- 1. page de garde.docx
- 2. Remerciemen1.docx
- 3. DEDIC.docx
- 3.ded 2.docx
- 4. résumé.docx
- 4;5.la liste des abriviation.docx
- 5. Figure I.docx
- 6.Tableau 1.docx
- 7.Sommaire.docx
- 8.introduction generale.docx
- 9.chap1.docx
- 10. Chap2.docx
- 11.chap3.docx
- 12.chap4.docx
- 13.resulta et discussons.docx
- 14.conclusion general.docx
- 15.Référece fl.docx
- 16.annexe.docx
- pages .séparation.docx



République Algérienne Démocratique et Populaire وزارة التعليم العاليو البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الجيلاليبو نعامة خميسمليانة

Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Technologie



Mémoire de fin d'étude

En vue de l'obtention d'un Diplôme de Master en Génie des Procédés

Spécialité : Génie Pharmaceutique

**Thème** 

L'influence de séchage sur la valeur nutritionnelle des grains de lin(*Linum usitatissimum*).

Présenté par : Devant le jury composé de :

1 0 0 1

- M<sup>lle</sup> BENRABAH Hafidha Ranim

-Mr HAMIDI. M

Présidente

- M<sup>lle</sup> SAID Nassima

-M<sup>me</sup> ALICHE.Z

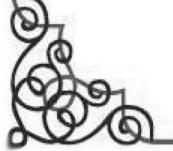
Examinatrice

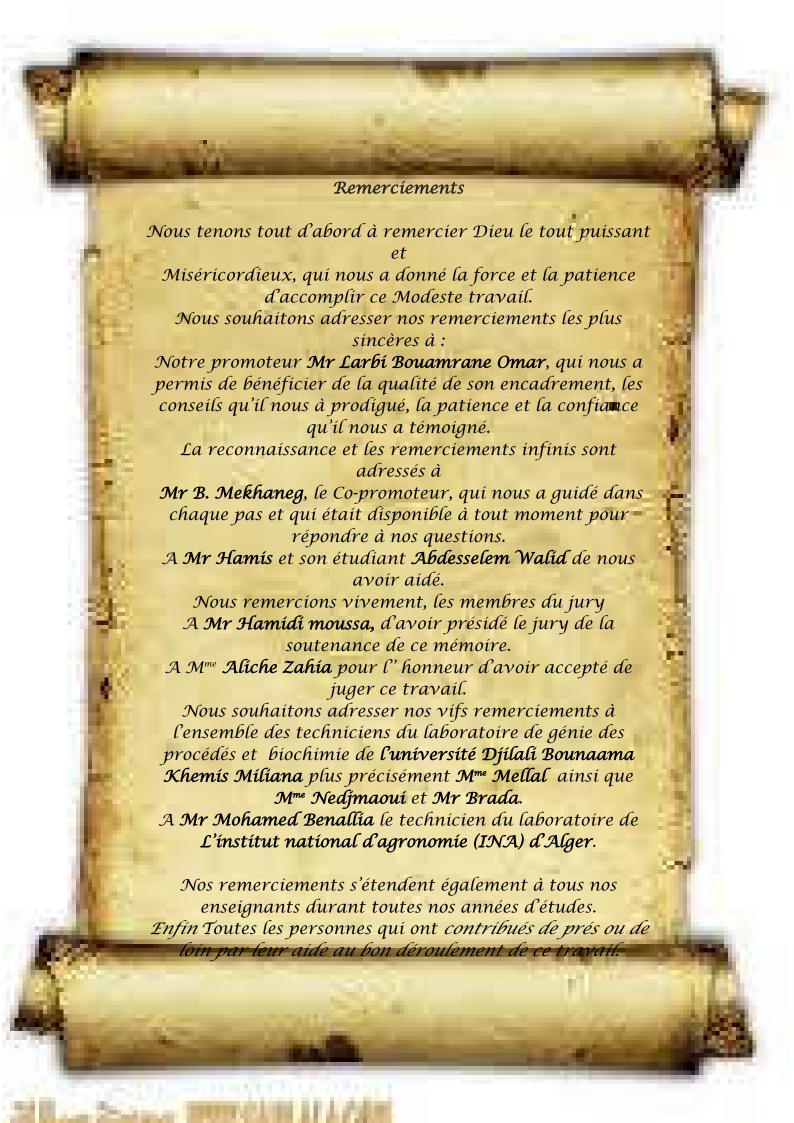
-Mr LARBI BOUAMRAANE.O Encadreur

-Mr MEKHANEG.B

Co-Encadreur

Année Universitaire: 2018/2019





#### Dédicaces

Tout d'abord, je tiens à remercier Dieu le clément et miséricordieux de m'avoir donné la force et le courage de mener à bien ce travail.

Je dédie ce travail, avec une énorme joie et infini plaisir aux deux merveilleuses personnes qui m'ont aidé et guidé vers la voie de réussite mes chers parents.

A la mémoire de ma chère mère que Dieu le tout puissant y son âme et l'accueille dans son vaste paradis.

Mon père quí a tout sacrífié pour nous, quí a semé la lumière dans mes nuits et a tissé au bout de sa douceur la toile de mon espérance.

A mes chers frères: Mohamed, Amíne, Ríadh, Walid et M'hamed.

Mes chères sœurs : Fella, Khadidja.

A mes chères neveux: Síradí et Latífa

A ma chère Grand-Mère et toute ma famílle.

A ma chère Meríem, Chahrazade, Mouna et mes belles sœurs.

Je tíens à exprímer ma très grande gratitude a mon promoteur Mr Larbí Bouamrane Omar pour son aide, ses orientations judicieuses et sa disponibilité.

Sans oublier de remercier l'ensemble de mes enseignants qui ont contribué a ma formation.

A mes tres chères amíes : Houda, Meríem, Síhem, Radhía, Habíba, Bouchra, Imen, Sarah et Wassíla.

A ma bínette quí a galéré avec moi Nassíma.

Aux étudiants de génie pharmaceutique promo 2019.

Et tout Ceux que jaime et surtout qui'm'aiment.

Que dieu vous garde.

RANIM



Je dédie ce modeste travail qui le fruit de mes efforts.

A ma très chère mère Khadíja, pour son amour, ses sacrifices et ses encouragements durant toutes les années d'études.

A mon cher père Ahmed pour ses sacrífices et ses encouragements.

A ma grande mère et père.

A mes chères sœurs : Leila et kawther.

A mes chères frères : El Hassen. Elhoussine, Mohamed, Sadik et ma bon frère Toufik .

A mes chères cousines : Fatima, Marwa, aicha, Zahra, Sara, Hadjira et Safia.

A mes chères tantes : Ghanía, Charífa etZoubída.

A ma chère oncle : Mohamed et Abderrezak.

A les chouchous de la famílle : Amel, María, soudjoud, Abdellmalek, Rawaa, Asma, Nesma et Rahma.

A toutes la famille Saïd.

A ma très chère tante : Fatíma "Rabí Yerhamha"

A mes chères amíes, Bouchra, chahra, Sara, Ilhame,Nacíra, Wassíla,

Salima, Hanane, Amel, Meriem, Imen, Houda et Aicha.

A mon binôme Ranim avec qui'j'ais partagé les bons et les dursmoments.

Toute personne ayant contribué à l'élaboration de ce travail, par un

conseil, ou même un sourire

Tous les étudiants de ma promotion 2018/2019 chacun par son nom.

NASSIMA

#### الملخص

من خلال هذه الدراسة، ومع التركيز بشكل أساسي على تأثير طرق التجفيف على القيمة الغذائية لبذور الكتان، يتم استخدام طريقتين للتجفيف، القاعدة المميعة حيث يتم تطبيق ثلاث درجات حرارة 45 درجة مئوية، 55 درجة مئوية و 65 درجة مئوية، والتجفيف الميكروويف حيث جرعات الطاقة المستخدمة هي W100، W100 كلا طرق التجفيف المستخدمة، كانت مستويات الرطوبة التي تم الحصول عليها قريبة جداً. حيث تم تسجيل 8.87 ٪ عند 65 درجة مئوية، و 9 ٪ في جرعة الطاقة W300.

البحث عن محتوى الزيت الذي تم الحصول عليه من البذور المجففة المستخرجة من طريقتي التجفيف يعطي ثلاثة أحماض دهنية رئيسية تم الحصول عليهاهي حمض اللينولينيك وحمض اللينوليبك وحمض الأوليك. معدلات هذه الزيوت التي تم الحصول عليها تعادل على التوالي 52 % و15.12 %و20.96 % لحالة تجفيفالسرير المميعة و54 %، 15.59 % و20.99 % لحالة الميكروويف. هذا يدل على أن طريقة التجفيف لم يكن لها تأثير على طبيعة الزيوت أو على محتوياتها. ولكن فإن طريقة التجفيف بالميكروويف بالعكس كان لها تأثير على محتوى البروتين. وهذا عندما تكون درجة حرارة التجفيف المطبقة أعلى من 45 درجة مئوية، أو عندما تتجاوز الطاقة جرعة 00 W100 فقد لوحظ بعض التدهور. وتقييمه كان على التوالي8.23 % و 17.66 ٪ في الظروف التي تم تطبيقها.

الكلمات المفتاحية: بذور الكتان، السرير المميعة، تجفيف الميكروويف، القيمة الغذائية، الأحماض الدهنية.

#### Résumé

A travers cette présente étude, axée essentiellement sur l'influence des modes de séchage sur la valeur nutritionnelle des graines de lin, deux modes de séchage sont employés, le lit fluidisé où trois températures sont appliquées 45°C, 55°C et 65°C, et le séchage par micro-ondes où les doses de puissances utilisées sont de 100W, 180W et 300W.Pour les deux modes de séchage utilisés, les taux d'humidité obtenus très proches. En effet, on a enregistré8.87% à la température 65°C, et 9% à la dose de puissance de 300W.

La recherche de la teneur en huiles extraites des graines séchées par les deux modes a permis de trouver trois acides gras principaux. Il s'agit de l'acide linolénique, de l'acide linoléique et de l'acide oléique. Les taux relatifs à ces huiles obtenus sont respectivement équivalents à 52%, 15,12% et 20,96% pour le cas de lit fluidisé et à 54%, de 15,59% et 20,99 %pour le cas des micro-ondes. Ce qui montre que le mode de séchage n'avait pas d'influence ni sur la nature des huiles ni sur leurs teneurs. Cependant, le mode de séchage au contraire, avait une incidence µconséquente sur la teneur en protéines. En effet, lorsque la température de séchage appliquée est au-delà de 45°C, ou lorsque la puissance dépasse la dose des 100W,une certaine dégradation a été relevée et évaluée respectivement à 8,23% et de 17,66% dans les conditions considérées.

Les mots clés : graine de lin, lit fluidisé, séchage par micro-ondes, valeur nutritionnelle, acides gras.

#### **Abstract**

Through this study, focusing mainly on the influence of drying methods on the nutritional value of flax seeds, two drying methods are used, the fluidized bed where three temperatures are applied 45°C, 55°C and 65°C. And microwave drying where the power doses used are 100W, 180W and 300W. For both drying methods used, the moisture levels obtained were very close levels. Indeed, 8.87% was recorded at 65°C, and 9% at the 300W power dose.

The search for the oil content extracted from the dried seeds by the two modes made it possible to find three main fatty acids .These are linolenic acid, linoleic acid and oleic acid. The rates foe these oils obtained are respectively equivalent to 52%, 15.12% and 20.96% for the case of bed fluidized and 54%, 15.59% and 20.99% for the case of microwaves. This shows that the drying method had not an influence on the nature of the oils or on their contents. However, the drying method on the contrary, had a consequent impact on the protein content. In fact, when the applied drying temperature is above 45°C, or when the power exceeds the 100W dose, some degradation has been noted and evaluated respectively at 8.23% and 17.6% in the conditions considered.

**Key words:** flax seeds, fluidized bed, microwave drying, nutritional value, fatty acids.

#### Liste des abréviations

BSA: Sérume albumine bovine

CPG: chromate-graphie en phase gazeuse

CCL: commission du codex alimentarius

C : concentration

h: heure

H: humidité

IA: indice d'acide

IE: indice d'ester

INA: L'institut national d'agronomie

IS : indice de saponification

g : gramme

μl: microgramme

Mhz: milli-hertz

mg: milligramme

min: minute

P: puissance

R : l'humidité relative

W: watt

ω3 : acide gras (linolénique)

#### Liste des figures

Figure I-1: Fresques égyptiennes
<b>Figure I-2</b> : Planche botanique de <i>Linum usitatissimum</i>
Figure I.3 : Fleur bleue de <i>Linum usitatissimum</i>
Figure I .4: Fruit et graines de lin
Figure I .5: Culture du lin en champs (photo 1) et évolution du plant de lin
en serre (photo2)6
<b>Figure I.6 :</b> Diagramme de l'utilisation du lin
Figure II.1: Structure des oléosomes 12
Figure III.1:Onde électromagnétique : oscillation couplée du champ électrique et du
Champ magnétique
Figure III.2: Mouvement d'un dipôle dans un champ électrique
Figure III.3: schéma d'un séchoir à lit fluidisé
Figure IV.1 : protocole expérimental
Figure IV.2 : graines de lin
Figure IV.3: l'étuve
Figure IV.4: le lit fluidisé
Figure IV.5: le micro-ondes
Figure IV.6: appareil de soxhlet
Figure IV.7: Rotavapeur. 28
Figure IV.8: d'huile extraite.
Figure IV.9: Réfractomètre électronique
Figure IV.10: pH mètre
Figure IV.11: détermination d'Indice d'acide

#### Liste des figures

Figure IV.12 : détermination de l'Indice d'ester	.33
Figure IV.13:titrage par HCl	.33
Figure IV.14: dosage des protéines.	.37
Figure IV.15: spectrophotométrie UV-Visible.	.37
Figure. V.1: Teneur en eau des graines de lin après séchage par lit fluidisé	40
Figure. V.2: Teneur en eau des graines de lin après séchage par micro-ondes	41
Figure. V.3: Rendement en huile pour le cas de séchage par lit fluidisé	41
Figure. V.4: Rendement en huile pour le cas de séchage par micro-ondes	42
Figure V.5 : test de germination des graines de lin séchées par le lit fluidisé	44
Figure V.6 : test de germination des grains de lin séchées par le micro-ondes	45
Figure. V.7 : variation de taux d'acide gras en fonction de la appliquée température	47
Figure. V.7 : variation de taux d'acide gras en fonction de la puissance appliquée	48
Figure. V.9: teneur d'acides linolénique obtenu par les deux modes de séchage	48

#### Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Classification du lin.    4
Tableau II.1 : Composition en acides gras de l'huile de lin.   10
Tableau II.2: Répartition en acides gras de différents types de lins.    11
<b>Tableau VI.1:</b> Les conditions chromatographiques.    35
<b>Tableau IV.2:</b> La composition des solutions utilisées pour le dosage des protéines totale36
<b>Tableau IV.3 :</b> Les essais réalisés pour le dosage des protéines.    36
<b>Tableau. V.1 :</b> Le taux d'humidité des graines de lin sécher par lit fluidisé
<b>Tableau .V. 2 :</b> Le taux d'humidité des graines de lin séchées par micro-onde40
Tableau .V.3:Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchées
par lit fluidisé
Tableau.V. 4:Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchées
par micro-onde
<b>Tableau .V. 5 :</b> La composition en acide gras de l'huile de lin (lit fluidisé)46
Tableau. V.6: La composition en acide gras de l'huile de lin (micro-onde)
Tableau. V.7 : taux des protéines des graines de lin séchées par lit fluidisé
<b>Tableau. V.8 :</b> taux des protéines des graines de lin séchées par micro-ondes50

# Remerciements Dédicace

Résumé

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux	Page
Introduction générale	1

### Chapitre I

Description de la plante de lin

I.1. Introduction.	3
I.2. Historique.	3
I.3. Classification.	3
I.4. Description générale du lin.	4
I.5. Le plan morphologique.	5
I.6. Biologie et écologie	6
I.7. La culture du lin.	6
I.8. Variété du lin.	6
I.9. Utilisation de lin.	7
I 10 Conclusion	8

**Chapitre II** 

La valeur nutritionnelle des grains de lin

II.1. Introduction	9
II.2. L'huile de lin	9
II.2.1. Composition et caractéristiques	9
II.2.2. Les oléosomes.	11
II.2.3. Utilisation et bienfait d'huile de lin	12
II.3. Les protéines.	13
II.4. Les acides phénoliques	13
II.5. Les composés cyanogéniques	14
II.6. Conclusion.	14
Chapitre III  Le séchage	
III.1.Introduction	15
III.2.Définition	15
III.3.Les intérêts de séchage	15
III.4.Mécanismes de Séchage	16
III.4.1. Séchage par entraînement	16
III.4.2.Séchage par ébullition.	16
II.4.3.Conduction.	16
III.4.4.Convection.	16
III.5. Mode de transfert de chaleur	17
III 5.1. Séchage par air chaud	17

III.5.2.Rayonnement
III.5.2.1. Micro-onde
III.5.2.1.1.Définition
III.5.2.1.2.Principe
III.5.2.1.3.Interaction ondes-matière
III.5.2.1.4.Relaxation diélectrique 19
III.5.2.1.5.Procédure de mesure de la puissance d'absorption de la microonde20
III.5.2.1.6.Sécurité
III.6.Lit fluidisé
III.6.1. Séchoir à lit fluidisé (Fluidized bed dryer)
III.6.2.Principe
III.6.3. Avantages du séchage en lit fluidisé
III.6.4. Inconvénients des séchoirs à lit fluidisé
III.7.Conclusion.
Chapitre IV  Matériels et méthodes
IV.1. Cadre de l'étude
IV.2. Diagramme du Protocole expérimental
IV.3. Matière végétale
IV.3.1. Matière native
IV.3.1.1. L'humidité
➤ Humidité absolue24

#### Table de matière

➤ Humidité relative	24
➤ Mode opératoire	25
IV.3.2. Séchage par le lit fluidisé	25
IV.3.3. Séchage parle micro-ondes	26
IV.4. Extractions de l'huile	26
IV.4.1. Extractions au Soxhlet	26
<ul><li>Appareillage</li><li>Mode opératoire</li></ul>	
IV.4.2. L'élimination du solvant	27
IV.5. Le rendement	28
IV.6.Analyses physico-chimiques	29
IV.6.1.Propriétés physiques	29
IV.6.1.1. Indice de réfraction	29
➤ Définition.	29
➤ Mode opératoire	29
IV.6.2. Analyses chimique	30
IV.6.2.1. pH	30
➤ Mode opératoire	30
IV.6.2.2. L'Indice d'acide	31
Définition	31
> Principe	31
➤ Mode opératoire	31
IV.6.2.3. L'Indice d'ester	32
Définition	32
> Principe	32
➤ Mode opératoire	32.

IV.6.2.4. L'Indice de saponification	33
Définition	33
IV.6.Analyse chromatographique d'huile de lin	
➤ Généralité	34
➤ Mode opératoire	
IV.7.Dosage des protéines	35
IV.7.1. Dosage des protéines par la méthode de Lowry(1977)	35
> Principe	35
➤ Réactifs	36
➤ Mode opératoire	36
IV.7. Test de germination	37
Chapitre V Résultats et discussions	
V.1. Introduction.	39
V.2. Le taux d'humidité des graines.	39
V.2.1-Lit fluidisé	39
V.2.2.Micro-ondes.	40
V.3. L'extraction des huiles	41
V.3.1. Rendement.	41
V.3.2. L'analyse physico-chimiques des huiles de lin	42
V.3.2.1.Séchage par lit fluidisé.	42
➤ L'indice de réfraction	43
<b>▶</b> pH	43

#### Table de matière

➤ Indice d'acide	43
➤ Indice de saponification et d'ester	13
> Test de germination	.43
V.3.2.2. Séchage par micro-ondes	45
L'indice de réfraction	45
<b>▶</b> pH	.45
➤ Indice d'acide	45
➤ Indice de saponification et d'ester	<b>1</b> 5
> Test de germination	15
V.4. L'analyse par CPG des acides gras	6
V.4.1. Séchage par lit fluidisé	<del>1</del> 6
V.4.2. Séchage par micro-ondes	.7
V.5.Dosage des protéines4	.9
V.5.1.Lit fluidisé	19
V.5.2. Micro-ondes.	50
Conclusion générale	52
Références bibliographique	

#### 8 1

Annexe



## Introduction Générale



#### Introduction générale

Le lin appartient à la famille des linacées. Deux types différents sont distingués au sein de cette espèce : le type *vulgare* destiné à l'utilisation des fibres pour le textile et le type *humile* pour l'huilerie [1].

En effet, les variétés destinées à la production de fibres possèdent des tiges longues et peu ramifiées conduisant à une faible production de graines (de mauvaise qualité) tandis que les variétés à huile présentent des tiges courtes et très ramifiées permettant une production de graines plus importante. Les graines de lin sont le fruit de cette plante. Ces graines possèdent de nombreux organes de réserve de manière à pouvoir germer et se développer en l'absence d'appareil végétatif chlorophyllien. C'est une graine exa-lbuminée, c'est-à-dire que ses réserves (lipides et protéines) sont situées dans l'amande, ce qui permet de classer le lin dans la catégorie des oléagineux. Ainsi les graines stockent de l'énergie sous forme de protéines, de polysaccharides et de lipides (huile).Les graines de lin contiennent de 35 à 45% d'huiledont une partie de l'huile se trouve dans la cuticule. Ces huiles appartiennent à la catégorie des huiles insaturées, c'est-à-dire composées en majorité d'acides gras possédant une ou plusieurs doubles liaisons carbone-carbone. La particularité de la graine de lin réside dans sa teneur en huile et dans le profil en acide gras à dominance d'acide alpha-linolénique. La triple instauration de cet acide gras confère à l'huile une grande réactivité vis-à-vis de l'oxygène et donc une forte siccativité. Cette propriété est intéressante pour des applications oléo chimiques. Si les huiles insaturées présentent un intérêt nutritionnel certain, celles-ci sont en revanche très sensibles aux réactions d'oxydation. [2].

Cependant dans le cadre d'une utilisation alimentaire, cette réactivité chimique induit une dégradation organoleptique rapide de l'huile. La conservation des graines à l'état de dormance est permise par la teneur réduite des graines en eau (inférieure à 10%). Il a été établi que la durée de conservation de l'huile de lin doit être inférieure à trois mois [3].

Le meilleur moyen permettant de réduire l'humidité dans les graines est de passer par le processus de séchage. En effet, le séchage comme moyen de conservation de nombreux produits se réalise dans des séchoirs utilisant, la vapeur, l'air-chaud, le rayonnement etc...Ainsi plusieurs modes de séchage sont utilisés industriellement pour conserver les produits. Ces modes dépendent en général de la nature la matière ou du produit à sécher et du taux d'humidité recherché par l'opération de séchage.

Le lit fluidisé, l'un des modes de séchage utilisant de l'air chauffé qui passe à travers le produit sous forme des particules individualisée à la vitesse appropriée pour éliminer l'humidité y présente.

Un autre mode connu sous le nom de séchage par micro-ondes appartient au type de séchage par ébullition et obéit à un transfert de chaleur par rayonnement. Ce rayonnement, issu des ondes électromagnétiques, ayant une fréquence qui se situe entre celle de la lumière infrarouge et celle du visible.

Dans l'objectif de répondre à la problématique de la conservation des graines de lin et leurs compositions, nous avons envisagé de considérer ce travail relatif à l'étude de l'effet de séchage sur la valeur nutritionnelle des grains de lin", en optant pour deux modes de séchage à savoir le lit fluidisé et micro-ondes.

Pour ce faire, cette étude est élaborée sous la forme d'un mémoire composé en deux parties :

Une partie relative à la synthèse bibliographique, subdivisée en trois chapitres. Dans le premier chapitre où on trouve une description de la plante de graine de lin. Dans le deuxième, nous avons revu tout ce qui concerne la valeur nutritionnelle de la graine de cette plante. Enfin un troisième chapitre dont lequel les différents modes du séchage et ces mécanismes sont décrits.

L'autre partie expérimentale subdivisée en deux chapitres. Le premier où le matériel et méthodes sont rassemblés. Dans le deuxième et dernier chapitre nous avons réuni les différents résultats et les discussions y afférentes.

Enfin une conclusion générale résumant les principaux résultats et commentaires de cette modeste étude.





# Chapitre I Description de la plante du lin





#### I.1. Introduction

Le lin est une plante annuelle qui est aujourd'hui cultivée principalement pour ses graines oléagineuses et ses fibre, un peu partout sous les climats tempérés et tropicaux, elle aime les sols sablonneux et argileux, voire limoneux, profond et bien irrigué.

#### I.2. Historique

Le lin, plante de la famille des Linacées, fut l'une des premières plantes cultivées par l'homme. Des traces de son existence datant de - 8000 ans avant J.C. Ont ainsi été découvertes dans des cités lacustres suisses. Néanmoins son origine (probablement des hauts plateaux d'Asie) n'est pas connue. Son utilisation a été étendue par l'Egypte des pharaons où les momies étaient entourées de bandelettes de lin. De plus, des fresques retrouvées dans les pyramides illustrent la culture du lin (**Figure I.1**) [4].



(a)Détail d'un relevé de fresque par Cailliaud.



(b) Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Sennedjem, Derel Medineh, XIXème dynastie.

Figure I-1 : Fresques égyptiennes [4]

#### I.3. Classification

La famille du Linaceae est géographiquement répandue avec environ 300 espèces dans le monde entier.

Cette famille est positionnée dans le royaume des plantes comme suit (Tableau 1):

Tableau I.1: classification du lin [5].

Division	Pteridophyta			
Sous-division	Angiospermae			
Classe	Dicotyledoneae			
Sous-classe	Rosidae			
Ordre	Geraniales			
La famille	Linaceae			
Tribu	Linoideae			
Genre	Linum			
Espèce	usitatissimumL			

#### I.4. Description générale du lin

C'est une plante herbacée annuelle. Dressé, avec un système racinaire peu profond et a besoin d'humidité suffisante pendant la saison de croissance [6].

- Tige: unique se terminant par une inflorescence en forme decyme.
- Hauteur: entre 0,8 et 1,2m.
- Diamètre au collet : de l'ordre de 1 à 2millimètres.
- Feuilles : allongées et sessiles (entre 80 et 100 feuilles par tige).
- Fleurs : 5 pétales.
- Pollinisation: autopollinisation(cléistogamie).
- Durée de floraison : 15 jours (mais seulement quelques heures parfleur).
- Couleur des fleurs : bleues, rouges ou blanches (plus ou moinsrosées).
- Fruit : une capsule contenant 10 graines riches en huile.
- Graines : couleur brune (parfois jaune clair), lisses, plates, petites et légères (4 à 7 grammes pour millegraines).
- Génome : compose de 15 paires de petits chromosomes (2n=30) (Figure I. 2) [7].



**Figure I-2**: Planche botanique de *Linumusitatissimum* (A – vue générale de la plante, 1 – implantation des pétales dans le bouton, 2 – sépale, 3 – pétale, 4 – fleur sans sépales ni pétales, 5 – étamines, 6 – coupe longitudinale de 4, 7 – coupe transversale de l'ovaire, 8 – capsule, 9 – capsule ouverte, 10 - graine, 11 – coupe longitudinale de la graine) [8].

#### I.5. Le plan morphologique

L'inflorescence est en forme de cyme qui porte plusieurs fleurs bleues ou blanches (Figure.3).Lesfleurssontpourlapluparthermaphrodites, la pollinisationdulinparlesinsectes est possible mais rare, le pollen étant collant. Les graines en une longueur de 3 à 6,4 mm (Figure I.4), Le lin possède une courte racine pivotante pourvue de radicelles fibreuses de longueur variable allant jusqu'à 120cm. Les feuilles disposées tout le long de la tige dressée sont simples et sessiles et d'une longueur de 25 mm environ [9].



Figure I.3: Fleur bleue de*Linum* usitatissimum [10].



Figure I .4: Fruit et graines delin [10].

#### I.6. Biologie et écologie

Presquetouteslesespècesde *Linum* sont notées pour leur valeur dans les mélanges pour le contrôle de l'érosion et dans l'embellissement. Une longue pério de defloraison rend la plus esthétiquement attrayant mais augmente également la synchronisation florale potentielle avec le lin cultivé [11].

#### I.7. La culture du lin

Cultivédès les premiers âges de l'humanité, le linaime pour saculture, une terre légère, fraiche. La récolte du lins 'effectue à saparfaite maturité, on l'arrache, on le faits écheren plein air ou à l'abri, on bat les tiges pour en détache les graines. Une soufflée d'air chaud termine le séchage et éliminée les fibres ou le feuille restantes (Figure I.5) [12].



**Figure I .5:** Culture du lin en champs (photo 1) et évolution du plant de lin en serre (photo2) [13].

#### I.8. Variété du lin

Les variétés commerciales de linoléagineux sont différenciées en variétés de printemps et d'hiver, pour une production végétale adaptée aux conditions climatiques, 29 variétés de lin de printemps contre 9 variétés de lin d'hiver sont inscrites au catalogue français de 2012.

Les lignées d'hiver sont issues du croisement de lignées de printemps puis sélectionnéespourleurtoléranceauxbassestempératures. Lelind'hiverestsemées exptembre et le lin de printemps en mars. Le lin d'hiver, présente un rendement en graine plus stable, car lavariétées tplus tolérante aufroide moins sensible aux stressenvironnement aux. [14,15].

#### I.9. Utilisation de lin

Lelinestredécouvertcommedevéritablealimentindispensablepourlasanté.Il mérite d'être classé parmi les aliments bons pour lavée.

Traditionnellement, le lin et son huile sont utilisés pour divers usage incluant l'usage industriel tels que la fabrication de peintures, vernis et linoléum, nutraceutique, pharmaceutique, l'alimentation animale et comme un aliment humain ou un ingrédient alimentairedanslesalimentstransformés [16].

Cetteutilisationestrésumée dans le diagramme de l'utilisation de lin **(Figure. I.6).** 

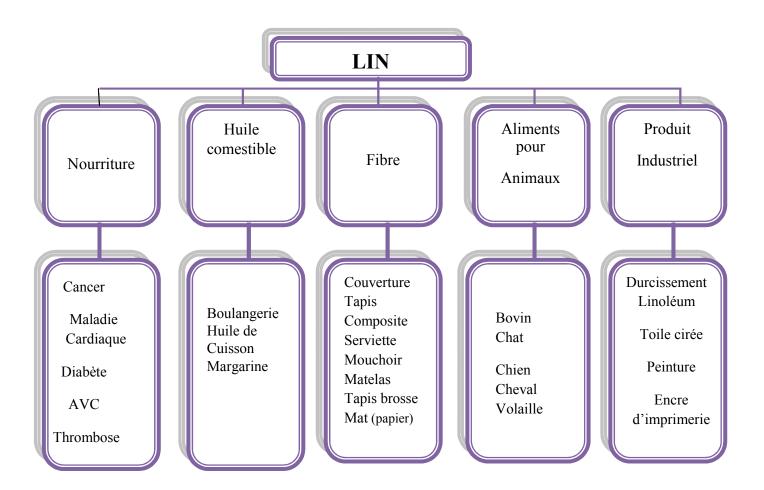


Figure I.6: Diagramme de l'utilisation du lin [16].

#### I.10.Conclusion

Les grains de lin sont les grains de grandes qualités nutritionnelles et qui sont réputées pour leurs bienfaits en termes de santé.





# Chapitre II Valeurs nutritionnelle Des grains de lin





#### II.1. Introduction

Les graines de lin sont le fruit de cette plante et permettent à la plante, d'un point de vue physiologique, d'assurer la pérennité de l'espèce. Ces graines ont de nombreux organes de réserve de manière à pouvoir germer et se développer en l'absence d'appareil végétatif chlorophyllien. Ainsi les graines stockent de l'énergie sous forme de lipides (huile) de protéines et de polysaccharides.

#### II.2. L'huile delin

L'huile de lin ou huile de graines de lin est une huile de couleur jaune d'or, tirée des graines mûres du lin cultivé, pressées à froid et/ou à chaud, parfois elle est extraite par un solvant, en vue de l'usage industriel. L'huile de lin a une texture qui va d'épaisse à liquide, sa teinte est claire [17].

#### II.2.1. Composition et caractéristiques

Les graines de lin contiennent de 35 à 45% d'huile, ce qui permet de classer le lin dans la catégorie des oléagineux, dont une partie se trouve dans les téguments (10%)et au niveau des cotylédons(12%).La majorité des huiles(78%)est localisée au niveau des cellules de l'embryon, accumulée sous forme de triglycérides (TAGs). Les triglycérides sont constitués de trois acides gras estérifiés à un squelette de glycérol. L'huile de lin est composée majoritairement de 5 types d'acides gras (**Tableau II.1**), l'acide palmitique (C16:0)(4 à 6 %), l'acide stéarique (2 à 3 %), l'acide oléique (10 à 22 %), l'acide linoléique (12 à 18 %) et l'acide linolénique(ALA) (50 à 62 %). Il est composé aussi de stérols, hydrocarbures, tocophérols et alcools triterpéniques [18, 19]. La composition chimique de l'huile de lin peut varier selon les lieux de culture et les variétés [20].

**%** Nom de Nomenclature Répartitio Formule semi-développée insaturés l'acide gras **Biochimique** n (%) etsaturés Acide C16:0 4-6 5-15% palmitique D'acidesg ras Acide C18:0 2-6 saturés stéarique Acide C18:1ω9 10-22 oléique 75-95% D'acides Acide gras  $C18 : 2 \omega 6$ 12-18 linoléique insaturés Acide α-C18:3 w3 50-62 linolénique

Tableau II.1: Composition en acides gras de l'huile de lin [18].

Les variations de teneur en acide  $\alpha$ -linolénique sont principalement dues au génotype du lin, ainsi qu'à ses conditions de culture Certaines études ont montré que les lins cultivés à basse température contenaient une huile à plus haut degré d'instauration. Ces observations ont également été confirmées en comparant les profils en acides gras des lins de printemps et d'hiver. Un écart de 4% supérieur en acide  $\alpha$ -linolénique a été identifié pour les variétés d'hiver [18.21.22.23].

Les semenciers canadiens ont développé par mutations génétiques et croisements, des variétés de lin à faible taux d'acide  $\alpha$ -linolénique ; les variétés Solin. Depuis, d'autres sélections génétiques ont conduit au développement de variétés dont l'huile contient différentes proportions d'acide  $\alpha$ -linolénique (**Tableau II.2**).

Echantillon	<u>C16:0</u>	<u>C18:0</u>	<u>C18:1</u>	<u>C18:2</u>	<u>C18:3</u>
Lin	4,8	3,6	21,0	22,8	57,4
Lin hautement saturé	27,8	2,8	11,3	6,6	44,0
Solin	5,6	3,4	15,4	71,9	2,2
Lin à haute teneur acide oléique	15,3	4,0	49,3	21,6	9,3
Lin à haute teneur en acide α-linolénique	4,5	2,3	10,0	10,7	71,8

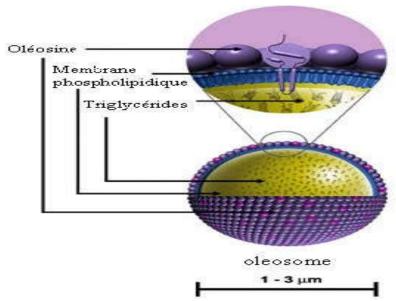
TableauII.2: Répartition en acides gras de différents types de lins [18].

La densité de l'huile de lin est comprise entre 0,914 et 0,922 à 20°C, son indice de réfraction varie de 1,472 à 1,475. Elle se solidifie entre -18 et -27°C et présente un indice de saponification compris entre 188 et 196 mg KOH/g d'huile. L'insaponifiable représente quant à lui de 7 à 15 g/kg d'huile. Il est composé de stérols, hydrocarbures, tocophérols et alcools triterpéniques [19].

Au niveau cellulaire, l'huile est contenue dans des organites cytoplasmiques : les oléosomes.

#### II.2.2. Les oléosomes

L'huile est contenue dans des vésicules intracytoplasmiques nommées oléosomes, sphérosomes, globules lipidiques ou encore « oïl bodies » en anglais. Leur taille est de l'ordre de  $1,5~\mu m~(1,46\pm0,29~pour~des~cotylédons~en~développement~et~1,49\pm0,50~pour~les~cotylédons~matures).Ont trouvé un diamètre moyen de <math>1,34~\mu m$  pour des oléosomes de lin, ces oléosomes renfermaient 97,58% de lipides neutres(triglycérides), 1,34% de protéines, 0,90% de phospholipideset 0,11% d'acides gras libres. Ces données reflètent la structure des oléosomes. Ces vésicules contenant l'huile sont entourées par une monocouche de phospholipides principalement de la phosphatidylcholine et de la phosphatidylsérine (la partie hydrophile étant en contact avec le cytosol et la partie hydrophobe avec les lipides). Ces phospholipides peuvent être extraits en même temps que l'huile au cours du procédé d'extraction. Cette « membrane » entourant les oléosomes est stabilisée par un ensemble de protéines les oléosines. Dans le cas du lin comme du colza, les oléosomes sont considérés comme petits et presque entièrement recouverts de protéines, ils sont également résistants à la dessiccation[24, 25].



FigureII.1 : Structure des oléosomes[26]

#### I.2.3. Utilisation et bienfait d'huile de lin

L'huile de lin est utilisée pour peindre et vernir, pour saturer la matière desardoises, pour mettre au point le savon noir et pour protéger les pièces de monnaie de même que l'acier rouillé. Elle est imprégnée et protège le bois à l'intérieur comme à l'extérieur: protection contre l'humidité, les champignons et les insectes et contre la poussière par son caractère antistatique [28].

Elle est conseillée chez les personnes souffrant des scléroses en plaque ou de diabète .Elle a aussi un effet sur les systèmes hormonal et immunitaire. L'utilisation quotidienne d'huile de lin protège la membrane gastrique et urinaire. Elle convient aussi pour le visage, la peauirritée et le corps, elle reconnue pour ses propriétés adoucissantes etémollientes.

Elle est employée aussi pour le traitement des cuirs, pour nourrir les sabots des chevaux

Selonl'huile de lin a montré une activité antimicrobienne contre plusieurs microorganismes : *Staphylococcus aureus, Streptococcus agalactiae, Enterococcusfaecalis, Micrococcusluteus, Bacillus subtilis et Candida albicans*.

Des études ont également montré qu'une consommation d'huile de lin permettait une diminution de la pression artérielle, prévention de thrombose, diminution de48% de la quantité de protéines réactives C, d'une diminution de 32 % de sérum amyloïdes A.

L'huile de lin est également une huile qui présente un grand intérêt dans la consommation humaine par son profil en acides gras et notamment ses teneurs très élevées en α-linolénique (50-62%), en acide linoléique (12-18%), ces ont deux acides gras essentiels non synthétisés par l'homme [28, 29].

Les désaturases et des élongases humaines peuvent convertir leC18 :2 et le C18 :3 en acide eicosapentaénoïque (EPA), acide docosahexaénoïque (DHA) et acide arachidonique longues chaines (C20 :5 ω3 ; C22 :6 ω6 ; C20 :4 ω) bénéfiques pour la santé humaine [30].

Les altérations du métabolisme et de la balance redox associées à l'obésité au cours du vieillissementpeuventêtrecorrigéesparlaconsommationdel'huiledelinselonlestravaux(*in vivo*) de [31, 32].

Les effets bénéfiques d'huile de lin concernent une réduction du poids corporel, une diminution de la glycémie, des teneurs plasmatiques en insuline, adiponectine et leptine ainsi quedesteneursencholestérolettriglycéridessériquesetdeslipoprotéines[31].

#### II.2. Les protéines

Second composé en ordre d'importance dans les graines, les protéines représentent de 10 à 40% de la graine.

La pellicule des graines contient 3,2 % d'azote (équivalent à 20% de protéines) tandis que l'embryon en contient 4,6 % (28,8% de protéines) soit une teneur totale de 4% (25% de protéines) pour la graine. D'autres auteursont trouvé des teneurs en protéines de l'ordre de 19,2% dans la graine, 21,8% dans l'embryon et 17,3% dans la pellicule. Les protéines de lin sont majoritairement de deux types, une albumine 2S et une globuline de stockage 11S représentant chacune environ 40% des protéines totales. D'autres protéines représentant 20% des protéines totales sont minoritaires telles la glutéline (13,3% des protéines) et la prolamine(6,5%). La protéine 11S possède des chaînes acides et basiques reliées par des ponts disulfures. Cette richesse en cystéine rend le tourteau de lin intéressant pour la supplémentation en protéines dans le cadre de l'alimentation animale. Le point isoélectrique des protéines extraites de graines de lin est de 3,8 [33, 34, 35].

#### II.3. Les acides phénoliques

Les acides phénoliques présents dans le lin jouent un rôle important dans la résistance à une des principales maladies affectant les plans de lin : la fusariose. Les acides phénoliques totaux représentent 8 à 10 g/kg dont 48 à 66% sont estérifiés, cette quantité étant indépendante de la variété considérée. Même si la teneur en acides phénolique est indépendante des teneurs en huile et protéines, un effet saisonnier a été observé. Le dépelliculage a pour effet d'augmenter la teneur en acides phénoliques.

Un effet variétal, fortement lié à la couleur des graines, a été observé. Ainsi les variétés de

lin jaune ont des teneurs en acides phénoliques inférieures à celles des variétés de couleur marron. Comparé aux autres graines oléagineuses, le lin se situe dans une gamme de teneur en acides phénoliques intermédiaire, les composés majoritaires étant l'acide trans-férulique (37,6%) et l'acide trans-sinapique (29,1%) [36, 37].

Entre autres composés minoritaires, on retrouve également des composés cyanogéniques dans le lin.

#### II.4. Les composés cyanogéniques

Les composés cyanogéniques (3,1 g/kg) rencontrés dans le lin sont principalement la linustatine et la néolinustatine [38].

La concentration en linustatine est de l'ordre de 2 g/kg (54 à 76 % des composés cyanogéniques) tandis que la graine contient 1 g/kg de néolinustatine. Néanmoins la teneur en composés cyanogéniques est fortement influencée par la variété, la zone de culture et l'année. Le dépelliculage des graines a pour effet d'augmenter la concentration en composés cyanogéniques (de 3,1 à 5,2 g/kg) car ces composés sont majoritairement stockés dans l'embryon et dans une moindre mesure dans l'axe embryonnaire [34,39,40].

Ces composés cyanogéniques présents dans le lin sont principalement des diglucosides dont l'attaque enzymatique libère de l'acide cyanhydrique qui est converti en thiocyanate. Or l'ion thiocyanate est un ion goitrinogène (provoquant l'apparition de goitre). Ces composés sont donc un facteur limitant l'incorporation de tourteau de lin dans l'alimentation animale.

#### II.5. Conclusion

Les grains et l'huile de lin sont importants pour la nutrition car elles contiennent de grandes quantités d'Acide  $\alpha$ -linolénique ( $\omega$ 3) et les protéines.





# Chapitre III Le séchage





Chapitre III Le séchage

#### **III.1.Introduction**

Le séchage est une opération unitaire pratiquée depuis des millénaires mais les connaissances scientifiques sont encore très incomplètes. Pour avoir des résultats conforme de séchage il faut atteindre une combinaison optimale du temps de séchage, de l'énergie consommée et surtout de la qualité du produit fin.

#### III.2. Définition

Le séchage est par définition l'opération dont l'objectif est d'éliminer par évaporation l'eau d'un corps humide (solide ou liquide), le produit final obtenu étant toujours un solide. Cette définition peut être généralisée à l'élimination par évaporation de toute substance volatile d'un mélange (Elimination d'un solvant d'extraction d'huile) [41].

#### III.3. Les intérêts de séchage

En dehors des premiers objectifs, le séchage a pour intérêt de :

- Permettre ou faciliter la conservation des produits et amortir le caractère saisonnier de certaines activités agricoles.
- ➤ Diminuer la masse et le volume des aliments pour réduire leur encombrement et faciliter leurs emballages, transports.
- Donner une présentation, une structure ou une fonctionnalité particulière aux produits (purée, café lyophilisé,...).
- ➤ Une stabilité et une standardisation du produit final (teneur en eau constante, produit fini homogènes). L'abaissement de l'activité d'eau (a<sub>w</sub>) par séchage permet d'obtenir une inhibition des phénomènes microbiens et une stabilité des produits.
- Les aliments séchés en général, ne nécessitent pas de réfrigération pour se conserver.

Les problèmes techniques attachés au séchage, sont :

- ➤ Risques d'altération de la qualité nutritionnelle et surtout organoleptique et rhéologique du produit traité : le séchage peut entraîner des pertes de vitamines, d'arômes (plus volatiles que l'eau), des réactions de brunissement, une insolubilisation plus ou moins marquée.
- Consommation énergétique considérable : le secteur industriel global consacre environ 20 % de sa consommation d'énergie aux opérations d'élimination d'eau, le secteur agroalimentaire consacre 60 % de sa consommation énergétique au séchage. La laiterie,

la sucrerie et le travail des grains réunis consomment les deux tiers de l'énergie dépensée pour les IAA[42].

#### III.4.Mécanismes de Séchage

Plusieurs mécanismes peuvent être mis en œuvre pour évaporer l'eau d'un produit :

#### III.4.1. Séchage par entraînement

Lorsqu'un corps humide est placé dans un courant de gaz (air le plus souvent) suffisamment chaud et sec, il s'établit un écart de température et de pression partielle. Alors l'eau est évaporée sans ébullition sous l'effet de gradient de pression partielle de l'eau. Il s'agit d'un transfert de masse par gradient de pression de vapeur d'eau.

#### III.4.2.Séchage par ébullition

L'ébullition a lieu lorsque la température du produit est élevée (par conduction, par rayonnement, par la vapeur d'eau surchauffée, par immersion dans de l'huile chaude) à une valeur telle que la pression de vapeur d'eau de ce produit est égale à la pression totale ambiante.

La température d'ébullition dépend de la pression régnant dans le sécheur (pression totale ambiante) elle est plus basse sous vide qu'à pression atmosphérique- cette propriété permet de sécher des produits oxydables en l'absence d'oxygène de l'aire ou d'éliminer un solvant volatil, comestible en présence d'air, par ébullition dans une enceinte fermé.

- Qui le séchage s'opère par ébullition ou par entraînement, d'est la pression de vapeur d'eau du produit qui détermine les échanges entre l'air et ce produit.
- > Chacun des deux mécanismes a des avantages et des inconvénients et a ses propres applications [43].

#### III.4.3. Conduction

La chaleur bouge d'un corps solide chaud à un autre moins chaude qui le touche. Ce mode de séchage est très largement répandu, le gaz de séchage (communément de l'air ambiant) assurant simultanément les transferts de chaleur et de matière.

#### III.4.4. convection

Le transfert thermique vers le produit se fait dans ce cas par contact du produit avec une paroi chauffée extérieurement à l'enceinte de séchage. L'air qui traverse les appareils n'a alors comme rôle que celui d'évacuer les buées issues de la vaporisation de l'eau contenue dans le produit.

#### III.5.Mode de transfert de chaleur

#### III.5.1. Séchage par air chaud

Le séchage par air chaud est basé sur l'échange de chaleur et d'humidité entre l'air et le produit. La chaleur transportée par l'air est utilisée pour réchauffer les grains de leur température initiale à la température d'évaporation, et fournir la chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau des grains.

Le bilan de l'opération de séchage se traduit par :

- > la dessiccation du grain,
- l'accroissement de la température du grain,
- ➤ l'augmentation de l'humidité de l'air,
- > l'abaissement de la température de l'air [44].

#### III.5.2. Rayonnement:

L'énergie est apportée au produit à sécher par ondes électromagnétiques et rayonnement. C'est le mode de transport de la chaleur du soleil à la terre. Les sources chaudes émettrices peuvent être soit des émetteurs au gaz combustible, soit émetteurs électriques [42].

#### III. 5.2.1. Micro-onde

#### III.5.2.1.1.Définition

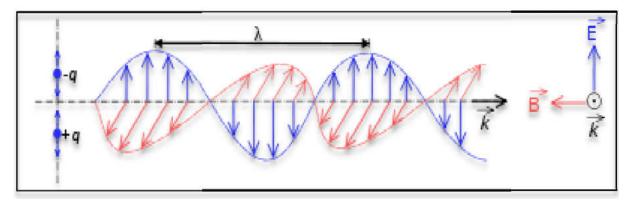
Le séchage par microondes appartient au type de séchage par ébullition et obéit à un transfert de chaleur par rayonnement. Ce rayonnement, issu des ondes électromagnétiques, a une fréquence qui se situe entre celle de la lumière infrarouge . Sa longueur d'onde est comprise entre 1 mm et 1 m, et sa fréquence varie de 300 Mhz à 300 Ghz, en utilisant comme énergie primaire, l'électricité dans le spectre, elles se situent dans les hyperfréquences, entre les ondes radios (108 Hz) et l'infrarouge (1012 Hz).

L'onde électromagnétique résulte d'un champs électrique (E) et d'un champ magnétique (B) se propageant dans l'espace et variant dans le temps.

Une onde életromagnétique monochromatique peut se modéliser par un dipole électrostatique vibrant, ce modèle reflétant convenablement, par exemple, les oscillation du nuage électronique d'un atome intervenant dans la diffusion (modèle de l'électron élastiquement lié) comme le montre la (**figure III.1**).

Les applications énergétique reposent sur le fais que l'onde est utilisée comme vecteur de puissance électromagnétique. Cette derniére catégorie est rencontrée aussi bien dans les foyers

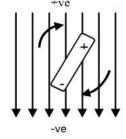
domestique (chauffage, cuisson, décongélation) que dans l'industrie (séchage, réticulation, atraction).



**Figure III.1 :** Onde électromagnétique : oscillation couplée du champ électrique et du champ magnétique.

#### III.5.2.1.2.Principe

Le phénomène fondamental responsable du chauffage microondes (appelé aussi chauffage par hystérésis diélectrique) est la dégradation par dissipation d'une partie de l'énergie transportée par l'onde électromagnétique. Un matériau diélectrique est un isolant donc un mauvais conducteur d'électricité. Il s'échauffe du fait de la polarisation et de la rotation de ses dipôles (figure III.2). puis de leur relaxation lorsqu'ils sont soumis à des champs électriques alternatifs. Le dégagement de chaleur résultant diffère fondamentalement du chauffage par effet Joule qui est provoqué par des frictions internes entre les électrons et les molécules. De plus, contrairemen tau chauffage classique, il a lieu dans le volume, d'où son appellation de « chauffage volumique ».



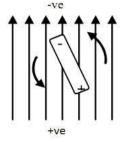


Figure III.2: Mouvement d'un dipôle dans un champ électrique [45].

#### III.5.2.1.3.Interaction ondes-matiére

Le mécanisme du chauffage diélectrique repose sur le fait que les molécules polaire, telles que l'eau, on des extrémités négatives et positives : ce sont des dipoles. En l'absence de champ électrique, les dipoles d'un milieu diélectrique se trouvent orientés au hasard sous l'effet de l'agitation thermique du milieu. Sous l'effet d'un champs électrique continu, les molécules tendent à s'orienter dans la direction du champs électrique continu, les molécule tendent à s'orienter dans la direction du champ électrique. Plus la champ électrique est intense, moins l'agitation thermique qui tend à désorganiser l'alignement a d'importance [46].

#### III.5.2.1.4. Relaxation diélectrique

La relaxation ou hystérésis diélectrique intervient lorsque le champ électrique responsable de la polarisation du matériau est supprimé brusquement, du fait du déphasage entre la rotation du champ et celui du dipôle. Le matériau a alors besoin d'un certain temps dit temps de relaxation pour retourner à son désordre moléculaire initial. C'est le temps nécessaire pour que la polarisation décroisse à 1/e de sa valeur initiale.[47].

A basses fréquences, le mouvement imposé aux molécules polarisées est lent, celles-ci se synchronisent sans difficultés sur les oscillations du champ. Mais lorsque les fréquences sont plus élevées, l'inertie des molécules et les forces des liaisons qui s'opposent au mouvement deviennent importantes. La constance diélectrique du matériau ne dépend alors plus de la fréquence, on dit que le matériau se tétanise [48]. Entre ces deux zones de fréquence, il existe une plage dite de relaxation ou intervient un déphasage entre le μ champ et les dipôles. Ce déphasage est appelé angle de polarité noté. C'est dans cette bande de fréquence que le matériau récupère de l'énergie du champ électrique et la dissipe en chaleur.

#### III.5.2.1.5. Procédure de mesure de la puissance d'absorption des micro-ondes

Le principe de mesure de la puissance d'absorption du four à micro-ondes est le suivant :

-Verser de l'eau dans deux récipients (chacun 1000 grammes à  $\pm$  5 g). Mesurer la température initiale de l'eau (10°C à  $\pm$  2°C) dans chaque récipient. Placer les deux récipients côte à côte dans la cavité du four et mettre ce dernier en fonctionnement à sa puissance maximale. La durée de fonctionnement est 2 minutes et 2 secondes.

La mesure de la température finale de l'eau est effectuée immédiatement après l'arrêt du fonctionnement de l'appareil.

La valeur de la puissance absorbée est alors calculée par la formule suivante :

$$P = 35X(\Delta T_1 + \Delta T_2)$$

Où:

P : est la puissance absorbée du four micro-ondes (Watts).

 $\Delta T_1$  et  $\Delta T_2$ : sont les différences de température des deux récipients respectivement (°C) [41].

#### III.5.2.1.6.Sécurité

Compte tenu des montées en température importantes qu'il peut y avoir dans un four micro-ondes, plusieurs règles sont à respecter pour éviter les désagréments :

- -Placer deux béchers de 200 g d'alumine au fond du four de façon à absorber les rayonnements micro-ondes excédentaires.
- -II est conseillé de travailler avec des béchers à col large recouverts d'un entonnoir, de façon à éviter l'évaporation des solvants et de mieux maîtriser les éventuels débordements. On peut aussi envisager de travailler dans des réacteurs en téflon,
- Toujours respecter les temps proposés. Les dépasser peut s'avérer dangereux,
- Il est impératif de toujours surveiller le milieu réactionnel au cours de la réaction : le solvant peut bouillonner et déborder.
- La température peut être suivie à l'aide d'un thermomètre ou d'un thermocouple que l'on introduit rapidement, juste après irradiation, à l'ouverture du four[41].

#### III.6.Lit fluidisé

#### III.6.1. Séchoir à lit fluidisé (Fluidizedbeddryer)

Le séchoir à lit fluidisé est essentiellement composé de :

- ➤ Un suppresseur
- Un élément de chauffage
- ➤ Une colonne
- Plusieurs éléments de régulation et de mesure de la pression, de la vitesse et de la température.
- > Un enregistreur des résultats

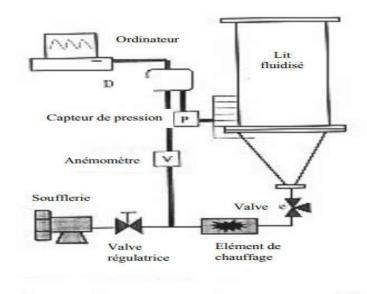


Figure III.3: schéma d'un séchoir à lit fluidisé [49].

#### III.6.2.Principe

L'air ambiant est chauffé dans l'élément de chauffage, après qu'il soit aspiré par le suppresseur, l'air chauffé est introduit à la base de la colonne qui représente la chambre de séchage. Si le produit à sécher est suspendu, alors chaque particule est entourée par de l'air chaud. Les produits à sécher dans ce type de séchoir sont les produits de structure granulaire comme les produits plastiques et plusieurs aliments. La rapidité, l'uniformité des transferts de chaleur et le temps relativement court sont quelques avantages du séchoir à lit fluidisé. Le coût de l'énergie utilisée est parmi ses désavantages. Vu la nature des produits à sécher dans ce type de séchoir Les, le modèle de diffusion est souvent utilisé pour simuler les variations de la teneur en eau du produit avec le temps.

#### III.6.3. Avantages du séchage en lit fluidisé

Les principaux paramètres du séchage en lit fluidisé sont [50]:

- L'écoulement des particules fluidisées est uniforme, ce qui permet un fonctionnement continu à grande échelle et à control automatique, permettant une manipulation facile du produit à sécher.
- ➤ taux de transfert de chaleur entre le lit fluidisé et les objets immergés, tels que les panneaux chauffants, sont élevés.

➤ Pas de pièces mécaniques en mouvement dans la plupart des séchoirs à lit fluidisé, ce qui réduit l'entretien de l'appareil.

- une grande surface d'échange entre les solides et le gaz, donc un échange rapide de la chaleur et de la masse entre l'air de séchage et les particules solides on évitera la surchauffe des produits sensibles à la chaleur (semences, produits alimentaires contenant des protéines ainsi les produits sucrés etc.)[51].
- ➤ La répartition homogène de la température dans la chambre de séchage permet de créer des conditions isothermiques dans tout le lit fluidisé, permettant ainsi le contrôle facile de ce paramètre et aussi de contrôler l'état final du produit séché.
- Le séchage à lit fluidisé est utilisable à des températures plus basses.

#### III.6.4. Inconvénients des séchoirs à lit fluidisé

Pratiquement le séchage en lit fluidisé présente quelques problèmes lors de fonctionnement [52] :

- Le phénomène de bullage et de pistonnage.
- Le renardage : les particules s'accolent et créent des passages préférentiels pour le gaz.
- ➤ L'entrainement des particules.
- ➤ L'inconvénient principal du séchage à la vapeur surchauffée est la température de fonctionnement élevée qui dépasse les 100°c, et qui nécessite des équipements tels que les chaudières pour la production de vapeur, le chauffage électrique pour la conversion de la vapeur saturée en vapeur surchauffée.

#### III.7.Conclusion

Le séchage est un processus important et fondamental depuis longtemps, il est utilisé dans de nombreux domaines, par exemple pour la conservation des aliments.

Au cours du temps, ce processus a évalué jusqu'à atteindre ce qu'il est aujourd'hui.





## Chapitre IV:

### Materiels et méthodes





#### IV.1. Cadre de l'étude

L'étude s'est déroulée du 24 mai au 30 juin 2019, elle a été effectuée au niveau du :

- ✓ Université de Djilali Bounaama Khemis Miliana
  - Laboratoire de génie de procédés.
  - Laboratoire d'analyse.
  - Laboratoire de biochimie.
- ✓ L'institut national d'agronomie (INA) d'Alger.

#### IV.2. Diagramme du Protocole expérimental

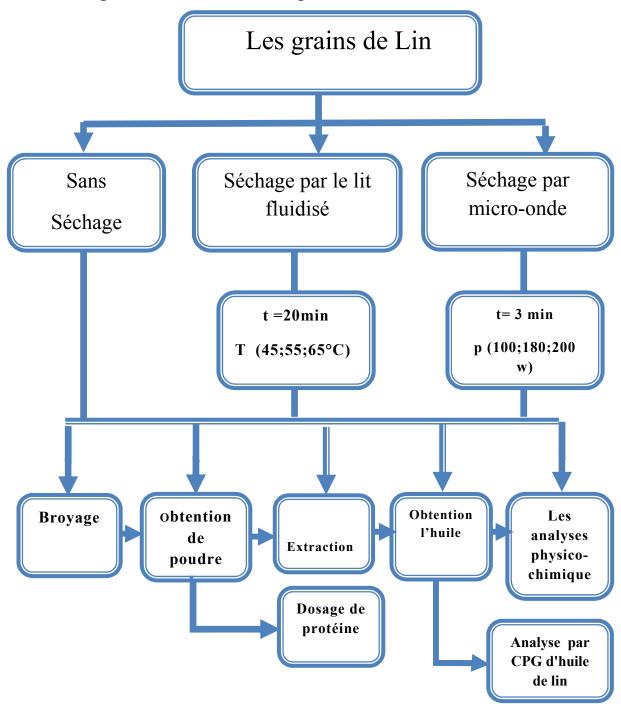


Figure IV.1: protocole expérimental

#### IV.3. Matière végétale

Le produit utilisé dans le cadre de notre travail : il s'agit des grains de lin (*Linum usitatissimum*)ramené du marché de Khemis Miliana.



Figure IV.2: grains de lin

#### IV.3.1. Matière native

Celle ci est prise comme matière de référence.

#### IV.3.1.1. L'humidité

#### > Humidité absolue

L'humidité absolue d'un solide appelée aussi teneur en eau ou humidité à base sèche s'exprimé par la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse sèche [53] selon la formule suivante :

$$H(\%) = [(M_h - M_S)/M_S] \times 100$$

#### > Humidité relative

L'humidité relative d'un solide appelée aussi titre en eau, ou bien teneur en eau à base humide s'exprimé par la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse humide. [53]. Selon la formule suivante :

$$H(\%) = [(M_h - M_S)/M_h] \times 100$$

M<sub>h</sub>: Poids de l'échantillon humide(g).

 $\mathbf{M}_{\mathbf{s}}$ : Poids de l'échantillon sèche (g).

H (%): Taux d'humidité exprimé en pourcentage

#### > Mode opératoire

Une prise d'essai de 25g des grains de lin est étuvée à 105° C**[54].**Et pour une durée de 72h. Cela pour déduire la quantité d'eau contenue dans les grains initialement.



Figure IV.3: l'étuve.

#### IV.3.2. Séchage par le lit fluidisé

Dans cette étape on a utilisée le lit fluidisé pour séchée trois échantillons des grains lin de 300g à trois température différents (45; 55; 65°C°) pendent 20 min et on mesure la masse chaque 5 min pour déterminer la variation d'humidité.

Pour but d'étudier l'influence de température de sortie du lit fluidisé sur qualité nutritionnelle et la faculté germinative des grains de lin.

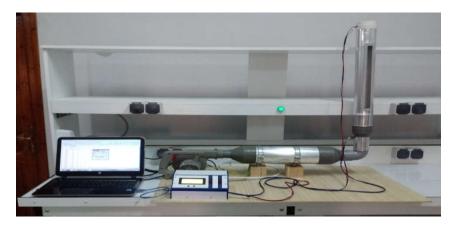


Figure IV.4: le lit fluidisé.

#### IV.3.3. Séchage parle micro-ondes

Dans cette étape on a utilisée le micro-ondes sous une fréquence de 2450 Mhz, pour sécher trois échantillons des grains de 300g a trois puissance différents (100; 180; 300 W).pendent 3min et on mesure la masse pour déterminer la variation d'humidité.

Pour le même but que lit fluidisé.



**Figure IV.5:** le micro-ondes.

#### IV.4. Extractions de l'huile

#### IV.4.1. Extractions par Soxhlet

Nous avons utilisé cette méthode d'extraction pour récupérer une quantité plus importante d'huile de lin par l'utilisation d'un solvant volatile qui est l'hexane.

#### > Appareillage

L'appareillage ayant servi à la réalisation des expériences (Soxhlet) comprend essentiellement trois parties (ballon, colonne, réfrigérant) :

- ✓ Le ballon sert à contenir le solvant pur au début de l'opération et c'est un récipient de récupération de l'extrait en fin de l'opération.
- ✓ La colonne joue le rôle d'extracteur, c'est dans celle-ci que ce passe l'extraction proprement dite, par le contact matière végétale-solvant.
- ✓ Le réfrigérant : situé en haut de la colonne, sert à condenser les vapeurs du solvant.

#### > Mode opératoire

On broie les graines par le moulin électrique, on remplit 30g des graines dans une cartouche de Soxhlet, l'extraction se fait par 250ml de l'hexane, pendant 04 heures dans la pression atmosphérique.

- Mettre en marche la chauffe ballon.
- Ouvrir le robinet d'eau passant par le réfrigérateur.
- Le solvant est porté à ébullition.
- Les vapeurs de solvant se condensent dans le réfrigérant
- Les gouttelettes de solvants s'écoulent dans le récipient du Soxhlet entre en contact avec les graines de lin.
- Quand le solvant condensé atteint son plus haut niveau, il retourne par le trop-plein du ballon et le cycle évaporation condensation se poursuit jusqu'à épuisement de la matière végétale.
- L'extrait avec le solvant est recueilli dans le ballon.
- Apres 4 heures on arrête l'extraction.



Figure IV.6: Appareil de soxhlet.

#### IV.4.2. L'élimination du solvant

La séparation du solvant de l'extrait est faite à l'aide de l'appareil appelé Rotavapeur(**Figure IV.7**). Dans cet appareil on réalise une évaporation sous vide en utilisant une pompe à vide. Pendant l'évaporation le ballon est mis en rotation et plongé dans un bain liquide (l'eau distillé) chauffé. L'appareil est muni d'un réfrigérant avec un ballon-collecteur de condensat.



Figure IV.7: Rotavapeur.

#### IV.5. Le rendement

Le rendement en huiles (R) est définit comme étant le rapport entre la masse d'huile  $(m_H)$  obtenue et la masse de la matière végétale  $(m_{MV})$ , exprimé en pourcentage, il est calculé par la relation suivante:

$$R(\%) = (m_{E/} m_{MV}) \times 100$$

R(%):Rendement en huiles exprimé en pourcent.

**m**<sub>H</sub>: La masse d'huile obtenue.

m<sub>MV</sub>: La masse de la prise d'essai de matière végétale utilisée [55].



Figure IV.8: d'huile extraite.

#### IV.6. Analyses physico-chimiques

Pour obtenir des données sur la composition et le degré de pureté de notre huile, nous avons procédé à l'étude de ses propriétés physiques et chimiques.

#### IV.6.1. Propriétés physiques

#### IV.6.1.1. Indice de réfraction

#### > Définition

La réfractométrie est une méthode analytique physique basée sur la mesure de l'indice deréfraction n d'un rayon lumineux correspondant à la raie D du sodium, à 20°C±O, 5.

L'indice de réfraction  $n\lambda$  d'un milieu, rapporté à l'air est égal au rapport du sinus de l'angled'incidence d'un rayon lumineux dans l'air (I) au sinus de l'angle de réfraction du rayon rétractédans le milieu considéré (R) [56].

#### > Mode opératoire

- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de coton
- On introduit quelques gouttes d'eau distillée pour étalonner l'appareil, la température de l'eau doit être à 20°C
- Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant de coton
- Ondéposequelquegouttedel'huiledelindanslalamede réfractomètre l'huileest récemment atteinte une température de 20°C.
- On effectue la lecture, la valeur de l'indice de réfraction directementdonné.



Figure IV.9: Réfractomètre électronique.

#### IV.6.2. Analyses chimique

#### IV.6.2.1.Détermination du pH

L'échelle de pH sert à indiquer la quantité d'acide contenue dans un liquide. Étant donnéque les acides libèrent des ions hydrogène, l'acidité d'une solution est fonction de sa concentrationen ions hydrogène et s'exprime en unités de pH. On utilise cette échelle pour établir l'acidité deséchantillons. Répété au minimum 03 fois.

#### **➤** Mode opératoire

Après l'étalonnage on met l'électrode dans un bécher qui contient l'huile de grains de lin, et on détermine la valeur fixée.



Figure IV.10 : le pH mètre

#### IV.6.2.2. L'Indice d'acide

#### > Définition

L'indice d'acide d'un corps gras est la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) exprimée en milligramme nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de corps gras.

C'estundosagequinouspermetdeconnaîtreledegréd'altérationdel'huileetd'estimer le taux d'acides gras libres dans l'huile[57].

#### > Principe

Il consiste à neutraliser les acides libres de la matière grasse par une solution alcoolique KOH titré dans l'éthanol en présence de phénolphtaléine (indicateur coloré).

Cette neutralisation se traduit par la réaction chimique suivante :

$$R\text{-COOH+KOH} \longrightarrow R\text{-COO}^-\text{+K}^+\text{+H2O}$$

#### > Mode opératoire

- ✓ Introduire 0.5g de l'échantillon d'huile de lin dans l'erlenmeyer.
- ✓ Ajouter 5 ml d'éthanol neutralisé avec la pipette.
- ✓ Mettre 3 gouttes de phénolphtaléine.
- ✓ Neutraliser la solution obtenue aves l'hydroxyde de potassium à l'aide de la burette. Si la couleur de la solution est varie on arrête le titrage.



Figure IV.11: la détermination d'Indice d'acide.

En fin de titrage lire le volume de KOH consommé pour calcul l'indice d'acide à l'aide de la relation suivant :

$$I_a = V_{eq}. N. \frac{M_{KOH}}{m}$$

V<sub>eq</sub>: Volume équivalent de KOH

N : Normalité de KOH

M<sub>KOH</sub>: Masse molaire de KOH

m: la masse d'huile de lin

#### IV.6.2.3. L'Indice d'ester

#### **Définition**

L'indice d'ester est le nombre en milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans un gramme d'huile.

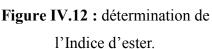
#### > Principe

Hydrolyse des esters par chauffage, dans des conditions définies, en présence d'une solution éthanolique titrée d'hydroxyde de potassium, et dosage de l'excès par une solution titrée d'acide chlorhydrique.

#### > Mode opératoire :

- ✓ Introduit 0.5 g d'huile de lin et 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) (0.5N) dans un ballon.
- ✓ Adapte un réfrigérant et On place le ballon dans un bain d'eau pendant 1h.
- ✓ On laisse refroidir puis on ajoute 20 ml d'eau distillé et 5 gouttes de l'indicateur coloré (phénol phtaléine).
- ✓ On titre la solution précédente avec la solution d'acide chlorhydrique (HCl) (0.5N).
- ✓ On effectue un essai à banc dans les mêmes conditions (en éliminant l'huile).





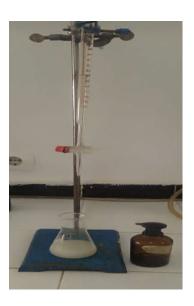


Figure IV.13:titrage par HCl.

En fin de titrage lire le volume de KOH consommé pour la calcule de l'indice d'ester de la relation suivant :

$$I_e = [(28.05 \times (V_0 - V_1) \div m] - I_a$$

I<sub>e</sub>: Indice d'ester

I<sub>a</sub>: Indice d'acide

V<sub>0</sub>: Volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc

V<sub>1</sub>: Volume de HCl

m : la masse de la prise d'essai

#### IV.6.2.4. Indice de saponification

#### > Définition

L'indice de saponification correspond aux nombres de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse [58].

Il est effectué après dosage de l'indice d'acide (I<sub>a</sub>) et l'indice d'ester (I<sub>e</sub>) selon la relation suivant :

$$I_e = I_s - I_a \longrightarrow I_s = I_e + I_a$$

#### IV.6. Analyse chromatographique d'huile de lin

#### IV .6.1. Analyse par Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)

#### Généralités

L'analyse de notre huile est effectuée par La chromatographie enphase gazeuse (CPG).

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une technique permettant de séparerles composés d'un mélange. Elle s'applique principalement aux composés gazeux d'êtrevaporisée par chauffage sans décomposition.

La phase stationnaire dans la colonne peut être solide ou liquide. Le mélange esttransporté à travers celle-ci à l'aide d'un gaz porteur (ou gaz vecteur). Les différentesmolécules du mélange se séparent et sortent de la colonne les unes après les autres après un certain laps de temps dépendant de l'affinité de la phase stationnaire avec ces molécules. A la sortie de la colonne, les composés rencontrent un élément essentiel - le détecteur. Il évalue en continu la quantité de chacun des constituants séparés au sein du gaz porteur grâce à la mesure de différentes propriétés physiques du mélange gazeux et envoie un signal électronique vers un enregistreur

Dans nos études, nous avons utilisé un détecteur à ionisation de flamme (FID).

Le principe de fonctionnement de ce type de détecteur est le suivant : une tension de l'ordre de la centaine de volts est maintenue entre la buse de la flamme hydrogène-air et une électrode entourant la flamme. Lorsque les molécules traversent la flamme, elles deviennent ionisées, ce qui provoque un courant électrique entre les électrodes qui est ensuite amplifié [59].

#### > Mode opératoire

**Tableau VI.1:** les conditions chromatographiques.

Conditions Chromatographiques pour esters méthyliques des huiles					
Chromatographe	Chrompack CP 9002				
Détecteur	FID ( 250C° )				
Injecteur	SPLIT 1/100 ( 250C°)				
Gaz vecteur	Azote				
Colonne Capillaire	Cp Sil 88 CB(5%Phenyl+ 95%dimethylpolysiloxane)				
Longueur	30 m				
Diamètre intérieur	0,32 mm *0.25 UM				
Epaisseur	0,25 μm				
Injecteur	250°C				
Détecteur	280°C				
Four	150C° 200 C° (4C°/mn)				
Quantité injectée	0.8ul				
Vitesse du papier	0.5 cm/ mn				

#### IV.7.Dosage des protéines

#### IV.7.1. Dosage des protéines par la méthode de Lowry(1977)

#### > Principe

Le dosage des protéines totales est déterminé par la méthode de Lowry. C'est une mesure colorimétrique où l'addition d'un sel de cuivre en milieu alcalin puis du réactif de Folin-Ciocalteu à une solution protéique donne une coloration bleue foncée. Cette coloration résulte de la réaction du cuivre avec les liaisons peptidiques et la réduction de l'acidephosphotungstomolybdique par la tyrosine, le tryptophane et la cystéine. Les espèces réduites absorbent la lumière à 750 nm.

Le dosage des protéines est réalisé par l'emploi d'un spectrophotomètre visible. La concentration en protéines de l'échantillon analysé est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage établie en employant le sérum bovine d'albumine (B.S.A). Le taux de protéines mesuré pour chaque échantillon traité est la moyenne de trois essais. La teneur en protéines est exprimée en milligramme de protéines par millilitre [60].

La densité optique est mesurée au spectrométrie à 750nm.

#### > Réactifs

#### ✓ Les réactifs...

Tableau IV.2: La composition des solutions utilisées pour le dosage des protéines totale.

Solution A1	CuSO <sub>4</sub>	1% dans l'eau distillée
Solution A2	tartrate de K et Na	2% dans l'eau distillée
Solution B	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	2% dans la solution de la soude 0,1N.

#### ✓ Solution a préparé extemporanément

\*Solution A: 0.2 ml de solution A1 +0.2 ml de solution.

\*Solution C: solution A +19.6 ml de solution B.

\*Solution E : Réactif de FOLIN dilué au demi (V/V) dans de l'eau distillée.

\*Sérum physiologique :NaCl 0.9%.

#### ✓ Solutions de protéines

a. Solution étalon de BSA à 0.2mg/1ml.

**b.** Solution de protéine à doser pour Lowry : dissoudre 1mg des grains de lin (poudre) dans 10ml de l'eau distillée puis filtré (extrais des grains de lin).

#### **➤** Mode opératoire

Nous avons réalisé une série de tubes.

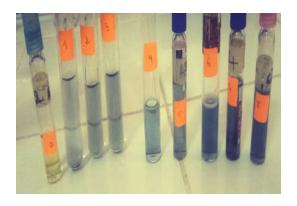
**Tableau VI.3**: les essais réalisés pour le dosage des protéines.

Numéro des	0	1	2	3	4	5	6	7	8
tubes									
BSA (en µl)	0	40	80	120	60	200	0	0	0
Solution soja	0	0	0	0	0	0	200	200	200
à doser (µl)									
NaCl 0.9%	1	1	1	1	1	1	1	1	1
μg de protéine	0	40	80	120	160	200	-	-	-

-Ajouter 2 ml de réactif C dans tous les tubes.

-Mélanger au vortex et attendre 10 min.

- -Ajouter 0.5 ml de réactif de Folin dilué au ½ dans tous les tubes mélangé.
- -Attendre 30 min à l'obscurité.
  - ✓ Une coloration bleue se développe correspondant à la réaction du cuivre.
- -lire à 750 nm contre le témoin blanc.
- -tracer la courbe d'étalonnage et en déduire le taux de protéines de la solution de soja (inconnue).



**Figure IV.14:** une photo de dosage des protéines.



**Figure IV.15:** spectrophotométrie UV-Visible

#### IV.7. Test de germination

Après chaque test de séchage on sème 25 grains de lin, dans une boite pétrie pour une durée de 7 jours et de cette façon on détermine le taux de germination. Les résultats sont représentés dans les figures suivantes.









#### V.1. Introduction

Le séchage constitue une opération très utilisée pour tout produit (alimentaire, cosmétique...) pour son conditionnement ou sa conservation .Le premier élément recherché après l'opération est le taux d'humidité.

#### V.2. Le taux d'humidité des graines

Après avoir séché les graines par les deux modes de séchage de lin, les taux d'humidité enregistrés sont présentés dans les (tableaux .V.1et V. 2)

#### V.2.1-Lit fluidisé

**Tableau. V.1:** le taux d'humidité des graines de lin sécher par lit fluidisé.

45°C					
Temps(min)	Poids avant séchage (g)	Poids après séchage (g)	Poids moyen (g)	Humidité R%	
5		306			
10	330	304	303,25	8,10%	
15	330	302	303,23	0,10 /0	
20		301			
55°C					
5		311			
10	330	305	304	7 070/	
15	330	301		7,87%	
20		299			
65°C					
5		312			
10	220	305	204.75	0.750/	
15	330	302	304,75	8,75%	
20		300			

D'après le tableau V.1, les taux d'humidité on atteint les valeurs de 8,10%; 7,87%; 8,75% aux températures de 45°C, 55°C et 65° respectivement. Pour assurer une bonne conservation, la teneur en eau doit être inférieure ou égale à 10 %. Pour mieux présenter la variation de ces taux, des diagrammes relatifs aux valeurs des taux sont établis. [61] (Figure. V.1).

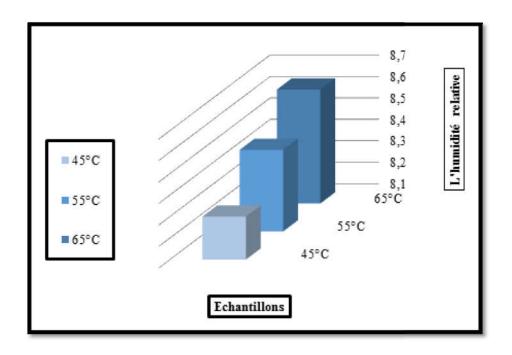


Figure. V.1: Teneur en eau des graines de lin après séchage par lit fluidisé.

#### V.2.2.Micro-ondes

Dans le deuxième tableau les différents taux d'humidité obtenus par séchage aux microondes aux puissances 100, 180,300 W sont reportés.

**Tableau .V. 2 :** Le taux d'humidité des graines de lin séchées par micro-onde.

Temps (min)	Poids avant séchage (g)	Poids après séchage(g)	Humidité R%
			100 W
	300	289	3,66%
3			180 W
3	300	276	8%
			300 W
	300	273	9%

À travers les résultats du tableau. V.2, les taux d'humidité déterminés aux puissances 100W, 180W, 300Wsont respectivement équivalents à 3,66%; 8%; 9%. Il parait donc qu'à la puissance de 100 W, la valeur du taux d'humidité est la plus basse. Pour les puissances de 180 et 300 W, les taux sont presque équivalents. Les diagrammes ainsi établis visualisent clairement ces observations (**Figure V.2**).

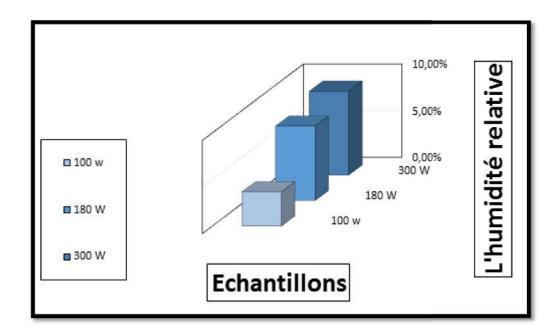


Figure. V.2 : Teneur en eau des graines de lin après séchage par micro-ondes.

#### V.3. L'extraction des huiles

#### V.3.1. Rendement

L'étape de l'extraction par Soxhlet a permis d'obtenir des rendements variables selon le mode de séchage utilisé et dont les valeurs sont représentées par les diagrammes (**Figure. V.3**, **Figure. V.4**) ci-dessous.

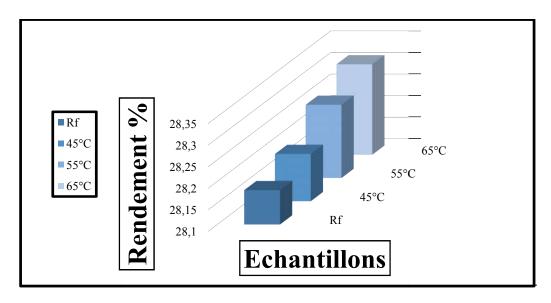


Figure. V.3: Rendement en huile pour le cas de séchage par lit fluidisé.

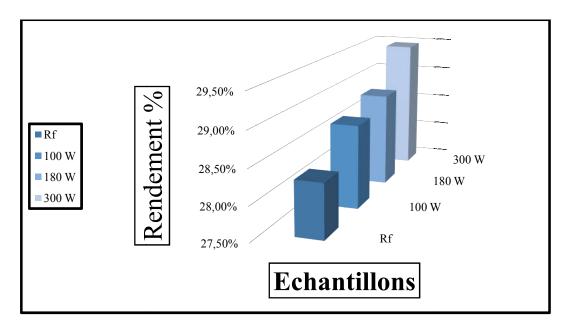


Figure. V.4: Rendement en huile pour le cas de séchage par micro-ondes.

A travers les diagrammes figure.V.4, nous pouvons dire que les rendements en huiles augementent très légèrement avec la températures pour le cas de séchage par lit fluidisé. On constate qu'une variation très faible entre les valeurs correspondantes aux températures 45°; 55°, 65°C qui avoisine 0.5% au maximum. Pour le cas de séchage par micro-ondes la variation des rendements en fonction de la puissance,qui avoisine les 5%, apparaît superieure a celle obtenue par lit fluidisé.

Cette variation revelée pour les deux modes de sechage peut etre attribuée à l'energie transmise au graines de lin qui diffère des deux équipements correspondant (lit fluidisé, microondes) d'une part. D'autre part le comportement des graines vis-a-vis de cette energie peut intervenir dans la liberation des huiles.

#### V.3.2. L'analyse physico-chimiques des huiles de lin

Les propriétés physico-chimiques tels que : l'indice de réfraction, l'indice acide, l'indice d'ester...etc, constituent un moyende vérification et contrôle de qualité d'huile.

#### V.3.2.1. Séchage par lit fluidisé

Les valeurs relatives aux propriétés physico-chimiques d'huile des grains de linsont reportées dans le tableau .V.3. [62].

Tableau .V.3:Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchées par lit fluidisé.

	Référence	45°C	55°C	65°C	CCL
Indice de réfraction	1,474	1,4515	1,438	1,447	1.472-1.4750
PH	6.15	6.23	6.18	6.31	-
Indice d'acide(IA) (mg KOH/g d'huile)	0.0112	0.0112	0.0056	0.0056	-
Indice d'ester (I <sub>E</sub> ) (mg KOH/g d'huile)	224,4	112,2	112,2	56,1	-
Indice de saponification (I <sub>s</sub> ) (mg KOH/g d'huile)	224,4112	112,2112	112,2056	56,1056	187-197
Teste de germination (%)	92	84	80	80	-

#### > L'indice de réfraction

On remarque une diminution des valeurs de l'indice de réfraction après l'operation de séchage au differents températures étudiées par rapport à celle de la référence (1,474). Ceci peut etre attribuée à l'evaporation de l'eau lors de séchage et également à la modification de la composition de l'huile.

#### **≻** pH

D'apres le tableau, on constate que les valeurs du pH observées restent presque stables.

#### ➤ Indice d'acide

Pour les indices d'acide,on remarque qu'à la température 45°C la valeur est similaire à celle de reference. De meme par les températures 55°C et 65°C, les valeurs sont égales. Cependant, les indices obtenus auxtempératures 55°C et 65°C sont plus bas par rapport à la valeur obtenue à la température de 45°C. Nous remarquons que la réduction est évaluée de moitiée,Ceci peut être due à la réduction du taux d'humidité.

#### ➤ Indice de saponification et d'ester

La diminution de ces indices d'esters et de saponification correspondent aux valeurs des indices d'acidité enregistrées. En effet la modification de la composition de l'huile suite à l'application des températures de séchage par lit fluidisé aura une incidence directe sur les propriétées physicochimiques de la substance.

#### > Test de germination

Le séchage par lit fluidisé a conduit a la reduction de taux de germination de 13%. Cette réduction parait logique si en se réfère à l'impact qu'a eu les températures appliquées lors du séchage sur les graines considérées.



Figure V.5 : test de germination des grains de lin séchées par le lit fluidisé.

#### V.3.2.2. Séchage par micro-ondes

Les valeurs relatives aux propriétées physico-chimiques d'huile des graines de lin séchées par le micro-ondes sont rassemblées dans le tableau suivant :

**Tableau.V. 4:**Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchées par micro-onde.

	Référence	100W	180W	300W	CCL
Indice de réfraction	1,448	1,438	1,438	1,448	1.472-1.4750
PH	6.03	6.37	6.37	6.27	-
Indice d'acide(IA) (mg KOH/g d'huile)	0.0112	0.0112	0.0056	0.0056	-
Indice d'ester (I <sub>E</sub> ) (mg KOH/g d'huile)	280.5	112.2	100.98	84.15	-
Indice de saponification (I <sub>s</sub> ) (mg KOH/g d'huile)	280.5112	112,2112	100.9856	84,1556	187-197
Teste de germination (%)	92	84	80	80	-

A partir de la lecture des résultats illustrés dans le (tableau V.4) on constate :

#### > L'indice de réfraction

On remarque une diminution des valeurs de l'indice de réfraction après l'operation de séchage au differents puissances etudiées par rapport à celle de la référence (1,448). Ceci peut etre attribué à l'evaporation de l'eau lors de séchage et également à la modification de la composition de l'huile

#### **>** pH

D'apres le tableau. V.4 on constate que les valeurs du pH observées restent presque stables.

#### ➤ Indice d'acide

Dans ce cas de séchage par micro-onde, les puissances appliquées ont eu un impact sur les indices d'acide. On observe qu'aux puissances de 100 W et de 180 W, les valeurs sont réduites de 12% par rapport à celles obtenus avec 100W. De là, on peut déduire que l'augmentation de la puissance conduit à une certaine dégradation des constituants de l'huile. Cette dégradation peut étre observée et confirmée pour le cas de 300W.

#### ➤ Indice de saponification et d'ester

La diminution de ces indices d'esters et de saponification correspondent aux valeurs des indices d'acidité enregistrées. En effet la modification de la composition de l'huile suite à l'application des puissances de séchage par micro-onde aura une incidence directe sur les propriétées physicochimiques de la substance.

#### > Test de germination

Le séchage par micro-ondes a conduit a la reduction de taux de germination de 81%. Cette réduction parait logique si en se réfère à l'impact qu'a eu les puissances appliquées lors du séchage des graines considérées.



Figure V.6 : test de germination des grains de lin séchées par le micro-ondes.

#### V.4. L'analyse par CPG des acides gras

La composition en acide gras de l'huile de lin est donnée dans les tableaux.V.5 et V.6 correspondant aux deux modes de séchage.

#### V.4.1. Séchage par lit fluidisé

**Tableau .V. 5 :** L'analyse des acide gras de l'huile de lin par CPG (lit fluidisé).

Acide gras	Dénomination	Echantillon	Echantillon	Echantillon	Echantillon
		Reference	45°C	55°C	65°C
C14:0	Acide Myristique	0.08	Tr	0.06	*
C16:0	Acide palmitique	6.51	6.25	6.34	6.37
C16:1ω9	Acide Palmitoleique	0.15	Tr	0.15	*
C18:0	Acide stéarique	5.27	5.32	5.32	5.31
C18:1ω9	Acide oléique	21.10	20.96	21.17	20.91
C18: 2w6	Acide lioléique	15.03	15.12	15.16	15.10
C18:3ω3	Acide linolénique	51.68	52.32	51.77	52.29
C20:0	Acide arachidique	Trace	Tr	Tr	*
C20:1ω9	Acide gondoïque	Trace	Tr	Tr	*

#### D'après le (tableau. V.5). Nous observons que :

Les teneurs en acides gras des huiles obtenues après séchage par lit fluidisé restent pratiquement constantes avec l'augmentation de la température. Ces valeurs peuvent être jugées appréciables en les comparants aux rendements retrouvés dans de nombreuses plantes oléagineuses. (Soja: linoléique 7.29%, linoléique 51.33%, oléique 26.51%,) .Le (tableau. V.5) indique également que cette huile se compose principalement des huiles linolénique, linoléique et oléique. De même nous pouvons souligner que parmi ces trois huiles principales, l'huile linolénique représente le constituant majoritaire. En effet, on relève une valeur qui avoisine les 52% et ce pour tous les échantillons considérés. La variation des teneurs en huiles entre les différentes températures clairement visualisées par le diagramme suivant.

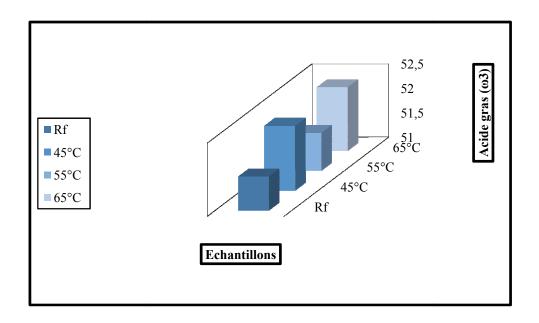


Figure. V.7: La variation de taux d'acide gras en fonction de la température appliquée.

#### V.4.2. Séchage par micro-ondes

**Tableau. V.6:** L'analyse des acide gras de l'huile de lin par CPG (micro-onde).

Acide	Dénomination	Echantillon Référence	Echantillon 45°C	Echantillon 55°C	Echantillon 65°C
gras		Reference	43 0	33 C	05 C
C14:0	Acide Myristique	0.04	0.04	0.03	*
C16:0	Acide palmitique	6.18	6.10	5.8	6.07
C16:1ω9	Acide Palmitoleique	0.14	0.15	0.14	0.14
C18:0	Acide stéarique	5.01	4.81	5.11	5.03
C18:1ω9	Acide oléique	20.99	20.85	21.25	20.99
C18: 2w6	Acide Linoléique	15.86	15.73	15.88	15.59
C18:3ω3	Acide linolénique	51.48	52.00	51.61	54.99
C20:0	Acide arachidique	0.14	0.15	0.13	0.15
C22 :0	Acide Béhenique	0.12	0.11	Tr	Tr

Le séchage des grains de lin par micro-ondes a conduit presque aux mêmes observations générales que celles obtenues pour le cas de séchage par lit fluidisé. Cependant, on peut remarquer une légère variation de la teneur de l'huile linolénique avec la puissance appliquée lors du séchage. En effet, on relevé une teneur de 54% obtenue à la puissance de300W. Cette teneur

considérée comme élevée par rapport à celles obtenue aux puissances de 100 et de 180W, peut être expliquée par l'influence de l'énergie absorbée par les graines. Cette énergie peut avoir une conséquence, en plus de l'évaporation de l'eau, sur l'éclatement des cellules végétales des graines (les oléosomes). La différence apparente entre les valeurs des teneurs en huiles d'une façon plus claire est visualisée par le diagramme **figure. V.8.** 

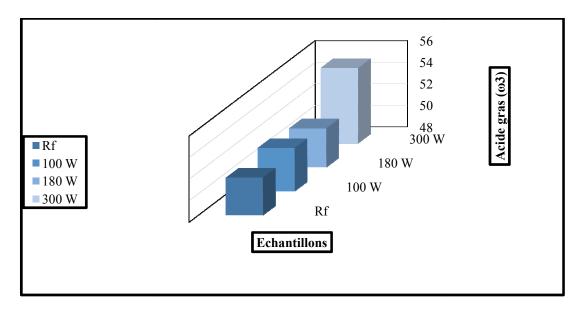


Figure. V.8: variation de taux d'acide gras en fonction de la puissance appliquée.

En comparant les teneurs d'acides linolénique obtenue par le séchage des graines par lit fluidisé et par micro-ondes (**Figure. V.9**).

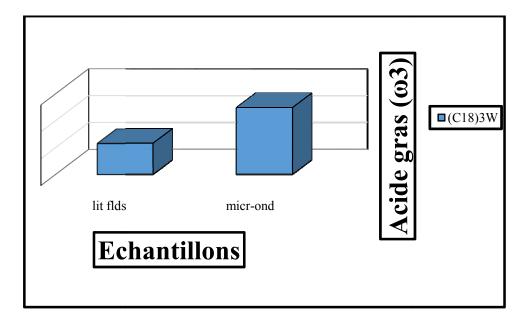


Figure. V.9: teneur d'acides linolénique obtenu par les deux modes de séchage.

On relève que les valeurs maximales obtenues à la température de  $45^{\circ}$ C(lit fluidisé) et à la puissance de 300W (micro-ondes) correspondent respectivement aux valeurs de 52 et 54%. Ainsi, on peut dire que les grains de lin sont riches en  $\omega 3$ . En effet, il a été révélé que l'incorporation des grains de lin dans la nourriture des bovins augmente la teneur en  $\omega 3$  dans la viande bovineProduire de la viande bovine enriche en acides gras polyinsaturés oméga 3 à partir de graines de lin : quelles modalités d'apport du lin, quelles conséquences sur la qualité de la viande ? [63].

#### V.5.Dosage des protéines

#### V.5.1.Lit fluidisé

Les taux moyens de protéines déterminés pour les deux modes de séchagesont présentés dans des (tableaux. V.7et V.8).

	Ref						
C (mg/µl)	C moyen	% massique					
0,082							
0,1	0,10266667	10,26%					
0,126	0,10200007	10,26 %					
		45 °C					
0,075							
0,065	0,08233333	8,23%					
0,107	0,06233333	0,23 /6					
		55°C					
0,065							
0,055	0,061	6,10%					
0,063	0,001	·					
	65°C						
0,09							
0,108	0,09666667	9,66%					
0,092	0,0700007	0,0070					

**Tableau. V.7:** taux desprotéines des graines de lin séchées par lit fluidisé.

Du (**tableau. V.7**), on constate que les taux de protéines varientavec l'augmentation de la température de séchage en les comparants à celle dela référence. On remarque que le taux de protéines obtenu à la température de 55°C est le plus bas (6.10%). On peut évaluer la réduction de cette dernière par rapport à la référence qui est de 40.5%. Ceci peut être argumenté par la dégradation des protéines suite à l'élévation de la température de séchage. Pour le cas de la température de 65°C, on a déduit que la température dégrade les protéines alors que dans ce cas,

le taux apparait équivalent à celui obtenu à la température de 45°C, et il est plus grand à celui enregistré à 55°C. On peut attribuer cela à deux phénomènes. Le premier est relatif à l'influence de la température sur la stabilité des protéines alors que le deuxième est lié à la réduction du taux d'humidité. Le calcul du taux des protéines est effectué sur la base de la masse des graines, ainsi la réduction du taux d'humidité conduit à des valeurs du taux de protéine plus élevé même si la quantité de protéines reste constante. Donc, on peut déduire que la dégradation a eu lieu lorsque la température de séchage s'élève au-delà de 45°C. De plus, le taux de dégradation parait invariable entre 55 et 65°C.

#### V.5.2. Micro-ondes

**Tableau. V.8**: taux des protéines des grains de lin sécher par micro-onde

	Réf					
C (mg/µl)	C moyen	% massique				
0,14						
0,448	0,282	28,20%				
0,259	0,282					
	100 W					
0,235						
0,138	0,1766	17,66%				
0,157	0,1700	17,0076				
180 W						
0,174						
0,107	0,116	11,60%				
0,067	0,110	11,00 /6				
	300 W					
0,182						
0,171	0,15233	15,23%				
0,104	0,13233	13,23 /0				

D'après les valeurs présentées dans le tableau, on peut constater que le taux de protéine a été réduit de 37% après l'application de 100W lors de séchage par micro-onde. L'application de 180W a conduit à une valeur représentant une réduction du taux de protéine par rapport à la référence de 58%.

En appliquant la puissance de 300W, le taux de protéine obtenu est légèrement supérieur à celui obtenu avec la puissance de 180W. En se référant aux observations émises lors du séchage par lit fluidisé, on peut dire que le séchage par micro-onde influe également sur la stabilité des protéines. Cependant, dans le cas du séchage par micro-onde la dégradation est observée par

l'application de la puissance de 100W. Alors qu'à la puissance supérieure à 100W le taux de dégradation reste stable.

Les taux de protéine observés aux puissances 180W et 300W sont liés à la réduction du taux d'humidité des graines suite à l'évaporation de l'eau.



## Conclusion Générale



#### Conclusion générale

A travers cette présente étude, axée essentiellement sur l'influence des modes de séchage sur la valeur nutritionnelle des graines de lin, des résultats jugés intéressants sont obtenus. Deux modes de séchage sont employés, le lit fluidisé où trois températures sont appliquées 45°C, 55°C et 65°C, et le séchage par micro-ondes où les doses de puissances utilisées sont de 100W, 180W et 300W.

Le premier paramètre, lié étroitement avec l'objectif de recours au séchage est le taux d'humidité. En effet, des taux d'humidité maximum obtenus, lors de ce travail, pour les deux modes sont très proches, 8.87% à la température 65°C, et 9%, à la dose de puissance de 300W.

Ensuite, vient l'analyse par CPG des huiles extraites des graines séchées par lesdeux modes cités plus haut a conduit à la détection des principaux constituants. A savoir l'acidelinolénique, l'acide linoléique et l'acide oléique. En effet, les taux relatifs à ces huiles qui sont obtenus sont respectivement de 52%, de 15,12% et de 20,96% pour le cas de lit fluidiséet de 54%, de 15,59% et de 20,99 %pour le cas des micro-ondes. Ainsi, dans ce cas, on peut observer que le mode de séchage n'avait pas d'influence sur les taux d'acides gras contenus dans les graines. En outre, on peut relever, de cette analyse que le constituant majoritaire est représenté par l'acide linolénique. Cet acide connu sous le nom d'oméga trois, constitue un composé de vertus très variées.

Cependant, le mode de séchage au contraire, avait une incidence conséquente sur la teneur en protéines. En effet, pour leur dosage, une certaine dégradation a eu lieu lorsque la température de séchage appliquée est au-delà de 45°C, ou lorsquela puissance dépasse la dose des 100W. Des valeurs de dégradation, par rapport au taux de référence, enregistrées dans ces conditions sont respectivement équivalentes à 8,23% et de 17,66%.

Enfin ce travail reste loin d'être terminé, nous suggérons d'autres études plus approfondies où les différents aspects relatifs à la plante (région de plantation, période de récolte), ainsi que le dosage d'autres constituants tels que les vitamines, les sels minéraux, soient considérés



# Références Bibliographiques



- [1]:Warrand J. (2004) Etude structurale et propriétés en solution des polysaccharides constitutifs du mucilage de lin (*Linumusitatissimum*), Thèse de l'Université de Picardie Jules Verne, Amiens, 220 p.
- [2]: Knörr, W., Daute, P., Grützmacher, R., Höfer, R. (1995) Development of new fields of application for linseed oil. *Lipid / Fett*, 97, pp 165-169.
- [3]:Oomah, B. D. (2003) Processing of flaxseed fiber, oil, protein, and lignan. *dans*: *Flaxseed in Human Nutrition, Second Edition*. Eds Thompson, L. U., Cunnane S. C.,, AOCS Press, Champaign, Illinois, USA, 20, pp 363-387.
- [4]:SavoireR.2008. Etudemulti-échelles de la séparation soli de-liquide dans la trituration du lin oléagineux, Thèse de doctorat (Université de Technologie, Compiègne), p11.
- [5]:Diederichsen A, Richards K. 2003. Cultivated flax and the genus *LinumL. Flax:* the genus *Linum*,p32-38.
- [6]:Hocking P.J, Kirkegaard, J.A, Angus J.F. 1997. Comparison of canola, Indian mustard and linola in two contrasting environments. I. Effects of nitrogen fertilizer on dry matter production, seed yield and seed quality. *Field CropsResearch*, 49,2-3.
- [7]:Renouard S. 2011. Régulation transcriptionnelle de la biosynthèse des liganes du lin (linumusitatissimum et linumflavum) et amélioration de l'extraction de Lignanes. Science du vivant, Thèse de doctorat (Université d'Orléans), p231.
- [8]:Thomé O. W. (1905) Flora vonDeutschlandÖsterreichund der Schweiz. Gera, Reuss Toro-Vazquez J. F., Infante-Guerrero R. (1993) Regressionalmodelsthatdescribeoilabsoluteviscosity. Journal of the American Oil Chemists Society, 70, 11, pp. 1175-1119.
- [9]:Casa R, Russell G, Cascio B. L, Rossini F. 1999. Environmental effects on linseed (*Linumusitatissimum*L.)yieldandgrowthofflaxatdifferentstanddensities. *European journal of agronomy*, 11(3),267-278.
- [10]:HeliJroy R.D, Shanna Lundy M.S, Chad Eriksen B.A, Beth K. 2007.Flaxseed: A Review of Health Benefits. *Pennington Nutrition N°5, P4*.

- [11]:United States Department of Agriculture. National Genetic Resources Program. Germplasm Resources Information Network—(GRIN). Available at: <a href="http://www.ars-grin.gov/cgi-bin/npgs/html/taxon.pl?22326">http://www.ars-grin.gov/cgi-bin/npgs/html/taxon.pl?22326</a>; accessed February/8, 2007; verified 20 Feb. 2008. National GermplasmResourcesLaboratory, Beltsville, MD.
- [12]: Pierre L, Lis L. 2011 Secrets des plantes. France. Artémis.
- [13] :Rombaut N. 2013. Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : applicationaux graines de lin et aux pépins de raisin, Thèse de doctorat (Université de Technologie Compiègne), p22.
- [14] :GEVES. 2012. Centre d'Etudes et de Contrôle des Variétés et des Semences. Site consulté le 13 mars 2012, http://cat.geves.info/page/ListeNationale.
- [15] :Labalette F, Landé N, Wagner D, Roux-Duparque M, Saillet E. 2011. La filière lin oléagineux française: panorama et perspectives. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 18(3),113-122
- [16]: LaiqKhanM,SharifM,SarwarSameeaM,AmeenM.2010.Chemicalcomposition of different varieties of linseed. *Pakistan Veterinary Journal*, 30(2),79-82.
- [17]:Bloedon L.T, Szapary P.O. 2004. Flaxseed and cardiovascular risk. *NutritionReview*, 62(1), 18-27.
- [18]:Daun J, Barthet V, Chornick T, Duguid S. 2003. Structure, composition and variety development of flaxseed. *In: Thompson, L., Cunanne, S. edition. Flaxseed in Human Nutrition. Second Edition Champaign, Illinois*,p1-40.
- [19]: Sultana C. 1992. Le lin oléagineux. *Dans*: Manuel des corps gras. Karleskind A. edition., *LavoisierTechnique et documentation*, *Paris*, *France*, vol. 1,p154-157.
- [20]:Lafond G.P, Irvine B, Johnston A.M, May W.E, Mcandrew D.W, Shirtliffe S.J, Stevenson F.C. 2008. Impact of agronomic factors on seed yield formation andquality in flax. *Canadian Journal of Plant Science*, 88(3), 485-500.
- [21]:Canvin, D. T. (1965) the effect of temperature on the oil content and fatty acid composition of the oils from several oil seed crops. *Canadian Journal of Botany*, 43, pp63-69
- [22]: Dybing, C. D., Zimmerman, D. C. (1965) Temperature effects on Flax

(*LinumUsitatissinum L.*) growth, seed production and oil quality in controlled environnments. *Crop Science*, 5, pp 184-187.

[23]:Labalette, F., Landé, N., Wagner, D., Roux-Duparque, M., Saillet, E., Onidol (2011) La filière lin oléagineux française : panorama et perspectives. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*, 8, pp 113-122

[24]:INRAS.P.(pagemiseàjourle27février2007).Comprendrela):grainedesoléagineux pour en extraire l'huile<a href="http://www.inra.fr/presse/comprendre\_la\_graine\_des\_oleagineux\_pour\_extraire\_huile">huile</a>

[25]:Tzen, J., Cao, Y., Laurent, P., Ratnayake, C., Huang, A. (1993) Lipids, Proteins, and Structure of Seed Oil Bodies from Diverse Species. *Plant Physiology*, 101, pp 267-276

[26]:www.sembiosys.ca/images/general/Figure-5-v- 2.jpg)

[27]:Bloedon L.T, Szapary P.O. 2004. Flaxseed and cardiovascular risk. *NutritionReview*, 62(1),18-27.

[28]:Kaithwas G, Mukerjee A, Kumar P, Majumdar D.K. 2011. *Linumusitatissimum* (linseed/flaxseed) fixed oil: antimicrobial activity and efficacy in bovine mastitis. *InflammoPharmacology*, 19,45-52.

[29]: Massaro M, Scoditti E, Carluccio M.A, De Caterina R. 2010. Nutraceuticals and preventionofatherosclerosis:focusonomega-

3polyinsaturatedandpreventionofatherosclerosis: focus on omega-3 polyunsaturated fatty acids and Mediterranean diet polyphenols. *Cardiovascular therapeutics*, 28, 13-19.

[30]:Thompson L.U, Rickard S.E, Orcheson L.J, Seidl M.M. 1996. Flaxeed and its ligan and oil components reduce mammary tumor growth at a late stage of carcinogenesis. *Carcinogenesis*, 17,1373-1379.

- [31]:AyadA,MerzoukH,MerzoukS.A,NarceM.2013.Bloodoxidant/antioxidantstatus in overfed aging rats: comparative effects of sunflower, olive and linseed oil rich diets. *Biomedical and Environmental Sciences*,26,390-393
  - [32]:Laissouf A, Mokhtari-Soulimane N, Merzouk H, Benhabib N. 2013. Dietary flaxseedoilsupplementationimprovestheOxidant/antioxidantstatusinobeseagedrats. *International Journal of Medicine and Pharmaceutical Sciences*, 3,87-94.
  - [33]: Smith A. K., Johnsen V. L., Beckel A. C. (1946) Linseed proteins: Alkali dispersion and acid precipitation. Industrial and Engineering Chemistry, pp. 353-356.
  - [34]:Oomah B. D., Mazza G. (1997b) effect of dehulling on chemical composition and physical properties of flaxseed. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 30, pp. 135-140.
  - [35]: Sammour H. S. (1999) Proteins of linseed (*Linumusitatissimum*L.) extraction and characterization by electrophoresis. Botanical bulletin of Academia Sinica, **40**, pp. 121-126.
- [36]:Oomah B. D., Kenaschuk E. O., Mazza G. (1995b) Phenolic acids in flaxseed. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 43, pp. 2016-2019.
- [37]:Oomah B. D., Mazza G. (1997a) Effect of dehulling on chemical composition and physical properties of flaxseed. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie, 30, 2, pp. 135-140.
- [38]:Bhatty B. S. (1993) Further compositional analyses of flax: mucilage, trypsin inhibitors and hydrocyanic acid. Journal of the American Oil Chemists Society, 70, 9, pp. 899-904.
- [39]: Niedzwiedz-Siegien I. (1998) Cyanogenicglucosides In *Linumusitatissimum*. Phytochemistry, 49, 1, pp. 59-63.
- [40]:Oomah B. D., Mazza G., Kenaschuk E. O. (1992) Cyanogenic compounds in flaxseed. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 40, pp.1346-1348.
- [41]:Labebbeda F., Benabdlmalek Y., 20013. « L'influence de la micro-onde sur l'huile de soja extrait avec des paramètres de séchage ». Mémoire de master, université de khemis miliana.

- [42]: Zidani S., 2008. « Influence des techniques de séchage sur la solubilité des protéine de la levureSaccharmvcescerevisiae produite dans un milieu à base de datte ». Mémoire de magister, Université de Hadj lakhdar-Batna-.
- [43]:Boussalia A., 2010. « Contribution à l'étude de séchage solaire de produits agricoles locaux ».
- [44]: Solanki, H.K., Prajapati, V.D., Jani., 2000.« Microwave Technology-A Potential Tool in Pharmaceutical Science». International Journal of Pharma Tech Research, CODEN (USA): IJPRIF, PP: 1754-1761.
- [45]: Singh, R.P., &Heldman, D.R., 2001. « Introduction to Food Engineering, Third Edition».London UK: Academic Press.0
- [46]:Lucchesi, M.E., 2005. « Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles ».
- [47]:Zagrouba, F., 1993. «Séchage mixte par convection et un apport rayonnant micro-onde des milieux déformables». Thèse d'Institut national polytechniquede Lorraine(INPL), Nancy, France.
- [48]:Lecharpentier D., 2000. « Optimisation d'un procédé de séchage. Problématiques liées au transfert de masse et de chaleur lors de l'utilisation de technologies rayonnantes microondes et infrarouge», Thèse pour l'obtention de doctorat. Universités de Nantes.
- [49]: Lyes Bennamoun « contribution a l'étude des transferts couples avec changement de phase dans un milieu poreux. Influence des conditions d'air variables sur les cinétiques de séchage et le comportement global d'un séchoir solaire ». Thèse pour l'obtention de Doctorat. Université MENTOURI CONSTANTINE.
- [50]:Kato, K., OHMURA, S., TANEDA, D., ONOZAWA, I., SHIMURA, K., & IIJIMA, A. (1981). Drying characteristics in a packed fluidized bed dryer. *Journal of Chemical Engineering of Japan*, 14(5), 365-371.
- [51]: Zhang, M., Bhandari, B., & Fang, Z. (2017). *Handbook of Drying of Vegetables and Vegetable Products*. CRC Press.
- [52]:Ratti, C. (Ed.). (2008). Advances in food dehydration. CRC Press.
- [53] :Boughal S., 2010. «Etude et optimisation du séchage solaire des produits agroalimentaires

dans les zones arides et désertiques» .Doctorat en sciences en génie mécanique.

L'Universitéde Batna. PP: 28.

[54]: Simpson W. T., 1999. «Drying and control of moisture content and dimensional Changes». Madison, forest products laboratory. PP: 463.

[55]: AFNOR., 2000. «Huiles essentielles échantillonnage et méthodes d'analyse monographie relatives aux huiles essentielles».

[56]: Rouessac F, Rouessac A., 2004. «Analyse chimique méthode et techniqueinstrumentales modernes». 6eme ED, paris.

[57]: Perrin J.L. 1992. Manuel des Corps Gras, tome 2. Edition. Technique et documentation. *Lavoisier, Paris*.

[58]: AFNOR Association Française de Normalisation, norme NF EN ISO 3657.

2013. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice desaponification.

[59]: Petko I.P., 2010. «Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions». Pour l'obtention du doctorat université de Toulouse. PP : 55.

[60]: Lowry O H ,Rosebough N J, Farr A L , Randal R I., 1977.«Protein measurement with Folin phenol reagent». J. Biol. 193: 265-275.

[61] : Sidali l et Aouameurdj., 2012. «Caractérisation et effets microbiens d'huile essentielle de la plante médicinale Thymuvulgrais». Mémoire de master, université de khemismiliana.

Simpson W. T., 1999. «Drying and control of moisture content and dimensional changes». Madison, forest products laboratory. PP: 463.

[62]:programme mixte FOA/OMS sur les normesalimentaires comité du codexe sur les graisses et les huillesvingt-cinquiéme session Kuala Lumpur, malaisie, 27 février-3 mars 2017.

[63]: Normand, (1), d. Bastien (2), d. Dauchart (3), f. Chaigneau (4), g. Chesneau (5), m. Doreau (3),j.p. Farrie (6), a. Joulie (4), d. le Pichon (7), c. Peyronnet (8), a. Quinsac (9), J.Rrenon (10), d. Ribaud (11),f. Turin (12), p. Weill (5)renc. rech. Ruminants, 2005, 12,page (6).





#### Matériels et appareillages

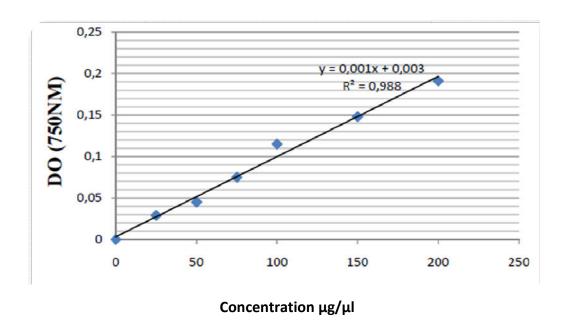
#### Liste de matériels et appareillages

Matériels	Appareillages	
Soxhlet de 200 ml.	Spectrophotomètre UV-VIS.	
Réfrigérant à boule.	Chromatographie phase gazeuse	
Cartouche en papier.	Réfractomètre. ABBE.	
Burette de 100 ml graduée en 0.1 ml avec	Balance-électronique.	
son support.		
Bécher (5-1000) ml.	Agitateur-magnétique.	
Verre de montre.	Une chauffe ballon.	
Entonnoir.	pH mètre électronique.	
Eprouvette graduée de (10 – 100) ml.	Rota vapeur.	
Fiole jaugé de (100 –250 ml).	Moulin électrique.	
Pissette.	Vortex.	
Tubes à essais.	Thermomètre.	
Capsule.	Plaque chauffante	

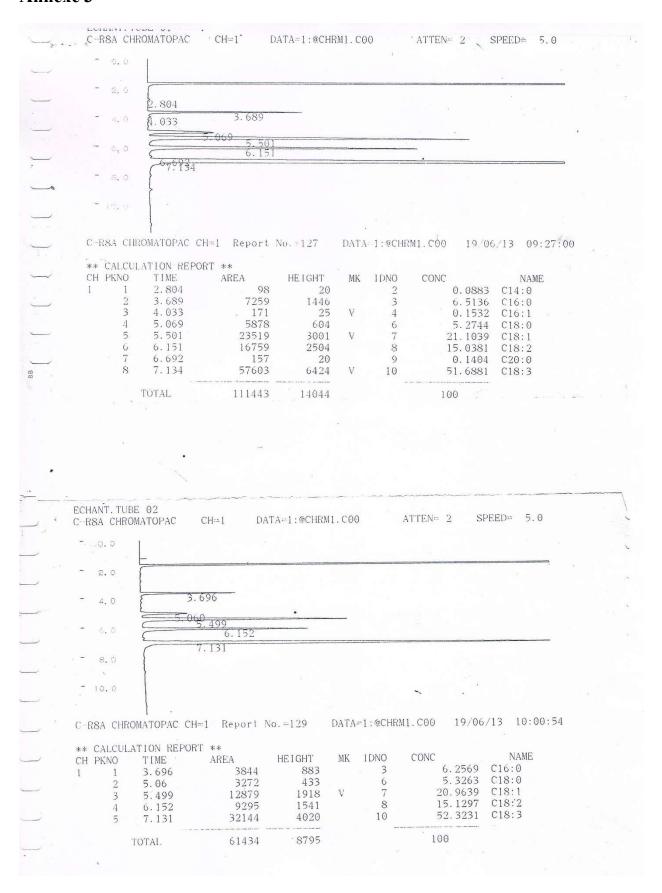
#### Réactifs chimique nécessaires

#### Propriétés et Caractéristique des produits utilisés.

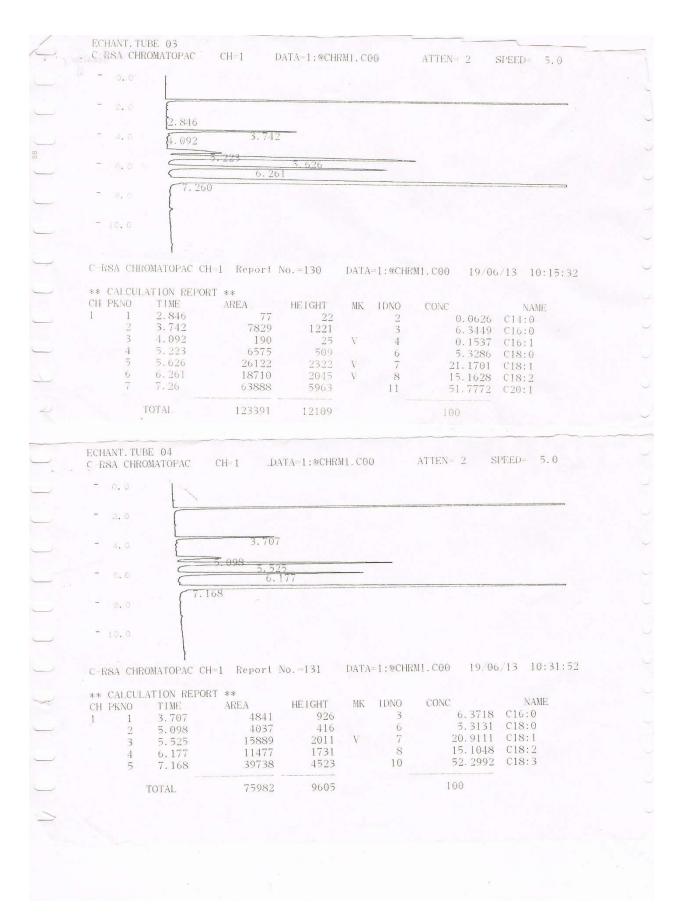
N°	Désignation	Formule chimique	Etat physique
1	n-Hexane	$C_6H_{12}$	Liquide
2	Hydroxyde potassium	КОН	Solide
3	Ethanol (95 %)	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	Liquide
4	Acide chlorhydrique (36%)	HCL	Liquide
5	Phénolphtaléine	РНРН	Liquide
6	Sulfate de cuivre	CuSo <sub>4</sub>	Solide
7	Tartrate de potassium et sodium	C <sub>4</sub> H <sub>4</sub> KNaO <sub>6</sub> .4H <sub>2</sub> O	Solide
8	Carbonate de sodium	Na <sub>2</sub> Co <sub>3</sub>	solide
9	Folin	Sans objet.	liquide
10	Sérume albumine bovin (BSA)	Sans objet.	solide



La courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines selon la méthode de Lowry 1977 par l'utilisation de BSA (sérum albumine bovin).



Dosage des acides gras des tubes 1 et 2.



Dosage des acides gras des tubes 3 et 4.