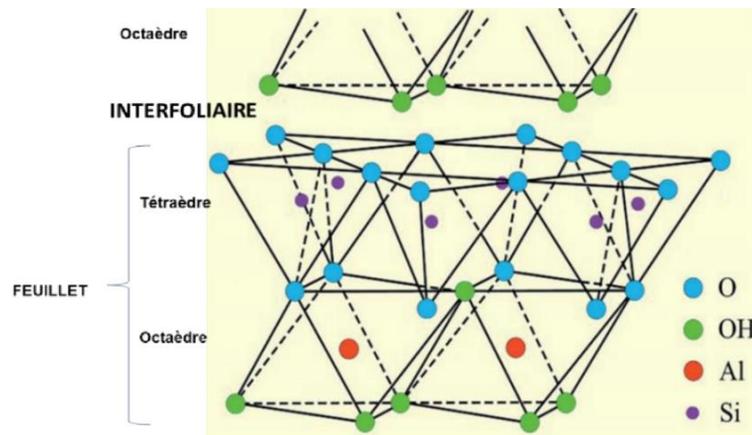


Figure II.7 : Structure cristallographique de la kaolinite [33]

A.4 Propriétés des kaolins :

Les applications de la kaolinite régissent par un certain nombre de facteurs, notamment la composition minéralogique et les caractéristiques physiques et chimiques de l'ensemble le kaolin a été forme Les caractéristiques suivantes sont essentielles pour les applications des minéraux argileux :

La nature et les dimensions des particules, leurs formes, leur cristallinité, leur chimie globale et leur surface, leur surface spécifique, leur charge de surface et leur bordure, ainsi que d'autres propriétés, sont spécifiques à des applications particulières, telles que la viscosité, la plasticité, la résistance mécanique en vert, la résistance mécanique des échantillons secs, l'absorption et l'adsorption, l'abrasivité et le pH.[45]

A.4.1 Propriétés physico-chimiques de la kaolinite :

La kaolinite présente diverses caractéristiques physico-chimiques qui la distinguent des autres groupes de kaolins. Elle considérée comme :

Chapitre II : Généralité sur les argiles

- Un minéral non gonflant.
- Faiblement biréfringente, l'indice de réfraction moyen est de 1.56 (Bundy, 1993).
- Les cristaux élémentaires se présentent sous forme de plaquettes hexagonales.
- PH neutres ou basiques.
- Chimiquement inerte dans un domaine relativement large de pH (4 à 9).
- Blancheur élevée.
- Bon pouvoir couvrant (utilisation comme pigment).
- Doux et non abrasif.
- Plastique, réfractaire.
- Faiblement conducteur à la fois de chaleur et d'électricité.[46]

Le tableau II.2. Représente quelques propriétés physico-chimiques de kaolinite[42]

Tableau II.2 : Propriétés physico-chimiques de kaolinite

Densité	Dureté	Masse molaire (g/mol)	Surface spécifique (m^2/g)
2.4 - 2.65	2 - 2.5	258	10 - 22

A.4.2. Propriétés thermiques :

➤ Couleur :

Le kaolin est d'un blanc ou d'un blanc proche. Mais en général, les éléments de transition sont des impuretés qui ont un impact négatif sur les propriétés du kaolin, comme les minéraux auxiliaires oxydes, hydroxydes, oxydes hydroxydes, sulfures et carbonates.[45]

➤ Forme et taille :

La kaolinite présente des cristaux plats en forme de feuillets minces d'environ 2μ d'épaisseur et quelques microns de diamètre, sous forme pseudo-hexagonale, parfois en forme de livres ou de piliers vermiculés. Plusieurs mesures peuvent être employés. Le paramètre que l'on utilise pour déterminer la morphologie d'un kaolin a varié au fil du temps : en 1980, c'était l'épaisseur des cristaux, mais dès 1990, c'est l'aspect ratio (rapport diamètre/épaisseur) est devenu plus important. La distribution granulométrique des particules joue un rôle important sur la viscosité des kaolins en suspension (**figure II.8**).[45]

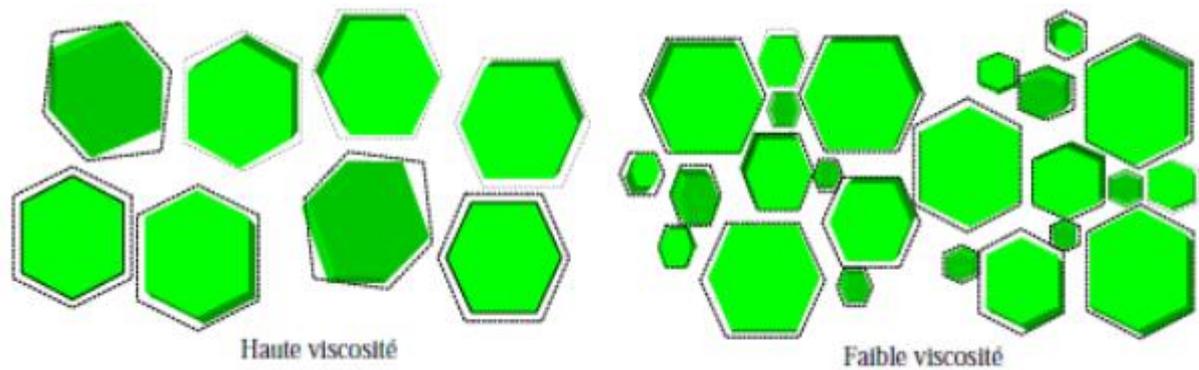


Figure II.8 : Schéma des particules de kaolin (les lignes pointillées représentent l'eau absorbée) [46]

➤ **La dureté :**

La dureté de la kaolinite est comprise entre 1 et 2 sur l'échelle de Mohs, ce qui indique qu'elle est tendre. Les kaolins relativement purs ne sont pas abrasifs. Cette propriété revêt une grande importance dans de nombreuses applications industrielles. Étant donné que le kaolin est plus tendre que la plupart des matériaux avec lesquels il entre en contact l'usure et l'abrasion de l'équipement sont minimales La présence de quartz résiduel dans un kaolin industriel entraîne évidemment une modification de ce paramètre.[46]

➤ **La surface spécifique :**

Les argiles possèdent une grande surface spécifique qui dépend de la nature du minéral argileux. Malgré leur taille fine, La surface spécifique des minéraux de la famille des kaolinites est extrêmement importante. Elle peut atteindre les 15m²/g. [47]

➤ **Capacité d'échange Cationique :**

La capacité d'échange de cation (CEC) est définie par le nombre de charges échangeables par une masse donnée d'argile. Elle s'exprime en milléquivalent par 100 g d'argile. Cette caractéristique est fonction de la nature de l'argile[47] pour une kaolinite la valeur de la CEC varié entre 3 - 15 (meq/100g).[48]

Chapitre II : Généralité sur les argiles

Résumons les propriétés du kaolin dans le tableau suivant :[49]

Tableau II.3 : Propriétés générales du kaolin

Propriétés	Valeurs
Formule chimique	$Al_2S_{12}O_5(OH)_4$
Masse Volumique (g/cm^3)	2,60 - 2,63
Duretés (mohs)	2 – 2,5
Coefficient de dilatation linéaire (20-700°)	$5 - 7 \cdot 10^{-3}$
Conductivité thermique (cal /cm.s. °C)	$4 - 5 \cdot 10^{-3}$
Température d'utilisation(°C)	1400
Résistance de flexion (kg/cm^2)	50 – 210
Couleur	Blanc
Système cristallin	Triclinique
Surface BET (m^2/g)	13,69 (m^2/g)

A.5 Utilisation et applications du kaolin :

Au niveau microscopique, le kaolin est constitué de cristaux feuilletés. Ce type de structure cristalline est responsable des caractéristiques (telles que la viscosité) du kaolin, ce qui en fait un minéral utile à usages multiples.[50] Quelques utilisations du kaolin sont présentées dans le Tableau II.4.

Tableau II.4 : Utilisations industrielles du kaolin [45]

Rôle	Utilisation
Couchage	Couchage de papier, peinture, encre
Charge	Charge minérale de papier, caoutchouc, plastiques, polymères, adhésifs, textiles, linoléum
Matière première	Catalyseur, fibre de verre, ciment, l'industrie du bâtiment, céramiques, plâtre, filtre, émaux, fonderies, production des composés chimiques d'aluminium, production de zéolite
Diluant, adsorbant ou transporteur	Polissage, vecteur de médicament, engrais, insecticide, détergents, produits pharmaceutiques, produits de beauté, tannerie des cuirs

Chapitre II : Généralité sur les argiles

B. Montmorillonite :

B.1. Origine :

La montmorillonite c'est un minéral argileux abondant son nom provient de sa ville d'origine, Montmorillon[25] qui a été découvert pour la première fois en 1847 par Damour et Salvétat près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France).[51]

En Algérie, Les principaux gisements de montmorillonite économiquement importants se situent dans l'Oranie (ouest algérien). On peut noter notamment la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) avec une réserve d'un million de tonnes et celle de Mostaganem (M'zila) avec deux millions de tonnes.[37]

B.2. Définition :

La montmorillonite fait partie de la famille des smectites. C'est un phyllosilicate à feuillet 2 :1 ou TOT,[52] elle parmi l'une des phyllosilicates les plus répandues à la surface du globe et est donc très utilisée.[28] En général, elle est vendue verte, mais elle peut également être trouvée dans d'autres coloris : gris, blanc, bleuté.[53]

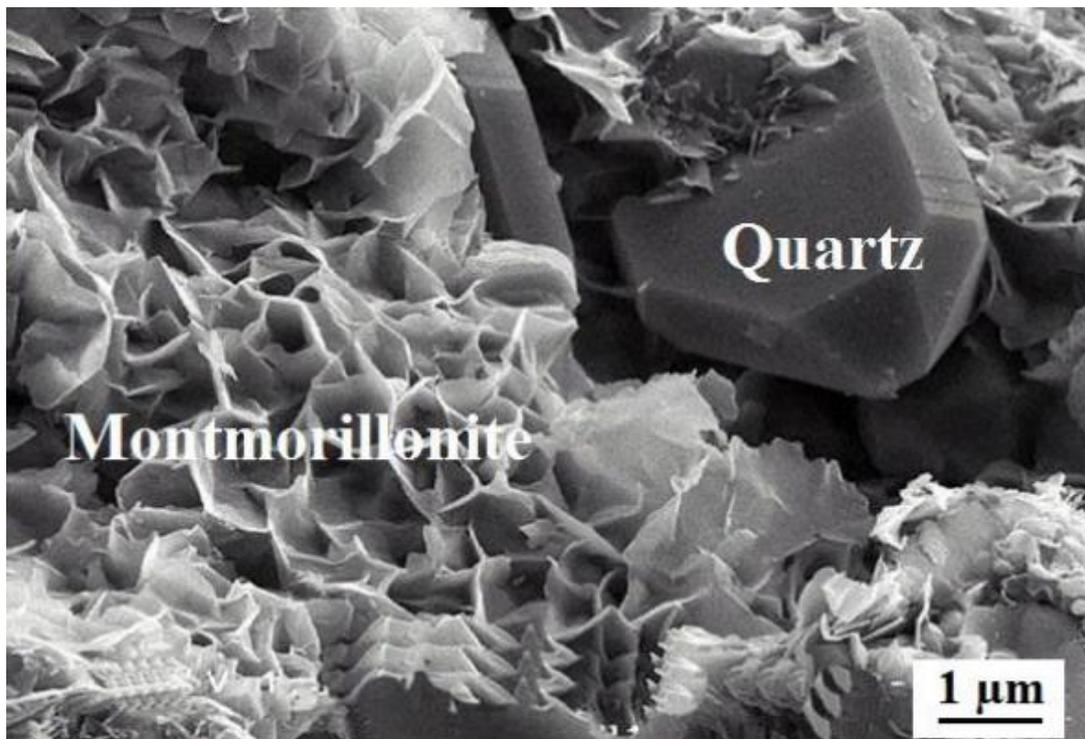


Figure II.9 : Structure de la montmorillonite [39]

B.3. Structure :

La montmorillonite est un phyllosilicate de type TOT (ou 2 :1) qui se présente sous forme de particules souples, et de grande taille (quelques centaines de nanomètres).[37] Elle est constituée d'une couche octaédrique alumineuse qui se trouve en sandwich entre deux couches tétraédriques siliceuses[54] souvent avec une substitution partielle de l'aluminium Al par le magnésium Mg.[39] La formule générale est la suivante : $M_{n+x/n}.y H_2O [Al_{4.0-x} Mg_x] (Si_{8.0} O_{20}(OH))$. [55]

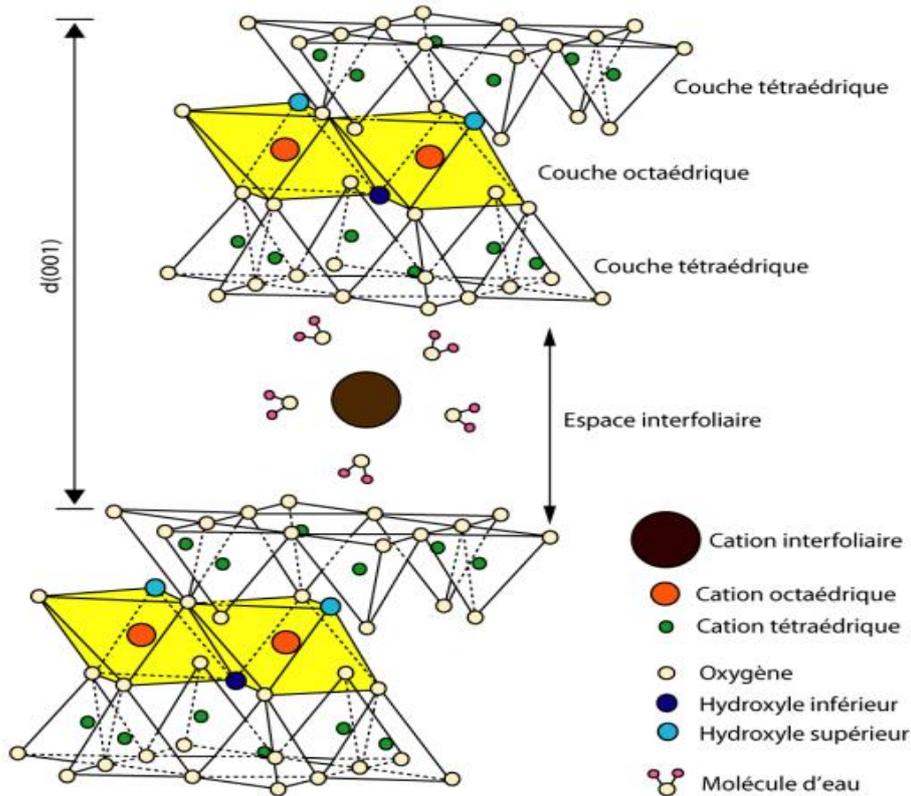


Figure II.10 : Schéma de la structure de la montmorillonite [40]

B.3.1 Structure multi-échelle de la montmorillonite :

Les montmorillonites se distinguent par la présentation de divers niveaux d'organisation en fonction de l'échelle d'observation. La figure représente schématiquement les différents « objets » qui caractérisent cette structure multi-échelle.[37]

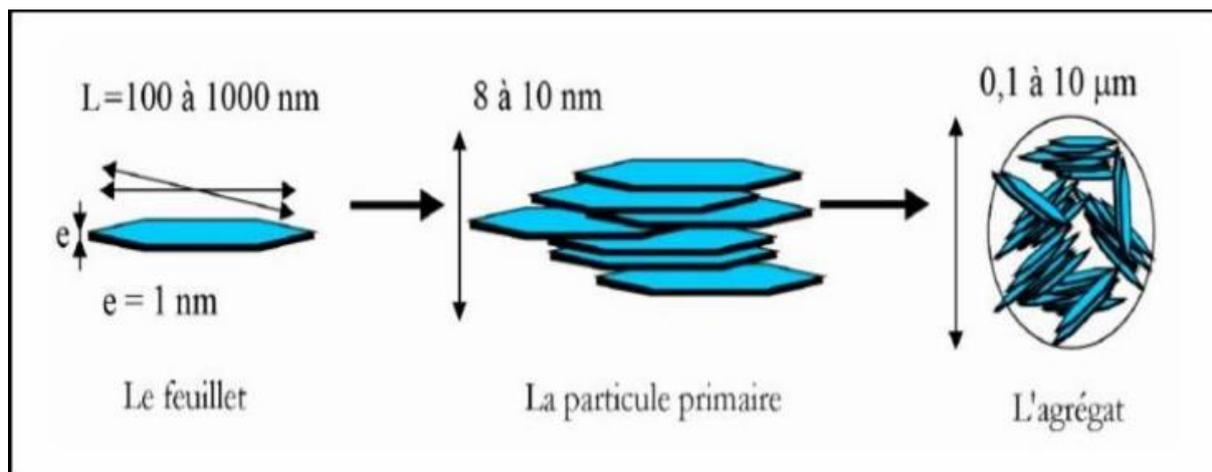


Figure II.11 : Structure multi-échelle de la montmorillonite [37]

- **Le feuillet élémentaire** : La maille cristalline est répétée dans les directions x et y sur le feuillet. Il a une forme similaire à celle d'une plaquette ou d'un disque, des dimensions latérales variées allant de 400 à 700 nm et une épaisseur proche du nanomètre. Ces dimensions anisotropes confèrent aux feuillets une surface spécifique de l'ordre de 600 à 800 m²/g. Les plaquettes sont généralement considérées comme souples et relativement déformables. [56]
- **La particule primaire** : Les particules forment le premier niveau d'organisation. Elles se distinguent par un empilement de feuillets identiques, en parallèle avec leur plan de base.[37] En général, la taille de cette particule primaire se situe entre 8 et 10 nm et reste constante quelle que soit la distance inter foliaire. [51]
- **L'agrégat** : Les argiles à l'état poudreux sont désignées sous le nom d'agrégat, qui se compose de petites particules de forme plus ou moins rectangulaire appelées 'particules primaires' orientées dans toutes les directions.[28]

B.4. Propriétés physico-chimiques :

La montmorillonite peut être définie par plusieurs propriétés telles que : la surface spécifique, la capacité d'échange cationique, la densité de charge spécifique, le gonflement et l'acidité.[55]

➤ **Surface spécifique :**

Les surfaces spécifiques des montmorillonites sont très élevées, pouvant fluctuer entre 600 et 800 m² /g pour la surface totale, tandis que la surface externe atteint des valeurs de 80 m² /g.[53]

Chapitre II : Généralité sur les argiles

➤ **Capacité d'échange cationique :**

La capacité d'échange cationique de la montmorillonite est sa capacité à échanger des cations par d'autres présents dans une solution.[57] On substitue les atomes d'aluminium de la couche octaédrique par des atomes de magnésium. Ce qui engendre un déficit de charges positives au sein du cristal. Il sera compensé par des cations H^+ , Na^+ , Cu^{2+} ...etc., qui se placent entre les feuillets aux endroits les moins encombrées liée électrostatiquement au feuillet.[38] La montmorillonite a une capacité d'échange qui varie entre 80 et 150 meq/100g. [53]

➤ **La densité de charge spécifique :**

La densité de charge spécifique est le rapport entre la capacité d'échange cationique et la surface spécifique de la particule argileuse. Le gonflement ou la pression de gonflement des matériaux argileux est réduit lorsque la densité de charge spécifique est augmentée Cette augmentation conduit à l'attraction des ions. Ce qui provoque une condensation de la double couche donc, une diminution de son épaisseur.[55]

➤ **Acidité :**

La génération de protons à partir de l'ionisation des molécules d'eau coordonnées aux actions échangeables est une source importante d'acidité dans les argiles. Cela est dû à l'espace inter laminaire. Le proton ainsi généré se fixe à un atome d'oxygène de la surface. ; Ainsi, l'acidité est essentielle, car elle dépend de la nature et de la concentration d'ions échangeables Il est possible que certains de ces cations soient des protons ou des cations de polarisation, comme Al^{3+} , qui donnent lieu à une forte acidité de bronze. [58]

B.5. Propriétés de gonflement :

Le gonflement correspond à l'élargissement de la séparation des feuillets de montmorillonite jusqu'à l'équilibre inter foliaire et sous une pression donnée. Cette distance peut atteindre jusqu'à 100 Angströms, sous pression atmosphérique pour certaines montmorillonites sodiques. La montmorillonite a des propriétés de gonflement plus intéressantes que d'autres familles.[59]

B.6. Application et utilisation de montmorillonite :

En raison de leurs caractéristiques chimiques (adsorption et absorption des molécules, composition) et physiques (taille des particules), les Montmorillonites ont de multiples applications dans le domaine industriel [60]

Chapitre II : Généralité sur les argiles

- L'élaboration de matériaux polymères ou encore le raffinage d'huile alimentaire
- La chromatographie, papeterie, sucrerie comme terres adsorbants décolorantes le traitement des vins, vinaigre et bières ;
- La fabrication des boues de forage ;
- La fonderie en mélange avec du sable ;
- L'industrie du pétrole comme catalyseurs de cracking et de reforming ;
- L'agriculture comme support de produits insecticides et fongicides. Cette simple énumération indique d'une façon exhaustive la variété des utilisations de ce matériau [32]

B.7. Modification des argiles :

Les argiles naturelles ne peuvent pas fonctionner comme des catalyseurs. Mise en forme des propriétés telles que l'acidité, la porosité, la stabilité thermique, la résistance mécanique, etc. Du catalyseur peut être effectuée avec une modification de l'argile par divers procédés dans le but de faire face à ce besoin. Diverses méthodes de modification comprennent l'activation de l'acide, échange de cations, l'intercalation, de piliers, de modification organique, chimique etc.

B.8. Activation par l'acide :

L'activation par les acides est l'une des modifications chimiques les plus communes des argiles, utilisées à des fins industrielles et scientifiques. Ce traitement consiste de l'argile avec une solution d'acide minéral, généralement HCl ou H₂SO₄. La tâche principale est d'obtenir du matériel partiellement dissous de l'augmentation de superficie, la porosité et la surface acidité.

Le but de cette mise en marche :

- Elimination de certaines impuretés (calcaire, ...)
- Elimination de l'eau et des cations métalliques
- Augmentation de la porosité de la surface spécifique
- Changement de la structure cristalline
- Possibilité d'élimination des ions hydroxyles (OH⁻) du réseau cristallin
- Remplacement des cations structuraux (Al⁺³, Mg⁺², Fe⁺³) par le proton H⁺
- Augmentation de l'activité de l'argile due à la porosité de SiO₂ libre [53][26]

II.7. Conclusion :

A travers ce chapitre nous avons développé quelques rappels théoriques sur les minéraux argileux à savoir leurs définitions, et leurs structures qui ont permis leur classification en famille d'une manière générale, ensuite nous avons donné une description détaillée des deux types d'argiles qui nous intéressent dans notre travail tels que la Kaolinite et la Montmorillonite, à la fin nous avons parlé sur l'intérêt de l'activation des argiles.

Deuxième Partie :

Partie expérimentale



Chapitre III : Protocole expérimentale et résultats

III.1. Introduction :

Ce travail a été effectué au sein du laboratoire de recherche « Synthèse et Catalyse » à l'Université de Tiaret. Ce travail expérimental qui s'occupe de traitement des huiles alimentaires usagées par deux types d'argiles tels que la Kaolinite et la Montmorillonite à l'état activée ainsi plusieurs mesures physico-chimiques ont été effectués comme : la densité, la viscosité, l'indice de réfraction et quelques tests citons à titre d'exemple : l'indice de saponification l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde à la fin les échantillons sont caractérisées par DRX et IR.

III.2. Matériels et Méthodes :

III.2.1. Argile : L'argile a une capacité d'absorption ou d'attraction très forte.[30] Les matières premières utilisées dans nos travaux sont le kaolin et la montmorillonite.



Figure III.1: Montmorillonite



Figure III.2: Kaolin

III.2.2. Composition chimique de kaolinite : La composition chimique exprimée en pourcentage massique d'oxyde de cette argile représentée dans le (Tableau III.1)

Tableau III.1: Composition chimique élémentaire de la Kaolinite [61]

Composés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	So ₃	K ₂ O	Na ₂ O	PF
Massique %	44.23	10.75	4.31	16.58	2.68	0.24	0.24	1.75	0.46

III.2.3. Composition chimique de montmorillonite : La composition chimique exprimée en pourcentage massique d'oxyde de cette argile représentée dans le (Tableau III.2)

Tableau III.2: Composition chimique élémentaire de la Montmorillonite [62]

Composés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	FeO ₃	MgO	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Na ₂ O	As	PF
Massique %	62.4	17.33	1.2	3.56	0.8	0.81	0.2	0.33	0.05	13

III.3. Activation d'argile :

L'activation se réalise selon les étapes suivantes :

- Mettre 10 g d'argile broyée dans un ballon de 100 ml
- Ajoute 100ml d'une solution d'acide sulfurique de concentration 0.25M, le mélange soumis sous agitation pendant 3h à température ($T = 70^{\circ}\text{C}$) suivi d'une centrifugation (3000 tr/min), ensuite on récupère l'argile activée.
- Faire un rinçage (lavage) 3 fois avec l'eau distillée afin de retirer les traces d'acide sulfurique jusqu'à ce que les traces de sulfates SO_4 soient éliminées (Test au BaCl_2). On récupère le précipité argileux par centrifugation, puis on le sèche dans l'étuve à une température de 105°C pendant 4h.

L'argile activée est ensuite broyée et tamisée, elle est référenciée par MN-H. On utilise le même mode opératoire avec le KN et à la fin on récupère argile activée référenciée par KN-H.



Figure III.3: Activation de l'argile locale

L'organigramme suivant regroupe les différentes étapes de l'activation par l'acide sulfurique

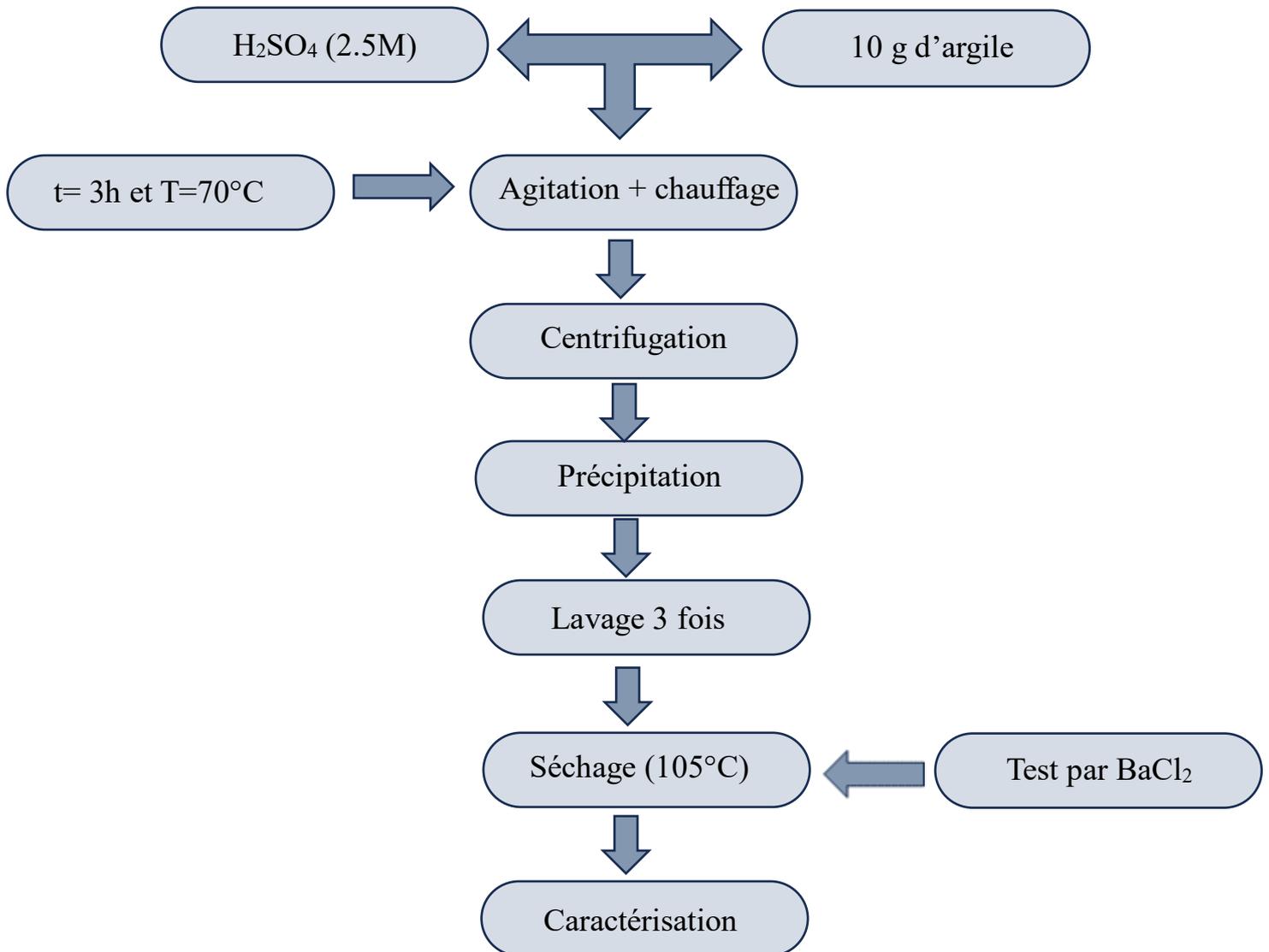


Figure III.4: Protocole de l'activation par l'acide sulfurique

III.4. Les techniques de caractérisations :

III.4.1. Diffraction des rayons X (DRX) :

La méthode DRX est une technique essentielle pour l'étude structurale des argiles. Il évalue la cristallinité et l'espacement des feuillets des argiles avant et après échange cationique. [63] Le diffractomètre utilisé est Rigaku MINIFLEX 600 qui délivre un rayonnement X provenant de l'émission $K\alpha$ du cuivre, de longueur d'onde $\lambda=1.54056\text{\AA}$ à une vitesse de balayage de 5°min^{-1} au niveau de laboratoire Synthèse et Catalyse de l'Université Ibn-Khaldoun de Tiaret

La DRX implique l'application d'un rayonnement de longueur d'onde des rayons X à un échantillon, qu'il soit orienté ou non. Le rayonnement pénètre dans le cristal. Il absorbe une

partie de l'énergie et excitation les atomes, avec émissions de radiations dans toutes les directions. Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phases vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté. La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par la loi de Bragg.[64]

$$n\lambda = 2 d \sin\theta$$

➤ Spectres DRX des deux matériaux MN et MNH :

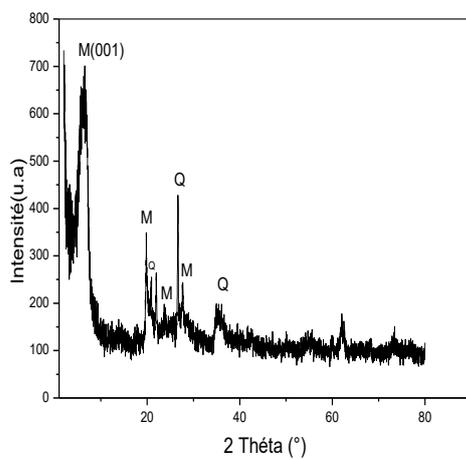


Figure III.5: Spectre DRX de MN.

(M : Montmorillonite, Q : Quartz)

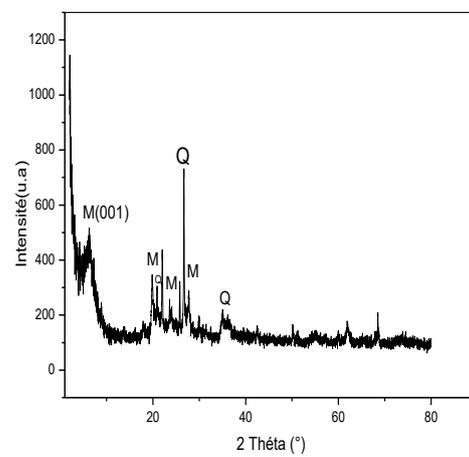


Figure III.6: Spectre DRX de MN-H

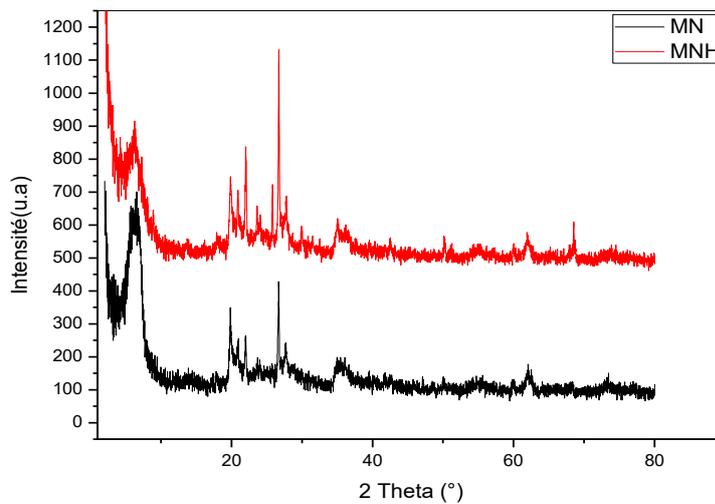


Figure III.7: Spectre DRX de MN et MN-H

➤ Spectres DRX des deux matériaux KN et KNH :

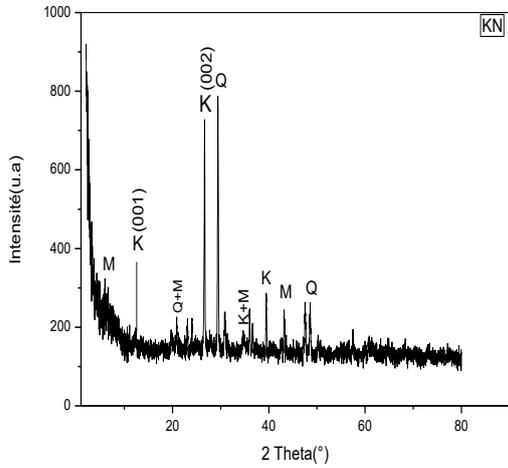


Figure III.8: Spectre DRX de KN.

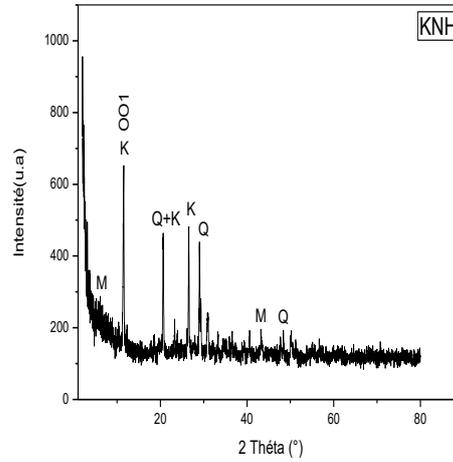


Figure III.9: Spectre DRX de KN-H

(K = kaolinite, M = mica, Q = quartz)

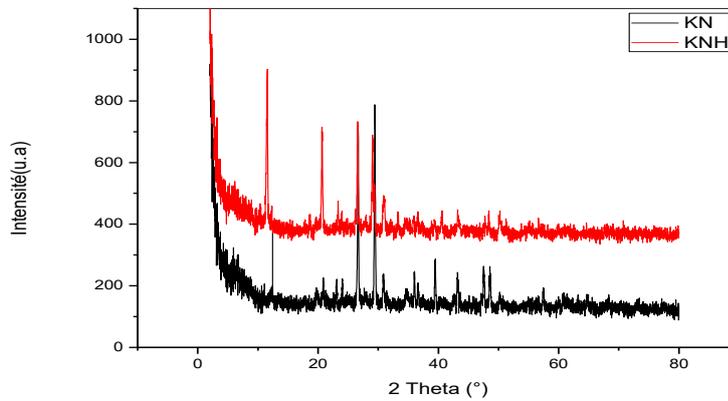


Figure III.10: Spectre DRX de KN et KN-H

Tableau III.3: Caractéristique des argiles

Echantillon	Angle (2Θ) (°)	Distance d001(Å)
Kaolinite brute (KN)	12.44	7.10
Kaolinite activé (KNH)	11.64	7.60
Montmorillonite brute (MN)	6.53	13.51
Montmorillonite activé (MNH)	6.28	14.05

➤ **Interprétions des spectres DRX :**

L'examen du spectre (la variation de l'intensité des photons diffractés en fonction de l'angle de diffraction) confirme que l'argile est bien activée, car on constate la présence d'impuretés de kaolin, comme le quartz. (20.95°) (29.62°) (47.40°) (48.60°) Mica (6.57°) (20.95°) (34.60°) (43.32°) sont éliminées en grande partie lors de l'activation et l'apparition des nouveaux pics qui indiquent la kaolinite. En outre, on remarque une augmentation légère de la distance basale pour KNH d001=7.60 Å ce qui confirme que l'acide occupe l'espace inter foliaire. Pour la montmorillonite naturelle et activé on note une augmentation des distances basales d001=13.51Å et 14.0Å respectivement, avec l'apparition d'autres pics, confirmant l'emplacement de l'acide dans d'autres endroits ainsi que dans l'espace inter foliaire.

➤ **Calcul de la taille des particules :**

Les valeurs de la taille de particules calculées à l'aide de la loi de Debye-Scherrer.

D = la taille de particules,

λ = longueur d'onde de rayons X utilisée (1.54 Å),

β = (FWHM) est la largeur à mi-hauteur du pic principal

Θ = étant l'angle de diffraction

$$D = \frac{0.9 \times \lambda}{\beta \cos \theta}$$

Tableau III.4: Les tailles moyennes des particules des échantillons

Echantillon	β (°)	Θ (°)	Taille de particules D (nm)
Kaolinite brute (KN)	0.189	14.703	54.89
Kaolinite activé (KNH)	0.225	5,77	55.49
Montmorillonite brute (MN)	0.171	13,3365	34.58
Montmorillonite activé (MNH)	0.092	13,3375	50.73

Ces valeurs démontrent que les particules des échantillons sont de tailles nanométriques, bien qu'il y ait une augmentation par rapport au matériau naturel. L'augmentation peut s'expliquer par les ions H⁺ pendant l'activation, ce qui conduit à la formation d'un solide plus poreux et bien cristallisé.

III.4.2. Spectroscopie Infrarouge :

La spectroscopie IR est l'une des méthodes spectrales, elle résulte du changement des états vibrationnel et rotationnel d'une liaison moléculaire fournit des informations précieuses sur les molécules d'eau absorbées et les groupements hydroxyles structuraux des minéraux argileux.[65] La caractérisation a été réalisée au niveau de laboratoire de Génie-physique par l'appareil FTIR-8400 de SHIMADZ.

➤ Spectre IR de kaolinite brute et activé :

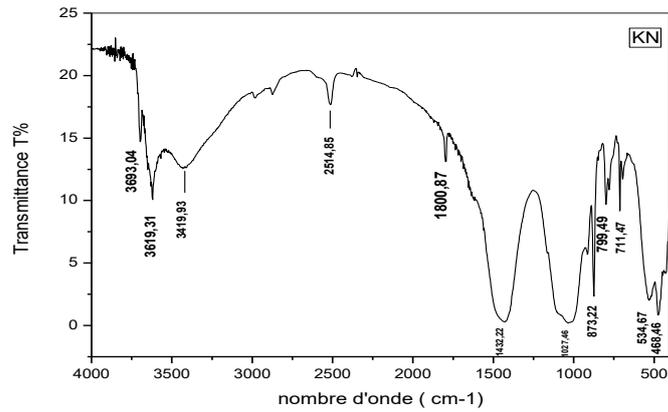


Figure III.11: Spectre IR de KN

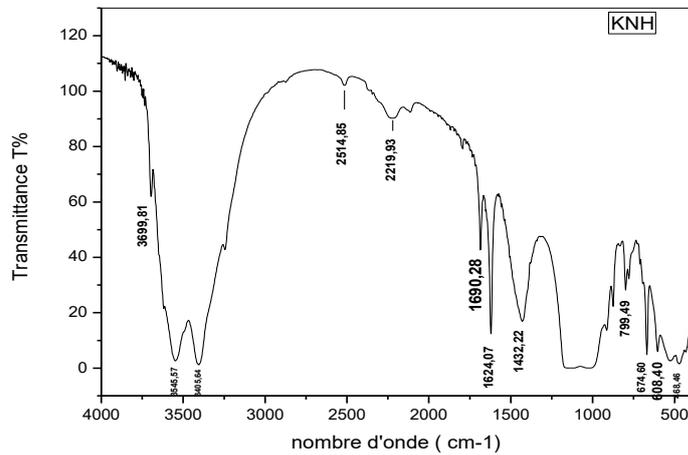


Figure III.12: Spectre IR de KNH

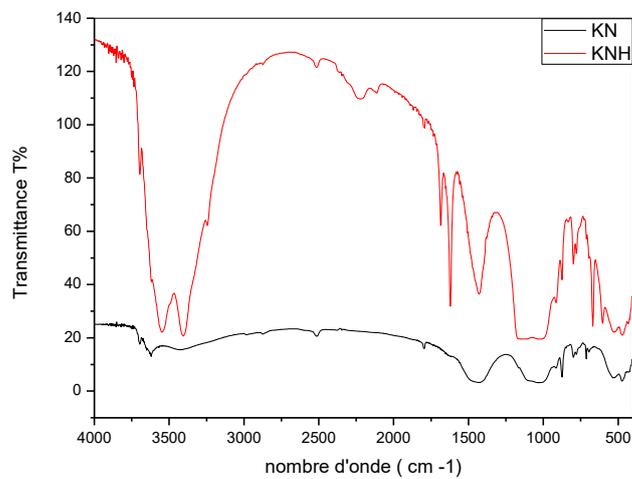


Figure III.13: Spectre IR de KN et KNH

➤ **Interprétation du spectre IR de KN, KN-H :**

Les résultats sont rassemblés dans le (Tableau III.5).

Tableau III.5: Nombre d'onde et attribution des bandes IR de Kaolinite

Nombre d'onde (cm ⁻¹)		Attribution
KN	KN-H	
3693,04	3699,81	Vibrations d'élongation des groupements de OH de la couche octaédrique.
3419,93	3405,64	Vibrations d'élongation des groupements de OH d'eau adsorbée.
1800,87	1690,28	Vibration de déformation des groupements OH des molécules d'eau adsorbées entre les feuillets
1027,46	/	Vibration d'élongation des liaisons Si-O
799,49	674,60	Vibration de déformation des groupements Si-O-Al
468,46	608,40	Vibrations de déformations des groupements Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O-Mg et Si-O-Fe.

➤ **Spectre IR de montmorillonite brute et activé :**

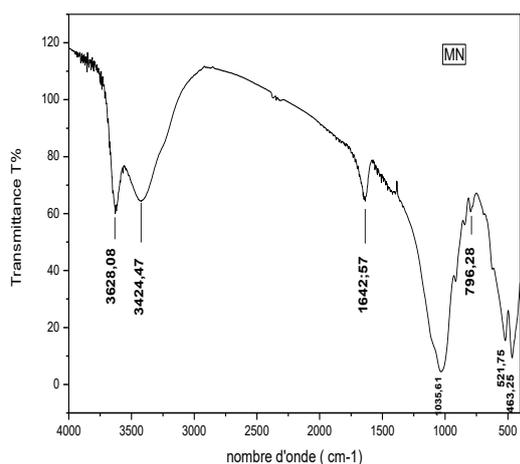


Figure III.14: Spectre IR de MN

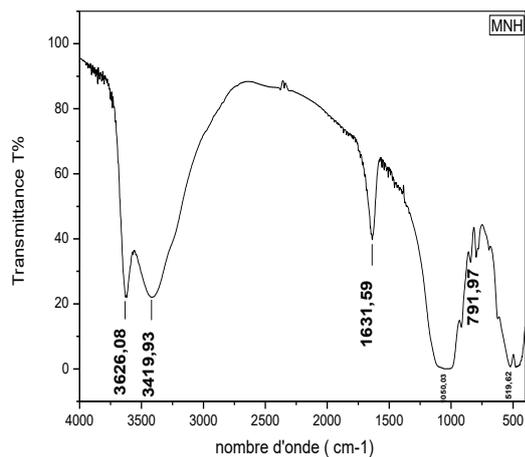


Figure III.15: Spectre IR de MNH

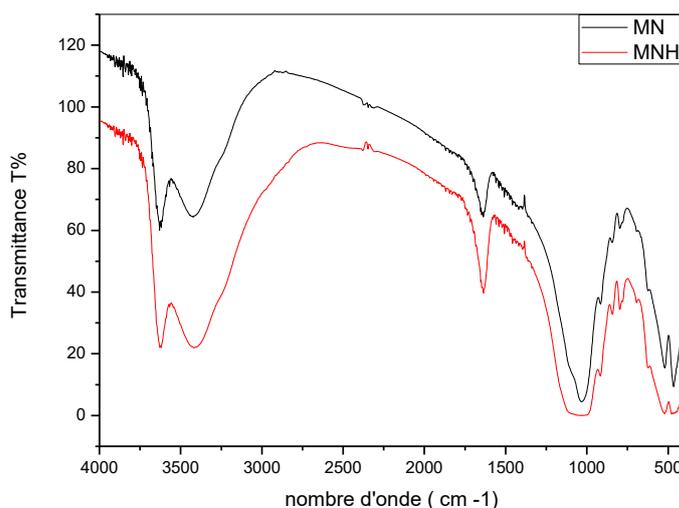


Figure III.16: Spectre IR de MN et MNH

➤ **Interprétation du spectre IR de MN, MN-H :**

Les résultats sont rassemblés dans le tableau (Tableau III.6).

Tableau III.6: Nombre d'onde et attribution des bandes IR d'une Montmorillonite

Nombre d'onde (cm ⁻¹)		Attribution
MN	MN-H	
3628,08	3626,08	Vibration d'élongation du groupement OH de la couche octaédrique.
3424,47	3419,93	Vibration d'élongation du groupement OH de l'eau adsorbé
1642,57	1631,59	Vibration de déformation des groupements OH des molécules d'eau adsorbées entre les feuillets
1035,61	1050,03	Vibration d'élongation des liaisons Si-O.
796,28	791,97	Vibration de déformation des groupements Si-O-Al
521,75	519,62	Vibrations de déformations des groupements Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O-Mg et Si-O-Fe.
463,25	/	Vibrations de déformations des groupements Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O-Mg et Si-O-Fe.

III.5. Les huiles alimentaires usagées HAU :

Notre étude a porté sur l'huile alimentaire

Achetée au marché sous forme d'huile

Fraîche avec la friture à quelques reprises

Nous avons eu de l'huile alimentaire usagée.



Figure III.17: HAU

III.6. Caractérisation physico-chimique des huiles :

III.6.1. Densité :

- **Principe :**

La densité est le rapport de la masse d'un certain volume d'huile, et la masse d'un volume égal d'eau distillée à la même température. Le principe est basé sur le pesage à la même température de même volume d'huile et d'eau par un pycnomètre.[66]

- **Mode opératoire :**

- Nettoyer et sécher le pycnomètre ;
- Mesurer la masse du pycnomètre vide (m_0)
- Remplir le pycnomètre avec un volume V (15 ml) d'eau distillé, Et mesurer la masse du pycnomètre remplie d'eau distillé (m_1)
- Remplir le pycnomètre avec le même volume V (15 ml) d'huile, Et mesurer la masse du pycnomètre remplie d'huile (m_2).

$$d = \frac{m_1 - m_0}{m_2 - m_0}$$



Figure III.18: Pycnomètre vide et le pycnomètre remplie par l'huile alimentaire usagée

III.6.2. La viscosité :

- **Principe :**

Le viscosimètre à rotation permet d'obtenir une mesure précise de la viscosité d'un liquide. Dans cette optique, l'appareil évalue la résistance mécanique d'un liquide qui agit en contre du mouvement de rotation d'un cylindre. Plus précisément, un cylindre ou disque (tige) est plongé dans le matériel à analyser et tourne à une vitesse spécifique. L'appareil mesure la résistance de cette substance à cette rotation. La résistance qui en résulte est la mesure du flux de viscosité, dépendant de la vitesse et des caractéristiques de la tige ; l'appareil calcule le résultat et la lecture directe de la viscosité est reflétée en mPa-s (SI).[67] La mesure de la viscosité a été réalisée au niveau du hall technologique (laboratoire de mécanique) à l'aide d'un Viscosimètre RION VISCOTESTER VT-03.

- **Mode opératoire :**

- Nous avons pris environ 200 ml du volume d'huile.
- Dans un récipient de viscosimètre nous mettons le volume d'huile.
- En trempant directement le rotor dans le récipient qui contient le l'huile.
- Puis ont calibré le viscosimètre et on lire la valeur de la viscosité.



Figure III.19: Rotors du viscosimètre



Figure III.20: Le viscosimètre

III.6.3. Indice de réfraction (IR) :

C'est un nombre (n) sans dimension, est défini par le rapport des vitesses de transmission d'une radiation lumineuse dans le vide et dans un milieu transparent considéré[68] il permet d'identifier un produit ou une espèce chimique, et de contrôler leurs puretés, est mesuré à 20 °C à l'aide d'un réfractomètre. [69]

- **Mode opératoire :**

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier
- Etalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1,33.
- Déposer quelques gouttes d'huile dans la lame du réfractomètre, puis régler le cercle
- (Réfraction view) de chambre sombre et claire dans la moitié et effectuer la lecture des résultats.



Figure III.21: Réfractomètre

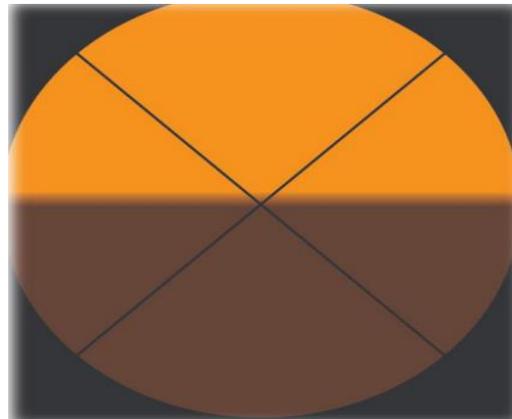


Figure III.22: réfraction view

III.6.4. Indice d'acidité (IA) :

L'indice d'acide s'effectue par un simple dosage acido-basique et s'exprime en (mg KOH/g) qui présente le nombre de mg d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g de corps gras.[66]

- **Mode opératoire**

Une quantité de 5g d'huile dissous dans 75 d'éthanol préalablement neutralisé en présence de phénolphtaléine et portée au voisinage de l'ébullition, puis Commencer le titrage par l'ajout de KOH goutte à goutte jusqu'à le virage de couleur vers le rose persistant.

L'indice d'acide est donné par la relation suivante :

$$IA = (V \times 56.1 \times N) / P \text{ (mg de KOH/g d'huile)}$$

V : désigne le volume de potasse employé.

N : la normalité de la solution.

P : la masse de la prise d'essai.



Figure III.23: Protocole de l'indice d'acidité (IA)

III.6.5. Indice de saponification (IS) :

L'indice de saponification, représente la quantité en milligrammes de KOH (potasse) nécessaire pour transformer en savon les acides gras libres et les glycérides contenues dans un gramme de corps gras.[70]

- **Mode opératoire :**

Peser dans un ballon à fond rond 2g d'huile, puis 25 ml d'une solution de KOH éthanolique (0,5 N) et porter à ébullition sous un réfrigérant à reflux, Laissé bouillir pendant une heure. Une fois refroidi, un titrage a été réalisé par une solution d'acide chlorhydrique HCl (0,5 N) après ajout de quelques gouttes de phénolphtaléine jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange (transparente). Le volume de la chute de la burette a été noté. Un essai à blanc sans corps gras a été réalisé dans les mêmes conditions expérimentales.

Indice de saponification est donné par la relation suivante :

$$I_s = (V_0 - V_1) \cdot N \cdot 56,1/P$$

V₀ : Volume d'HCl utilisé pour l'essai à blanc (mL)

V₁ : Volume d'HCl utilisé pour l'échantillon à analyser (ml)

N : Normalité de la solution d'HCl (0,5 N)

P : Poids de la prise d'essai (g).



Figure III.24: Montage de l'indice de saponification (IS)

III.6.6. Indice de peroxyde (IP) :

C'est le nombre de milliéquivalents grammes d'oxygène actif par kilogramme de corps gras, Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse (rancissement), pour des huiles ou graisses alimentaires.[71]

- **Mode opératoire :**

Un poids 2g d'huile est dissout dans 10 ml de chloroforme. Ajouter 15 ml d'acide acétique à 99.8% et 1 ml d'une solution saturée d'iodure de potassium, agiter pendant 1 mn pour dissoudre le corps gras, puis laisser reposer pendant 5 mn à l'abri de la lumière Ensuite ajouter 75 ml d'eau distillée, l'iode libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium (0,01N) en présence d'empois d'amidon (1%) comme indicateur coloré. Effectuer dans les mêmes conditions un essai à blanc sans corps gras.

Indice de peroxyde est donné par la relation suivante : $IP = N \cdot (V1 - V0) \cdot 1000/P$

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

V1 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour le titrage (ml)

V0 : Volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc (ml)

P : Poids de la prise d'essai (g).



III.7. Caractérisation physico-chimique des huiles (neuve-usagée) :

Les principales propriétés physicochimiques sont représentées dans le tableau III.7, suivant :

Tableau III.7: Les caractéristiques de l'huile de friture.

Caractéristiques	Huile neuve	Huile usée
Densité à 20°C	0.93	0.94
Viscosité (mPas s)	59	78
Indice de réfraction	1,474	1,478
Indice de saponification (mg de KOH/g)	168, 3	260
Indice d'acide	0,33	0,67
Indice de peroxyde	18	23

III.8. Les procédés de traitement d'huile alimentaire usagée par argile :

Grâce aux propriétés de l'argile absorbantes et adsorbantes, nous pouvons éliminer les impuretés et tous les additifs solubles et les résidus d'huile alimentaires usagée. Par la méthode de la seringue et l'agitation mécanique.

III.8.1. Agitation mécanique :

- Verser 25 ml de HAU dans un bécher de 250 ml.
- Incorporer 5g de kaolinite à l'état activé, puis effectuer une agitation mécanique pendant 1 heure.
- La séparation de l'huile et de la Kaolinite se fait par centrifugation.
- En utilisant la montmorillonite (modifiée), on a effectué le même protocole.



Figure III.25: Agitation mécanique d'huile avec l'argile

III.8.2. La Méthode de la Seringue :

Préparer la colonne ‘ seringue avec coton ‘ mettre 1g d’argile puis ajouter 5ml d’huile usagée et laisser s’écouler.



Figure III.26: l'écoulement d'huile par la Seringue.

III.9. Résultats de caractérisation physico-chimique de l’huile alimentaire usagée :

Une fois que nous avons traité l'huile usée et effectué les différentes analyses, nous avons procédé l'analyse des résultats obtenus.

Dans le (Tableau III.8) sont regroupés les résultats des divers tests réalisés.

Tableau III.8: Résultats des tests

Caractéristiques	Huile neuve	Huile usée	Huile traitée par KNH	Huile traitée par MNH
Densité à 20°C	0.933	0.94	0.935	0.935
Viscosité (mPas.s)	59	78	/	46
Indice de réfraction	1,474	1,478	1,477	1.475
Indice de saponification (mg de KOH/g)	167,3	260	224	210
Indice d’acide (mg KOH / g)	0,33	0,67	0,5	0.4
Indice de peroxyde (meq O2 / kg)	18	23	21.5	19

III.10. Interprétation des résultats :

III.10.1. La Densité :

Les résultats montrent que la densité de l'huile neuve est proche à celle d'une huile traitée par KNH et MNH, mais inférieure à celle de l'huile alimentaire usagée, ceci s'expliquerait par la présence d'eaux dans les huiles usagées provenant d'aliments frits, et les résidus des aliments entraînent une augmentation de la densité et le traitement par KNH et MNH améliorent la pureté de l'huile en piégeant les impuretés dans les interstices de l'argile ou en les adsorbant à sa surface, entraînant une diminution de la densité.

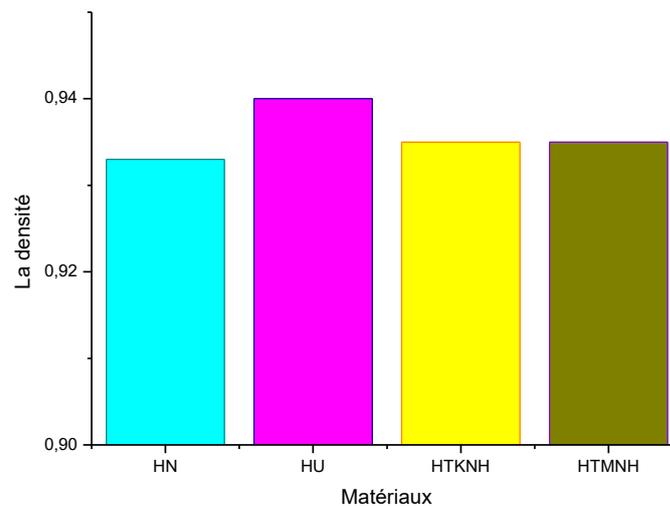


Figure III.27: Histogramme de la densité des huiles.

III.10.2. Viscosité :

Le test de viscosité a révélé que l'huile alimentaire usagée (78 mPas.s) plus visqueuse que l'huile alimentaire neuve (59 mPas.s) à cause de l'oxydation ou de la contamination par des éléments insolubles. La viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures (la longueur de la chaîne et à leur saturation). Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation et de la température. En générale, l'huile est considérée comme impropre à l'utilisation si sa viscosité initiale augmente ou diminue de manière significative.

III.10.3. L'indice de réfraction (IR) :

A travers les résultats, on constate une différence minimale entre les huiles. Cette différence est relativement faible et indique que les argiles (montmorillonite et kaolinite) n'influencent que très peu sur l'indice de réfraction.

L'indice de réfraction est considéré comme un critère de pureté d'une huile. Il varie en fonction de la température et de la longueur d'onde de la lumière incidente.

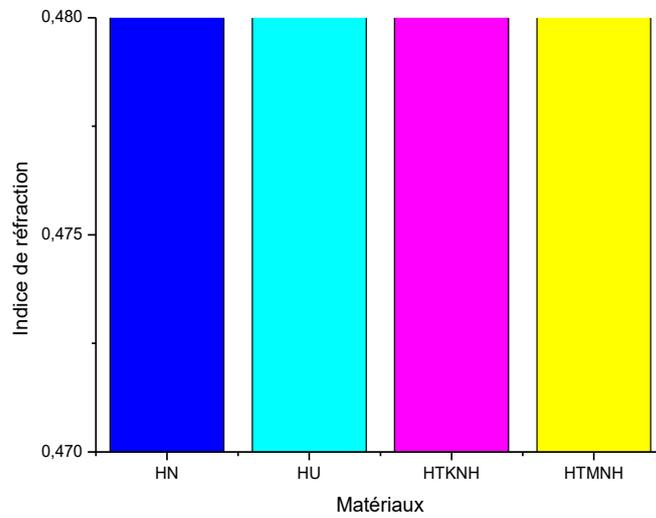


Figure III.28: Histogramme de IR des huiles

III.10.4. Indice d'acide :

D'après les résultats l'indice d'acidité montre un taux élevé d'acides gras libre dans L'huile alimentaire usagée. Ceci peut être dû probablement à l'hydrolyse des glycérides par la chaleur pendant la friture et on observe une convergence des valeurs entre HN (0.33 mg KOH/g) et HTKNH (0.5 mg KOH / g) et HTMNH (0.4 mg KOH / g) toutes inférieures à l'huile usagée ce qui s'explique par la structure poreuse de l'argile qui permet de garder les acides dans les pores et de ses sites actifs par l'activation réagissent chimiquement avec les acides gras libre.

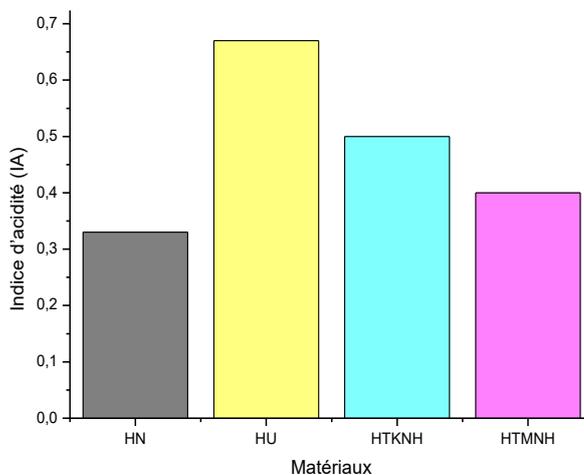


Figure III.29: Histogramme de IA des huiles

III.10.5. Indice de peroxyde :

Les résultats présentés dans (la figure III.30) montrent que les valeurs de l'indice de peroxyde pour l'huile traitée par MNH et KNH sont inférieures à l'huile alimentaire usagée et sont très proches à l'huile neuve et aux normes. Cette diminution peut correspondre à l'adsorption par l'argile de la quantité d'oxygène présent dans l'huile et dans son environnement. Et les peroxydes émis par les huiles usagées.

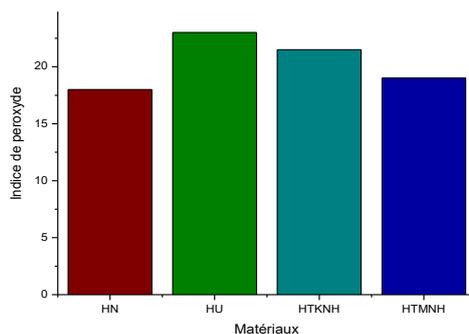


Figure III.30: Histogramme de IP des huiles

III.10.6. Indice de saponification :

L'indice de saponification d'huile neuve (167,3 mg de KOH/g) est en accord avec la norme nationale (Codex Alimentarius.)

Ces résultats indiquent une augmentation de IS d'huile alimentaire usagée (260 mg de KOH/g) due à divers processus tels que l'oxydation, la dégradation thermique et la contamination. Et les résultats obtenus suite au traitement par KNH (224 mg de KOH/g) et MNH (210 mg de KOH/g) sont comparables à ceux de l'huile neuve, en raison de l'élimination des acides gras libres et des impuretés.

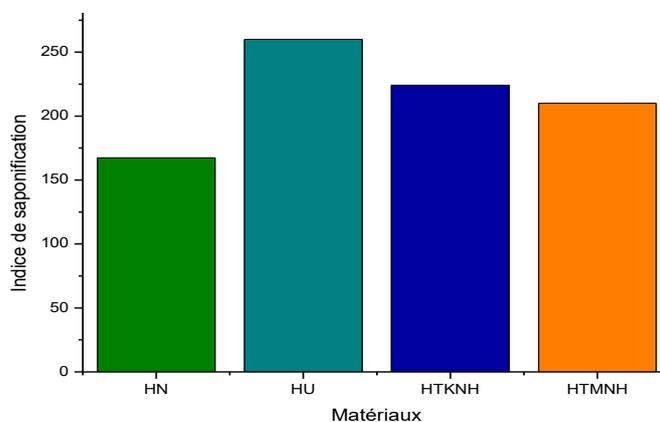


Figure III.31: Histogramme de IS des huiles

III.11. Résultats de Caractérisation spectroscopiques infrarouge :

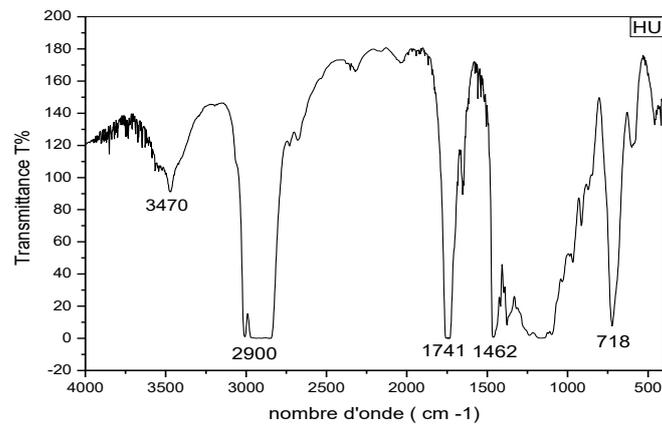


Figure III.32: Spectre d'IR des HU.

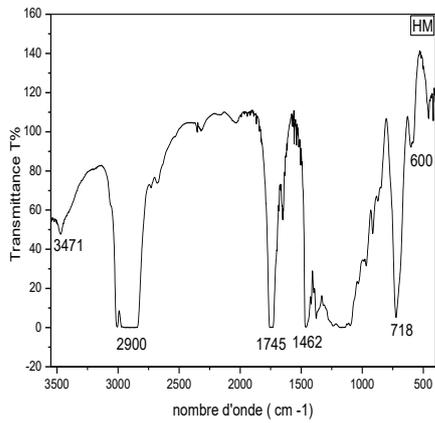


Figure III.33: Spectre d'IR des HM

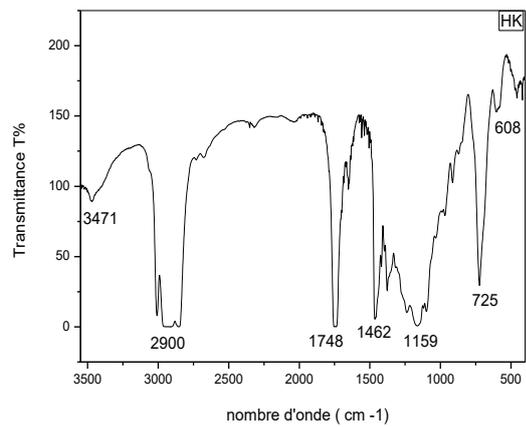


Figure III.34: Spectre d'IR des HK

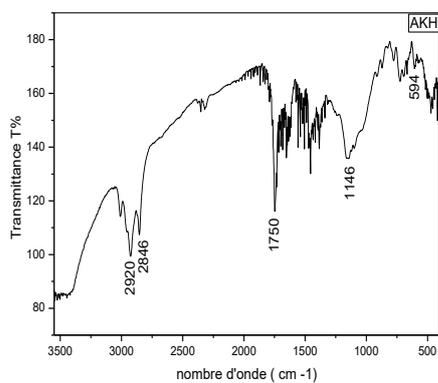


Figure III.35: Spectre d'IR des AKH

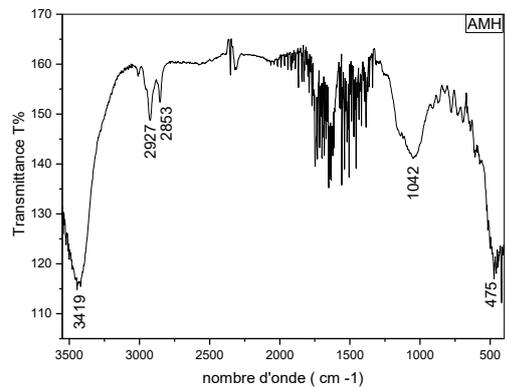


Figure III.36: Spectre d'IR des AMH

Tableau III.9: Attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de huiles usagée et les huiles usagée contact par l'argile MN-H, KN-H

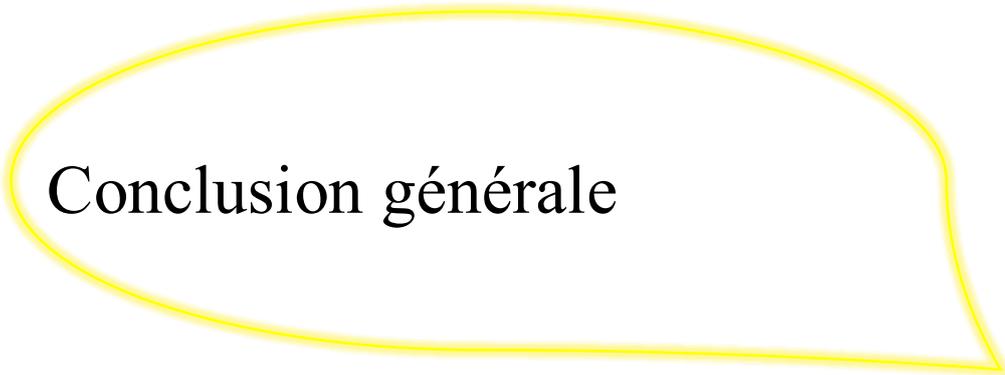
Nombre d'onde (cm-1)			Attribution
HU	HK	HM	
3470	3471	3471	Vibrations d'élongations des liaisons O—H, des groupes hydroxyles libres.
2900	2900	2900	Vibrations d'élongation du groupe C—H
1741	1747	1745	Vibrations d'élongation du groupe C=O
1462	1462	1462	Vibrations d'élongation et de déformation dans le plan des liaisons C—H
718	725	718	Vibrations de déformation du groupe CH ₂ .
/	608	600	Vibration de déformation des groupements Si-O-Al

Tableau III.10: Nombre d'onde et attribution des principales bandes observées sur le spectre IR de kaolinite et montmorillonite contacte par les huiles usagées

Nombre d'onde (cm-1)		Attribution
AKH	AMH	
2920	2927	C—H d'élongation
2846	2853	C—H d'élongation
1147	1042	Vibration d'élongation des liaisons Si-O
594	475	Vibrations de déformations des groupements Si-O-Si, Si-O-Al, Si-O-Mg.

III.12. Conclusion :

Les résultats expérimentaux tirés de l'étude de traitement par l'argile activée présentent plusieurs avantages en raison de sa rentabilité, de sa simplicité et de son efficacité, sans recourir à des produits chimiques, par rapport aux méthodes classiques utilisées dans les stations d'épuration elle permet d'enlever efficacement les contaminants de l'huile alimentaire usagée, et d'obtenir une huile traitée qui présente des caractéristiques similaires à celles d'une huile neuve.



Conclusion générale

Conclusion générale :

Les huiles alimentaires usagées sont considérées comme des déchets non dangereux, mais ils provoquent des nuisances s'ils sont rejetés dans l'environnement alors le traitement des HAU par argile activée a un intérêt dans la dépollution de l'environnement, et qu'il permet de donner une deuxième vie à certains produits.

Notre travail effectué nous a permis de déduire qu'il est évident que l'utilisation de cette méthode de traitement permet d'éliminer de manière efficace les contaminants de l'huile alimentaire usagée en obtenant une huile traitée ayant des caractéristiques proches de celles de l'huile neuve.

La détermination de la structure cristalline de nos échantillons a été effectuée par la méthode diffraction des rayons X sur poudres. Nous remarquons la présence de tous les pics caractéristiques de la kaolinite et de la montmorillonite et leur activation provoque une diminution de quelques pics de quartz cela peut traduire que l'activation a été bien réalisée.

La caractérisation physico-chimique des huiles usagées tels que : densité, viscosité, l'indice de réfraction et les différents tests des indices (acidité, peroxyde, saponification) nous a permis de choisir la montmorillonite activée comme le meilleur matériau qui a donné des bons résultats si l'on compare avec la Kaolinite.

L'infrarouge IR nous a montré la structure de l'huile et ses différents composants avant et après le traitement par les deux types d'argiles tels que la Montmorillonite et la Kaolinite.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

Références bibliographiques :

- [1] S. OMARI, “Optimisation des pertes d’huile au niveau de la pâte de neutralisation.” [Online]. Available: <http://www.fst-usmba.ac.ma>
- [2] A. SAIDI and N. TATAR, “Effet de la friture sur l’huile de table.”
- [3] B. GUERMACHE and K. AOUCHAR, “Valorisation des huiles de friture usagées en biodiesel par la réaction de transesterification,” 2016.
- [4] C. M. C. Laranjeira *et al.*, “Used food oils: physical-chemical indicators of quality degradation,” pp. 154–159, Apr. 27, 2017. doi: 10.22616/foodbalt.2017.040.
- [5] M. S. M. Daud, N. I. Ngadiman, and M. S. Suliman, “The awareness of recycling the used of cooking oil,” *Journal of Critical Reviews*, vol. 7, no. 8, pp. 30–32, 2020, doi: 10.31838/jcr.07.08.06.
- [6] Z. Senoussaoui and B. Derradji, “caractérisation de biodiesel à partir des huiles de friture» Mémoire de master académique université Kasdi Marbah Ouargla.,” 2021.
- [7] Centre d’Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP), “Possibilités de Recyclage et Utilisation Huiles Usées.” [Online]. Available: <http://www.cema-sa.org>
- [8] “Gestion des huiles usagée-Brochure de synthèse.”
- [9] C. MEZITI, “Mise en valeur d’un déchet provenant d’une raffinerie d’huile alimentaire.”
- [10] HAMZA. BOUABDALLAH and SOFIANE. KACI, “Récupération et régénération des huiles usagées moteurs et alimentaires dans le modèle énergétique à 50 % renouvelable.,” 2017.
- [11] A. SAIDI and N. I. SALMI, “Approche d’étude sur les perspectives de la valorisation des huiles alimentaires usagées,” 2018.
- [12] R. Alessandro, “Optimisation de la collecte des huiles alimentaires usagées et valorisation en Biodiesel,” 2017.
- [13] F. MEGHZILI, “Création d’une entreprise de recyclage des huiles alimentaires usagées,” 2021.
- [14] T. KARA and Célia. KHOUAS, “VALORISATION DES HUILES DE FRITURES USAGEES VALORISATION DES HUILES DE FRITURES USAGEES EN SAVONNERIE,” 2020.
- [15] C. Khelifa and S. Amari, “Effet du traitement thermique sur la stabilité de trois huiles raffinées : « elio », « LaBelle » et « Oléor »,» 2016.
- [16] F. Z. B. KEBICHE and M. R. MELLAS, “Impact des huiles de fritures usagées sur l’environnement et leur valorisation en savonnerie. Cas de l’entreprise ECOVA,” 2023.
- [17] “LA GESTION DES HUILES ALIMENTAIRES USAGÉES.”
- [18] A. Blibek and S. Khider, “Impact des huiles alimentaires usagées sur l’environnement et Essai de Leur valorisation,” 2015.
- [19] zayda Bajine and khawla Belilah, “Etude prospective pour le recyclage et la valorisation des huiles moteurs usagées,” 2021.
- [20] N. Kebbache and R. Attia, “Les huiles usagées : Caractérisation et contribution à la valorisation,” 2021.

Références bibliographiques

- [21] A. Michot, "Caractéristiques thermophysiques de matériaux à base d'argile : évolution avec des traitements thermiques jusqu'à 1400°C," l'Université de Limoges, 2008.
- [22] née ALLAM and H. BOUSSAK, "Effet de la température sur les performances des céramiques contenant la bentonite de Maghnia," 2014.
- [23] S. KADI, "Etude des propriétés structurale, texturale et application d'une argile locale de type 1:1 traitée thermiquement. Application à l'adsorption de Cd²⁺ et Pb²⁺," 2014.
- [24] A. KHENIFI, "ELABORATION DE MATERIAUX A BASE D'ARGILES, CARACTERISATION, ET APPLICATION A L'ELIMINATION DES POLLUANTS ORGANIQUES," 2009.
- [25] Le Ray Anne-Marie, "L'ARGILE, SON UTILISATION A L'OFFICINE," 2016.
- [26] I. FEDDAL, "« CONTRIBUTION A L'ELIMINATION D'UN POLLUANT ORGANIQUE, EN MILIEU HYDRIQUE : BLEU DE METHYLENE (BM), SUR DES MATERIAUX ARGILEUX MODIFIES »,," 2016.
- [27] L. Masson, "Réduction du gonflement d'une montmorillonite sous sollicitation hygrique par l'utilisation de molécules organiques. Application à la construction en terre crue.," 2021.
- [28] B. KAFI, "Préparation et Caractérisation de Bentonite Modifiée par un Polyoxométallate Application à l'adsorption du Bleu de Méthylène," 2019.
- [29] M. R. BOUDCHICHA, "ÉTUDE DE LA CRISTALLISATION ET DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET DIÉLECTRIQUES DE CÉRAMIQUES PRÉPARÉS À PARTIR DE KAOLIN-DOLOMITE," 2010.
- [30] H. BOUHOREIRA, "Valorisation de l'argile de la région de Témacine ,dans la dépollution des eaux résiduaires de la ville de Ouargla," 2017.
- [31] B. BRIKI, "Études des équilibres d'adsorption des colorants basiques sur des grains d'argile modifiée par pontage organo-inorganique," 2011.
- [32] M. Amraoui, "Préparations, caractérisations électriques et cristallographiques de montmorillonites modifiées par des liquides ioniques," 2018.
- [33] F. BESSAHA, "MODIFICATION D'UNE ARGILE DE TYPE 1:1 ET APPLICATION A LA RECUPERATION DE POLLUANT," 2011.
- [34] A. MECIF, "Elaboration et Etude Des Réfractaires à Base de Mullite et du Zircon," 2010.
- [35] O. KHIREDDINE, "Étude de matériaux argileux et leur Impact sur l'adsorption de certains polluants.," 2015.
- [36] K. Léon KONAN, "Interactions entre des matériaux argileux et un milieu basique riche en calcium," 2006.
- [37] N. BENSID, "Elaboration des matériaux organo-inorganiques à base de produits naturels et leurs applications dans des processus chimiques," 2016
- [38] B. FETTOUHI, "STOCKAGE DES DECHETS TOXIQUE INORGANIQUE PAR UNE ARGILE MODIFIEE." 2016
- [39] R. I. E. DEKMOUCHE, "Contribution de la spectroscopie Gamma naturelle à la caractérisation des argiles cas de réservoir de gaz de schiste, champ Ain En Nakhal, Bassin d'Ahnet," 2017.

Références bibliographiques

- [40] A. Abakar, "Caractéristiques mécaniques et thermiques de l'argile stabilisée par la gomme arabique et renforcée par la paille de riz," 2018. [Online]. Available: <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01920664>
- [41] B. RABEHI, "Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djebel Debbagh," 2012.
- [42] K. KADDAM, "Elimination des composés azotés par adsorption sur une argile locale (Blidet Omar)," 2018.
- [43] N. BOUZIDI, "Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson," 2012.
- [44] N. BAKHTAOUI, "Synthèse, caractérisations des composites à base d'argile et application à l'environnement," 2014.
- [45] M. Koneshloo, "Caractérisation, estimation et valorisation de gisements d'argiles kaoliniques du bassin des Charentes," École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007. Français., 2007. [Online]. Available: <https://pastel.hal.science/tel-00199226>
- [46] M. CHOUAFA, "Comportement du Kaolin à l'enrichissement par flottation. Cas de la mine de Tamazert - Jijel," 2016.
- [47] B. Dir and A. Meziani, "Evaluation de l'effet anti-corrosif d'un film de matériau nanoporeux porté sur une surface métallique," 2018.
- [48] A. BOUKHEMKHEM, "Synthèse et caractérisation des matériaux modifiés à partir du kaolin et de la bentonite pour l'élimination de quatre polluants organiques par adsorption et catalyse hétérogène," 2017.
- [49] T. A. Chinar, "PREPARATION DE LA ZEOLITHE A PARTIR D'UN KAOLIN LOCAL ET SA CARACTERISATION," 2012.
- [50] Z. Belamri, "Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2.," 2008.
- [51] M. BELHOCINE, "Etude thermodynamique de l'adsorption/désorption d'eau par des montmorillonites échangées par des cations alcalino-terreux.," 2017.
- [52] T. Emmanuel, "ADSORPTION DE Cs⁺, Ni²⁺ ET DES LANTHANIDES SUR UNE KAOLINITE ET UNE SMECTITE JUSQU'À 150°C : ETUDE EXPERIMENTALE ET MODELISATION.," UNIVERSITE TOULOUSE III - PAUL SABATIER U.F.R. S.V.T., 2005.
- [53] I. Belamri and S. Hioul, "Synthèse de molécule pharmaceutique par catalyse hétérogène en présence de la montmorillonite traitée," 2019.
- [54] N. Yaghmaeiyan, M. Mirzaei, and R. Delghavi, "Montmorillonite clay: Introduction and evaluation of its applications in different organic syntheses as catalyst: A review," *Results Chem*, vol. 4, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.rechem.2022.100549.
- [55] A. Ahmed, "Étude des propriétés physico-chimiques de nouveaux supports argileux modifiés par des liquides ioniques dans la perspective d'applications au traitement de déchets toxiques." [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-03638247>
- [56] kamel Cherit and H. Hamdi, "Etude des propriétés physico-chimie de l'intercalation d'un nouveau liquide ionique/argile.," 2018.

Références bibliographiques

- [57] E. Assaad, “Étude du processus de coagulation-floculation du système montmorillonite-chitosane dans l'élimination de métaux de transition,” 2006.
- [58] M. BELABID, “Recyclage des huiles usagées par une argile locale activée.”
- [59] A. Ahmed, “Étude des propriétés physico-chimiques de nouveaux supports argileux modifiés par des liquides ioniques dans la perspective d'applications au traitement de déchets toxiques.” [Online]. Available: <https://theses.hal.science/tel-03638247>
- [60] H. BENABDERRAHMANE, “Extraction d'un métal lourd (plomb) par une argile« Montmorillonite »,” 2014.
- [61] F. Dahmani and D. Laiche, “Matériaux composite Argile-polysaccharide : Valorisation de ressources naturelles,” 2019.
- [62] I. BELBACHIR, “Modification de la Bentonite de Maghnia et Applications dans l'adsorption de colorants textiles et de métaux lourds,” 2018.
- [63] D. G. Chukhchin, A. V. Malkov, I. V. Tyshkunova, L. V. Mayer, and E. V. Novozhilov, “Diffractometric method for determining the degree of crystallinity of materials,” *Crystallography Reports*, vol. 61, no. 3, pp. 371–375, May 2016, doi: 10.1134/S1063774516030081.
- [64] W. L. Bragg, “The Principles of X-ray Diffraction 6.1. X-ray Reflection according to”.
- [65] C. Berthomieu and R. Hienerwadel, “Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy,” *Photosynth Res*, vol. 101, no. 2–3, pp. 157–170, Sep. 2009, doi: 10.1007/s11120-009-9439-x.
- [66] K. Diakite, S. Diagouraga, M. Diawara, and M. Fane, “Study of the physicochemical parameters of cottonseed oils produced in the CMDT zone in Mali,” *Int J Biol Chem Sci*, vol. 16, no. 3, pp. 1320–1330, Aug. 2022, doi: 10.4314/ijbcs.v16i3.33.
- [67] Direction des affaires juridiques, “Lubrifiants et produits connexes pour l'automobile,” 2000.
- [68] S. CHELAGHA and samira Ouaret, “Caractérisation physico-chimique d'une huile moteur usagée et possibilité de récupération. Etudiants Encadreur,” 2016.
- [69] D. Fraudes, “MÉTHODES OFFICIELLES D'ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES RELATIVES AUXCORPS GRAS D'ORIGINE ANIMALES ET VÉGÉTALES,” *Direction des Laboratoires d'Essais et d'Analyses de la Qualité*.
- [70] I. HAMAILI and R. A. BOUDJABI, “Contrôle qualité de deux huiles alimentaires tournesol et soja au cours du raffinage au sein de l'industrie CEVITAL,” 2020.
- [71] T. M. Ouedraogo Kangambega *et al.*, “Evaluation of the vitamin A content and the peroxide value of vegetable oils commonly sold in markets in Burkina Faso,” *Int J Biol Chem Sci*, vol. 15, no. 6, pp. 2366–2379, 2021, doi: 10.4314/ijbcs.v15i6.10.

Résumé : L'objectif de ce travail porte sur un traitement d'une huile alimentaire usagée par deux types d'argile tel que : la montmorillonite de MAGHNIA et la kaolinite de RAHOUIA a l'état activée par acide sulfurique afin d'augmenter leur surface spécifique et leur porosité, ainsi leurs propriétés adsorbants et catalytiques. et l'étude de l'influence des différentes caractérisations physico-chimique a été effectuée également pour les huiles en termes de l'indice d'acide, l'indice de peroxyde, l'indice de saponification, l'indice de réfraction, viscosité, et la densité.

Mots clé : Huile alimentaire usagée, Kaolinite, Montmorillonite, Traitement

Abstract : The objective of this work is a treatment of a used edible oil by two types of clay such as: montmorillonite of MAGHNIA and kaolinite of RAHOUIA has the state activated by sulfuric acid to increase their specific surface and porosity, thus their adsorbing and catalytic properties. and the study of the influence of the different physico-chemical characterizations was also carried out for oils in terms of acid index, peroxide index, saponification index, refractive index, viscosity, and density.

Keywords : Used Food Oil, Kaolinite, Montmorillonite, Treatment

ملخص: الهدف من هذا العمل هو علاج زيت الطعام المستخدم بواسطة نوعين من الطين مثل المونتموريلونيت من مغنية والكاولونيت من الرحوية التي يتم تنشيطها بواسطة حمض الكبريتيك لزيادة سطحها ومساميتها، وبالتالي خصائصها الامتزازية والحفازة. كما تم إجراء دراسة لتأثير التوصيفات الفيزيائية الكيميائية المختلفة للزيوت من حيث مؤشر الحمض، ومؤشر البيروكسيد، معامل التصبغ، معامل الانكسار، اللزوجة، والكثافة

الكلمات المفتاحية: زيت الطعام المستخدم، كاولينيت، مونتموريلونيت، العلاج