

République algérienne démocratique et populaire  
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique  
Université a. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie  
Département de Génie des procédés

## Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Science et Technologie Filière : Génie des Procédés  
Spécialité : Génie chimique

Présenté par

Melle Boudjellal Sassa

Melle Lakab Nadia

*Thème*

Etude comparative du dégomme de l'huile de colza avec acide citrique et acide phosphorique

Soutenue le 13/07/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
Mme Brinis Naima	<b>MCA</b>	Université de Béjaia	Président
Mme Tighidet Hassiba	<b>MCB</b>	Université de Béjaia	Examineur
Mme Ikkour Kahina	<b>MCA</b>	Université de Béjaia	Encadrant
Mme Ben Mazouz Abla	<b>MAA</b>	Université de Béjaia	Co- Encadrant

Année Universitaire : 2021/2022

## **Remerciement**

Au premier lieu, nous tenons à remercier notre encadrante Mme BOURAS KAHINA pour leur disponibilité et leur effort fournis pour nous conseiller avec patience jusqu'au bout de notre travail.

Nous remercions ceux qui travaillent dans la raffinerie d'huile et laboratoire de Recherche et Développement(R&D) qui ont contribué à donner des informations, à sa tête BEZZI ZAHIR et ALIANE KHELLAF.

Nous tenons aussi à remercier les membres de jury qui ont aminée travail.

## Dédicace

*Je dédie ce modeste travail à :*

A mon Dieu, tout puissant, que le gloire et l'honneur vous soient rendus pour les grâces que vous m'accordait.

Mes très chers parents mon père « *MABROUK* » et ma mère « *NADIA* » pour leurs soutiens et leurs sacrifices tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrais jamais assez.

Ma sœur « *MALAK* » qui j'aime beaucoup le trésor de ma vie.

Mes chers frères « *LAHLOU* » et « *YANIS* » auxquels je souhaite la réussite dans leur vie.

Tout eux qui me sont chers %%%%.

Ma binôme « *NADIA* » qui était ma sœur durant ce travail et à sa famille.

Enfin, mes dédicaces vont à tout personne qui me connaisse de près et de loin.

**SASSA**

## Dédicaces

### Je dédie ce modeste travail :

A mon Dieu, tout puissant, que le gloire et l'honneur vous soient rendus pour les grâces que vous m'accordait.

A la mémoire de mon cher père « *LAKAB Amar* » l'homme de ma vie, mon exemple éternel, celui qui s'est toujours sacrifier pour me voir réussir, que dieu lui garde dans son vaste paradis, je t'aimerai toujours cher papa.

Particulièrement à ma chère maman « *Fatma* » que j'aime énormément et à qui je dois le mérite d'en arriver là, les mots sont insuffisants pour exprimer combien grande et l'affection que je vous porte. Ce simple document ne saurait exprimer ma reconnaissance.

A ma chère et ma jolie sœur « *Hiba* » et mon petit frère « *Rayane* » que Dieu les protéger.

Une spéciale dédicace, à mon soutien moral et source de joie et de bonheur, mon cher fiancé et l'homme de ma vie « *Hicham* » avec qui je veux finir ma vie pour l'encouragement et l'aide qu'il m'a toujours accordé. Que Dieu vous protège et vous offre la chance et le bonheur, je t'aimerai toujours mon cher fiancé.

A tout ma grande famille, mes grands frères « *Abdenour et Kamel* » et leurs femmes, à mes grandes chères sœurs « *Souad, Sonia et Rachida* » et tous leurs jeunes enfants « *Ferdaws, Asma, Maya, Melissa, ILINA, Lina, Mehdi, Ishak, Sohaib, Ghilass, Akram et Anis* ».

A ma binôme « *SASSA* » qui était ma sœur durant le travail et tout sa famille.

Enfin, mes dédicaces vont à tout personne qui me connaisse de près et de loin.

**NADIA**

## **Listes des abréviations**

**AG** : Acide gras

**AGL** : Acide gras libre

**AGS** : Acide gras saturé

**AGIN** : Acide gras insaturé

**AGMIS** : Acide gras mono insaturé

**AGPIS** : Acide gras poly insaturé

**AC** : Acide citrique

**AP** : Acide phosphorique

**CG** : Corps gras

**CGV** : Corps gras d'origine végétale

**CGA** : Corps gras d'origine animale

**FFA** : Acidité

**HB** : Huile brute

**HF** : Huile fluide

**HC** : Huile concrète

**HN** : Huile neutralisée

**HC** : Huile séchée

**HF** : Huile finée

**HV** : Huile végétale

**IF** : Indice de réfraction

**PF** : Point de fusion

**J** : Jaune

**PE** : Point d'ébullition

**PC** : Propriétés chimiques

**PP** : Propriétés physiques

**R** : Rouge

## Listes des figures

### Chapitre I

**Figure I.1 :** Complexe de CEVITAL

**Figure I.2 :** Situation géographique du complexe CEVITAL.

**Figure I.3 :** Formation d'un triglycéride.

**Figure I.4 :** Représentation d'un acide gras

**Figure I.5 :** Représentation d'une cire.

**Figure I.6 :** Représentation de comportement des lipides dans l'eau

**Figure I.7 :** Réaction d'estérification.

**Figure I.8 :** Hydrogénation d'un acide insaturé.

**Figure I.9 :** Réaction de saponification.

**Figure I.10:** Réaction de dégomme.

**Figure I.11 :** Réaction de neutralisation.

**Figure I.12 :** dégomme et neutralisation.

**Figure I.13:** séchage.

**Figure I.14:**la décoloration.

**Figure I.15:** phénomène d'adsorption.

**Figure I.16:** la filtration de l'huile décolore.

**Figure I.17 :** désodorisation.

**Figure I.18 :** La plante de colza.

**Figure I.19 :** La graine de colza.

**Figure I.20 :** Formule topologique et représentation 3D de l'acide citrique.

**Figure I.21:** Structure de l'acide phosphorique.

### Chapitre III

**Figure III.1 :** Evolution de l'acidité au cours des étapes du traitement chimique de l'huile de Colza avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.

**Figure III.2 :** Courbes de la variation de l'acidité en fonction des dosages d'acide citrique et d'acide phosphorique.

**Figure III.3 :** Evolution des traces de savon au cours des étapes du traitement chimique de l'huile de colza avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.

**Figure III.4 :** Courbes de la variation de trace de savon en fonction des dosages d'acide citrique et acide phosphorique.

**Figure III.5 :** Evolution de la couleur rouge et jaune de l'huile décoloré avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.

**Figure III.6:** Evolution de couleur jaune et rouge de l'huile désodorisé (colza) en fonction l'acide citrique et l'acide phosphorique.

**Figure III.7 :** Evolution de la chlorophylle au cours des étapes du traitement chimique de l'huile de colza avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.

**Figure III.8 :** Courbes de la variation de la chlorophylle en fonction des dosages d'acide citrique et l'acide phosphorique.



## Listes des tableaux

### Chapitre II

**Tableau II.1 :** les prélèvements et toutes les analyses physico-chimiques opérées sur l'huile de colza.

### Chapitre III

**Tableau III.1:** Résultat des analyses physico-chimique de l'huile brute de colza.

**Tableau III.2 :** présentation du débit des deux intrants acides citrique et  $H_3PO_4$ .

**Tableau III.3:** Résultats de l'analyse de l'acidité en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et  $H_3PO_4$ .

**Tableau.III.4 :** Résultats de l'analyse de trace de savon en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

**Tableau.III.5 :** Résultats de l'analyse de trace de la couleur en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

**Tableau III.6 :** Résultats de l'analyse de trace de savon en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

**Tableau.III.7 :** Résultats de l'analyse des phosphores en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

# **SOMMAIRE**

## **Sommaire**

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Chapitre I : Synthèse bibliographique</b>	
<b>I.1.Présentation de complexe de CEVITAL</b> .....	3
<b>I.1.1. Historique</b> .....	3
<b>I.1.2. Situation géographique</b> .....	4
<b>I.1.3. Activité et mission</b> .....	4
<b>I.1.4. Présentation de la raffinerie d'huile</b> .....	5
<b>I.2. Généralités sur les corps gras</b> .....	6
<b>I.2.1. Définition</b> .....	6
<b>I.2.2. Classification des corps gras</b> .....	6
<b>I.2.2.1. Corps gras d'origine végétale</b> .....	6
<b>I.2.2.2. Corps gras d'origine animale</b> .....	6
<b>I.2.3. Composition des corps gras</b> .....	7
<b>I.2.3.1. Constituants majeurs</b> .....	7
<b>I.2.3.2. Constituants mineurs</b> .....	8
<b>I.2.4. Propriétés des corps gras</b> .....	10
<b>I.2.4.1. Propriétés physiques</b> .....	10
<b>I.2.4.2. Propriétés chimiques</b> .....	11
<b>I.3.Les huiles végétales</b> .....	13
<b>I.3.1. Définition</b> .....	13
<b>I.3.2. Classe des huiles végétales selon leur origine</b> .....	13
<b>I.3.3. Qualité d'une huile alimentaire</b> .....	14
<b>I.3.4. Le choix de l'huile de colza</b> .....	14
<b>I.4.Raffinage des huiles</b> .....	14

<b>I.4.1. Définition du raffinage .....</b>	<b>14</b>
<b>I.4.2. Objectif de raffinage .....</b>	<b>15</b>
<b>I.4.3. Les types de raffinage.....</b>	<b>15</b>
<b>I.4.3.1. Raffinage physique.....</b>	<b>15</b>
<b>I.4.3.2. Raffinage enzymatique.....</b>	<b>15</b>
<b>I.4.3.3. Raffinage chimique.....</b>	<b>16</b>
<b>I.4.4. Etapes du raffinage chimique .....</b>	<b>16</b>
<b>I.4.4.1. Dégommage ou démulagination.....</b>	<b>16</b>
<b>I.4.4.2. Neutralisation .....</b>	<b>17</b>
<b>I.4.4.3. Lavage .....</b>	<b>19</b>
<b>I.4.4.4. Séchage .....</b>	<b>19</b>
<b>I.4.4.5. Décoloration .....</b>	<b>20</b>
<b>I.4.4.6. Filtration .....</b>	<b>23</b>
<b>I.4.4.7. Désodorisation .....</b>	<b>23</b>
<b>I.4.5. Les avantages et inconvénients du raffinage chimique .....</b>	<b>24</b>
<b>I.5.Raffinage de l'huile de colza :.....</b>	<b>25</b>
<b>I.5.1. Définition et origine .....</b>	<b>25</b>
<b>I.5.2. Propriétés organoleptiques de l'huile de colza .....</b>	<b>26</b>
<b>I.5.3. Composition de l'huile de colza .....</b>	<b>26</b>
<b>I.5.4. Avantage et inconvénients de l'huile de colza .....</b>	<b>27</b>
<b>I.6. L'acide citrique et l'acide phosphorique .....</b>	<b>27</b>
<b>I.6.1. Acide citrique .....</b>	<b>27</b>
<b>I.6.1.1. Définition.....</b>	<b>27</b>
<b>I.6.1.2. Les propriétés physico-chimiques .....</b>	<b>28</b>
<b>I.6.1.3. Principales utilisation .....</b>	<b>28</b>
<b>I.6.2. Acide phosphorique .....</b>	<b>29</b>
<b>I.6.2.1. Définition .....</b>	<b>29</b>
<b>I.6.2.2. Les propriétés physico-chimiques.....</b>	<b>29</b>
<b>I.6.2.3. Principales utilisation .....</b>	<b>30</b>
<b>Chapitre II : Matériels et méthodes.....</b>	<b>31</b>

<b>II.1. Analyse de l'huile de colza .....</b>	<b>31</b>
<b>II.1.1. Echantillonnage.....</b>	<b>31</b>
<b>II.1.2. Analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de colza.....</b>	<b>32</b>
<b>II.1.2.1. Analyse chimique.....</b>	<b>32</b>
<b>II.1.2.1.1. Acidité.....</b>	<b>32</b>
<b>II.1.2.1.2. Trace de savon.....</b>	<b>33</b>
<b>II.1.2.1.3. détermination des phosphatides .....</b>	<b>34</b>
<b>II.1.2.2. Analyse physique.....</b>	<b>35</b>
<b>II.1.2.2.1. Détermination de la teneur en chlorophylle.....</b>	<b>35</b>
<b>II.1.2.2.2. La couleur.....</b>	<b>35</b>
<b>Chapitre III : Résultats et discussion.....</b>	<b>37</b>
<b>III.1. L'huile brute.....</b>	<b>37</b>
<b>III.2. Débit d'acide.....</b>	<b>37</b>
<b>III.3. Analyse physicochimiques de l'huile de colza .....</b>	<b>38</b>
<b>III.3.1. Analyse de l'acidité suivant les étapes de traitement .....</b>	<b>38</b>
<b>III.3.2. Traces de savon .....</b>	<b>40</b>
<b>III.3.3. La couleur .....</b>	<b>42</b>
<b>III.3.4. La chlorophylle .....</b>	<b>44</b>
<b>III.3.5. Les phosphores .....</b>	<b>46</b>
<b>Conclusion .....</b>	<b>48</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>49</b>

## Chapitre I : Synthèse bibliographique

### I.1. Présentation du complexe de Cevital

#### I.1.1. Historique

Le groupe CEVITAL est un conglomérat algérien de l'industrie agroalimentaire, la grande distribution, l'industrie et les services. Créé par l'entrepreneur « Issad Rebrab » en 1998, CEVITAL est le premier groupe privé algérien, présent également à l'international [5] et la troisième entreprise algérienne par le chiffre d'affaires [6]. Il emploie 18000 salariés . Le groupe CEVITAL est le leader du secteur agroalimentaire en Afrique.

En 2007, Méditerranéen Float Glass est créée, spécialisée dans la production, la transformation et distribution du verre pour la construction, les applications solaires et certaines industrie spécialisées (électroménager, application high-tech). Le 28 mai 2007, l'usine MFG de Larbaa est inaugurée par le président de la République Abdelaziz Bouteflika .

En 2007, Numilog est créée, elle est spécialisée dans logistique et la gestion de la chaîne logistique (supply chain management) [7]

Le 31 mai 2013, CEVITAL rachète le français Oxxo, spécialisée dans la menuiserie PVC [8].

Le 15 avril, CEVITAL reprend les activités françaises du groupe Fagor-Brandt [9]. Le groupe CEVITAL prévoyait de reprendre également les activités espagnoles et polonaises du groupe Fagor, mais l'offre de reprise de l'activité en Espagne n'a pas été retenue par la justice espagnole et l'usine polonaise du groupe Fagor a finalement été reprise par BSH [10].

Le 31 mars 2022, Omar Ouali, ancien relecteur en chef de liberté, a révélé que le journal liberté en lien avec détenue par Cevital va cesser de paraître à partir du 6 avril 2022 en raison de problèmes financiers. La procédure du dépôt de bilan par l'entreprise éditrice du journal Liberté sera lancée le 6 avril 2022 et le journal Liberté continuera à paraître jusqu'à la fin du mois d'avril 2022 [11].



**Figure I.1 :** Complexe de CEVITAL.

### **I.1.2. Situation géographique**

CEVITAL se situe à l'arrière port de Bejaia à 200 ML (mètre linéaire) du quai à 3Km Sud-ouest de la ville, à proximité de la RN 26 et la RN 9. Cette situation géographique de l'entreprise lui profite bien étant donné qu'elle lui conféré l'avantage de la proximité économique. Le complexe s'étend sur une superficie de 45 000m<sup>2</sup> (le plus grand complexe privé en Algérie), il a une capacité de stockage de 182 000 tonnes/an (silos portuaire), et un terminal de déchargement portuaire de 200 000 tonnes/heure (réception de matière première). Elle possède un réseau de distribution de plus 52 000 points de vente sur tout le territoire national également[12].



**Figure I.2 :** Situation géographique du complexe CEVITAL.

### **I.1.3. Activité et mission**

Lancé en Mai 1998, le complexe CEVITAL a débuté son activité par les conditionnements en décembre 1998. En février 1999, les travaux du génie civil de la raffinerie ont débuté, cette dernière est devenue fonctionnelle Août 1999.

L'ensemble des activités de CEVITAL est concentré sur la production des huiles végétales et de margarine et se présente comme suit [13] :

- Raffinage d'huile (1800 tonnes /jour).
- Conditionnement d'huile.
- Production de margarine (600 tonnes/jour).
- Fabrication d'emballage en P.E.T.
- Raffinerie de sucre en cours de réalisation (1600 tonnes/jour).
- Stockage céréales en cours de réalisation.
- Savonnerie en cours d'étude.

Les huiles de CEVITAL disponible sur le marché sont :

- FLEURIAL : 100% tournesol commercialisée depuis août 1999.
- SOYA : 100% soya commercialisée depuis septembre 1999.
- CANOLA : 100% colza commercialisée depuis fin septembre 1999.
- OLEOL : 100% tournesol commercialisée depuis début avril 2000.
- OLIVIA : huile d'olive raffinée.

#### **I.1.4. Présentation de la raffinerie d'huile**

La raffinerie du complexe CEVITAL est entièrement mécanisée, c'est l'une des unités qui comporte des équipements, elle se compose de deux lignes A et B d'une capacité de production très importante (800 tonnes/jours) et une autre ligne C (1000 tonnes/jours). Chaque ligne a une salle de contrôle où ils contrôlent l'huile.



## **I.2. Généralité sur les corps gras**

### **I.2.1. Définition**

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques. Les lipides Présents dans les tissus animaux et végétaux sont des substances composées d'une grande variété de constituants tels que les triglycérides aux propriétés apolaire et hydrophobe [14] phospholipide, stérol, tocophérols, etc... [15].

### **I.2.2. Classification des corps gras**

Les corps gras sont classés selon leur origine animale ou végétale :

#### **I.2.2.1. Corps gras d'origine végétale**

C'est tous ce qui contient des fruits ou des graines d'oléagineux comme les huiles. Ce sont des corps gras d'origine végétale : (huile d'olive, huile de noix, huile de soja, huile de colza, huile de tournesol ...).

Les corps gras d'origine végétale peuvent être classés de deux manières selon [16].

- Ceux qui sont comestibles.
- Ceux qui sont industriel.

Ou encore, par leur degré de siccativité :

- Les corps gras siccatifs : huile de lin, d'œillette, de bois de chine, d'abrasin et de tournesol.
- Les corps gras demi siccatifs : huile de coton, de sésame, de maïs, de colza et de soja.
- Les corps gras non siccatifs : huile d'olive, d'arachides de ricins et d'amandes.

#### **I.2.2.2. Corps gras d'origine animal**

Il s'agit principalement de graisses animales extraites particulièrement de tissu adipeux de réserves [17] exemple :

- Les huiles : de cheval, de pied de bœuf ;
- Les suifs : de chèvre, de veaux, de mouton ;
- Le beurre : les ruminants
- Les graisses : de cheval et de saindoux ;
  
- Les huiles de poisson : c'est une huile obtenue à partir des tissus biologiques des poissons gras.

### I.3. Composition des corps gras

Les corps gras renferment dans leur structure que du C, H et O [18].

#### I.3.1. Constituants majeurs

- **Triglycéride**

Les triglycérides sont des molécules faisant partie des lipides. Ils constituent environ 99% des corps gras, sont des acides gras et de glycérol et par estérification donnent des mono esters, des diester ou encore des triesters selon la réaction de formation suivant :



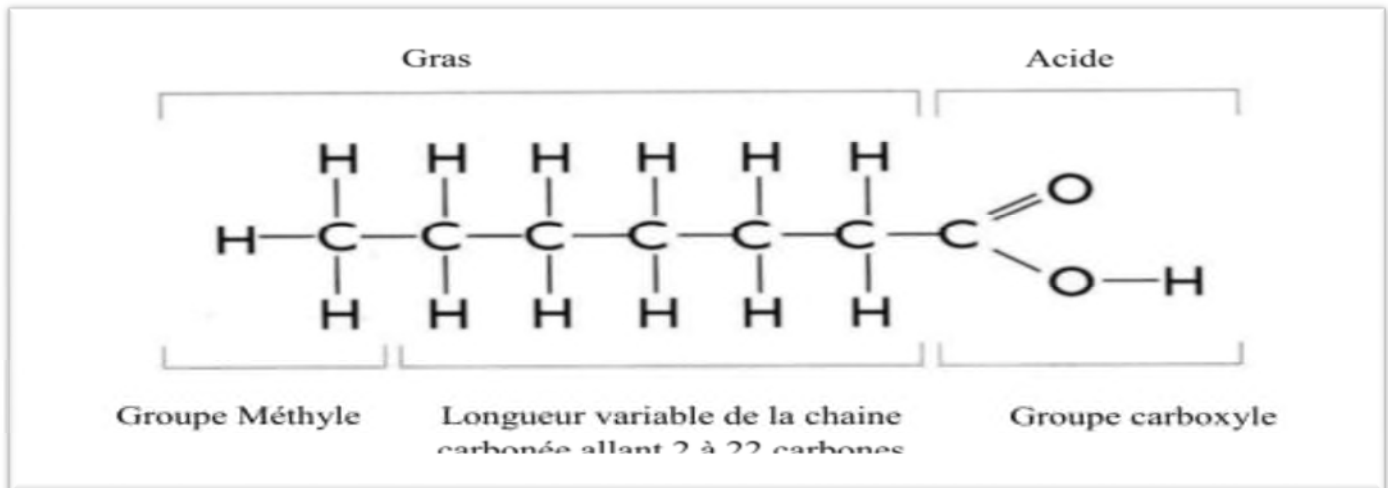
**Figure I.3 :** Formation d'un triglycéride.

R1, R2 et R3 sont des radicaux d'acides organiques à chaîne droite (rarement ramifiée) dont le nombre d'atomes est paire et est généralement compris entre 4 et 28.

- **Acide gras**

C'est des molécules formées d'une chaîne de carbones liés à des hydrogènes et se termine par un groupement acide (COOH).

Plus de 1000 acides gras différents, de sources végétales, animales ou microbiennes ont été identifiés, mais une vingtaine seulement est communément rencontrée dans l'alimentation [19].



**Figure I.4 :** Représentation d'un acide gras.

Ils sont classés en trois familles (saturé, insaturé et trans).

- Acides gras saturés (AGS) : Ce sont des AG ayant des atomes de carbones totalement saturés en hydrogène de formule  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ ,  $n$  allant de 2 à 20 rarement plus, ils sont solides à température ambiante (beurre).

- Acides gras insaturés (AGIS) : Ils peuvent présenter une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont mono insaturés ou poly insaturés, l'insaturation augmente « l'encombrement » de la chaîne carbonée, et la rend moins souple, voilà pourquoi les acides gras insaturés (avec des doubles liaisons ou trisaturations) donnent des corps gras liquides « les huiles »

### I.3.2. Constituant mineurs

- **Phospholipides**

Est un lipide contenant un groupe acide phosphorique en tant que mono ou diester.

Cette famille inclut notamment les acides phosphatiques et les phosphoglycérides [19]. Ce sont des lipides amphiphiles, constitués d'une tête polaire (hydrophile) et de deux queues aliphatique (hydrophobes) [20].

- **Composant insaponifiable**

C'est la fraction résiduelle qui est insoluble dans l'eau après saponification, la teneur en insaponifiable des matières grasses est généralement de l'ordre de 0,5 à 2%. Il s'agit d'un mélange complexe comprenant des stérols, des hydrocarbures, des tri terpènes, des alcools gras (cires), des pigments liposolubles, des vitamines, etc... [21].

- **Tocophérols**

Sont connus sous leur nom de nutriment (vitamine E), ils sont obtenus par synthèse ou par extraction des végétaux (soja, colza, tournesol...), des huiles riches en acide gras polyinsaturés.

En absence d'oxygène, les vitamines E sont stables à la chaleur, à la lumière, aux alcalins. En présence d'oxygène, elles s'oxydent en quinone [22].

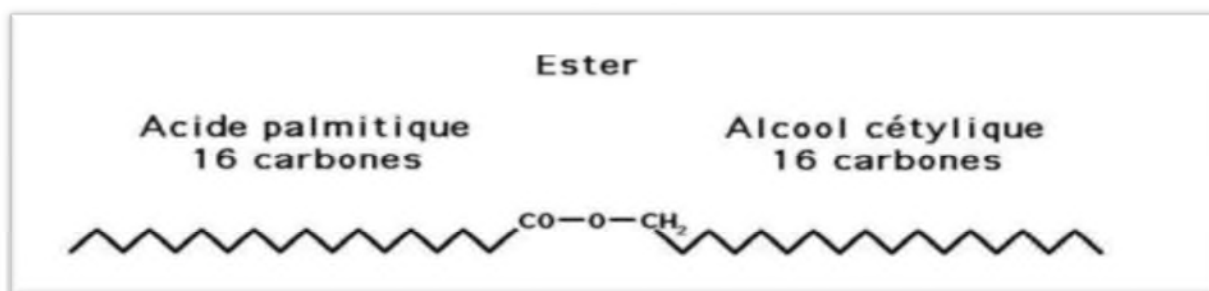
- **Les stérols**

Les stérols sont des stéroïdes, selon l'origine biologique on peut classer les stérols en quatre répartitions, les stérols animaux (Zoo Stérols), stérols végétales (Phytostérols), stérols des champignons inférieurs (Mycostérols) et les stérols des algues.

Ces composés sont naturellement présents dans les huiles (de 0,1 à 0,5%) et les aliments d'origine végétale [23].

- **Les cires**

Chimiquement est un ester de l'éthylène glycol et de deux acides gras ou un mono ester d'acide gras et d'alcool à longues chaînes. Dans les huiles, surtout le tournesol, leur présence est responsable de l'apparition de trouble par début de cristallisation à basse température ou à température ambiante [24].



**Figure I.5 :** Représentation d'une cire.

- **La chlorophylle**

La chlorophylle se retrouve dans tous les végétaux verts, riche en magnésium et en fer, et des pigments. La présence de ces pigments naturels est parmi les facteurs majeurs affectant la qualité d'une huile. Ces pigments ont un rôle important à l'égard des caractéristiques technologiques et stabilité de l'huile due à leur nature antioxydant à l'obscurité et peroxydant en présence de la lumière [25].

- **Les vitamines**

Les corps gras comportent des vitamines A, D, E et K.

## I.4. Propriétés des corps gras

### I.4.1. Propriétés physiques

- **Densité**

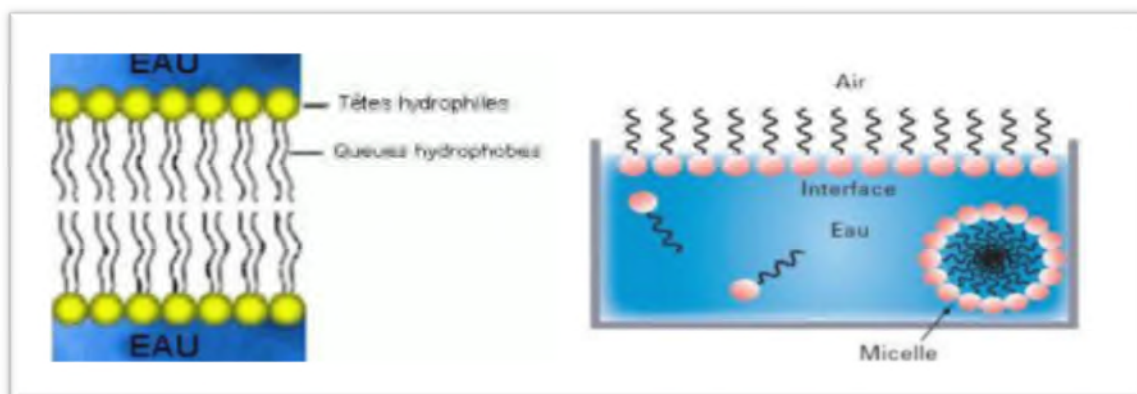
La densité des huiles végétale varie de 0,915 à 0,964 kg/m<sup>3</sup> la densité des huiles animales varie de 0,816 à 0,933kg/m<sup>3</sup> [26].

- **La viscosité**

Les corps gras, en particulier les huiles, sont plus ou moins visqueuses et leur viscosité dépend de la température. Pour tous les corps gras la viscosité décroît avec l'augmentation de la température [27].

- **La solubilité**

La solubilité est une propriété physique caractéristique. Tous les corps gras sont insolubles dans l'eau, mais sont solubles dans les solvants organiques tels que le benzène, l'hexane l'éther et le chloroforme [28].



**Figure I.6 :** Représentation de comportement des lipides dans l'eau.

- **Point de fusion**

C'est la température à partir de laquelle le corps gras passe de l'état solide à l'état liquide. Tous les corps gras n'ont pas la même température de fusion, corps gras solide (30°C à 45 °C) et corps gras liquide (0°C à 10°C). Trois paramètres font varier le point de fusion [19].

- **Longueur de chaîne** : Plus le nombre de carbone est grand, le point de fusion est élevé.
- **Isomérisations cis-Trans** : Si la qualité d'isomère trans est élevée le point de fusion augmente.
- **Instauration** : Plus le nombre de double liaison augmente plus le point de fusion diminue.

- **Le point d'ébullition**

Le point d'ébullition est la température à laquelle la pression de vapeur du liquide est égale à celle de l'atmosphère, il augmente avec la longueur de la chaîne. Les doubles liaisons ont une petite influence [18].

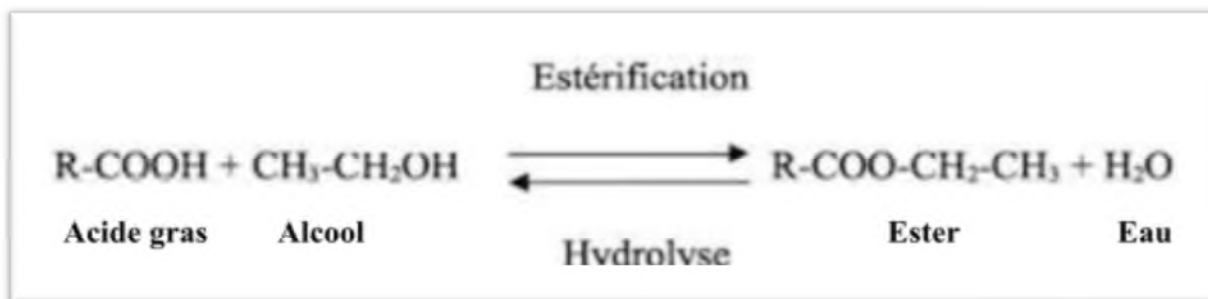
- **Indice de réfraction**

L'indice de réfraction lié à l'instauration est influencé par de nombreux autres facteurs : acidité, degré de dilution, oxydation, polymérisation.

#### I.4.2. Propriétés chimique

- **Estérification**

L'estérification est une réaction d'un acide gras et d'un alcool le produit de la réaction est un ester, la réaction inverse est l'hydrolyse.

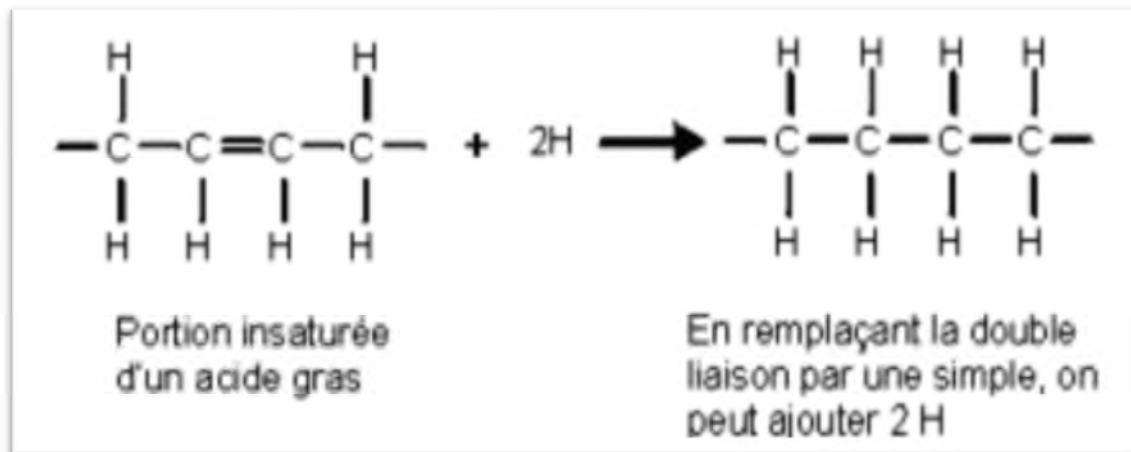


**Figure I.7** : Réaction d'estérification [29].

La réaction inverse utilise l'alcool à partir des matières grasses.

- **Hydrogénation**

L'hydrogénation des acides gras insaturés se fait en présence du Nickel, et une température convenable, et sous une haute pression ; les acides gras insaturés fixent l'hydrogène pour donner des acides gras saturés, l'hydrogénation permètre partielle ou totale.



**Figure I.8 :** Hydrogénation d'un acide insaturé.

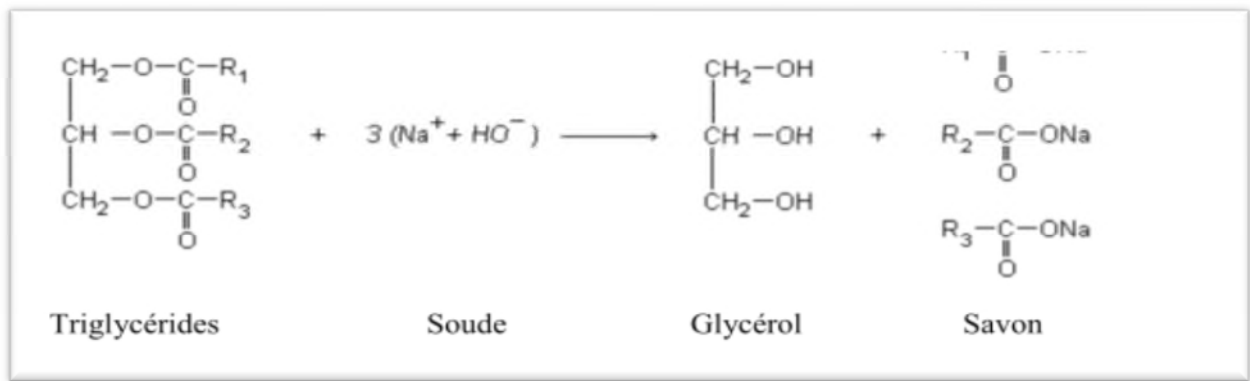
- **Oxydation**

L'oxydation des lipides est connue comme un problème majeur affectant les huiles comestibles, et influence négativement sur leurs propriétés chimiques, les substrats de ces réactions sont des AG insaturés.

Différents composants lipides peuvent avoir une incidence sur l'oxydation des lipides réagissent avec des composant alimentaires [30]

- **Saponification**

Le terme « saponification » désigne une réaction chimique qui permet la fabrication du savon, est aussi une réaction de neutralisation des AG par des bases (KOH Ou NaOH). L'indice de saponification est inversement proportionnel à la longueur des AG [31].



**Figure I.9 :** Réaction de saponification.

## I.5. Définition

Les huiles végétales sont principalement des triglycérides d'acide gras sous forme solide ou liquide. Elles peuvent contenir de petites quantités d'autres lipides tels que des cires, des acides gras libres, des glycérides partielles ou des substances insaponifiables. Elles sont obtenues à partir des grains, du fruit ou du noyau d'une plante oléagineuse. Elles sont utilisées pour des emplois bien différenciés en alimentation humaine [32].

### I.5.1. Classes des huiles végétales selon leur origine

Dans les huiles végétales, les acides gras insaturés <<mono- et polyinsaturés>> sont généralement prédominants, ce qui explique, qu'elles soient liquides à température ambiante [33]. On trouve plusieurs classes des huiles alimentaires :

- Huiles végétales fluides : Dont l'état est liquide à température ambiante << huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive >>.
- Huile végétale concrètes <<graisse>> : Dans l'état est solide à température ambiante Coprah <<provenant de la noix de coco >>, huile de palme.

### I.5.2. Qualité d'une huile alimentaire

La qualité des huiles alimentaires est caractérisée par leurs propriétés physiques nutritionnelles, organoleptiques parmi les aspects qualitatifs d'une huile les plus importants sont sa composition et sa stabilité oxydative [34]. Du fait de leur richesse en acides gras mono insaturés et /ou polyinsaturés, les huiles sont sujettes à des réactions chimiques telles que l'oxydation [1], responsables d'odeurs et composés indésirables rendant l'huile impropre à la consommation [35].



La vitesse d'oxydation dépend de la qualité initiale de l'huile, en particulier de sa concentration en hydro peroxydes qui réduira d'autant plus le temps d'induction qu'elle est élevée [36].

### **I.5.3. Le choix de l'huile de colza**

L'industrie alimentaire est l'un des principaux débouchés de l'huile de colza (2.6 millions de tonnes (MT) dans l'union européenne en 2005) ou elle est utilisée dans des secteurs variés tels que la production d'huile pour vinaigrette, de mayonnaise ou d'autres produits émulsionnés, la biscuiterie et la conserverie [37].

C'est la quatrième huile de consommation dans l'union européenne (U.E) derrière l'huile de soja, de tournesol et d'olive, sa consommation augmente de façon régulière et significative depuis 1995.

L'huile de colza après transformation, connaît de nombreux débouchés dans la production de biocarburants [38].

## **I.6. Raffinage des huiles**

Avant d'utiliser les huiles dans la fabrication alimentaire, elles doivent subir un raffinage, des traitements et des modifications (hydrogénation, inter estérification et fractionnement).

### **I.6.1. Définition du raffinage**

Le raffinage est l'ensemble des opérations chimiques ou physicochimiques par lesquelles on traite une substance, ou un mélange [39]. Le raffinage permet de rendre l'huile brute propre à la consommation en éliminant certains composés indésirables qui le rendent impropres [40].

En effet, les huiles contiennent de nombreux composés : certains sont très utiles (vitamines, insaponifiables tel que le stérol ...), d'autres sont nuisibles à leur qualité (acides gras libres, pigments colorés ...)[41].

Le raffinage consiste donc à éliminer au mieux ces composés afin d'obtenir une huile aux qualités organoleptiques (le goût, l'odeur ...) et chimiques satisfaisantes [42].

### **I.6.2. Objectif de raffinage**

L'objectif du raffinage des huiles est de fournir des huiles répondant aux attentes du consommateur et l'industriel.

-Vis-à-vis du consommateur que nous sommes, il s'agit de proposer une huile qui soit saine, d'aspect limpide et brillant, peu colorée et de caractéristiques organoleptiques neutres.

-Pour les industriels de l'agroalimentaire, l'huile doit satisfaire aux exigences d'un cahier de charge très complet : une excellente qualité du produit est demandée ainsi qu'une bonne stabilité au cours du temps [43].

### **I.6.3. Les types de raffinage**

Selon la nature de l'huile brute, différents procédés peuvent être utilisés pour leur traitement à savoir [44] :

- Le raffinage physique.
- Le raffinage enzymatique.
- Le raffinage chimique (à chaud et à froid).

#### **I.6.3.1 Raffinage physique**

Raffinage physique signifie d'enlever les impuretés dans l'huile durant le processus de désodorisation : Elimination des produits odorants et volatils par injection de vapeur d'eau dans l'huile chauffée à basse pression [45].

#### **I.6.3.2 Raffinage enzymatique**

Cette technique initialement développée par Lurgi (Enzymax) est la méthode la plus récente pour dégommer les huiles végétales. Sous l'action de la phospholipase, les phospholipides non hydratés (ce sont des sels de calcium et de magnésium, des acides phosphatés et des phosphatidylinositols) sont convertis en lyso-phospholipides, insolubles dans l'huile, et séparés par centrifugation continue [46].

#### **I.6.3.3 Raffinage chimique**

Le raffinage chimique est le procédé le plus couramment utilisé, il permet de raffiner les corps gras même s'ils ont subi un début de dégradation. Le traitement par la soude permet d'éliminer aussi les résidus de phospholipides laissés par le dégomme et réaliser un premier blanchiment par la destruction de certains pigments et d'autres constituants secondaires (traces métalliques), ce qui facilite les opérations ultérieures (décoloration et désodorisation) [47].

### **I.6.4. Etapes du raffinage chimique**

Le raffinage chimique à chaud d'une huile végétale (colza) constitue plusieurs étapes

Essentielle :

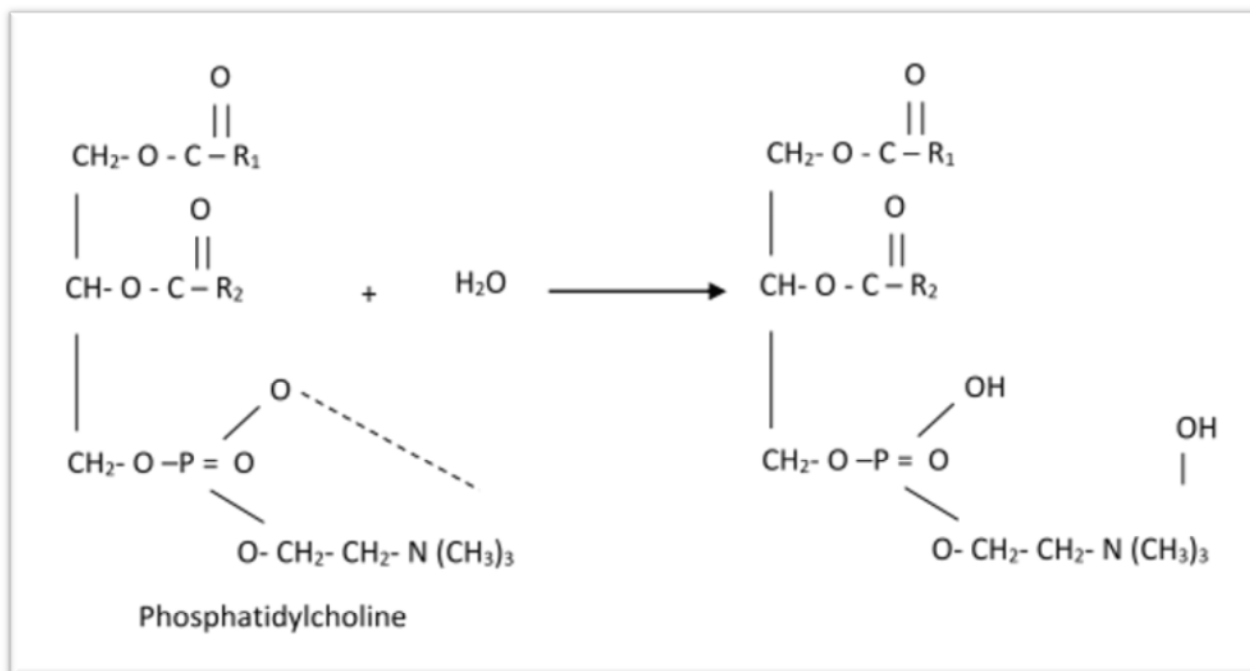
- Dégommage ou démucilagination.
- La neutralisation.
- Lavage.
- Séchage.
- La décoloration ou le blanchissement.
- La désodorisation.

#### **I.6.4.1. Dégommage**

##### ➤ **Constituants à éliminés :**

Le dégommege ou la démucilagination, est une opération unitaire très importante pour avoir une huile de meilleure qualité, elle est conçue de façon à hydrater et séparer les phospholipides, facteur d'instabilité qui tendent à troubler l'huile et induisent des colorations lors de son chauffage.

Cette étape permet de rendre les phospholipides non hydratables en phospholipides hydratable en effet. Une huile raffinée mal débarrassée de ses phospholipides s'acidifie, s'oxyde puis développe rapidement un gout désagréablement. E qui se produit également pour une élimination incomplète des Composés de phosphorés car il peut avoir un certain nombre de difficultés dans les étapes ultérieures de raffinage tel que (colmatage des filtres, désactivation de la terre décolorantes et inhibition de la décoloration thermique et de la désodorisation), donc il est nécessaire de dégommer l'huiles brutes avant tout opérations de raffinage jusqu'à obtention d'une teneurs résiduelles en phosphore inférieure à 10ppm afin d'optimiser les étapes subséquentes [48].



**Figure I.10:** Réaction de dégomme.

➤ **Procède technologique :**

L'huile brute, pompée depuis le bac de stockage passe par deux filtres à brosse (F1, F2) afin de retenir les impuretés solides qui sera envoyée vers un bac tampon. L'huile brute sera pompée par la pompe (P1) avec un échangeur (E1) chauffée à 85°C (fluidise et facilite le dégomme) puis reçoit à partir d'une pompe doseuse un appoint de 0.04 à 0.06% d'acide citrique dilué avant d'être envoyée vers un mélangeur (M1) avec un brassage de 20 min, le mélange séjournera dans le bac de rétention (R1) sous agitation de 20 à 30 minutes dans le but de chélater les métaux présente dans l'huile, ensuite il va se refroidir jusqu'à 50°C pour insolubiliser les phospholipides avant leur séparation.

### I.6.4.2. Neutralisation

➤ **Constituant à éliminées :**

La neutralisation est une opération unitaire qui permet d'éliminer les acides gras libres par transformation en savon (pâte de neutralisation ou soap-stock) en présence de soude (NaOH), en effet les AGL donne un mauvais goût à l'huile, élimine les résiduels phospholipides laissés par dégomme. La quantité de soude à employer est calculée à partir de l'acidité de l'huile exprimée le plus souvent en acidité oléique ou palmitique [49].

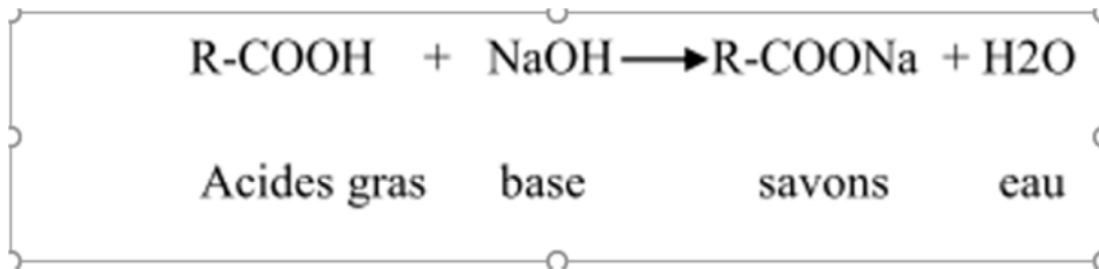


Figure I.11 : Réaction de neutralisation.

➤ **Procédé technologique :**

L'huile soutirée de réacteur (R1) qui est pompée par (P2) subit un refroidissement grâce à des échangeurs (E1 et E2), alimentés par l'eau glycolée à une température voisine de 15°C, l'huile refroidie reçoit une quantité appropriée de la solution neutralisée de la soude avant

passer dans un mélangeur rapide M2 pour permettre le contact de la soude avec les acides gras libres.

Le mélange (huile, acide phosphorique et soude) passe par un ou plusieurs séparateurs (S1, S2, S3) afin de séparer l'huile neutralisée et les pates qui seront envoyées vers le bac de pates puis vers la section de la décomposition des pates S2

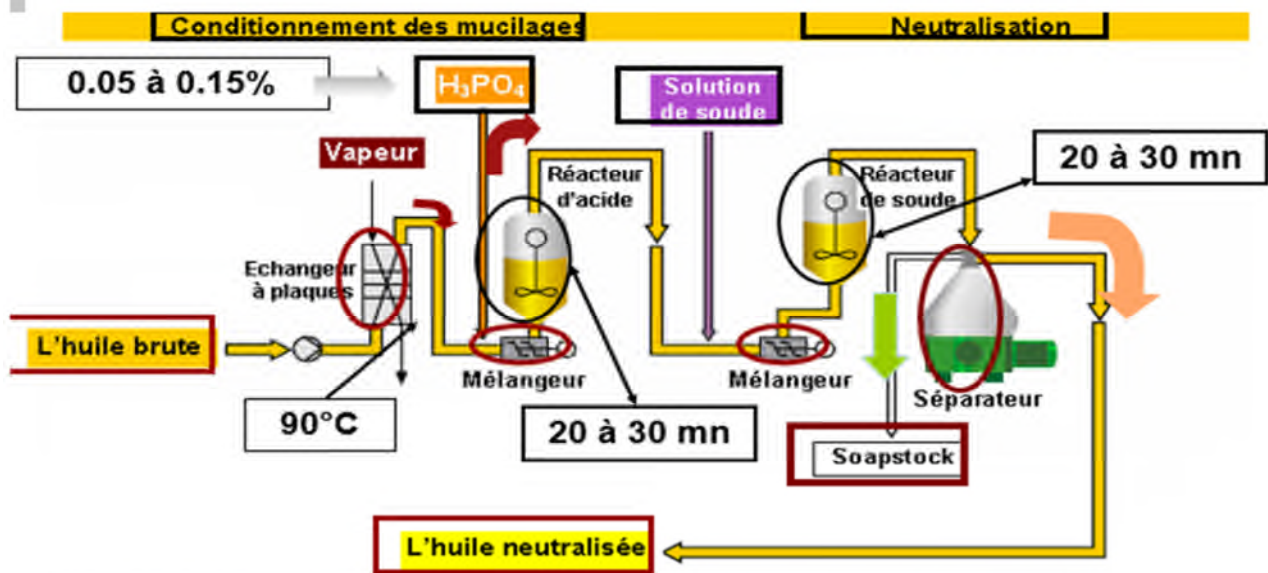


Figure I.12 : dégomme et neutralisation.

### I.6.4.3. Lavage

L'huile neutralisée contient des traces de savon et quelques traces des métaux des phospholipides et autres impuretés qu'il faut éliminer [50].

#### ➤ Procédé technologique

Pour cela, de l'eau chaude à environs [90-95°C] est injectée dans l'huile, mélangée puis séparée dans une centrifugeuse. L'ajout de l'acide citrique est facultatif et dépend surtout de la qualité du traitement lors de la neutralisation (savons et phosphore).

#### I.6.4.4. Séchage

Le séchage est une opération unitaire qui permet d'éliminer les traces d'eau (l'humidité résiduel) présente dans l'huile laver, cette élimination est assurée avant l'étape de décoloration car elle provoque un colmatage rapide des filtres, surtout en présence de savon.

Cette opération est réalisée à une température de 90°C et sous une pression de 50 mbar [51].

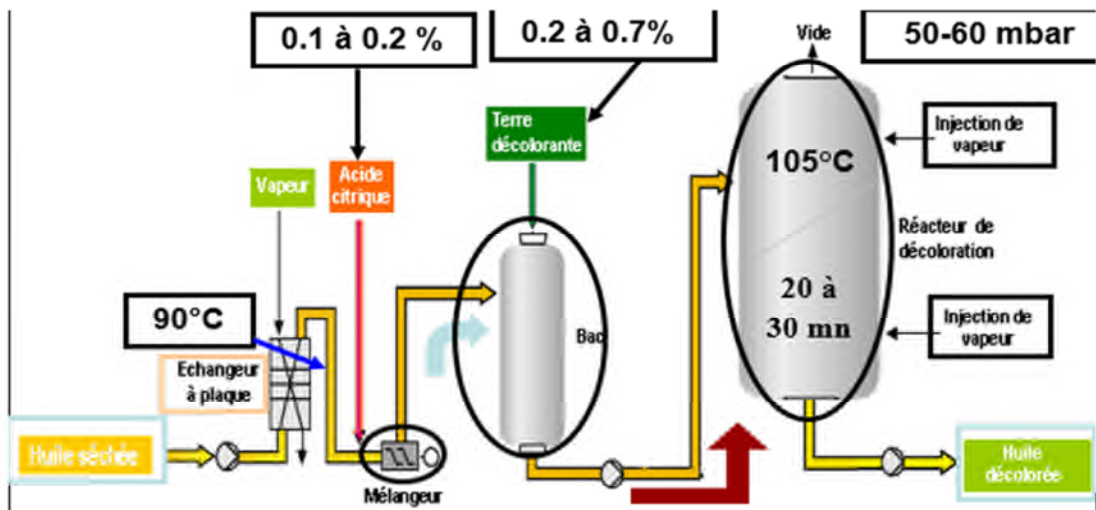


Figure I.13: séchage.

#### I.6.4.5. Décoloration

##### ➤ Constituants à éliminer :

La décoloration ou « blanchiment » est une opération qui sert à éliminer les pigments colorés d'huile (chlorophylle, bêta carotène, xanthophylle) en présence de terre décolorante

par le phénomène d'adsorption physique, qui permet d'adsorber les pigments et quelques impuretés (métaux, savon, composé phosphatique et poly aromatique) sur la surface solide où par la filtration, ce procédé est réalisé à 90-110°C sous agitation et sous un vide léger pour éviter l'oxydation [51]

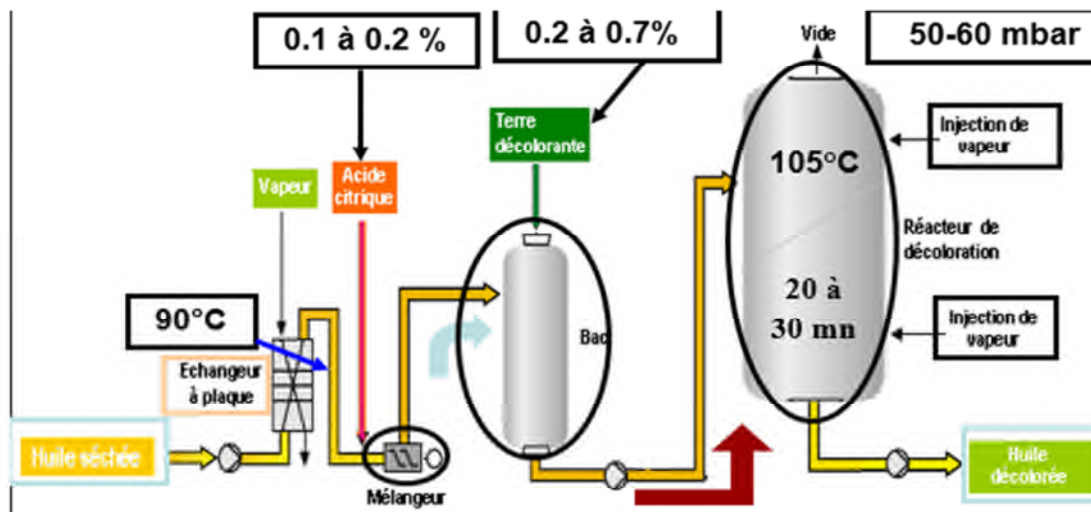


Figure I.14: la décoloration

### La terre décolorante

La terre décolorante est une poudre d'origine minérale composée généralement de la bentonite, de l'attapulгите et/ou la sépiolite [52].

Elle agit comme un adsorbant dont la capacité d'adsorption dépend de la structure et des propriétés minéralogiques telles que : la surface interne, la distribution granulométrique et la porosité totale. la terre décolorante se présente sous deux formes :

- **Terre décolorante naturelle** : traitée uniquement par voie physique, elle adsorbe à l'état naturel.
- **Terre décolorante activée** : traitée physiquement puis chimiquement avec un traitement d'acide pour augmenter sa porosité et sa capacité d'adsorption [53]

### Adsorption

Le terme « adsorption » fut utilisé pour la première fois en 1881 par le physicien Allemand Heinrich Keyser. L'étude de l'adsorption est basée sur la mesure de la corrélation entre la concentration d'adsorbat dans la phase fluide et la quantité d'adsorbat qui piégée à la surface.

### Type d'adsorption

#### ➤ Adsorption physique :

Physisorption met en jeu des interactions faibles telles que force d'attraction de Van Der Waals et les forces dues aux interactions électrostatiques de Polarisation. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. Généralement, favorisée par une augmentation de la température [54].

#### ➤ Adsorption chimique (chimisorption)

Chimisorption formation d'une liaison chimique qui résulte du transfert d'électrons entre la molécule adsorbée et la surface de l'adsorbant, et qui modifie la structure moléculaire de soluté.

#### ➤ Principe d'adsorption :

L'adsorption est un phénomène physique de fixation des molécules sur la surface d'un solide. Ce phénomène est utilisé pour récupérer les molécules indésirables de fluide dispersé dans un solvant. La fixation provient de l'établissement entre le solide et les molécules et les liaisons de Van Der Waals.

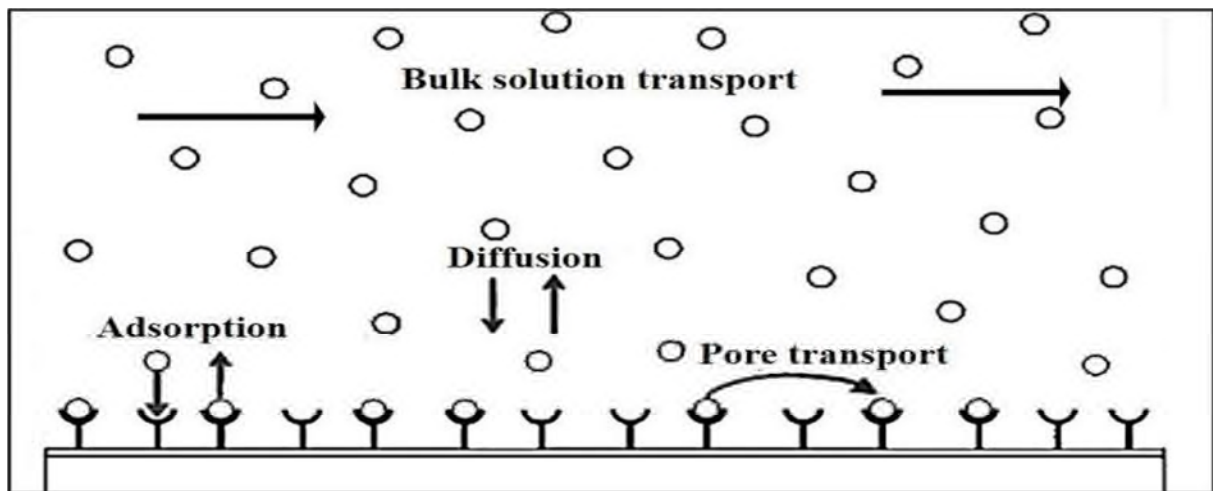


Figure I.15: phénomène d'adsorption.

#### ➤ Procédé technologique :

L'huile sortant du lavage et de séchage va subir un prétraitement à sec dans un économiseur, cette étape vise à préparer l'huile pour la décoloration en injectant de la terre décoloration dans l'huile chauffée préalablement à 100°C. Après un mélange rapide l'huile passe vers un réacteur travaillant sous un vide de 50mbar pour être maintenu sous agitation

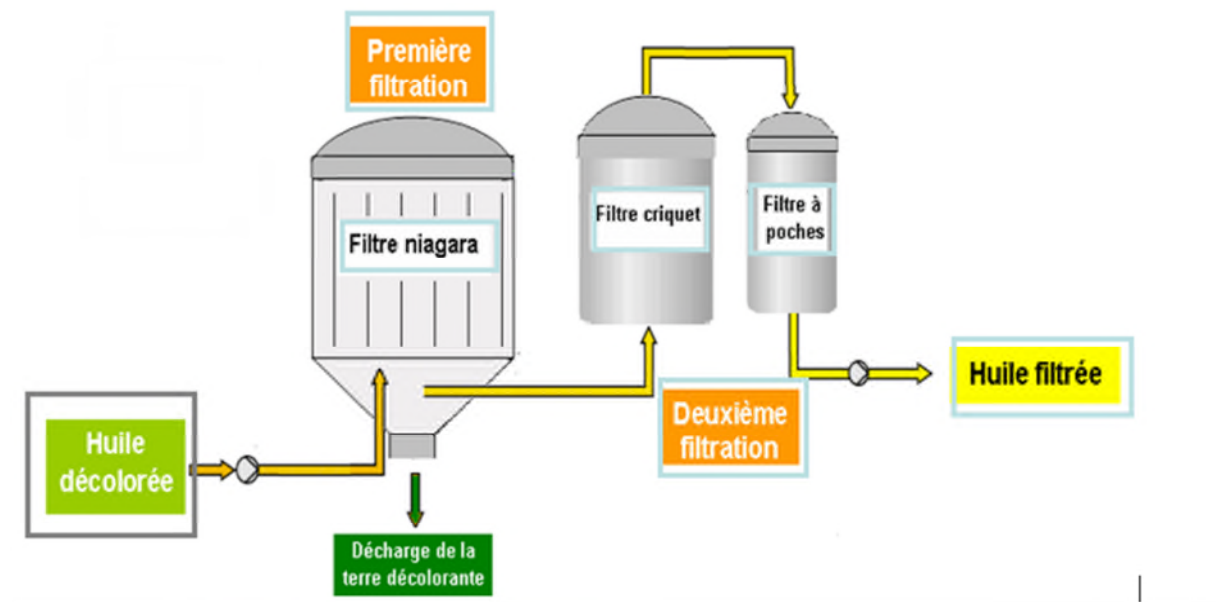


durant 15 à 20 minutes, et d'une température de 105°C assurée grâce à des serpentins ou elle circule la vapeur.

La suspension huile/terre décolorante passe dans les filtres de Niagara pour la débarrasser des terres décolorantes puis entre dans un bac intermédiaire grâce à une pompe pour accéder à une deuxième filtration via des filtres à criquettes puis par des filtres à poches pour capter d'éventuels grains de terre.

#### I.6.4.6. Filtration

Cette étape a pour but de séparer la terre de l'huile décolorée, le mélange après avoir introduit dans la chaudière est transformé dans l'organe filtrant composé de deux filtres verticaux qui ont pour tâche de séparer l'huile de la terre.



**Figure I.16:** la filtration de l'huile décolorée.

#### I.6.4.6. Désodorisation

La désodorisation est la dernière étape du raffinage, et connue sous le nom « d'entraînement à la vapeur ». C'est un procédé de distillation à la vapeur qui permet d'éliminer les acides gras libres et les composants volatils. Il permet d'éliminer les traces de produits volatils odoriférants (aldéhydes et cétones), d'éliminer les impuretés échappées aux traitements précédents (acides gras libres, stérols, hydrocarbures...) [55].

#### ➤ Procédé technologique :

L'huile décolorée entre à la partie d'en bas de colonne de désodorisation à travers un serpentin qui sera en contact avec l'huile désodorisée, donc il y'aura un échange de chaleur, ensuite l'huile non désodoriser sort en haut de la colonne par le premier plateau sachant que la colonne est divisée sur dix plateaux dont la première et la quatrième sont des chaudières. l'huile sera chauffée jusqu'à une température de 245°C dans le premier plateau, puis passe vers le deuxième plateau qui assure la première désodorisation, puis l'huile passe par débordement vers le troisième plateau de désodorisations à basse pression 5 mbar avant de passer vers le deuxième réchauffeur pour atteindre une température de 250°C. L'huile ainsi désodorisée sera refroidie par l'huile décolorée dans les économiseurs de chaleur.

On utilise le système sous vide pour éliminer l'humidité, éliminer les constituants volatiles et aussi pour éviter l'inflammation des huiles.

L'évacuation des substances volatiles est assurée au niveau de la conduite cyclique verticale qui se trouve au milieu de la colonne puis sont récupérées par condensation en haut et en bas de la colonne.

L'huile qui sort des filtres polymères passe par des filtres à criquettes puis les filtres à Poches.

Avant que l'huile passe au stockage elle sera refroidie en passant par deux échangeurs, le premier en contact avec l'eau et le deuxième avec l'eau glycolique [56].

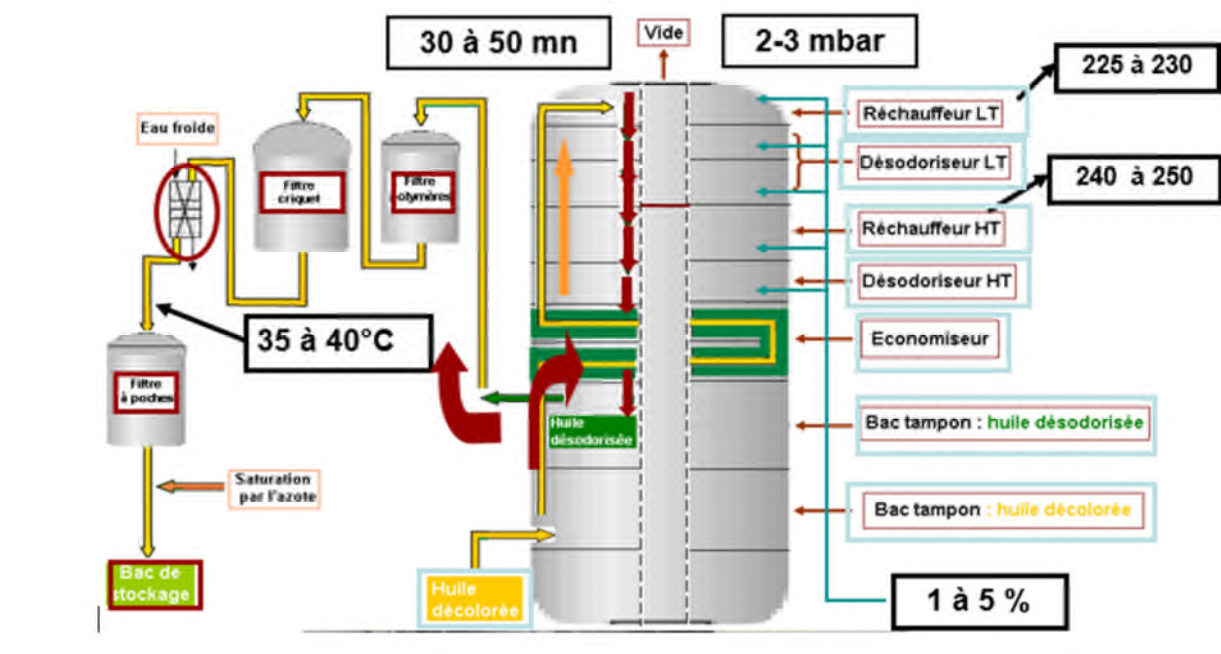


Figure I.17 : désodorisation.

### **I.6.5. Les avantages et inconvénients du raffinage chimique**

#### ➤ **Les avantages :**

- Possibilité de récupérer l'huile acide à partir de la distillation des pates neutralisée.
- La neutralisation à la soude facilite la décoloration et donc moins de terre décolorante.
- Permet de raffiner les huiles même si elles subissent un début de dégradation.

#### ➤ **Les inconvénients :**

- Le raffinage chimique pose des problèmes écologiques (pollution).
- Le procédé chimique utilise de quantité de produits chimiques agressifs qui peuvent avoir un impact négatif sur l'environnement.
- Saturation d'une partie des acides gras insaturés, qui deviennent inactifs sur le plan biologique et favorise des maladies métaboliques de surcharge.

## **I.7. Raffinage de l'huile de colza**

### **I.7.1. Définition et origine**

Le colza (littéralement graine de chou), est une huile végétale, appartient à la famille des crucifères, que l'on obtient par trituration de graines de colza. C'est une plante oléagineuse et annuelle ou bisannuelle, de 80 à 100 cm de hauteur, connue depuis le néolithique, elle est issue de l'hybridation d'une variété de choux et de la navette, cultivée sous les climats tempérés : en Europe, au Canada et en chine est semée avant l'hiver (colza d'hiver) ou au printemps [57].

Au Canada, le colza a été renommé canola, sous peine d'une sélection génétique dans la teneur en acide érucique et en glucosinolates a été abaissée, le colza et le canola sont donc presque identique [58].

Aujourd'hui, le colza est cultivé à la fois pour l'alimentation animale (grâce à la teneur élevée en protéines du tourteau), pour les agros-carburants et pour l'alimentation humaine[59].



**Figure I.18** : La plante de colza.



**Figure I.19** : La graine de colza.

### **I.7.2. Propriétés organoleptiques de l'huile de colza**

Les particularités botaniques et organoleptiques sont susceptibles d'évoluer en fonction des conditions de production (pays, ensoleillement, production biologique etc... [60].

- Couleur : Jaune claire
- Odeur : Discrète, rappelle l'odeur de la plante
- Texture : Semi-épaisse
- Gout : Neutre si raffinée, prononcé et rappelant le chou si vierge.

### **I.7.3. Composition de l'huile de colza**

L'huile de colza contient les trois catégories d'acides gras loués pour leur action bénéfique sur la santé cardiovasculaire de l'homme, et d'autre constituants actifs [61] :

➤ **Composition en acides gras :**

- Acides gras saturés : 7,5 à 8 % d'acides palmitique et stéarique.
- Acides gras mono insaturés : 61 à 63 % oléique(Oméga9), 0.3 % palmitoléique, 5 % acide érucique.
- Acide gras poly insaturés : 19% à 20 % linoléique (Oméga 6), 8 à 10 alpha linoléique (Oméga3).

➤ **Autres constituants actifs :**

- Vitamines : E (alpha-tocophérol).
- Triterpènes, stérols (dont canolol).

### I.7.4. Avantage et inconvénients de l'huile de colza

➤ **Avantage :**

- Légère, anti-oxydante et remarquablement équilibrée en acides gras.
- Riche en vitamine E et excellente pour l'épiderme.
- Elle compte de nombreux autres atouts.
- Son pouvoir hydratant sur toutes les parties du corps (massage à base de soins conçus).

➤ **Inconvénients :**

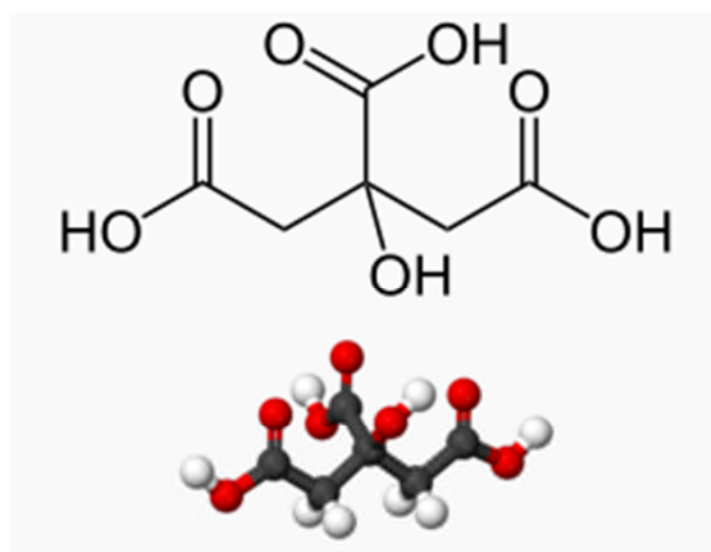
- Sa faible teneur en graisses saturées.
- Elle ne supporte pas bien la chaleur.
- Sa forte teneur en acide érucique, qui provoque des problèmes cardiaques.

### I.8.L'acide citrique et l'acide phosphorique

#### I.8.1. Acide citrique

##### I.8.1.1. Définition

L'acide citrique est un composé chimique de formule  $C_6H_8O_7$ . C'est un acide tricarboxylique organique, présent dans la plupart des fruits, en particulier les agrumes tels que le citron et l'orange. Il s'agit d'un acide faible qui joue un rôle important en biochimie comme métabolite [62]



**Figure I.20 :** Formule topologique et représentation 3D de l'acide citrique.

### I.8.1.2. Les propriétés physico-chimiques [63]

➤ **Propriétés physiques :**

- T° fusion : 426K (153°C)
- T° ébullition : Se décompose au-dessous du point d'ébullition à 175°C
- Solubilité : Soluble dans l'eau (592 g/l à 20°C), soluble dans l'éther, l'acétate d'éthyle et insoluble dans le benzène
- Masse volumique : 1.665 g/cm<sup>3</sup> (20°C)
- Point d'éclair : 100°C.

➤ **Propriétés chimiques :**

- Formule : C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>
- Masse molaire : 192 g/mol

➤ **Synonymes :**

- Acide 3-hydroxycarboxy pentane dioïque
- Citrate
- E330

### I.8.1.3. Principales utilisations

- Plus d'un million de tonnes d'acide citrique de synthèse sont produites industriellement chaque année. Il est largement utilisé comme exhausteur de goût, comme régulateur alimentaire de PH et comme chélateur [64].
- Il peut être utilisé dans les boissons gazeuses sous forme de citrate de magnésium Mg<sub>3</sub> (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>)<sub>2</sub>, 4H<sub>2</sub>O.
- Produits cosmétiques et pharmaceutiques.
- Fabrication de pâte à modeler artisanale.
- La conservation des produits sanguins.

## I.8.2. Acide phosphorique

### I.8.2.1. Définition

L'acide phosphorique est un composé chimique de formule  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . C'est un oxo acide trifonctionnel en chimie inorganique et fondamental et en biochimie. Il s'agit d'un acide minéral obtenu par traitement de roches phosphatées ou par combustion du phosphore [65].

A température ambiante, l'acide phosphorique est un solide cristallin de densité 1.83 qui fond à  $42.35^\circ\text{C}$ . Il constitue la matière première de base pour la production de phosphates (ou sels phosphatés).

La production de l'acide phosphorique est source d'une importante accumulation de déchets faiblement radioactifs (Radioactivité naturelle technologiquement renforcée) [66].

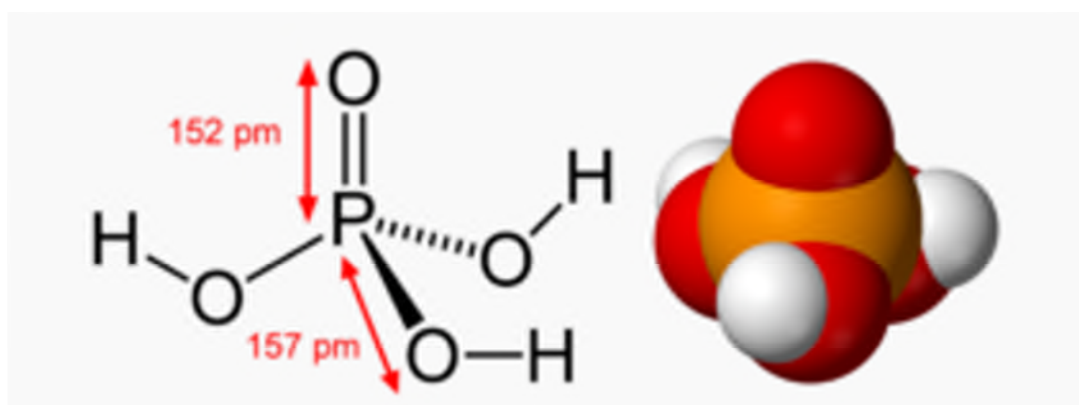


Figure I.21: Structure de l'acide phosphorique.

### I.8.2.3. Les propriétés physico-chimiques [67]

#### ➤ Propriétés physiques :

- T° fusion :  $42.35^\circ\text{C}$
- T° d'ébullition : Se décompose au-dessous de point d'ébullition à  $213^\circ\text{C}$
- Solubilité : Soluble dans l'alcool, soluble dans 8 volume d'un mélange éther alcool et très soluble dans l'eau chaude
- Masse volumique : 1.834 à  $18^\circ\text{C}$
- Pression de vapeur saturante : à  $20^\circ\text{C}$  – 4Pa

#### ➤ Propriétés chimiques :

- Formule :  $\text{H}_3\text{PO}_4$
- Masse molaire : 98 g/mol

#### ➤ Synonymes :

- Acide ortho phosphorique
- Acide o-phosphorique

-Hydrogénophosphate.

#### **I.8.2.4. Principales utilisations**

-Utilisation dans laboratoire, car il résiste à l'oxydation, à la réduction et à l'évaporation.

-Fabrication d'engrais et d'autres produits chimiques.

-Additifs alimentaire.

-Liants pour produits réfractaires et céramiques.

-Nettoyage de surface (métal, tuile et porcelaine) [68].



## II.1. Analyse de l'huile de colza

Au cours de notre stage, nous avons fait le suivi et le contrôle des paramètres physico-chimiques de l'huile de colza lors des différentes étapes de raffinage, de l'huile brute jusqu'au l'huile finie. Ce suivi consiste en une série d'analyse effectuées au niveau du laboratoire de raffinerie d'huile du complexe CEVITAL, pour s'assurer de l'obtention d'un produit conforme affecté à la consommation.

### II.1.1.Echantillonnage

L'échantillonnage consiste à faire un prélèvement de l'huile de colza, au sein de l'atelier de raffinage (CEVITAL) lors des différentes étapes du procédé de raffinage chimique avec l'assistance des laborantins. Ces échantillons ont été prélevés sur une ligne B (800 tonnes). Ces prélèvements sont effectués afin d'évaluer les paramétriser physico-chimique de l'huile, le premier prélèvement d'échantillon se fait sur l'huile brut à partir des cuves à l'intérieur du navire, et les autres prélèvements sont effectuée au niveau de sortie du :

-Séparateur

-Laveur

-Sécheur

-Décoloration

-Désodorisation

**Tableau II.1 :** les prélèvements et toutes les analyses physico-chimiques opérées sur l'huile de colza.

Les étapes	Type d'analyse (teneur)
Huile brute	Acidité, phosphore, chlorophylles
Huile lavée	Trace de savon
Huile séchée	Trace de savon
Huile décolorée	Chlorophylle, couleur, Trace de savon
Huile désodorisée	Acidité, couleur, chlorophylle

## II.1.2. Analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de colza

### II.1.2. 1. Analyse chimique

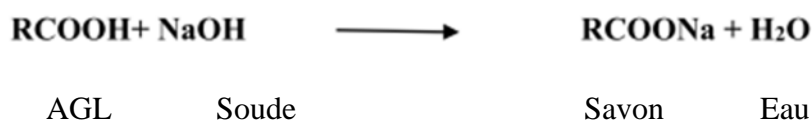
#### II.1.2.1.1. Détermination d'acidité (ISO660, 1996)

##### a) Définition

C'est le pourcentage d'acides gras libres présents dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

##### b) Principe

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



##### c) Mode opératoire

Introduire dans un erlenmeyer 75ml d'alcool éthylique neutralisé avec du NaOH en présence de phénolphtaléine jusqu'à coloration rose (pour assurer la neutralité du milieu) puis peser 10gd'huile à analyser, chauffer le mélange pendant une minute afin d'améliorer la réaction, titrer par une solution de NaOH 0,1M jusqu'à avoir une coloration rose persistante et noter la chute de la burette.

##### d) Expression des résultats

$$\text{Acidité}\% = \frac{M \cdot N \cdot V}{m \cdot 10}$$

Tel que :

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

**N** : normalité de NaOH à 0,1N.

**m** : poids de prise d'essai en g.

**V** : volume de NaOH utilisé pour le titrage (chute de burette).

$$\begin{array}{l}
 \text{Acidité}\% = 0,282 \cdot \text{chu.b} \\
 \text{Indice d'acidité} = \text{acidité}(\%)*2
 \end{array}$$

**II.1.2.1.2. Trace de savon :(AOCS, 1989)****a) Définition**

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

**b) Principe**

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

**c) Mode opératoire**

Dans une éprouvette mettre 48.5 ml d'acétone (solvant) ajusté à 50ml avec l'eau distillée, puis verser dans un ballon à fond plat et leur ajouter quelques gouttes de bromophénol et neutraliser le mélange avec une goutte de NaOH 0.1N. La solution obtenue doit être de couleur jaune, dans le cas où elle est bleue ou verte, titrer avec HCL a cétonique à 0 .01 N jusqu'à coloration jaune.

Peser 10 g d'huile et analyser dans cette solution, agiter puis laisser décanter dans une ampoule à décantation pendant quelque seconde jusqu'à ce que l'émulsion se sépare en deux couches. Récupérer la couche supérieure qui sera colorée en bleu en présence de savon. Titrer avec HCL cétonique 0.01 N jusqu'au virage vers la couleur jaune.

**d) Expression de résultats**

$$\text{Traces de savon (ppm)} = (\text{Eq.N.V.1000}) / \text{P}$$

Tel que :

**N** : normalité de HCL cétonique = 0.01 N.

**Eq** : équivalent gramme d'oléate de sodium = 281+23=304 g/mol.

**V** : le volume de HCL en ml (chute de burette).

**P** : la masse de prise d'essai en g.

**II.1.3.1.3. Détermination des phosphatides (dosage du phosphore ISO 10540-1, 2003)**

**a) Principe**

L'huile et les phosphatides qu'elle contient sont calcinées en présence de zinc, le phosphore organique est transformé en phosphate de zinc qui est ensuite dosé par la technique de la chimie minérale (Dosage colorimétrique du phosphomolybdate (colorimétrie bleu)).

**b) Mode opératoire**

Peser 3g d'huile dans une capsule, ajouter 0.5g d'oxyde de zinc, chauffer dans un four à moufle à 600°C pendant 2 heures, après refroidissement ajouter 5ml D'HCL concentré plus 5ml d'eau distillée, chauffer jusqu'à ébullition, laisser refroidir, filtrer la solution dans une fiole de 100ml, ensuite neutraliser par la solution de KOH 50%, après formation d'un précipité, ajouter quelques millilitres d'HCL concentré jusqu'à obtention d'une solution limpide puis ajuster à 100ml avec l'eau distillée.

Pipeter 10ml de cette solution dans une fiole de 50ml, ajouter 8ml de sulfate d'hydrazine et 2ml de molybdate de Sodium et amener à 50ml avec l'eau distillée.

Mettre au bain marie bouillant pendant 15mn, laisser refroidir, faire un essai à blanc exactement dans les mêmes conditions, lire l'absorption à 650 nm.

**c) Préparations des solutions standards :**

Pipeter 1, 2, 4, 6, 8, 10 ml de la solution fille (contenant 0.01 mg par ml) dans des fioles de 50 ml et ajouter dans chacune des fioles 8 ml de sulfate d'hydrazine et 2 ml de molybdate de sodium. Ajuster avec de l'eau distillée aux traits de jauges, mettre les 6 fioles dans un bain marie bouillant pendant 15 mn.

Laisser refroidir et lire les absorbances de ces solutions à 650 nm. Tracer la courbe d'étalonnage en axe des abscisses mg de phosphore et l'axe des ordonnées l'absorbance.

Déduire de la courbe d'étalonnage la teneur en phosphore en mg de la solution étudié puis de L'huile.

$$\text{Phosphore\%} = 10(A-B) / w.v$$

**A** : quantité de phosphore en mg de l'échantillon.

**B** : quantité de phosphore en mg de l'essai à blanc.

**W**: la prise d'essai en g.

**V** : le volume pris pour la solution finale (10 ml).

Phosphatides en % = phosphore en % \* 30

Phosphore en ppm = phosphore en % \* 10000

### II.1.2.2. Analyse physique

#### II.1.2.2.1. Détermination des chlorophylles : (AOCS, 1989)

##### a) Définition

Cette méthode est applicable aux huiles neutralisées et blanchies, mais ne l'est pas aux huiles hydrogénés, désodorisées ainsi qu'aux produits finis.

##### b) Mode opératoire

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

##### c) Expression des résultats

Les chlorophylles en partie par million (ppm) sont données par la relation suivante :

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = [A_{670} - (A_{630} + A_{710}) / 2] / 0.0964L$$

A : l'absorbance à la longueur d'onde indiqué (nm).

L : la longueur de la cuve en centimètre (Cm).

#### II.1.2.2.2. La couleur (ISO 15305, 1998)

##### a) Définition

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. Les

Chlorophylles et les caroténoïdes sont des principaux pigments rencontrés dans l'huile, et qui peuvent être affectés par de mauvaises conditions d'entreposage et aussi par le processus d'oxydation.

##### b) Principe

La mesure de la couleur de l'huile se fait par un colorimètre « Lovibond » qui est composé de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, la couleur de l'huile est comparée à une couleur obtenue grâce à la superposition de ces deux verres colorés.

**c) Mode opératoire**

On verse l'huile à analyser dans une cellule en verre de (1pouce pour l'huile brute et 5 pouces et  $\frac{1}{4}$  pour celle désodorisée) puis on détermine la couleur en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard. La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux côtés, lire ensuite sur la planche les valeurs du jaune et du rouge.

**d) Expression des résultats**

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

## Chapitre III : Résultats et discussions

Les résultats des analyses physico-chimiques respectivement qui sont élaborés dans les tableaux suivants sont obtenus à partir d'un suivi effectué sur l'huile de colza au cours du raffinage chimique à chaud et pendant toutes les étapes du procédé (dégommage, neutralisation, lavage, séchage, décoloration et désodorisation) à partir de l'huile brute jusqu'à l'huile finie.

Ces résultats de comparaison entre les deux acides (acide citrique et acide phosphorique) au cours de raffinage sont discutés par rapport aux normes de l'entreprise.

### III.1. Huile brut

Le tableau suivant représente les analyses physico-chimiques effectuées sur l'huile de colza brute prélevées au niveau des bacs de stockages.

**Tableau III.1:** Résultat des analyses physico-chimique de l'huile brute de colza.

Echantillon	Résultats	(exigences CEVITAL)
Acidité (%)	1.45	2max
Phosphore(ppm)	192	250
La couleur (1P)	50/3	50/6
La chlorophylle(ppm)	39	50

### III.2. Débit d'acide

**Tableau III.2 :** présentation du débit des deux intrants acides citrique et H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

	Dosage(μL) acide	NaOH (μL)	H <sub>2</sub> O (μL)
Acide citrique	480	2430	2550
Acide phosphorique	100	618	1520

On remarque que le débit(quantité) d'acide citrique utilisée est de loin supérieur que celle du H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, de même pour la consommation de NaOH et H<sub>2</sub>O pour la neutralisation de l'acidité, celle utilisée dans le cas d'acide citrique est plus importante que dans le cas d'acide phosphorique, on remarque que la quantité de l'acide citrique est 5 fois la quantité d'acide phosphorique.

### III.3. Analyse physicochimique de l'huile de colza

#### III.3.1. Analyse de l'acidité suivant les étapes de traitement

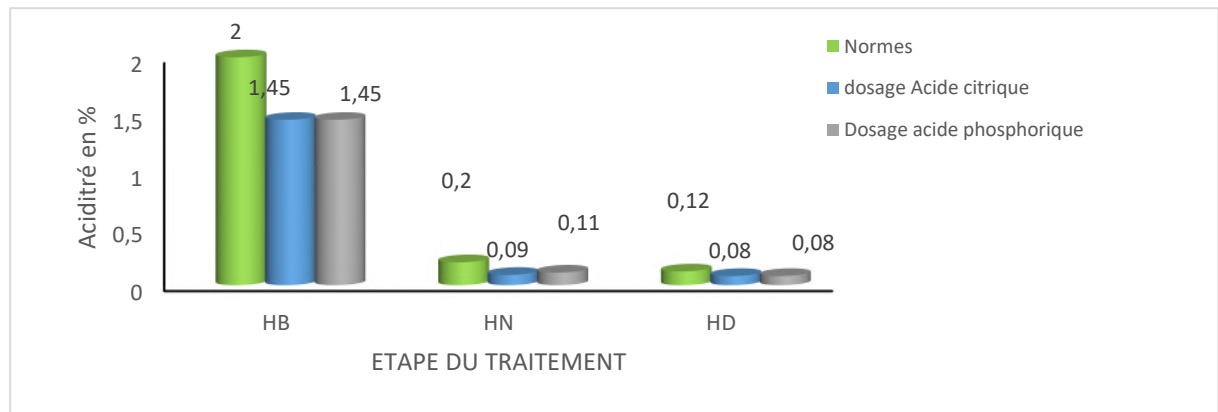
L'analyse de l'acidité à différentes étapes du raffinage chimique à chaud de l'huile de colza avec acide citrique et H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, a donné les résultats présentés dans le tableau III.3.

**Tableau III.3:** Résultats de l'analyse de l'acidité en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

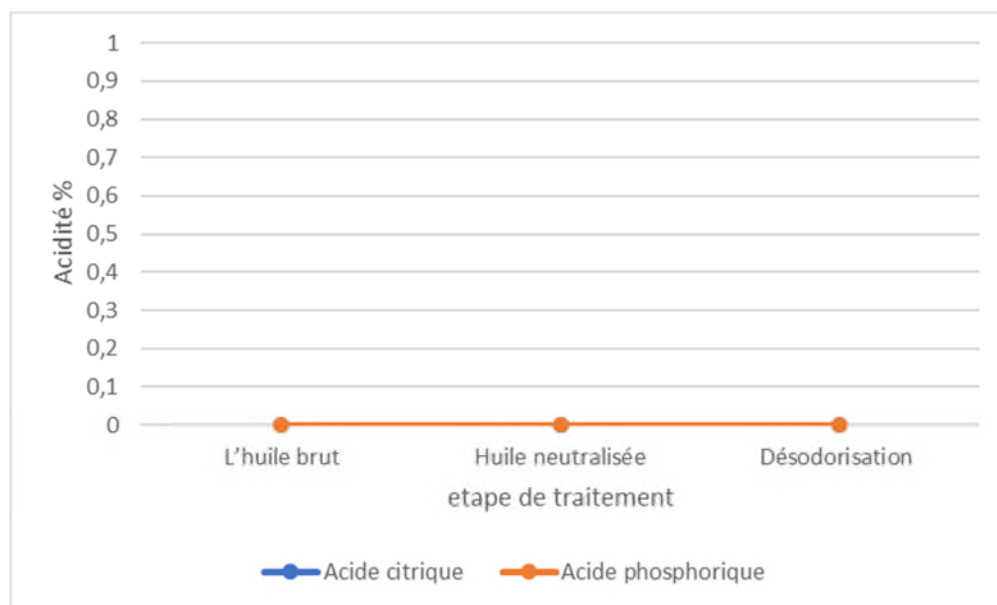
	Etapes Paramètre	L'huile brut	Huile neutralisée	Désodorisation
Acide citrique	Acidité (%)	1.45	0.09	0.08
	Normes (%)	2 Max	0.08-0.2	0.03-0.08
Acide phosphorique	Acidité (%)	1.45	0.11	0.08
	Normes (%)	2Max	0.1-0.2	0.03-0.08

D'après les résultats du tableau qu'on a obtenu, l'acidité de l'huile de colza est maîtrisée selon la norme exigée au niveau de l'entreprise pour la première étape du raffinage en l'occurrence la neutralisation à savoir 0,09 et 0,11 respectivement pour les deux intrants utilisés, acide citrique et acide phosphorique





**Figure III.1 :** Evolution de l'acidité au cours des étapes du traitement chimique de l'huile de colza avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.



**Figure III.2 :** Courbes de la variation de l'acidité en fonction des dosages de acide citrique et acide phosphorique.

D'après les résultats de graphe on constate :

Le dosage en acide permet d'éliminer les phospholipides et après dosage de soude caustique on neutralise l'huile pour atteindre une acidité selon la norme exigée pour cette étape, qui est de : 0,08 et 0,2%

A l'étape de désodorisation on remarque la diminution des acides gras libres, ceci confirme par la transformation des AGL de l'état liquide à l'état gaz (les constituants

volatiles) qui sera condensée sous l'effet de température et sous vide. L'acidité de l'huile désodorisée confirme une valeur égale en présence des deux acides.

### III.3.2. Analyse des traces de trace de savon suivant les étapes de traitement

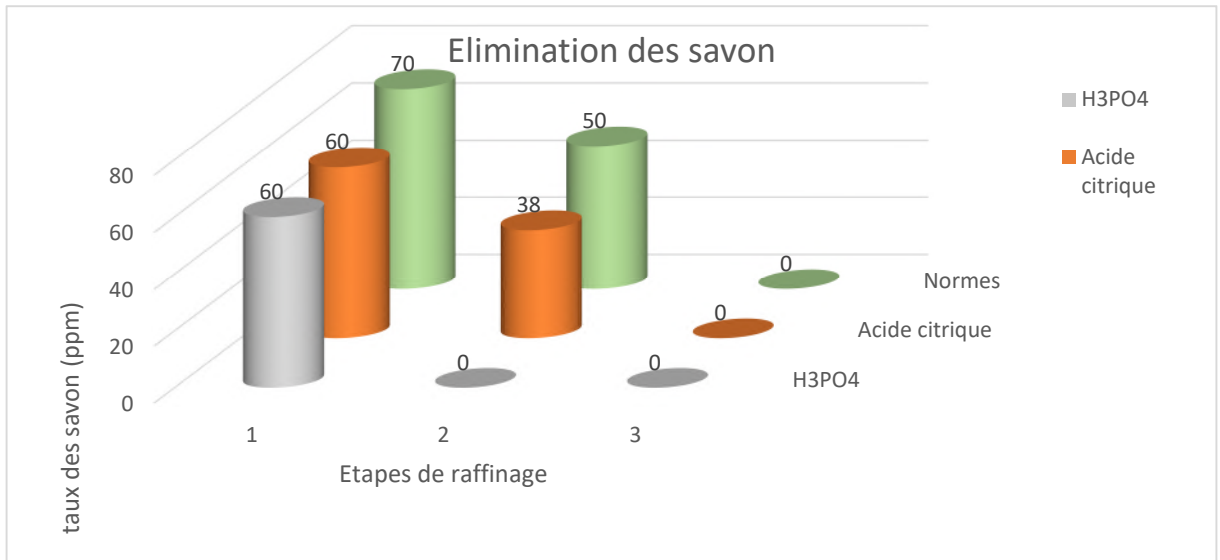
L'analyse des traces de savon à différents stades de raffinage chimique du l'huile de colza sont regroupés dans tableau III.4.

**Tableau.III.4** : Résultats de l'analyse de trace de savon en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

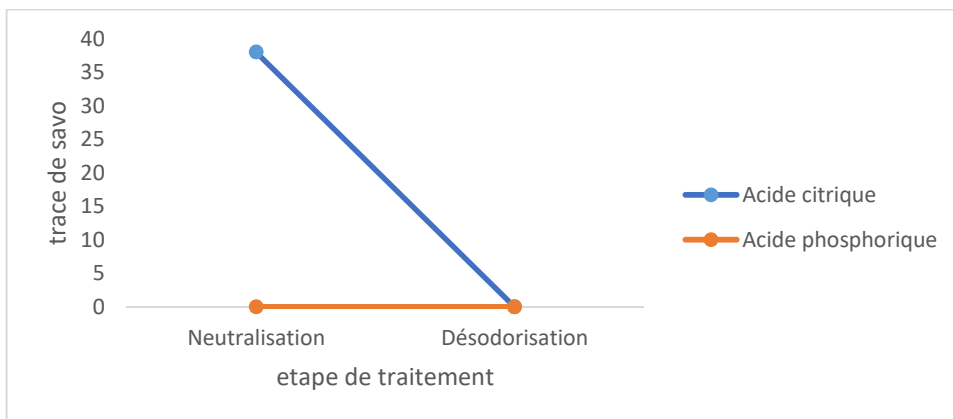
	Étapes	Neutralisation	Décoloration	Désodorisation
	Paramètres			
Acide citrique	Trace de savon (ppm)	38	00	00
	Normes (ppm)	70max	00	00
Acide phosphorique	Trace de savon(ppm)	50	00	00
	Normes(ppm)	70max	00	00

D'après les résultats de tableau, on constat :

Que les trace de savon de l'huile de colza a l'étape de neutralisation en présence des deux intrants acide citrique et acide phosphorique est conforme à la norme de l'entreprise, en suite a l'étape de décoloration et décoloration les trace de savon sont nulle pour les deux acides



**Figure III.3 :** Evolution des traces de savon au cours des étapes du traitement chimique de l’huile de colza avec l’acide citrique et l’acide phosphorique.



**Figure III.4 :** Courbes de la variation de trace de savon en fonction des dosages d’acide citrique et acide phosphorique.

D’après le graphe on confirme la diminution des traces de savon dans le cas de l’acide citrique par contre dans le cas d’acide phosphorique elles sont nulle(0ppm), cela

explique l'efficacité de l'acide phosphorique est bon, cela améliore l'étape suivants de raffinage décoloration évité le colmatage des filtres, et la désactivation de la terre décolorante. Cela aussi du a la quantité NaOH utilisée dans l'huile.

### III.3.3. Analyse de la couleur suivant les étapes de traitement

Les résultats de l'huile durant la décoloration et la désodorisation sont illustre dans le tableau 5.

**Tableau.III.5** : Résultats de l'analyse de trace de la couleur en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

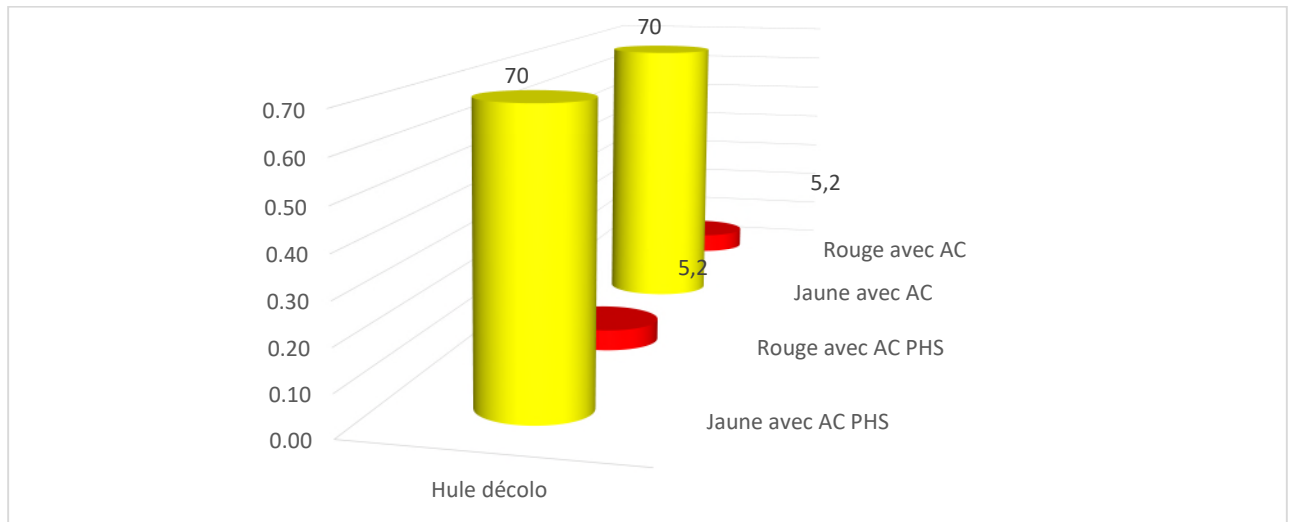
	Etapes	décoloration	Désodorisation
	Paramètres		
Acide citrique	Couleur	J=70 R=5,2	J=11 R=1,2
	Normes	Sans norme	J=12 R=1.2
Acide phosphorique	Couleur	J=70 R=5,2	J=11 R=1,1
	Normes	Sans norme	J=12 R=1.2

- L'huile brute de colza sa couleur à élever, ce qui explique le taux des pigments colorés est élevé.

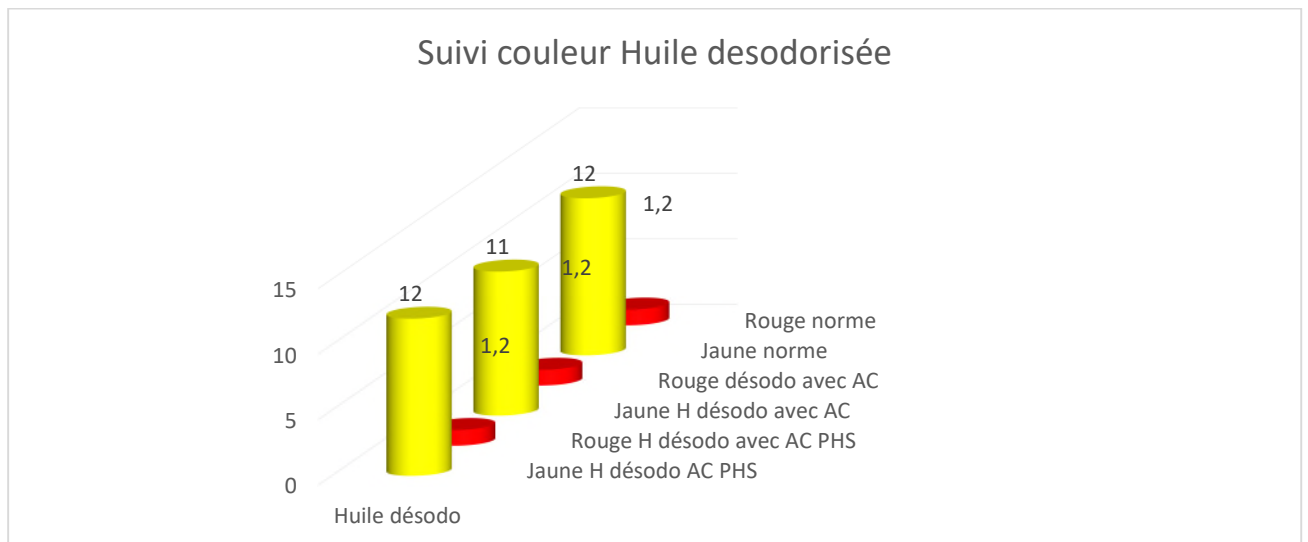
- Le tableau mis en évidence amenée décroissant de la couleur de l'huile de colza en présence des deux acides (citrique et phosphorique) au cours des étapes de raffinage suite à l'effet de blanchissante de la neutralisation qui élimine les matières oxydatives et l'action de terre décolorante qui adsorbe les pigments colorés.

- La couleur continue à décroître durant l'opération de la désodorisation jusqu'à une valeur minimale qui proche aux normes de l'entreprise, cette baisse de la couleur est important résulte de la décomposition des pigments colorés sous l'effet de la température élevé qui

aspire les AGL, les cétones, les aldéhydes par le vide de la colonne de désodorisation puis condensé.



**Figure III.5 :** Evolution de la couleur rouge et jaune de l’huile décoloire avec acide citrique et acide phosphorique



**Figure III.6:** Evolution de couleur jaune et rouge de l’huile désodorisé (colza) en fonction acide citrique et acide phosphorique.

### III.3.4.Analyse de la chlorophylle suivant les étapes de traitement

Les résultats obtenus du taux de la chlorophylle de l'huile brute et l'huile traitée (sécher, décolorée, désodorisée) sont exploités dans tableau 6.

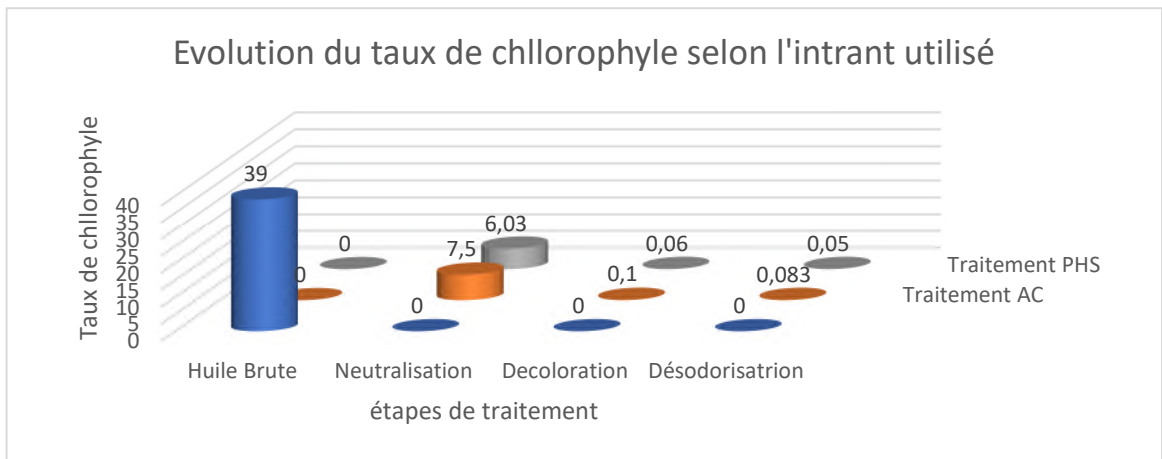
**Tableau III.6** : Résultats de l'analyse de trace de savon en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

	Etape	L'huile brut	Neutralise	Décolore	Désodorise
	Paramètres				
Acide citrique	Taux(ppm)	39	7,5	0,1	0,083
	Normes(ppm)	50Max	10Max	0.5Max	00
Acide phosphorique	Taux(ppm)	39	6,03	0,06	0,05
	Normes(ppm)	50Max	10Max	0.5Max	00

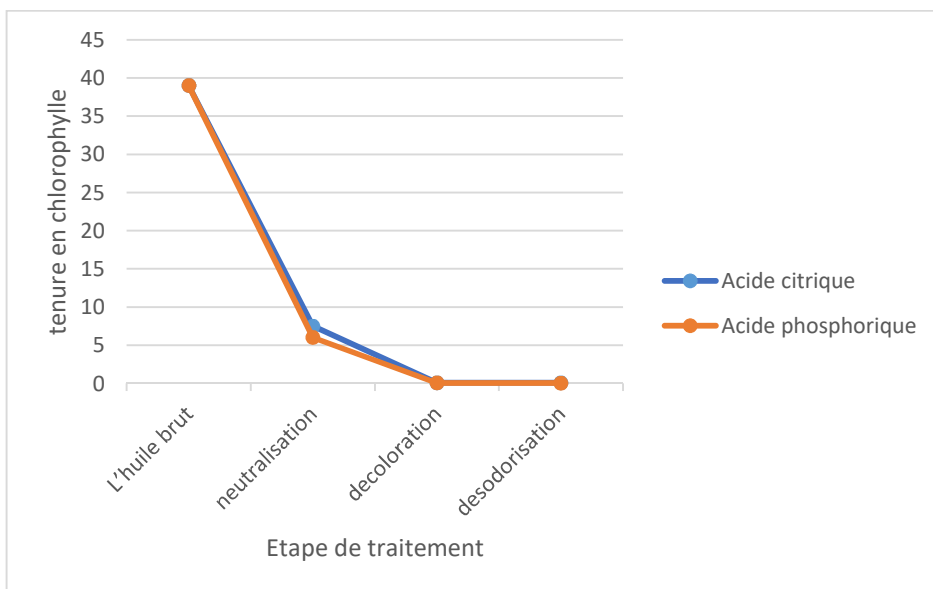
La teneur en chlorophylle de l'huile de colza(brut) est très élevée, ce qui est à l'origine de sa couleur verdâtre qui penche vers un noirâtre.

Selon le tableau, il ressort que l'huile brut subit une grande élimination du taux de chlorophylle [39 à 7,5ppm] ce qui est expliqué par la décoloration chimique des pigments colorés (chlorophylle). Cependant, l'élimination de la chlorophylle se fait au niveau de la section décoloration en utilisant une terre activée (phénomène d'adsorption).

On remarque que le taux de chlorophylle est plus bas en utilisant l'acide phosphorique que l'acide citrique ce qui explique une efficacité de la décoloration chimique au niveau de la section neutralisation en utilisant l'acide phosphorique.



**Figure III.7 :** Evolution de la chlorophylle au cours des étapes du traitement chimique de l'huile de colza avec l'acide citrique et l'acide phosphorique.



**Figure III.8 :** Courbes de la variation de la chlorophylle en fonction des dosages d'acide citrique et acide phosphorique.

La figure III.7 confirme que la teneur de chlorophylle de l'huile de colza elle diminue en présence des deux acides, jusqu'à l'étape de décoloration et désodorisation où la teneur de chlorophylle sera presque nulle, à l'étape de désodorisation on a vu l'élimination totale de la chlorophylle car au niveau de cette étape grâce à l'utilisation d'une haute température et un système de sous vide.

### III.3.5. Analyse des phosphores suivant les étapes de traitement

L'analyse du taux du phosphore à différentes étapes du raffinage chimique sont rassemblés dans le tableau

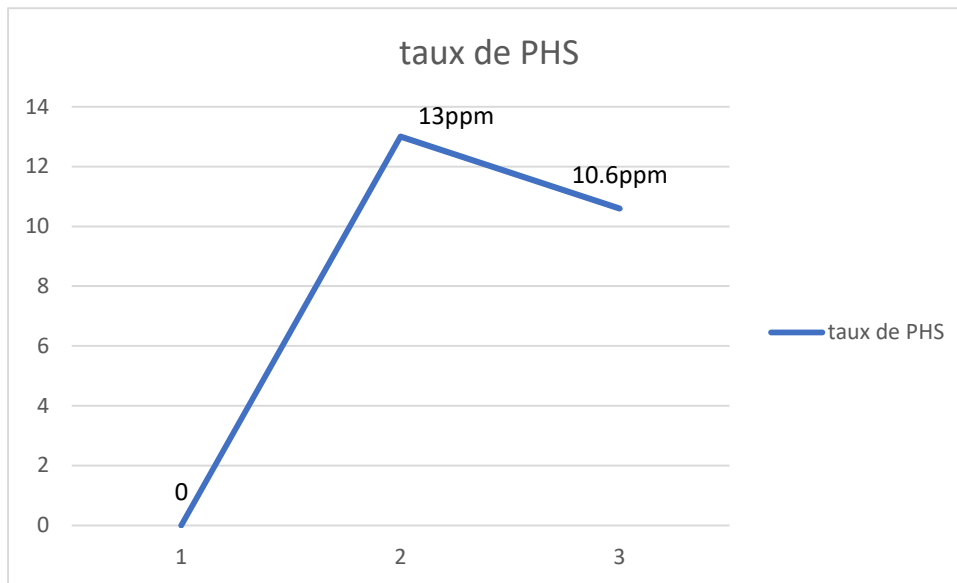
**Tableau.III.7** : Résultats de l'analyse des phosphores en fonction des étapes en utilisant les deux intrants, acide citrique et acide phosphorique.

	Etapes Paramètre	L'huile brute	Neutralisation
Acide citrique	Taux phosphore(ppm)	192	13
	Normes(ppm)	250	70
Acide phosphorique	Taux phosphore(ppm)	192	10.6
	Normes(ppm)	250	85

D'après le tableau président, on constate :

- L'élimination des phosphores durant le dégommage chimique a chaud de l'huile de colza dans le cas d'acide citrique et l'acide phosphorique.
- L'huile brut (colza) est de 192ppm le résultat est conforme à la norme exigée au niveau de l'entreprise Cevital avec la valeur de 250ppm.
- A l'étape de neutralisation on remarque la diminution des phosphores en présence d'acide citrique est de 13 ppm est mieux qu'acide citrique.





**Figure III.9:** Courbes de la variation de taux de phosphore en fonction des dosages d'acide citrique et acide phosphorique.

D'après la figure III.8 on confirme la teneur des phosphores diminue dans le cas d'acide citrique et l'acide phosphorique au niveau de l'étape de neutralisation, cette diminution lie à l'ajoute de l'acide, ceci explique que l'acide phosphorique réagit facilement sur les phospholipides non hydratables(liposoluble) liée à l'huile. L'efficacité de l'acide phosphorique est mieux que l'acide citrique malgré que le dosage de l'acide citrique est supérieure a celle de  $H_3PO_4$ .

### **CONCLUSION GENERALE :**

Après les essais effectués sur le traitement raffinage du colza avec acide phosphorique et acide citrique on peut conclure que le traitement avec acide citrique ( $H_3PO_4$ ) est plus efficace qu'avec l'acide citrique ( $C_6H_8O_7$ ) à différentes étapes. Les résultats d'analyse qualitatifs confirment l'efficacité de l'acide phosphorique.

Par ailleurs, l'utilisation de l'acide citrique montre des résultats conforme aux normes exigées, la différence entre les deux intrants réside dans la quantité d'acide à rajouter pour le dégommeage. la quantité d'acide citrique est 5 fois plus élevée que celle de l'acide phosphorique.

Donc le choix reviendra au responsable de l'unité raffinage de l'huile qui ont plus de données sur le plan économique (cout d'Acha)

## Références bibliographiques

[1](Cuvelier ME, Maillard MN.2012). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage.19(2) :125-132.

[2](Schmidt S.,Pokornny J.,(2005).Potential application of oilseeds as sources of antioxi-dants for food lipids-a review . Journal of Food Science, 23, 93-102.

[3](Li,J.,Liu,J.,Sun,X.,&Liu,Y.(2018).The mathematical prediction model for the oxidative stability of vegetal oils by the main fatty acids composition and thermos gravimetric analysis.LWT,96,51-57.

[4](Pages.,2010).Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants Oléagineux Corps gras Lipide,17 :86-99.

[5] « Algérie : Malik Rebrab propulsé à la tête de Cevital - jeune Afrique » [archive], sur jeune Afrique.com,12 mai 2019

[6] «300 millions d’investissement en projet sur un site vacant de PSA » [archive], sur libération, 7 novembre 2018

[7] « Chiffres clés » [archive], sur Cevital. Com

[8] Projets de Cevital en Italie : La BA autorise le transfert de capitaux [archive], El Watan, 27 janvier 2015

[9] Cevital : Inauguration de la deuxième ligne de production de verre plat » [archive], sur [www.lequotidien-oran.com](http://www.lequotidien-oran.com)

[10] « Oxxo passe dans le giron de l’Algérien Cevital » [archive], sur Usine nouvelle (consulté le 3 juin 2013)

[11] « Le spécialiste de l’électroménager FagorBrandt sauvé » [archive], sur Le Figaro, 15 avril 2014

[12] « Plus petit, Brandt réussit le pari de la relance » [archive], sur leschos.fr, 8 février 2016 (consulté le 19 juillet 2017)

[13] « Le Journal Liberté Algérie met la clé sous la porte », sur [observalgerie.com](http://observalgerie.com), 31 mars 2022 (consulté le 31 mars 2022)

[14] ( **Gournay., 2006**) Transformation par voie thermique de triglycérides et d'acide gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidique. Thèse doctorat. Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy France.

[15] (**Pigés X, Morion.,2012**) Huile et corps végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel, ITERG, France.

[16] (**FRACOIS., 1974**) Les industrie des corps gras biochimie extraction, raffinage, nuisance, règlementation. Paris,Lavoisier.p :36-53.ISBN :2-880-20-007-5

[17]( **Wierling.,1999**). Aliment et Boisson, filière et produit,Doin.

[18]( **frénot M.et vierling E.,2001**) les lipides, les vitamines en biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant.2éd :Doin.pp :83-190.

[19](**Werner J.B, et al.,2010**) Science et technologie des aliments principes de chimies des constituants et de technologie des procédés : Ed. Presse polytechnique et universitaires romands.

[20] « Phospholipid [archive] », IUPAC,compendium of chemical Terminology [“Gold Book”],oxford, Blackwell Scientific Publication,1997,Version corrigée en ligne (2019),2 éd.(ISBN 0-9678550-9-8).

[21] <http://Fr.Wikipedia.org/W/index.php?title=Insaponifiable&oldid=192431030>.

[18] (FRENOT et VIERLING, 2001).Les lipides, les vitamines in biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant 2 éd :Doin.pp :83-190.

[22] (**I. Farida ;M.Dalilia**). EVOLUTION DE LA FRACTION SAPONIFIABLE ET INSAPONIFIABLE D'UNE

« AFIA » AU COURS DES FRITURES RÉPÉTÉES, Mémoire de Master de tizi Ouzou, Alger 2016.

[23] (**k. Bourchouche et A. Doudel ;2017**). Caractérisation physicochimique des huiles végétale alimentaire Mémoire de master université de Bejaia.

- [24] (**BACCOURI ET al, .2008**). Influence of fruit ripening and corps gras yield on chemical properties of Virgin olive oils from seven selected oleacters (*Olea europea* I). *J. Agro.*6(3). P :388-396.
- [25] Huile de soja. In « Méthodes de traitement et utilisation actuelles. « American Soybean Association, pp :1-21.
- [36] (**Alton J,1992**). Les industries des corps gras.
- [27] (**Denise J,1992**). Raffinage des corps gras. In : « Manuel des corps gras. Tome 2, éd : Tec et Doc –Lavoisier, paris, pp :78.
- [28] (**Linnder et Lorient,1994**). Huile et graisses végétales. In : « Biochimie agro-industrie ». Ed : Masson. Paris. Milan. Barcelone, pp :287-338.ISBN :2-225-84307-4.
- [18] (**Frénot M.et Vierling E.2001**).les lipides, les vitamines in biochimie des aliments diététiques du sujet bien portant.2 éd : Dion. pp :83-190.
- [30] (**Laisney J.1992**). Obtention des corps gras. In Manuel des corps gras. Volume1.Ed. Tec et doc. Lavoisier. Pp :695-768.
- [31]( **Fränkel.,1998**). Problèmes de stabilités des produits alimentaires lés à la présence des lipides. In : lipides et corps gras alimentaires. Edition : tec et Doc, Lavoisier, Paris, PP :51.
- [33] (**Masson.,2002**). Biochimie : les bases biochimiques de la diététique. Edition : Tech et Doc, Lavoisier, Paris pp :81-83.
- [34] (**Pagés .,2008**). Technologies des corps gras (huiles et graisse végétales) Paris : institut national de la recherche agronomique.
- [35] (**François Mendy.,2016**). Un regard passionné sur les lipides et les matières grasses EDP Sciences.
- [36] (**Shahidi et al., 2005**). Lipide oxydation : mea surement méthodes. *Bailey's Industrial Oil and Fat Product*, p.357-386.
- [1] (**Cuvelier et Maillard.,2012**). Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage.19(2) :125-132.

- [37] (**Choe et Min., 2006**). <<Mécanisme and Factor for Edible Oil Oxidation>>. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety 5 (4):196-86.
- [38] (**Marie-Elisabeth Cuvelier et Marie-Noëlle Maillard.,2012**). Etude de l'effet de la température sur les huiles alimentaires en Mauritanie : dosage des indices de peroxyde Rev. Ivior. Sci. Technol., 19 :6-33.
- [39] (**Proléa Amsol, Juillet2001**). Transformation et aspects industriel. Technique de l'ingénieur. F6030.pp :1-12.
- [40] (**Dewulf et al.,2005**). Exergy-based efficiency and renewability assessment of biofuel production. Environ.Sci. Technol.,2005,39(10),3878-3882.
- [41] <https://www.cnrs.fr/cnrs-images/chimieulycee/AUTRES/lexique/lexique.htm>
- [42] <https://www.encyclopedie.fr/local/587>
- [43] <http://www.omg.gouv.qc.ca/glossaire.html>
- [44](**K. Bourachouche et A. Boiudel**). Caractérisation physico-chimique des huiles vigilâtes alimentaires. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2017
- [45] (**Morio., Pigés X.,2002**). Industries des corps gras. In Multon J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans l'industrie agroalimentaire. Ed. Technique et documentation, Paris.chapitr27a
- [47] <http://www.agroindustriel.com/unite-de-huile-et-huilerie/unite-de-raffinage-de-h/>
- [48] <http://www.nemrodw.com/mre.php>
- [49] (**C. Aissani et H. Ait Annane**). Evaluation de pertes en huile de soja a la neutralisation au cours du raffinage chimique. Mémoire de master université de Bejaia, Algérie 2013
- [50] (**Morin et pages 2002 ; Ciofaloet al. ;2006**). Industrie des corps gras. In J.L. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires Ed.3 technique et documentation, paris, chapitre 27.627-637.
- [51]( **Faure N., 1988**).l'industrie des corps in Scriban R. Les industries agricoles et alimentaires Technique et documentation Lavoisier, paris. Chapitre 10 :263-285p.
- [27] (**Denise J.,1992**). Raffinage des corps gras. In :(Manuel des corps gras), paris. ISBN : - 85206-662-9. P.789-88.

- [52] (Anonyme., 2010). Manuel d'entreprise (cevital).
- [53](Allain et all.,1999, Evon,2008). Ecole Nationale Supérieure de chimie de Rennes(ENSCR).1-32.
- [54] AOCS-Methods Cc 13d-55. Official and Tentative Methods
- [55] G. ARDITTI, « technologie chimique industrielle II : les transferts de matière sans intervention de la chaleur-les modes de transmission de la chaleur », Eyrolles, Paris, p164(1968).
- [52] (Anonyme., 2010). Manuel d'entreprise (Cévital)
- [56] (Tirtiaux A. et Gibon V., 1997). Raffinage. La désodorisation. In : « Oléagineux, Corps gras, Lipides ». (OCL), Vol.5.pp:371-377
- [57] (Uccianie.,1996). Corps gras. Encyclopédie universalis,6 :618-623p
- [58] (Badawy I., AttaB.and Ahmed w., 1994). Biochemical and toxicological studies on the effect of high and low erucie acid repeseed oil on rats, Nahrung38pp.402-411
- [59] (Patrick J.et Lafon D.,(1998). Biologie des plantes cultivés Tome 2. Physiologie de développement génétique et amélioration 2eme Edition. Technique et documentation Lavoisier pp113-139
- [60] <https://www.golden-trade.com>, service
- [61] <https://www.Semencesdeframe.com>
- [62] Acide citrique [archive], fiche(s) de sécurité du programme international sur la Sécurité des Substances chimiques [archive],consultée (s) le 9 mai 2009
- [63] (en) Gary Blair et Philip Staal,Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology, vol.6, John Wiley & Sons.,1991.,25 Volumes
- [64] (En) Robert Goldberg, Nand Kishore et Rebecca M. Lennen, “Thermodynamic quantities for the lionization Reactions of Buffers”, Journal of Physical and Chemical Reference Data, vola. 31,n°2, juin 2002, p. 231-370 (DOI 10. 1063/1.1416902, Bibcode 2002JPCRD..31..231G,lire en ligne [archive]
- [65] « Le retour du « tract de Villejuif » sur le web »[archive], sur INC 60 millions de consommateurs, 25 février 2011

[66] (en) Marin Berovic et Matic Legisa, « Citric acid production », *Biotechnology Annual Review*, vol. 13, 2007, p. 303-343(PMID 17875481, DOI 10. 1016/S1387-2656(07)13011-8, lire en ligne Références acide phosphorique

[67] N.N. Greenwood, *Chemistry of the elements*, Oxford Boston, Butterworth-Heinemann, 1997 (ISBN 0-7506-3365-4, OCLC 37499934),p. 518

[68] “Phosphoric Acid” [archive], sur Hazardous Substances Data Bank (consultee le 27 November 2009).

**ISO 660, 1996.** Corps gras d’origines animale et végétale. Détermination de l’acidité. 2ème édition

**ISO10540-1, 2003.** Corps gras d’origine animale et végétale. Détermination de la teneur en phosphore.

**ISO 15305,1998.** Corps gras d’origine animale et végétale. Détermination de la couleur. 1ère édition.