

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Ibn Khaldoun de Tiaret

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie

Département des Sciences de la Nature et de la Vie



Mémoire en vue de l'obtention du diplôme de Master académique

Domaine: "Sciences de la Nature et de la Vie"

Filière: "Biologie"

Spécialité: "Sciences des procédés biotechnologiques et agroalimentaires"

THEME :

CLARIFICATION PAR FILTRATION DIRECT D'UN LIQUIDE ALIMENTAIRE (HUILE D'OLIVÉ) EN PRÉSENCE DE L'ARGILE DE MAGHNIA

Membres de jury :

President : Mr.BENBEGUARA.M.

Promoteur : Mr HADJ SAID.A.

Examineur : Mr.HOCINE.L.

Présenté par :

M^{elle}. Ghanem Fatima.

M^{elle}. Megani Aida.

Année universitaire : 2013* 2014

Remerciement

Louanges tout d'abord à Allah qui nous a donné les facultés nécessaires pour réaliser notre mémoire de fin d'études et que le salut et la paix soient sur son prophète Mohamed.

Nos reconnaissances et nos remerciements vont ensuite aux personnes ci-après :

-Notre encadreur, Mr Hadj Said pour avoir accepté de nous encadrer pour son aide bénéfique et ses conseils.

-Mr Hocine, pour son aide et ses conseils.

-Messieurs les membres du jury pour leur patience et compréhension.

-Tout le personnel du laboratoire de technologie alimentaire et biochimie pour leurs encouragements qu'ils n'ont cessé de nous adresser et pour l'aide et l'assistance qu'ils nous ont apportées par la mise à notre disposition de la documentation nécessaire.

-Enfin nous remercions toutes les personnes ayant participé de près ou de loin à fin d'accomplir ce travail.

Dédicace

Je dédie cette mémoire à mes parents qui m'ont accompagné et soutenu tout au long de cette période.

-A mes frères et mes sœurs.

- Bien sûr ,je veux partager ce jour avec tous mes amis qui m'ont toujours soutenu dans les bons moments comme dans ceux qui ont été plus particulièrement difficiles.

-A mon binôme Fatima qui été avec moi durant ce chemin.

-A tous mes compagnons de la promotion de science de la nature et de la vie.

AIDA

Dédicace

Je dédie cette mémoire à mes parents qui m'ont accompagné et soutenu tout au long de cette période.

-A mes frères (Fethi, Kamel).

-A mes sœurs (Hanane, Nabila, Fouzia).

- Bien sur ,je veux partager ce jour avec tous mes amis (Fatiha ,Hadjira, Samira, kawther, Afafe, Fatoum, Hanane, Mariem, Zineb,Ahlem..) qui m'ont toujours soutenu dans les bons moments comme dans ceux qui ont été plus particulièrement difficiles.

-A mon binôme Aida qui été avec moi durant ce chemin.

-A tous mes compagnons de la promotion de science de la nature et de la vie.

FATIMA

Liste des abréviations :

D: Débit moyen de filtration.

HO: Huile d'olive.

MS: Matière sèche.

MO: Matière organique.

P: Poids.

T: Température.

Liste des tableaux:

Tableau 1: Les principaux acides gras des huiles d'olives.....	04
Tableau 2: Principaux constantes physiques, chimiques de l'huile.....	05
Tableau 3: la structure des principaux minéraux argileux.....	06
Tableau 4: Composition chimique de la bentonite naturelle de Maghnia (% en poids)....	11
Tableau 5 : Les appareils et les produits utilisés.....	12
Tableau 6 : Le pourcentage de la matière organique d'HO avant et après la filtration.....	21
Tableau 7: Les paramètres physiques d'huile d'olive(T° 20-24°C).....	23

Liste des figures :

Figure 1 :L'extraction d'huile d'olive.....	02
Figure 2 : Représentation de la couche tétraédrique et la couche octaédrique.....	07
Figure 3 : Protocole expérimentale de clarification d'huile d'olive.....	14
Figure 4 : La matière sèche et la matière organique retenue par l'argile en (%/g) d'argile utilisée.....	20
Figure 5 : L'augmentation des cendres dans l'huile d'olive filtré en (%/g) d'argile utilisée.....	21
Figure 6 : Le débit moyen de filtration d'huile d'olive en fonction de la masse d'argile...	24

Liste des photos:

Photo 1: Filtration sous vide.....15

Photo 2: L'huile d'olive avant et après la calcination.....22

Photo 3: Huile d'olive après la filtration par l'argile.....25

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des photos

Introduction

Chapitre I : L'huile d'olive

1-Définition	02
2-Extraction d'huile d'olive	02
3-Classification des huiles d'olive	03
3.1-Huile d'olive vierge.....	03
3.1.1-Huile d'olive extra vierge	03
3.1.2-Huile d'olive vierge.....	03
3.1.3- Huile d'olive vierge courante.....	03
3.1.4-Huile d'olive vierge lampante.....	03
3.2-Huile d'olive raffinée.....	03
3.3-Huile d'olive.....	03
3.4-Huile de grignons d'olive brute.....	03
3.5-Huile de grignons d'olive raffinée.....	04
3.6-Huile de grignons d'olive.....	04
4-La composition d'huile d'olive	04
5-Les paramètres physiques, chimiques de l'huile	05

Chapitre II : L'argile

1-L'argile	06
1.1Définition	07
1.2-Les différents types d'argile	08
1.2.1-Type1/1	08

1.2.2-Type 2/1	08
1.2.3-Type 2/1/1	08
2-Bentonite.....	08
2.1-Définition	08
2.2-Propriétés de la bentonite.....	08
2.2.1-L'hydratation interne ou gonflement	08
2.2.2- cations échangeables et adsorption.....	08

Chapitre III : Clarification par filtration

1-Méthodes de clarification	09
1.1-Méthodes physiques de clarification.....	09
1.1.1-Définition	09
1.2- Milieux filtrant	09
1.2.1-Adjuvants de filtration	09
1.2.1.1-Diatomites	10
1.2.1.2-Perlite.....	10
1.2.1.3-Cellulose	10
1.2.1.4-Charbon filtrant	10
1.2.2-Membranes	10

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes

1-Lieu et durée de travail.	11
2-Matériels utilisés	11
2.1-Huile d'olive	11
2.2-Bentonite de Maghnia	11
2.3-Appareillages et produits utilisées	12
3-Protocole expérimentale	13

4-Méthodes.....	15
4.1-Détermination de la matière sèche (MS)	16
4.2- Détermination des cendres.....	17
4.3- Détermination de la matière organique (MO)	17
4.4-Détermination de la température	18
4.5- Détermination de PH	18
4.6-Détermination de la densité	18
4.7- Détermination de l'indice de réfraction	18
4.8-Détermination de débit moyen de filtration	19

Chapitre II : Résultats et discussions

1-Matière sèche et la matière organique	20
2-Les cendres	21
3- La densité, L'indice de réfraction, pH, T°, Volume	23
4- Débit moyen de filtration	24

Conclusion.

Référence bibliographiques.

Annexe.

Résumé.

Introduction

Introduction :

La clarification par filtration direct est très largement appliquée dans l'industrie alimentaire, c'est une opération de séparation entre deux phases liquide-solide d'une suspension. **(Pierre et Emile ,2004).**

Les argiles sont largement utilisées dans des domaines différents tel que l'agriculture, pétrolier, traitement des eaux, clarification des huiles végétale, produit cosmétique, fonderie,...Elles sont composées de minéraux appartenant généralement aux groupes des montmorillonites. On les utilise à l'état naturel ou après un traitement pour améliorer leurs différentes caractéristiques.

C'est dans ce cadre nous avons étudié la filtration d'un liquide alimentaire (huile d'olive) qui extrait par un processus traditionnel on Février 2014, provenant de la région Oum-el-boughi, dans le but de connaître l'effet de la masse d'argile ajouté sur les caractéristiques d'huile d'olive après la filtration.

Partie Bibliographique

Chapitre I : L'huile d'olive

1-Définition

L'huile d'olive est un liquide onctueux allant du jaune au vert selon les crus. D'odeur "fruité" de gout "amer " ou "sucré" et de saveur agréable, elle est composée d'environ **99%** de matières grasses, le **1%** restant constitue les composés mineurs, il s'agit essentiellement (par ordre d'importance) : du **Squalène**, des **alcools tri terpénique**, des **stérols**, des **phénols** et des dérivées du **tocophérol** (Pinatel et Artaud, 2005).

2- Extraction d'huile d'olive

Selon Bruneton (1999) , l'extraction d'huile d'olive est indiquée dans la figure 1.

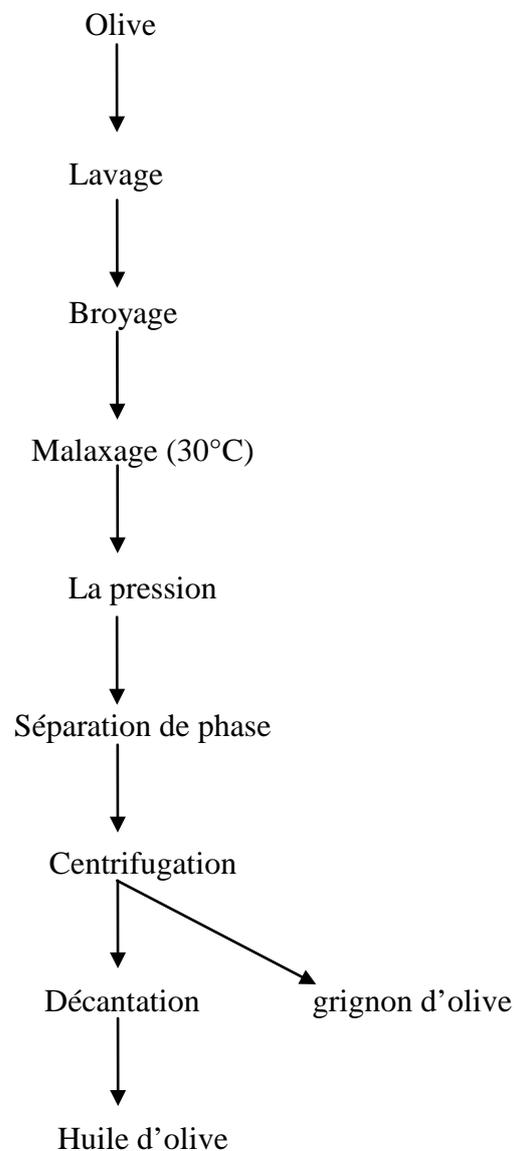


Figure 1 :L'extraction d'huile d'olive (Charbonnier, 1996).

3-Classification des huiles d'olive

3.1-Huile d'olive vierge

Huile obtenue à partir du fruit uniquement, par des procédés mécaniques ou d'autres procédés physiques, dans des conditions, notamment thermiques, qui n'entraînent pas d'altération de l'huile, et qui n'a subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

Ces huiles d'olives vierges font l'objet d'un classement et de dénominations suivantes **(Julien et Claude ,2002) :**

3.1.1- Huile d'olive vierge extra

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 1 g pour 100 g.

3.1.2- Huile d'olive vierge

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 2 g pour 100 g .

3.1.3- Huile d'olive vierge courante

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est au maximum de 3,3 g pour 100 g. **(Cheftel ,1977)**

3.1.4- Huile d'olive vierge lampante

Huile d'olive vierge dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, est supérieure à 3,3 g pour 100 g.

3.2-Huile d'olive raffinée

Huile obtenue par le raffinage d'huiles d'olive vierges, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 0,5 g pour 100 g. **(Baladwin, 1986)**

3.3-Huile d'olive

Huile constituée par un coupage d'huiles d'olive raffinées et d'huiles d'olive vierges autres que lampantes, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 1,5 g pour 100 g.

3.4-Huile de grignons d'olive brute

Huile obtenue par traitement au solvant des grignons d'olive, à l'exclusion des huiles

obtenues par des procédés de réestrication et de tout mélange avec des huiles d'autre nature, et dont les autres caractéristiques sont conformes à celles prévues pour cette catégorie. (Hochard, 1992).

3.5-Huile de grignons d'olive raffinée

Huile obtenue par le raffinage d'huile de grignons d'olive brute, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 0,5 g pour 100 g. (Hochard, 1992).

3.6-Huile de grignons d'olive

Huile constituée par un coupage d'huiles de grignons raffinées et d'huiles d'olive vierges autres que lampantes, dont l'acidité libre, exprimée en acide oléique, ne peut être supérieure à 1,5 g pour 1 00 g. (Hochard, 1992).

4-La composition d'huile d'olive

Les principaux acides gras d'huile d'olive (Helme ,1995), comme indique le tableau 1.

Tableau 1 : Les principaux acides gras des huiles d'olives.

Composé	Teneur pour 100 g
Acide palmitique	11,29 g
Acide heptadécanoïque	0,022 g
Acide stéarique	1,953 g
Acide arachidique	0,414 g
Acide béhénique	0,129 g
Acide heptadécénoïque	0,125 g
Acide érucastique	0,311 g
Acide oléique	71,269 g
Acide palmitoléique	1,255 g
Acide linoléique	9,762 g

5-Les paramètres physiques, chimiques de l'huile

Selon Uzzan, (1992),Charbonnier (1996), Les paramètres physiques-chimiques sont indiqués dans le tableau 2.

Tableau 2: Principaux constantes physiques, chimiques de l'huile.

densité à 20 C°	0.910-0.916
Volume de chaleur spécifique à 20C°	75-79
Indice de réfraction	1.468-1.470
Point de solidification	-
Point de fumée en C°	199
Point d'éclaire en C°	321
Point de feu en C°	361
Indice d'iode	75-94
Indice de saponification	184-196

Chapitre II : L'argile

1-L'argile

1.1-Définition

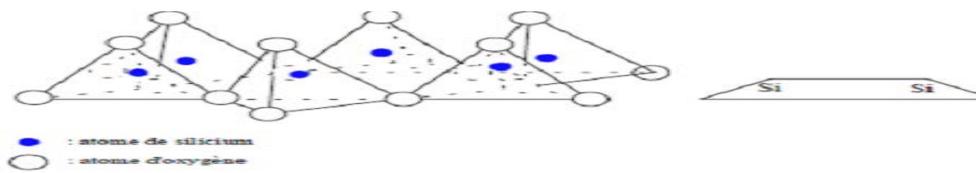
L'argile est une matière première utilisée depuis les antiquités. Le mot argile du grec "argilos" dérive de "argos" qui veut dire blanc ou du latin "argila" c'est la couleur du matériau utilisé en céramique qui a conduit les anciens de le donner ce nom (Anthony ,2005).

Les argiles sont des roches constituées d'une variété de minéraux très fins, plus ou moins bien définis, et dont la forme est généralement aplatie. Ils sont constitués par des minéraux spécifique dits : argileux, mais ils contiennent aussi des espèces dont les plus fréquentes sont la silice, l'alumine, des silicates non phylliteux, des oxydes, des hydroxydes cristallisés ou amorphes, des carbonatés et souvent des quantités non négligeables de fer(Fe), magnésium (Mg), faibles quantités de sodium(Na), et de potassium(K). (Van damme et al, 1987)

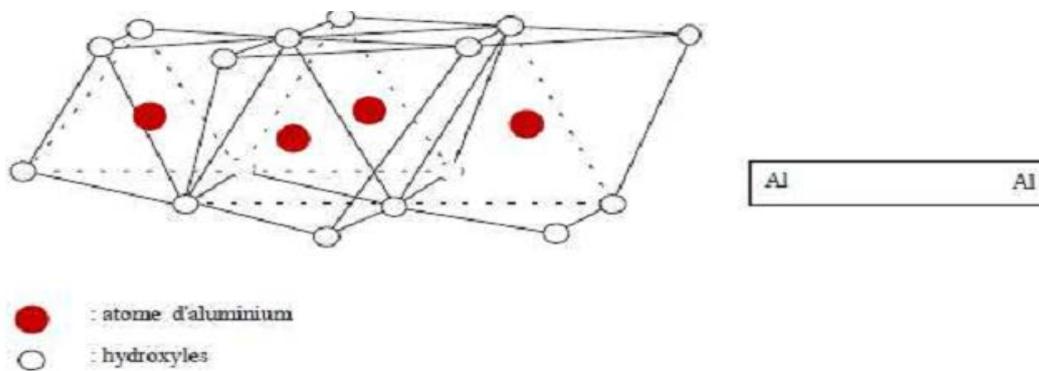
La structure des principaux minéraux argileux est présentée dans le tableau3.

Tableau 3 : la structure des principaux minéraux argileux (Nouzha ,2007).

Minéraux argileux	Type et qualité des liens entre les couches élémentaires	Substitution isomorphe	Activité électrochimique	Gonflement
Kaolinite	Liens hydrogène parmi les plus forts chez les minéraux argileux	Peu nombreuses	Une des plus faibles chez les minéraux argileux	Assez faible
Montmorillonite	Liens assurés par des molécules d'eau parmi les plus faibles chez les minéraux argileux	Très nombreuses	Une des forts chez les minéraux argileux	Importants
Illite	Liens assurés par des atomes de potassium moins forts que ceux de la kaolinite mais plus que ceux de la montmorillonite	Plus nombreuses que celles de la kaolinite mais moins nombreuses que celle de la montmorillonite	Supérieur à celle de la kaolinite mais inférieur à celle de la montmorillonite	Faibles à moyens



1. Couche tétraédrique



2. Couche octaédrique

Figure 2 : Représentation de la couche tétraédrique et la couche octaédrique.

1.2-Les différents types d'argile

Il a été possible d'identifier plusieurs types des minéraux (Gobat, 2003) a divisés ces types en 03 groupes : **(Drissa ,2008)**

1.2.1-Type1/1

C'est le plus simple, avec un feuillet a deux couches, l'une tétraédrique de silice, l'autre octaédrique d'alumine, d'une épaisseur fixe de 0.7nm l'espace inter feuillets compris.

1.2.2-Type 2/1

Structure est composée de deux couches tétraédriques et une couche octaédrique, avec deux atomes de silice, qui entourent une d'alumine. Dans ce type, on trouve les argiles

micacées comme les illites (épaisseur constante de 1 nm) et les vermicules (épaisseur variable 1 à 1.5nm), mais aussi les argiles gonflantes que sont les smectites-montmorillonites, dont l'épaisseur des feuillets peut atteindre 2 nm par hydratation.

1.2.3-Type 2/1/1

Constitué d'un feuillet à trois couches complétées d'un supplémentaire octaédrique à base de magnésium. Ces argiles à faible capacité d'échange, les chlorites ne sont pas gonflants, l'épaisseur des feuillets restant fixe, la distance interfoliaire est de 1.4nm.

2-Bentonite

2.1-Définition

La bentonite est une argile issue de l'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques, elle fait partie principalement du groupe des smectites. Elle contient plus de 75% de montmorillonite. (Ajmia ,2010)

2.2-Propriétés de la bentonite

La bentonite se disperse facilement dans l'eau. On obtient une suspension dont les propriétés sont en fonction des caractéristiques suivantes: (Mouaziz ,2012)

2.2.1 -L'hydratation interne ou gonflement

Le caractère dipolaire des molécules d'eau a donné naissance à une ancienne théorie qui consistait à dire que la surface des argiles étant chargée négativement, les molécules d'eau s'orientaient de façon que leur extrémité positive soit dirigée vers l'argile et leur extrémité négative vers l'extérieur. Cette première couche d'eau forme alors une nouvelle surface négative ou d'autres molécules peuvent se fixer et ainsi de suite.

2.2.2- cations échangeables et adsorption

Les argiles ont la propriété d'adsorber certains anions et cations et de les retenir dans un état où ils sont échangeables avec d'autres ions en solution. Dans les argiles, les cations échangeables les plus communs sont par ordre décroissant: Ca^{2+} , Mg^{2+} , H^+ , K^+ , NH_4^+ et Na^+ . (Bougdah ,2007).

Chapitre III : Clarification par filtration

1-Méthodes de clarification

La clarification des jus de fruit est liée à la dénaturation du système colloïdal laquelle doit être effectuée jusqu'à un certain degré seulement pour assurer une précipitation rapide

des particules en suspension, une bonne filtration et une stabilité suffisant du système colloïdal pendant la conservation du jus filtré. La clarification doit provoquer la coagulation des colloïdes réversibles hydrophiles.

1.1-Méthodes physiques de clarification

1.1.1-Définition

La filtration est une technique générale de séparation de deux phases, phase liquide et phase solide, par passage au travers d'un élément poreux. Le gâteau d'éléments poreux, ou média constitué d'un ou plusieurs adjuvants, retient les particules et laisse librement s'écouler un liquide épuré appelé filtrat. Le système passe d'un état désordonné à un état plus ordonné. (LALLIER, 2005).

La filtration est utilisée pour l'obtention de jus clair ne donnant pas de dépôt lors de la conservation (Benamara et Agougou, 2003).

1.2- Milieux filtrant

Lorsque le médium de filtration n'est pas le sédiment issu de la suspension à filtrer, celui-ci peut schématiquement se présenter sous trois formes :

- matériel pulvérulent utilisé en couche et appelé adjuvant de filtration ;
- plaque plus ou moins épaisse (carton, feutre) ;
- membrane.

1.2.1-Adjuvant de filtrations

Il s'agit de poudres très fines que l'on utilise pour les suspensions moyennement chargées (bière, vins, jus de fruit avant clarification) qui ne peuvent pas subir directement une filtration de masse en raison d'un colmatage rapide des plaques de filtration. On procède donc à une filtration par alluvionnement d'adjuvants après avoir confectionné une pré-couche qui constitue le médium de filtration.

1.2.1.1-Diatomites

Les diatomites, ou terres de diatomée, plus connue encore sous le nom de Kieselguhr sont des roches sédimentaires constituées de squelette siliceux microscopique d'algues

d'origine marine ou lacustre, de formes très variées et dont les dimensions varient de 5 à 100µm.

1.2.1.2-Perlite

Il s'agit d'une roche vitreuse d'origine volcanique qui a la propriété de s'expanser à haute température pour donner un matériau très léger. Comme les diatomites, la perlite est essentiellement siliceuse quoique riche en alumine, ce qui la rend chimiquement neutre.

1.2.1.3-Cellulose

Utilisée sous la forme de farine de bois pour charpenter une pré-couche ou pour aérer une couche de nourrissage, elle peut être utilisée aussi sous forme de pâte à papier divisée pour une pré-couche, ou encore sous forme de poudre de cellulose obtenue à partir de poudre de bois par dissolution de la lignine et purification des fibres.

1.2.1.4-Charbon filtrant

Obtenue à partir de sous-produits de la fabrication du papier, il est intéressant pour ses propriétés d'absorption.

1.2.2-Membranes

Sont utilisées en filtration stérilisante et en microfiltration tangentielle pour la quelles les membranes sont apparentées à celles d'ultrafiltration.

On utilise de plus en plus de membranes minérales en oxyde de zirconium ou en céramique en raison de leur résistance aux solvants, voire de l'osmose inverse. (**Pierre et Emile, 2004**)

Partie expérimentale

Chapitre I : Matériels et méthodes

Objectif du travail

La présente étude porte sur un objectif principale, il s'agit de :

- Connaître l'effet de la masse d'argile ajouté sur les caractéristiques d'huile d'olive après la filtration.

1-Lieu et durée de travail

Notre étude expérimentale a été réalisée dans le laboratoire de technologie alimentaire-Biochimie de la faculté des sciences de la nature et de la vie de l'université IBN KHALDOUN de TIARET et ce durant la période du 27avril au 29 mai 2014.

2-Matériels utilisés

2.1-Huile d'olive

Nous avons utilisé une huile d'olive extrait par méthode traditionnel on Février 2014, provenant de la région Oum-el-boughi.

2.2-Bentonite de Maghnia

L'argile utilisée est une montmorillonite naturelle extraite de gisement de Roussel provenant de Maghnia (Algérie). La composition chimique est indiquée dans le tableau 4.

Tableau 4: Composition chimique de la bentonite naturelle de Maghnia (% en poids).

(Elmaleh et al, 1997)

Composés	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	K ₂ O	CaO	TiO ₂	Na ₂ O	Pert au feu à 900°C
% massique	62.4	17.33	1.2	3.56	0.8	0.81	0.2	0.33	13

2.3-Appareillages et produits utilisées

Les appareils et les produits utilisés sont indiqués dans le tableau 5.

Tableau5 : Les appareils et les produits utilisés.

Appareillages	Verreries	Autres matériels utilisés	Produit
Agitateur magnétique Balance analytique Etuve pH-mètre Dessiccateur Réfractomètre Thermomètre Pycnomètre Pompe à vide Four	Béchers Entonnoir Fiole à vide Tubes à essais Eprouvettes	Tamis de 50µm Papier filtre Spatule Barreau magnétique Pince Capsule en porcelaine	Eau distillée

3-Protocole expérimentale

Dans un premier temps nous avons tamisé à 50 μ m et séché l'argile dans une étuve à 105°C jusqu'à le poids constante, et déterminer la matière sèche, la matière organique et les cendres.

Notre protocole expérimental est indiqué dans la figure 3.

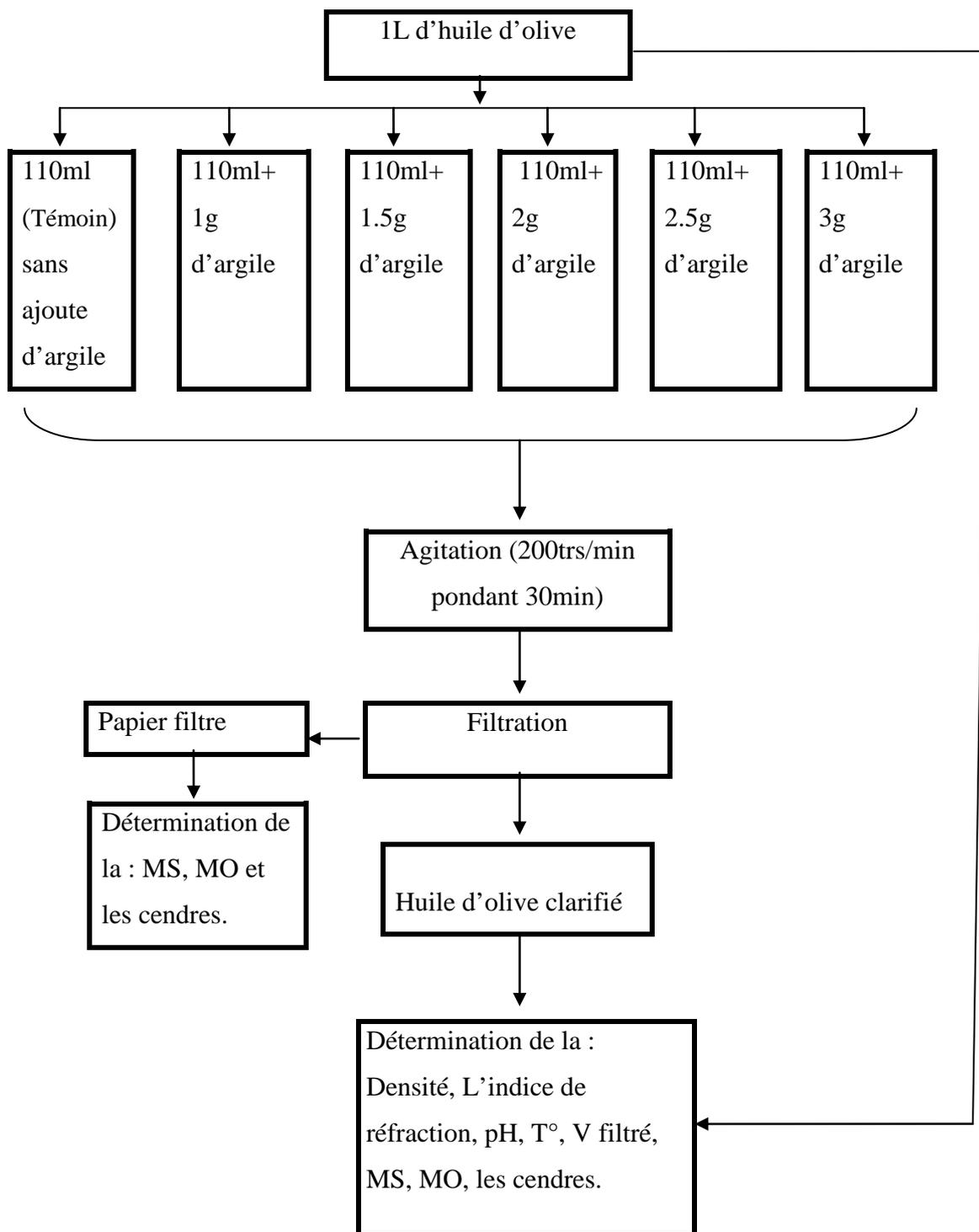


Figure 3 : Protocole expérimentale de clarification d'huile d'olive.

4-Méthodes

La filtration utilisé est une filtration directe sous vide, on se sert d'un entonnoir de Büchner avec une rondelle de papier filtre et une fiole à vide reliée à une source de vide (trompe à vide, pompe ou réseau d'aspiration). (**Herriot ,2007**), par les étapes suivants :

- Mouiller le filtre et le joint pour faciliter une bonne étanchéité.
- Ouvrir le robinet de la trompe à vide (pas trop fort).
- Verser le mélange à filtrer dans l'entonnoir.
- Pendant la filtration, appuyer doucement sur l'entonnoir avec la paume de la main, de façon à bien plaquer l'entonnoir et le joint contre l'erenmeyer, pour assurer une bonne étanchéité.

Le montage expérimentale de la filtration sous vide est présenté par la photo 1.



Photo 1 : Filtration sous vide.

4.1-Détermination de la matière sèche (MS) :

La matière sèche est constituée par l'ensemble des substances organiques et inorganiques, en solution ou en suspension, contenues dans le substrat. La MS est déterminée par évaporation d'un échantillon de 10 ml dans une capsule en porcelaine à 105°C pendant 24h. (Hamdi ,1991)

Mode opératoire :

-Peser 10 ml d'huile d'olive dans une capsule en porcelaine puis prendre son poids.

-Peser 5g de bentonite dans une capsule en porcelaine puis prendre son poids.

-Peser les papiers filtres dans des capsules en porcelaine puis prendre son poids.

-Mettre les capsules dans une étuve à 105°C.

-Refroidir les capsules dans un dessiccateur.

-Peser les capsules.

Mode de calcul :

La formule suivant représente la matière sèche (MS) :

$$MS = (M1 - M0).$$

MS : Matière sèche en (g).

M0 : La masse en (g) de la capsule vide.

M1 : La masse en (g) de la capsule et le résidu après le dessiccation et refroidissement.

4.2- Détermination des cendres

Elle est déterminée par la calcination de la matière sèche d'huile d'olive à 600°C pendant 1h. (Jean, 1992), ceux de la bentonite et le papier filtre ont obtenu après calcination à 500°C pendant 1h et 30min.

Mode opératoire :

-Mettre ou four le résidu sec obtenu à 600 C° pendant 1h (550°C/1h30min pour la bentonite et papier filtre)

-Peser la capsule après avoir refroidir dans dessiccateur.

-Répéter l'opération jusqu'à masse constante

Mode de calcul :

Les Cendre (mg) = M1-M0.

M0 : La masse en (g) de la capsule vide.

M1 : La masse en (g) de la capsule et les cendres.

4.3- Détermination de la matière organique (MO)

Est la différence entre la matière sèche et les cendres (Morsli ,2004) :

MO (g)= MS-Les cendres.

-Le bilan de matière retenue par l'argile (%/g) par rapport la matière sèche d'huile d'olive brute :

$MS (\%/g) = MS \text{ retenue par l'argile} \cdot 100 / MS \text{ (HO brut)} / n \text{ g d'argile}.$

$MO (\%/g) = MO \text{ retenue par l'argile} \cdot 100 / MS \text{ (HO brut)} / n \text{ g d'argile}.$

$Cendre (\%/g) = Cendre \text{ libéré par l'argile} \cdot 100 / MS \text{ (HO brut)} / n \text{ g d'argile}.$

-Le bilan de matière retenue par le filtre par rapport la matière sèche de témoin :

$MS (g) = MS (HO \text{ brut}) - MS (HO \text{ témoin}).$

$MO(g) = MO (HO \text{ brut}) - MO (HO \text{ témoins}).$

$Cendre (mg) = Cendre (HO \text{ brut}) - Cendre (HO \text{ témoin}).$

-Le pourcentage de la matière organique d'HO avant et après la filtration :

$MO (\%) = MO.100/Prise \text{ d'essai } (10ml).$

4.4-Détermination de la température : Mesuré par le thermomètre.

4.5- Détermination de PH : Mesuré par le pH-mètre préalablement étalonné.

4.6-Détermination de la densité :

D'après FRANCOIS (1974). La détermination de la densité d'un huile à l'aide d'un pycnomètre, à une température parfaitement déterminée.

Mode opératoire :

Sous la température du laboratoire (20 à 24°C) nous avons les étapes suivantes :

-Peser le pycnomètre parfaitement propre vide et sec P0.

-Peser le pycnomètre rempli de l'eau distillée P1.

-Vider le pycnomètre et sécher.

-Peser le pycnomètre remplie de l'échantillon P2.

Le calcul de la densité se fait par la relation suivante :

D= P2-P0/P1-P0.

4.7- Détermination de l'indice de réfraction

C'est la mesure de pouvoir réfringent au moyen d'un réfractomètre par rapport à la raie du sodium (**Méthode ISO 6320 : 2000 ou AOCS Cc 7-25(02)**).

4.8-Détermination de débit moyen de filtration

Débit moyen de filtration (ml/s) = Volume/temps de filtration.

Chapitre II : Résultats et discussion

Les résultats obtenus révèlent pour l'ensemble des déterminations effectuées.

1-Matière sèche et la matière organique

La matière sèche et la matière organique retenue par l'argile est indiqué dans la figure 4.

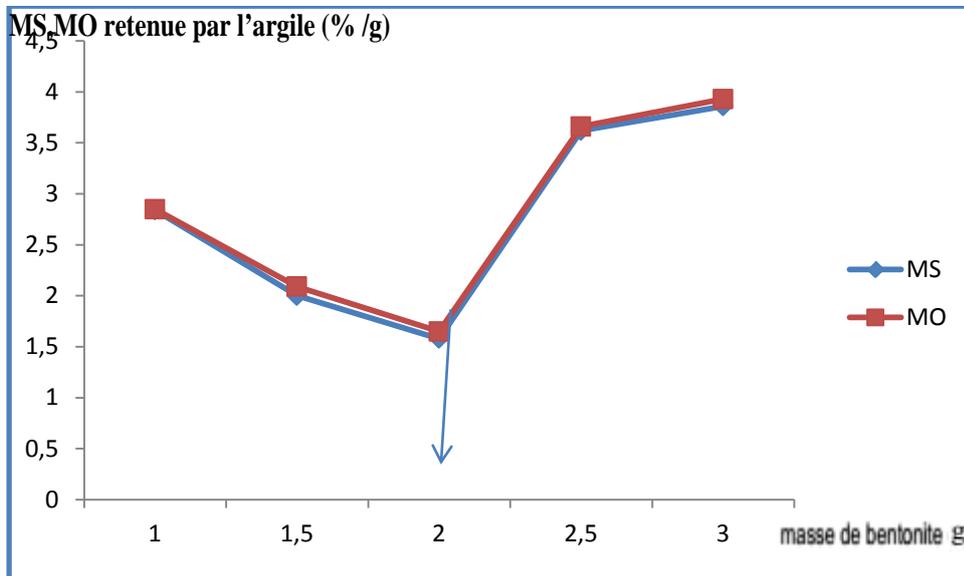


Figure 4 : La matière sèche et la matière organique retenue par l'argile en (%/g) d'argile utilisée.

A partir des courbes présentées aux figure 4 nous avons une diminution de la matière sèche et de la matière organique retenue par l'argile jusqu'à la masse de 2g d'argile, la matière sèche et la matière organique est augmenté.

La figure 4 ainsi que le tableau 8 en annexe rapportent les résultats obtenus.

Ces résultats montrent que:

- La diminution de la matière sèche et de la matière organique retenue par l'argile à cause que pas de formation de gâteau au niveau de filtre.

- L'augmentation de matière sèche et de la matière organique retenue par l'argile à cause de la formation de gâteau au niveau de filtre.

- Le 2g d'argile éliminé le moins possibilité de matière sèche et matière organique, selon (Jahouach ,2002) : 2g d'argile utilisé pour100g d'huile (rapport massique : 2%).

Selon Benamara et Agougou (2003) : Les bentonites fixent 10% de la masse. Le tableau 6 indiquée ce résultat.

Tableau 6 : Le pourcentage de la matière organique d'HO avant et après la filtration.

HO	MO (%)
HO brute	99,869
HO témoin	99.388
HO+1g d'argile	96.538
HO+1.5g d'argile	96.317
HO+2g d'argile	96.083
HO+2.5g d'argile	90.227
HO+3g d'argile	87.599

2-Les cendres

Les cendres libérées par l'argile dans l'huile d'olive sont indiqués dans la figure 5.

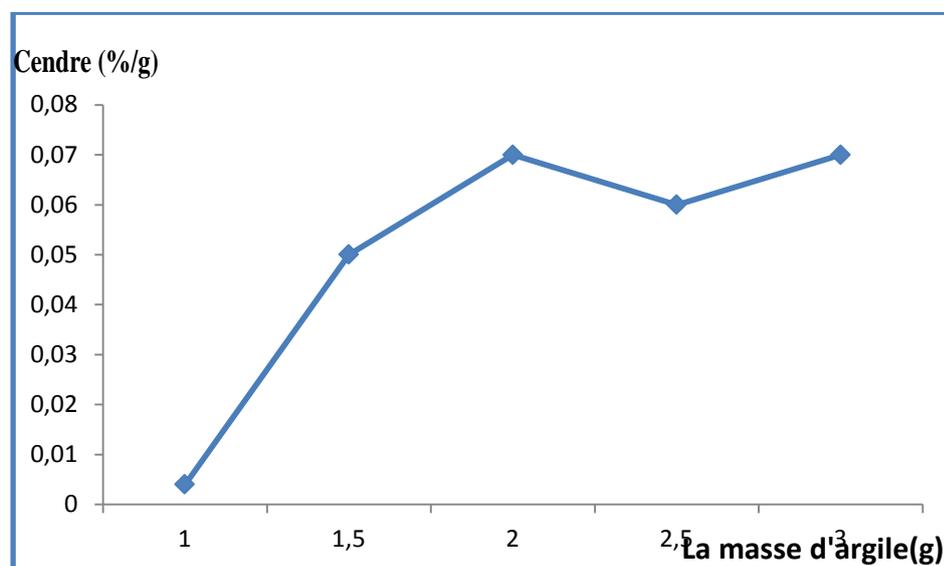


Figure 5 : L'augmentation des cendres dans l'huile d'olive filtré en (%/g) d'argile utilisée.

A partir de courbe présentée aux figure 5 nous avons une augmentation des cendres libéré par l'argile dans l'huile d'olive en fonction de l'augmentation de la masse de la bentonite utilisée, jusqu'à la masse de 2g d'argile les cendres reste constante.

La figure 5 et la photo 2 ainsi que le tableau 8 en annexe rapportent les résultats obtenus.

-L'augmentation des cendres dans l'huile d'olive à cause de l'échange ionique d'argile, les ions métallique en a échangé avec les matières retenue. Selon (Pinatel et Artaud, 2005), l'huile d'olive est composée d'environ **99%** de matières grasses, le **1%** restant constitue les composées mineurs.

-Selon Benamara et Agougou (2003) : -Lors de la clarification avec les bentonites, la composition minérale du jus change.

-Le traitement par l'argile humide ou calcinée il est observé une croissance des cendres du jus de 0.05% en moyenne.

Les résultats de calcination d'huile d'olive sont indiqués dans la photo 2.

		
Huile d'olive avant la calcination	Cendre d'huile d'olive brut	Cendre d'huile témoin
		
Cendre d'huile d'olive+1g d'argile	Cendre d'huile d'olive+1.5g d'argile	Cendre d'huile d'olive+2g d'argile
		
Cendre d'huile d'olive+2.5g d'argile	Cendre d'huile d'olive+3g d'argile	

Photo 2: L'huile d'olive avant et après la calcination.

3- La densité, L'indice de réfraction, pH, T°, Volume

Les résultats de la détermination des paramètres physiques d'huile d'olive sont indiqués dans le tableau 7.

Tableau 7 : Les paramètres physiques d'huile d'olive. (T° 20-24°C).

Paramètres HO	Volume (ml)	T (C°)	pH	Densité	L'indice de réfraction
HO brute	110	19.3	5.59	0.9192	1.467
HO Témoin	107	19.3	5.57	0.9156	1.468
HO+1g d'argile	100	19.3	5.80	0.915	1.469
HO+1.5g d'argile	98	21	5.84	0.911	1.467
HO+2g d'argile	98	23	5.88	0.916	1.468
HO+2.5g d'argile	97	24	5.94	0.913	1.469
HO+3g d'argile	98	23.7	5.98	0.9129	1.470

Selon le tableau 7 on remarque :

-La diminution de volume d'HO après chaque filtration, Selon ANTHONY (2005) : Les bentonites fixent les matières organiques et permettent ainsi leur élimination.

-La température d'HO entre (19-24°C).

-L'augmentation de pH d'HO à cause d'ajout d'argile.

-La valeur de la densité obtenue est identique à celle trouvée par UZZAN (1992). CHARBONNIER (1996) qui sont respectivement 0.910-0.916 à 20°C, sauf la densité d'huile d'olive brut est différent.

-La valeur de l'indice de réfraction obtenue est identique à celle trouvée par UZZAN (1992), CHARBONNIER (1996) qui est respectivement 1.468-1.470.

4- Débit moyen de filtration

Le débit moyen de la filtration d'huile d'olive en fonction de la masse d'argile est présenté dans la figure 6.

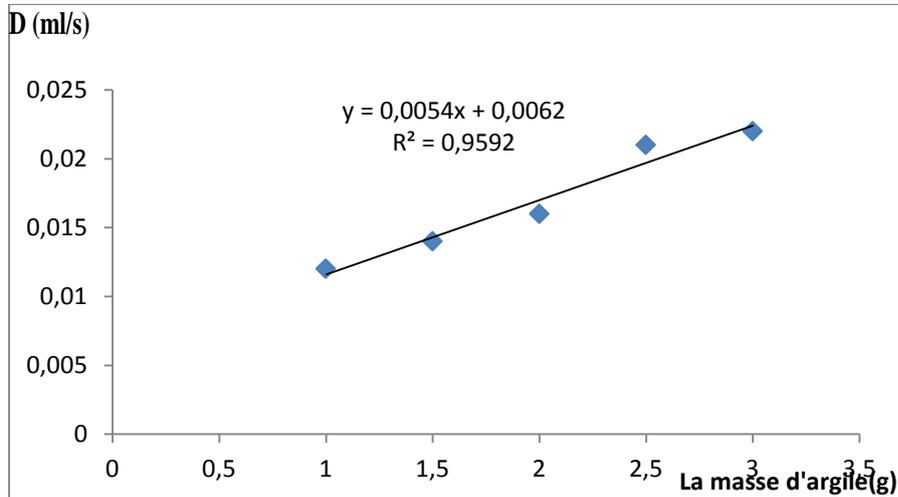


Figure 6 : Le débit moyen de filtration d'huile d'olive en fonction de la masse d'argile.

A partir de courbe présentée à la figure 6 nous avons une augmentation faible de débit moyen de filtration.

La figure 6 et le tableau 4 en annexe rapportent les résultats obtenus.

Ces résultats montrent que :

Cette augmentation pratiquement faible, la réalité pas d'augmentation de débit moyen de filtration en fonction d'ajout d'argile.

La photo 3 montré respectivement la clarification d'une huile d'olive, avant et après la filtration par ajout d'argile de Maghnia.



Photo 3 : Huile d'olive après la filtration par l'argile.

On voit une différence de la couleur entre l'huile d'olive brute et l'huile d'olive filtré.

Selon Benamara et Agougou (2003) : Lors de la clarification avec les bentonites, la couleur s'affaiblit dans une moindre mesure pour l'obtention de jus clair.

Conclusion

Conclusion :

La clarification de l'huile d'olive extraite en 2014 dans la région d'Oum El-bouaghi, par filtration direct, est une opération de séparation liquide-solide. Elle permet d'éliminer les impuretés solides contenues dans l'huile. L'argile naturelle de Maghnia utilisée dans la clarification de cette huile, joue un rôle d'adjuvant de filtration mais également comme un solide adsorbant.

Les résultats obtenus lors de cette étude, nous ont permis de faire les remarques suivantes :

- Visuellement, nous avons remarqué que la filtration permet d'éliminer le trouble existant dans l'huile brute (photo 3);
- L'ajout de 2% d'argile permet d'éliminer le moins possible les matières organiques de l'huile, ce qui confirme les données bibliographiques (Jahouach ,2002) ;
- Le pH de l'huile filtrée augmente de 5,57 à 5,98 avec l'augmentation de la quantité d'argile ajoutée de 0 à 3%, indiquant un possible échange ionique de l'argile avec l'huile ;
- Les cendres dans l'huile filtrée augmente de 0,004 à 0,07% par gramme d'argile ajoutée, confirmant ainsi l'échange ionique entre l'argile et l'huile ;
- Le débit moyen de filtration est resté pratiquement constant, soit environ 0,02 ml/s ;
- La filtration a fait varier faiblement la densité et l'indice de réfraction de l'huile, soient respectivement 0,919-0,912 et entre 1,470-1,467.

Ce travail reste incomplet, en perspective, nous souhaitons qu'une autre étude plus approfondie soit menée pour mieux connaître les composés éliminés par l'argile et les ions libérés par celle-ci dans l'huile filtrée.

Références
Bibliographiques

- **AJMIAj. C, (2010)** : Etude expérimentale et théorique de procédés de valorisation de sous-produits oléicoles par voies thermique et physico-chimique ; Thèse de doctorat de l'école nationale d'ingénieurs de monatir et de l'université de haute-Alsace.
- **ANTHONY. C, (2005)** : Etude expérimentale multi échelle du transport ionique et aqueux en milieu poreux chargé : argiles .Thèse de doctorat de l'université pierre et marie curie-paris vi.
- **BALADWIN .A, (1986)** : Conférence on emerging technologies in the fats and oils industry, American oil chemist's society, USA.
- **BENAMARA. S et AGOUGOU. A, (2003)** : Production des jus alimentaires, place centrale ben aknon(Alger) P57-78.
- **BOUGDAH. N, (2007)** : Etude de l'adsorption de micropolluants organique sur la bentonite, Mémoire de Magister Présenté à l'Université 20 Août 55, Skikda.
- **BRUNETON. J ,(1999)** : pharmacognosie photochimie-plantes médicinales.3^{ème}ed revue et augmenté ed Masson-paris pp 149-184.
- **CHARBONNIER .A, (1996)** : D'olive, Aliment-Santé éd. Frison-Roche-paris pp1-26.
- **CHEFTEL .J.C, (1977)** : Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments, volume I.
- **DRISSA .S, (2008)**, Traitement des eaux usées de tannerie à l'aide de matériaux à base d'argile, Thèse l'université de Bamako.
- **ELMALEH.S, KACHA.S, OUALI.M.S, (1997)** : Elimination des colorants des eaux résiduaires de l'industrie textile par la bentonite et des sels d'aluminium. Rev. Sci .Eau, 10(2) p233.

- **FRANCOIS .R, (1974)** : Les industries des corps gras –ed TEC & Doc Lavoisier p42.
- **HAMDI .M, (1991)** : Nouvelle conception d'un procédé de dépollution biologique des margines, effluents liquides de l'extraction de l'huile d'olive. Thèse présentée devant l'université de Provence Aix-Marseille1.
- **HELME J.P, (1995)** : Nouveau dictionnaire des huiles végétales-composition en acide gras. éd. TEC&DOC .Lavoisier-pp407-408.
- -<http://www.ac-grenoble.fr/lycee/herriot.voiron/site/Spip/>, La filtration sous vide, Décembre 2007.
- **HOCHARD J.M, (1992)** : Réglementation concernant les corps gras alimentaire in manuel des corps gras. Ed TEC&DOC Lavoisier-vol 1 pp46-64.
- **JAHOUACH.W, (2002)** :Décoloration des huiles végétales sur des argiles étude de la stabilité physico-chimique des huiles décolorées. Mémoire de fin d'étude, université de Sfax.
- **JEAN –PIERRE .W, (1992)** : Manuel des corps gras volume II , 11, rue Lavoisier-F75384 PARIS CEDEX 08 , p1373.
- **JULIEN .F et CLAUDE. S, (2002)** : Le guide des huiles d'olive. éd du Rouergue Bp3522-12035 Rodez cedex 9.
- **(Méthode ISO 6320 : 2000 ou AOCS Cc 7-25(02))** ou NMKI, 39(2003).
- **MORSLI.B, (2004)** : Etude des propriétés émulsifiantes des protéines du lactosérum doux fixées par la bentonite de Maghnia, mémoire de fin d'étude d'université Ibn Khaldoun, Tiaret.
- **MOUAZIZ. S, (2012)** : Préparation et Caractérisation des bentonites modifiées par des sels de Bis imidazolium –Application à l'adsorption du bleu Telon. Mémoire, université Abou bekr a belkaide-Tlemcen.

- **NOUZHA. B, (2007)** : Elimination du 2-Mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif poudre, mémoire d'université mentouri de Constantine.
- **PIERRE .M, EMILE. B, (2004)** : Génie industriel alimentaire, 11 rue Lavoisier 75008 Paris, P122.
- **PINATEL .C, ARTAUD. J, (2005)** : Le nouvel olivier (WWW.SAVVEUR.DU MONDE-SYMPATICO-ca) .éd Copyright MS COMM-France.
- **UZZAN. A, (1992)** : Fruit oléagineux et leur huiles in Manuel des corps éd TEC&Doc Lavoisier Vol 1 pp 221-228.
- **VAN DAMME .H, BERGAYA. F, GATINEAU, (1987)** : Contraintes structurales sur la réactivité dans les argiles et les solides très divisés. J. Chim. Phys., 84 n°9 , p1075.

Annexe

Tableau 1: Les principaux poids (P_0 , P_1 , P_2) pour déterminer la densité d'huile d'olive.

HO \ Poids(g)	Pycnomètre vide P_0 (g)	Pycnomètre+L'eau distillée P_1 (g)	Pycnomètre+L'échantillon P_2 (g)
HO brute	25.8433	51.3771	49.3152
HO témoin	25.8704	51.5043	49.3419
HO +1gd'argile	25.8246	51.4904	49.3097
HO+1.5gd'argile	25.8398	51.4976	49.2279
HO+2gd'argile	25.8821	51.4354	49.2933
HO+2.5gd'argile	25.8869	51.4833	49.2584
HO+3gd'argile	25.8357	51.4664	49.2345

Mode de calcul :

$$D = \frac{P_2 - P_0}{P_1 - P_0}$$

Tableau 2 : Représentation des principaux poids des échantillons (g) (capsule vide, HO, papier filtré).

	Capsule vide (g)	Capsule+L'échantillon avant séchage(g)	Capsule+ L'échantillon après séchage(g)	Capsule+ L'échantillon après calcination(g)
HO brute	29.4645	37.15	37.1409	29.4657
Papier filtre	26.2154	27.0789	27.0568	26.2167
HO témoin	26.2154	33.8601	33.8546	26.2164
Papier filtre+0g	31.7672	33.2998	33.2786	31.7687
HO+1gd'argile	26.2154	33.642	33.636	26.2167
Papier filtre +1g	31.7672	34.2901	34.1912	32.6706
HO+1.5gd'argile	31.7672	39.1887	39.1759	31.7736
Papier filtre+1.5g	29.4645	32.6122	32.5509	30.8245
HO+2gd'argile	26.2154	33.6203	33.6112	26.2269
Papier filtre+2g	31.7672	35.3402	35.1771	33.5632
HO+2.5gd'argile	29.4645	36.4118	36.4086	29.4747
Papier filtre+2.5g	26.2154	30.3025	30.1909	28.4554
HO+3gd'argile	26.2154	32.9887	32.9648	26.2328
Papier filtre+ 3g	29.4645	34.2723	34.1662	32.268

Tableau 3: La quantité de la matière sèche et la matière organique et les cendres dans 5g d'argile.

	MS(g)	MO(g)	Cendre (mg)
L'argile (5g)	4.9894	0.1204	4869

Tableau 4: Les résultats des différentes analyses d'huile d'olive et de papier filtré.

	Volume (ml)	Temps (s)	Débit Moyen (ml /s)	Débit (ml/s / cm ²)	MS (g)	MO (g)	Cendre (mg)	T (C°)
HO brute	110	/	/	/	7.676	7.675	1.2	19.3
Papier filtre	/	/	/	/	0.841	0.840	1.3	/
HO Témoin	107	4435	0.024	1.87	7.639	7.638	1	19.3
Papier témoin	/	/	/	/	1.511	1.510	1.5	/
HO+1g d'argile	100	8106	0.012	0.957	7.421	7.419	1.3	19.3
Papier +1g	/	/	/	/	2.240	1.521	903.4	/
HO+1.5g d'argile	98	6746	0.014	1.21	7.409	7.402	6.4	21
Papier+ 1.5g	/	/	/	/	3.086	1.609	1360	/
HO+2g d'argile	98	5929	0.016	1.28	7.396	7.384	11.5	23
Papier+ 2g	/	/	/	/	3.410	1.614	1796	/
HO+2.5g d'argile	97	4461	0.021	1.69	6.944	6.934	10.2	24
Papier+ 2.5g	/	/	/	/	3.976	1.736	2240	/
HO+3g d'argile	98	4445	0.022	1.71	6.750	6.732	17.4	23.7
Papier +3g	/	/	/	/	4.702	1.898	2803	/

Tableau 5: La quantité de la matière sèche totale et la matière sèche retenue et la matière sèche retenu par l'argile en (g) sur (10 ml) d'huile d'olive

MS /10 ml HO	MS (g)	MS retenu (g)	MS retenu par l'argile(g)
HO brute	7.676	/	/
HO témoin	7.639	0.037	/
HO + 1g d'argile	7.421	0.255	0.218
HO + 1.5g d'argile	7.409	0.267	0.230
HO + 2g d'argile	7.396	0.280	0.243
HO + 2.5g d'argile	6.944	0.732	0 .695
HO + 3g d'argile	6.750	0.926	0.889

Mode de calcule :

-MS retenu = MS (HO brut)- MS (HO témoin)

-MS retenu = MS (HO brut)- MS (HO + n g d'argile)

-MS retenu par l'argile = MS retenu (HO témoin)-MS retenu (HO+n g d'argile)

Tableau 6: La quantité matière organique totale et la matière organique retenue et la matière organique retenu par l'argile en (g) sur (10 ml) d'huile d'olive

HO \ MO/10ml	MO (g)	MO retenu(g)	MO retenu par l'argile (g)
HO brute	7.675	/	/
HO témoin	7.638	0.037	/
HO+1g d'argile	7.419	0.256	0.219
HO+1.5g d'argile	7.402	0.273	0.236
HO+2g d'argile	7.384	0.291	0.254
HO+2.5g d'argile	6.934	0.741	0.704
HO+3g d'argile	6.732	0.943	0.906

Mode de calcul :

-MO retenu = MO (HO brut)- MO (HO témoin)

-MO retenu = MO (HO brut)- MO (HO + n g d'argile)

-MO retenu par l'argile = MO retenu (HO témoin)-MO retenu (HO+n g d'argile)

Tableau 7 : Les cendres d'huile d'olive et les cendres d'argile libérées dans l'huile après la filtration en (mg)

Cendre (mg) HO(10ml)	Cendre (mg)	Cendre d'argile libérée dans HO (mg)
HO brute	1.2	/
HO témoin	1	/
HO +1g d'argile	1.3	0.3
HO +1.5g d'argile	6.4	5.4
HO +2g d'argile	11.5	10.5
HO +2.5g d'argile	10.5	9.20
HO + 3g d'argile	17.4	16.4

Mode de calcul :

Cendre d'argile libérée dans HO= cendre (HO+n g d'argile) - Cendre (HO témoin)

Tableau 8 : Les matières retenues par l'argile en (%/g).

HO	MS (%/g)	MO (%/g)	Cendre (%/g)
HO+1g d'argile	2.84	2.85	0.004
HO+1.5g d'argile	2	2.09	0.05
HO+2g d'argile	1.58	1.65	0.07
HO+2.5g d'argile	3.62	3.66	0.06
HO+3g d'argile	3.86	3.93	0.07

Tableau 9 : Les matières retenues par le filtre.

MS (g)	MO (g)	Cendre (mg)
0.037	0.037	0.2



Photo 1: L'argile avant et après la calcination.

Photo 2 : Les cendres des papiers filtre après chaque filtration.

		
Cendre de papier témoin	Cendre de papier de filtration avec 1g d'argile	Cendre de papier de filtration avec 1.5g d'argile
		
Cendre de papier de filtration avec 2g d'argile	Cendre de papier de filtration avec 2.5g d'argile	Cendre de papier de filtration avec 3 g d'argile

Matériels utilisé au niveau de laboratoire de Technologie alimentaire-Biochimie.



Photo 1:Four



Photo 2:Etuve



Photo 3:Balance analytique



Photo 4:Réfractomètre



Photo 5: pH-mètre



Photo 6: Pycnomètre



Photo 7 : Agitateur



Photo 8 : Déssiccateur

Résumé :

Dans ce travail on à clarifier par la filtration direct d'huile d'olive avec l'utilisation des différents quantités d'argile de Maghnia (1g, 1.5g, 2g, 2.5g, 3g), pour connaître l'effet de la masse d'argile ajouté sur les caractéristiques d'huile d'olive après la filtration.

on à remarquer après chaque filtration la bentonite fixée les matières organiques et libéré des matières minérales dans l'huile d'olive à cause de l'échange ionique d'argile, et on à obtenus que le 2g d'argile éliminé le moins possibilité des troubles, et on calculer la densité, l'indice de réfraction d'huile d'olive filtré qui reste constante ,mais le pH augmenté.

Les mots clés : Filtration direct, Huile d'olive, L'argile de Maghnia, Matières organiques,Cendre.

ملخص :

من خلال هذا العمل قمنا بتصفية زيت الزيتون بالترشيح المباشر باستعمال كميات مختلفة من طين مغنية (1غ, 1.5غ, 2غ, 2.5غ, 3غ), من اجل معرفة تأثير استعمال الطين في ترشيح زيت الزيتون فلاحظنا بعد كل عملية ترشيح, الطين يقوم بتثبيت المواد العضوية و بالمقابل تحرير المواد المعدنية بسبب التبادل الشاردي للطين, كما وجدنا أن 2غ هي الكمية المناسبة لتصفية الزيت, و قمنا بحساب الكثافة, قرينة الانكسار, فوجدناها ثابتة أما درجة الحموضة ارتفعت.

الكلمات المفتاحية : الترشيح المباشر, زيت الزيتون, طين مغنية, مواد عضوية, رماد.