

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Technologie



Mémoire de projet de fin d'étude

Présenté en vue d'obtention de Diplôme de Master en Génie Des Procédés

Spécialité : Génie Pharmaceutique

Thème

**Caractérisation et évaluation des extraits (huile) des
grains de tournesol (*Helianthus annuusL.*)**

Devant le jury composé de :

Présenté par :

- HAID AMAL
- KHELIFI NORA

Président : B.MEKHANEG

Examinatrice : L.HADJ KHELIFA

Promoteur : M. ZOUANTI

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

Nous remercions tout d'abord ALLAH le tout-puissant de nous avoir donné le courage et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

Nous voudrions tout d'abord adresser toutes nos reconnaissances à notre promoteur, Dr.ZOUANTI MUSTAPHA, merci de nous avoir proposés ce sujet. Merci pour vos conseils et sacrifices afin de donner le meilleur et pour son suivi durant la période de préparation de notre mémoire de fin d'étude.

Nous souhaitons présenter également nos vifs remerciements à :

*Dr.MEKHANE G.B pour avoir accepté de présider ce jury.
Et, DR.HADJ KHELIFA.L pour avoir accepté de juger et examiner ce modeste travail.*

Nous remercions l'équipe de laboratoire pour sa patience et son aide, principalement monsieur CHAOUCHI MOHAMED.

Nous désirons encore remercier les enseignants de l'université de Khemis Miliana, qui ont fourni tous les outils nécessaires à la réussite de nos études universitaires

Nous remercions également nos familles et nos proches pour tout le soutien et le support qu'il nous a donné.

Dédicace

*Je tiens à remercier tout d'abord ALLAH pour
l'achèvement de ce mémoire.*

Je dédie ce modeste travail :

À mon très cher Papa

À ma très chère Maman

À mes très chers sœurs

À mes très chers frères

À toute ma famille

À mes copines

*Et à toute personne qui m'a porté de l'aide ou
encouragement.*

Amal Haid

Dédicace

*Tout d'abord je tiens à remercier « ALLAH » de
m'avoir donné la force et le courage de mener à
bien ce modeste travail*

Je dédie ce travail à:

*Ceux qui m'ont aidé et m'ont offert cette
occasion:*

À mes chers parents ma mère et mon père

À mes frères et ma petite sœur Amira

À mes oncles et tantes

À toutes mes amies et camarades

À mes professeurs

À toutes les personnes qui m'aiment

Khelifi Nora

المخلص

يعتبر زيت دوار الشمس من أكثر الزيوت استخدامًا حول العالم. يتم استخراجها من بذور دوار الشمس وهو معروف بطعمه الخفيف والحادي بالإضافة إلى فوائده الصحية العديدة.

تركز هذه الدراسة على تحديد وتقييم الخصائص الفيزيائية والكيميائية وتركيب الزيت من بذور دوار الشمس المستخرجة بالطريقة الكيميائية (Soxhlet) ، باستخدام مذيبيين مختلفين (الهكسان والإيثانول). أعطى الاستخلاص بالهكسان مردود قدره 33.54% بينما أعطى الاستخلاص بالإيثانول مردود قدره 24.91%.

تتوافق الخواص الفيزيائية والكيميائية التي تم الحصول عليها مع المعايير المذكورة في المؤلفات العلمية. كان الزيت المستخرج من الهكسان غنيًا بالبروتين ويحتوي على مستويات أعلى من البوليفينول والفلافونويد والتانينات مقارنةً بالزيت المستخلص من الإيثانول. أظهر التحليل الكروماتوغرافي وجود أحماض دهنية مثل حمض اللينوليك وحمض اللينوليك وحمض الأوليك. علاوة على ذلك ، أظهر الزيت المستخرج بواسطة الهكسان نشاطًا عاليًا لمضادات الأكسدة ، بينما كان الزيت المستخرج بالإيثانول نشاطًا أقل كمضاد للأكسدة.

الكلمات المفتاحية: زيت دوار الشمس ، الاستخلاص ، الخصائص الفيزيائية والكيميائية ، الأحماض الدهنية ، المذيب.

Résumé

L'huile de tournesol est l'une des huiles les plus couramment utilisées dans le monde entier. Elle est extraite des graines de tournesol et elle est connue pour sa saveur légère et neutre, ainsi que pour ses nombreux bienfaits pour la santé.

Cette étude porte sur la détermination et l'évaluation des caractéristiques physico-chimiques et la composition de l'huile des grains de tournesol extraite par la méthode chimique (soxhlet), en utilisant deux solvant différents (hexane et éthanol). L'extraction par l'hexane a donné un rendement de 33,54% tandis que l'extraction par l'éthanol a donné un rendement de 24,91%.

Les propriétés physico-chimiques obtenues étaient conformes aux normes cités dans la littérature scientifique. L'huile extraite par l'hexane était riche en protéines et présentait des taux plus élevés de polyphénols, flavonoïdes et tannins par rapport à l'huile extraite par l'éthanol. L'analyse chromatographique a révélé la présence d'acides gras tels que l'acide linoléique, l'acide linoléique et l'acide oléique. De plus, l'huile extraite par l'hexane présentait une activité antioxydante élevée, tandis que celle extraite par l'éthanol avait une activité antioxydante plus faible.

Mots clés : huile de tournesol, extraction, caractéristiques physico-chimiques, acides gras, solvant.

Abstract

Sunflower oil is one of the most widely used oils in the world. It is extracted from sunflower seeds and is known for its light, neutral flavour and numerous health benefits.

This study focuses on the determination and evaluation of the physico-chemical characteristics and composition of sunflower seed oil extracted by the chemical method (soxhlet), using two different solvents (hexane and ethanol). Hexane extraction gave a yield of 33.54%, while ethanol extraction gave a yield of 24.91%.

The physico-chemical characteristics obtained complied with the standards cited in the scientific literature. The hexane-extracted oil was rich in protein and had higher levels of polyphenols, flavonoids and tannins than the ethanol-extracted oil. Chromatographic analysis revealed the presence of fatty acids such as linolenic acid, linoleic acid and oleic acid. In addition, the oil extracted with hexane had a high antioxidant activity, while that extracted with ethanol had a lower antioxidant activity.

Key words: sunflower oil, extraction, physico-chemical characteristics, fatty acid, solvent.

Liste des figures

Figure I.1 : Origine de tournesol (<i>Helianthus annuus</i>).....	4
Figure I.2 : Plante de tournesol.....	4
Figure I.3 : Présentation des racines de <i>Helianthus annuus</i>	5
Figure I.4 : Morphologie de la tige de tournesol.....	6
Figure I.5 : Présentation des feuilles de <i>Helianthus annuus</i>	6
Figure I.6 : Présentation de fleur de tournesol.....	7
Figure I.7 : Graine de tournesol et coupe transversale du péricarpe (pc), du tégument séminal (t), de l'endosperme (es) et des cotylédons.....	8
Figure I.8 : Les deux catégories de tournesol, 1 : graines oléagineuses ; 2 : graines non oléagineuses.....	8
Figure I.9 : Représentation des stades phénologiques pour la croissance végétative, la floraison et la maturité physiologique d'après Schneiter, et Miller. (1981).....	10
Figure I.10 : Devenir des graines de tournesol et débouchés alimentaires.....	13
Figure I.11 : Répartition des espèces oléagineuses pour la production d'huile dans le monde.....	14
Figure I.12 : Composition de tourteau de tournesol, A : Composition de tourteau de tournesol entiers, B : Composition de tourteau de tournesol décortiqués.....	16
Figure I.13 : Effets des pratiques agricoles (hors choix variétal) sur les principales caractéristiques de la plante.....	19
Figure I.14 : Répartition de la production de grains de tournesol entre les principaux pays producteurs.....	20
Figure II.1 : Structure triglycéride.....	23
Figure II.2 : Structure des Tocophérols et Tocotriénols.....	26

Figure II.3 : Représentation du noyau cyclopentanophénanthrène, motif de base des stérols.....	26
Figure III.1 : Presse hydraulique.....	34
Figure III.2: Représentation schématique d'une presse à vis.....	35
Figure III.3 : Schématique du système d'extraction par ultrasons.....	37
Figure IV.1: Protocole expérimental.....	39
Figure IV.2 : Grains de tournesol.....	40
Figure IV.3 : Germination des grains de tournesol.....	41
Figure IV.4 : Etuve.....	42
Figure IV.5 : Appareil de soxhlet.....	44
Figure IV.6 : Rota vapeur.....	45
Figure IV.7 : Huile de tournesol extraite.....	45
Figure IV.8 : Réfractomètre électronique.....	46
Figure IV.9 : Détermination de Masse volumique.....	47
Figure IV.10 : Pycnomètre.....	48
Figure IV.11 : pHmètre.....	49
Figure IV.12 : Détermination d'indice d'acide.....	50
Figure IV.13 : Détermination de l'indice d'ester.....	51
Figure IV.14 : Titrage par HCl.....	51
Figure IV.15 : Détermination de l'indice d'iode.....	52
Figure IV.16 : Titrage par thiosulfate de sodium.....	52
Figure IV.17 : Détermination de l'indice de peroxyde.....	54
Figure IV.18 : Titrage par thiosulfate de sodium.....	54

Figure IV.19 : Dosage des protéines.....	56
Figure IV.20 : Appareil UV-Visible.....	57
Figure IV.21 : Chromatographe CHROMPACHK CP9002 Intégrateur Shimadzu...	59
Figure IV.22 : Détermination de l'activité antioxydant de l'huile de tournesol.....	63
Figure V.1 : Illustration des teneurs des composés phénoliques pour les deux solvants (hexane et éthanol).....	70
Figure V.2 : Illustration des taux d'acides gras pour les deux solvants (hexane et éthanol).....	72
Figure V.3 : Activité antioxydante d'acide ascorbique, l'huile extraite par l'hexane et l'huile extraite par l'éthanol.....	73
Figure A-2.1 : Visualisation la valeur de l'indice de réfraction.	
Figure A-3.2 : Détermination du pH par papier pH.	
Figure A-4.3 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines selon la méthode de Lowry 1977 par l'utilisation de BSA.	
Figure A-5.4 : La courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	
Figure A-5.5 : La courbe d'étalonnage de la quercétine.	
Figure A-5.6 : La courbe d'étalonnage de catéchine.	
Figure A-6.7 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de tournesol extraite par l'hexane.	
Figure A-6.8 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de tournesol extraite à l'éthanol.	
Figure A-6.8 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de tournesol extraite à l'éthanol.	

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Principales différence entre le tournesol standard et oléique.....	12
Tableau II.1: Comparaison du type huile en fonction de l'indice d'iode.....	23
Tableau II.2 : Teneur en acides gras de quelques huiles végétales.....	25
Tableau II.3 : Caractéristiques physiques de quelques huiles alimentaires.....	28
Tableau.II.4 : Composition en acides gras de l'huile de tournesol.....	31
Tableau II.5 : Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol.....	31
Tableau II.6 : Les caractéristiques de l'huile de tournesol.....	32
Tableau IV.1 : Composition des solutions utilisées pour le dosage des protéines totale.....	55
Tableau IV.2 : Essais réalisés pour le dosage des protéines.....	56
Tableau IV.3 : Conditions Chromatographiques pour esters méthyliques.....	61
Tableaux V.1 : Rendement des huiles des graines de tournesol.....	63
Tableaux V.2 : Résultats des analyses physique des huiles extraites par l'hexane et l'éthanol.....	64
Tableaux V.3 : Résultats des analyses chimiques des huiles extraites par l'hexane et l'éthanol.....	66
Tableau V.4 : Taux des protéines de l'huile de tournesol extraite par l'hexane.....	68
Tableau V.5 : Analyse des acide gras de l'huile de tournesol par CPG.....	71
Tableau A-1.1 : Liste de matériels et appareillages	
Tableau A-1.2 : Propriétés et Caractéristiques des produits utilisés	

Liste des Abréviations

AG : Acide gras.

AGI : Acides gras insaturés.

AGL : Acides gras libres.

AGMI : Acide gras mono-insaturé.

AGPI : Acide gras polyinsaturé.

AGS : Acide gras saturé.

BSA : Sérum albumine bovin.

IC₅₀ : Concentration correspondant à 50% d'inhibition.

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

DPPH : 2, 2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl.

Eq : équivalent.

H% : Pourcentage d'humidité.

Ia : Indice d'acide.

Ie : Indice d'ester.

Ii : Indice d'iode.

Ip : Indice de peroxyde.

Ir : Indice de réfraction.

Is : Indice de saponification.

ISO : International standard organisation.

Meqg : Milliéquivalent gramme.

MVS : Matière végétale sèche.

N : Normalité.

NS : Non significatif.

PE : Prise d'essai.

pH : Potentiel Hydrogène.

TG : Triglycéride.

UE : Eunion européenne.

V : Volume.

Sommaire

Remerciements	I
Dédicace	II
Résumé	IV
Liste des figures	VII
Liste des tableaux	X
Liste des abréviations	XI
Sommaire	XII
Introduction générale	1
Chapitre I : Description de la plante du tournesol	
I.1. Nom scientifique de tournesol.....	3
I.2. Histoire géographique de genre Helianthus.....	3
I.3. Systématique.....	4
I.4. Classification botanique.....	4
I.5. Morphologie de la plante.....	5
I.6. Cycle de développement de tournesol.....	8
I.7. Variétés.....	11
I.8. Utilisation des graines de tournesol.....	12
I.9. Exigences écologiques de la culture.....	17
I.10. Importance économique de tournesol.....	19
Chapitre II : Généralités sur les huiles végétales	
II.1. Définition de l'huile végétale.....	21
II.2. Classification des huiles végétales.....	21
II.3. Composition chimiques des huiles végétales.....	23
II.3.1. Composition majeure.....	23

II.3.2. Composition mineure.....	25
II.4. Caractéristiques de quelques huiles végétales.....	27
II.5. Différentes utilisations des huiles végétales.....	28
II.6. Marché mondial des huiles végétales.....	29
II.7. Huile de tournesol.....	29
II.7.1. Définition.....	29
II.7.3. Composition de l'huile de tournesol.....	30
II.7.4. Caractéristiques de l'huile de tournesol.....	32
II.7.5. Utilisation d'huiles de tournesol.....	32
Chapitre III : Procédés d'extraction des huiles végétales	
III.1. Méthode physique.....	33
III.1.1. Extraction par pression.....	33
III.1.1.1. Extraction mécanique à froid.....	33
III.1.1.2. Extraction mécanique « industrielle », à chaud.....	35
III.2. Méthode chimique.....	35
III.2.1. Extraction par solvant.....	35
III.2.1.1. Extraction au n-hexane.....	36
III.2.1.2. Extraction par fluide supercritique.....	36
III.2.1.3. Extraction à l'aide d'enzymes.....	36
III.2.1.4. Extraction assistée par ultrasons.....	37
III.2.1.5. Extraction assistée par micro-ondes.....	37
Chapitre IV : Matériels et méthodes	
IV.1. Cadre de l'étude.....	39
IV.2. Diagramme du Protocole expérimental.....	39
IV.3. Objectif.....	39
IV.4. Matière végétale.....	40
IV.4.1. Test de germination.....	40
IV.4.2. Humidité.....	41
IV.5. Extractions de l'huile.....	42
IV.5.1. Extractions par Soxhlet.....	42
IV.5.2. Elimination du solvant.....	44
IV.5.3. Rendement d'extraction.....	45
IV.6. Analyses physico-chimiques.....	46
IV.6.1. Analyses physiques.....	46

IV.6.2. Analyses chimiques.....	48
IV.7. Dosage des protéines par la méthode de Lowry (1977).....	54
IV.8. Dosage des composés phénoliques totaux.....	57
IV.9. Analyse chromatographique en Phase Gazeuse (CPG) d'huile de tournesol.....	59
IV.10. Activité antioxydant des extraits.....	62
Chapitre V : Résultats et discussion	
V.1. Rendement de germination.....	63
V.2. Teneur en eau des grains de tournesol.....	63
V.3. Extraction des huiles.....	63
V.4. Analyses physico-chimiques des huiles de tournesol.....	64
V.4.1. Résultats des analyses physiques.....	64
V.4.2. Résultats des analyses chimiques.....	65
V.5. Dosage des protéines.....	68
V.6. Dosage des composés phénoliques totaux.....	68
V.7. Analyse chromatographique en Phase Gazeuse (CPG) d'huile de tournesol.....	70
V.8. Etude de l'activité antioxydante.....	73
Conclusion générale.....	75
Références bibliographiques	
Annexes	

Introduction générale

Introduction générale

Les huiles végétales jouent un rôle essentiel dans notre alimentation. Premièrement, ils assurent une fonction nutritionnelle : ils contribuent à l'apport énergétique et elles sont une source d'acides gras essentiels (**Cuvelier et al, 2012**). La production d'huile végétale joue un rôle essentiel dans l'économie du secteur agricole et agroalimentaire depuis de nombreuses années. Cependant, elle est également considérée comme l'une des filières les plus prometteuses pour la diversification des débouchés des productions agricoles dans le domaine des applications non alimentaires. Les huiles végétales sont utilisées traditionnellement dans l'alimentation humaine, mais leur utilisation s'est élargie à d'autres secteurs (**kartika, 2005**).

En raison de leurs propriétés avantageuses uniques (ressources renouvelables, biodégradables et non toxiques), les huiles végétales attirent de plus en plus l'attention dans les applications industrielles. L'un d'eux est l'huile de tournesol. Il possède toutes ces propriétés qui ouvrent un large éventail d'applications de haute technologie pour ce type de matériau (**Rouane, 2008**).

Des différents pays à travers le monde ont favorisé le développement de la culture de tournesol (*Helianthus annuus L.*), car elle est la quatrième source d'huile végétale au niveau mondial après le soja, le palmier et le canola au niveau mondial (**Fernández et Martínez, 2004**).

Un atout de l'huile de tournesol est la grande diversité de composition en acides gras de cette huile et en co-produits de bonne valeur ajoutée (composés mineurs). Cela mène à une utilisation diversifiée en nutrition humaine et applications non alimentaires. Pour le secteur alimentaire, le développement de variétés de tournesol riches en différents acides gras présente une réelle implication pour la nutrition humaine, avec des effets bénéfiques sur la santé. Dans le secteur non alimentaire, l'huile de tournesol peut être utilisée dans le domaine des lubrifiants, biosolvants grâce à sa teneur en acide oléique et dans le domaine des peintures ou encore des produits cosmétiques ou pharmaceutiques pour les phytostérols ou certains acides gras saturés. Par ailleurs, le tourteau de tournesol est une source de matière riche en protéines utilisée pour l'alimentation animale (**Roche, 2005**).

L'Algérie met en place des mesures pour réduire sa dépendance vis-à-vis des importations d'huiles en favorisant la culture des graines oléagineuses, en particulier le tournesol. Elle encourage activement les agriculteurs à cultiver des variétés locales de graines de tournesol adaptées aux conditions du pays. Cette initiative vise à promouvoir l'extraction locale des huiles, réduisant ainsi les coûts d'importation et renforçant la sécurité alimentaire.

L'objectif de ce travail est d'étudier les propriétés physiques et chimiques ainsi que la composition de l'extrait d'une variété local de tournesol (région deRelizane) extraite à travers deux solvants différents (hexane et éthanol) en utilisant la méthode d'extraction par soxhlet.

Notre travail sera divisé en deux parties :

La première partie relative à la synthèse bibliographique qui regroupe trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré pour la description de la plante de tournesol, le deuxième chapitre évoque une généralité sur les huiles végétales en particulier l'huile des graines de tournesol. Dans le troisième chapitre nous avons décrit un bref aperçu sur les méthodes d'extraction.

La partie expérimentale est subdivisé en deux chapitres.Le premier chapitre décrit les matériels et les méthodes utilisées dans notre travail.Dans le deuxième chapitre nous avons présenté les résultats et discussions ainsi que les différents interprétations des paramètres et la composition de l'huile extraite.

Ce travail est terminé par une conclusion générale et perspectives.

Chapitre I :

Description de la plante du tournesol

I. Description de la plante du tournesol

Le tournesol *Helianthus annuus* L., est une plante annuelle de la famille des Astéracées, originaire d'Amérique du Nord (Duriez, 2019).

I.1. Nom scientifique de tournesol

Le tournesol, *Helianthus annuus* L., est une plante oléagineuse annuelle. Son nom fait référence à la forme particulière de ses inflorescences, appelées capitules. Le terme est dérivé des mots grecs "Helios" et "Anthos", signifiant respectivement "soleil" et "fleur". Par conséquent, les tournesols sont souvent considérés comme la "fleur du soleil". En français, son nom vient de sa tendance naturelle à suivre la course du soleil tout au long de la journée (kartika, 2005).

I.2. Histoire géographique de genre *Helianthus*

Le tournesol, originaire du sud de l'Amérique du Nord (figure I.1), où il a d'abord été domestiqué environ 2600 ans avant J.C. pour ses propriétés alimentaires mais aussi tinctoriales et médicinales (Duriez, 2019). Où il était cultivé par les Indiens d'Amérique du nord (Laguna, 2019). Il était utilisé par les amérindiens à des fins alimentaires, médicinales et ornementales en raison de sa forme solaire. Au 16^{ème} siècle, il a été introduit en Espagne par les explorateurs et est devenu une plante ornementale répandue dans les jardins espagnols. En France et en Europe, le tournesol s'est rapidement répandu comme plante ornementale, mais a également trouvé d'autres utilisations, telles que l'alimentation du bétail avec ses feuilles, la teinture avec ses pétales, et la production d'huile à partir de ses graines. En Russie, la culture du tournesol a pris une grande importance dès la fin du 16^{ème} siècle, en raison de sa capacité à produire de l'huile autorisée même pendant le carême. La production industrielle d'huile de tournesol a débuté plus de deux siècles plus tard en Russie. À la fin du 19^{ème} siècle, le tournesol était devenu une culture agricole majeure en Russie. En Europe, notamment en France, le développement des variétés précoces provenant de Russie dans les années 1960, ainsi que les programmes de sélection pour améliorer les rendements et la résistance aux maladies, ont conduit à une augmentation spectaculaire des surfaces cultivées (kartika, 2005).



Figure I.1 : Origine de tournesol (*Helianthus annuus L.*) (Duriez, 2019).

I.3. Systématique

Le tournesol (*Helianthus annuus L.*) est une espèce diploïde ($2n=34$) de la famille des Astéracées. Le genre *Helianthus* renferme 49 espèces, réparties en quatre sections (Demol et Al, 2002) :

- *Divaricati* avec 31 espèces
- *Helianthus* avec 11 espèces
- *Ciliates* avec six espèces
- *Agrestes* avec une espèce

I.4. Classification botanique

- **Nom** : *Helianthus annuus L.*
- **Règne** : Plantae
- **Embranchement** : Spermaphytes
- **Sous-embranchement** : Angiospermes
- **Classe** : Dicotylédones
- **Phylum** : Pariétales-Rhoeadales-Synanthérales
- **Ordre** : Asterales
- **Famille** : Astéracées ou Composées
- **Sous-famille** : Tubuliflores
- **Genre** : *Helianthus L.*
- **Espèce**: *Helianthus annuus L.* (AbouAlFadil, 2006).



Figure I.2: Plante de tournesol.

I.5. Morphologie de la plante

Le tournesol est une plante annuelle de grande taille, mesurant entre 1,5 et 4 mètres de hauteur. Il a un cycle de développement relativement court, d'environ 120 à 150 jours. Son inflorescence, appelée capitule, a un diamètre de 15 à 40 cm et elle est composée d'environ 1500 fleurs autofertiles (Allinne, 2009).

I.5.1. Racine

Le tournesol possède un système racinaire de type pivotant (figure I.3). Les racines secondaires forment un réseau dense qui occupe une grande quantité de sol, ce qui lui confère une excellente résistance à la sécheresse. Le pivot principal peut s'enfoncer jusqu'à une profondeur de 60 à 70 cm, mais sa croissance est influencée par les conditions du sol. Tout obstacle rencontré peut entraver sa croissance, ce qui souligne l'importance du travail du sol dans la culture du tournesol (Abou Al Fadil, 2006).

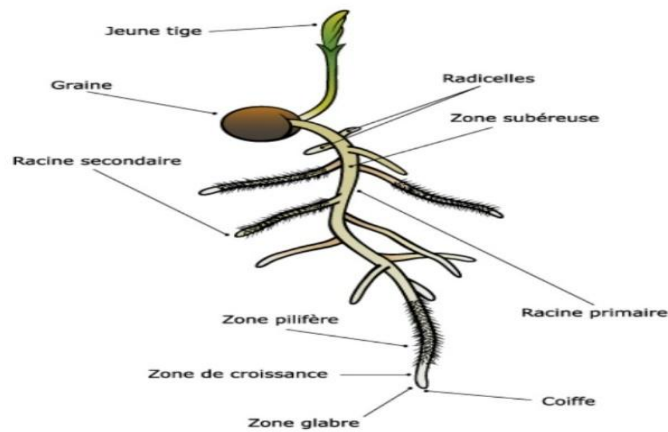


Figure I.3 : Présentation des racines de *Helianthus annuus L.*

I.5.2. Tige

La tige du tournesol, mesurant de 2 à 7 cm de diamètre, est droite et rigide (Evon, 2008). Elle se compose de deux parties distinctes. La couche externe est appelée écorce et est constituée de lignocellulose. Lorsque la tige est sèche, l'écorce prend une couleur marronne. Au centre de la tige se trouve la moelle, qui est de couleur blanche et possède une structure poreuse (figure I.4) (Mati-Baouche, 2015).

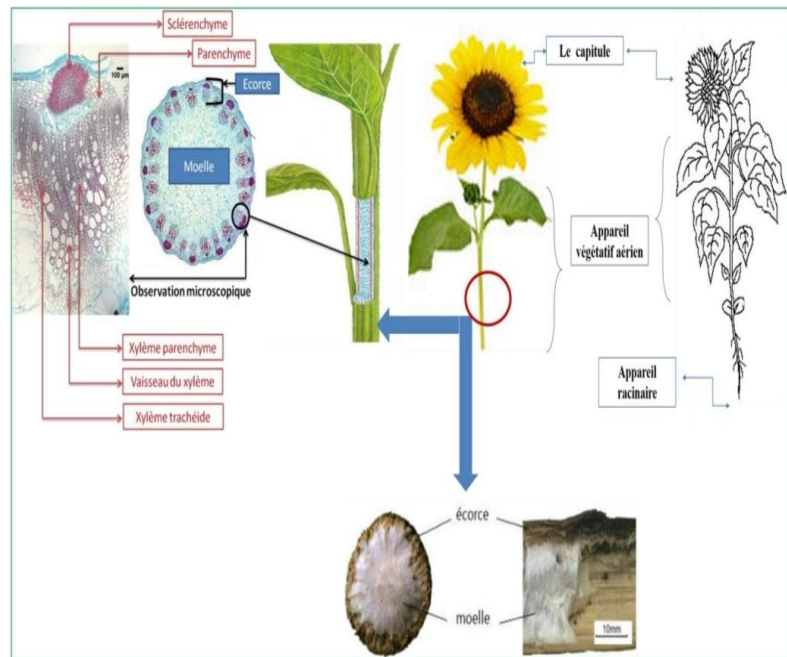


Figure I.4 : Morphologie de la tige de *Helianthus annuus L.* (Mati-Baouche, 2015).

I.5.3. Feuille

Cordiformes des feuilles sont plus ou moins dentées sont au départ opposées (Gallais et al, 1992). Le diamètre des feuilles est de 10 à 30 cm de longueur et de 5 à 20 cm de largeur (Bangirinama et al, 2018). Ainsique les feuilles qui s’y insèrent (entre 20 et 30 par tige). Ces feuilles jouent un rôle crucial dans la production des réserves lipidiques de la graine (Evon, 2008).

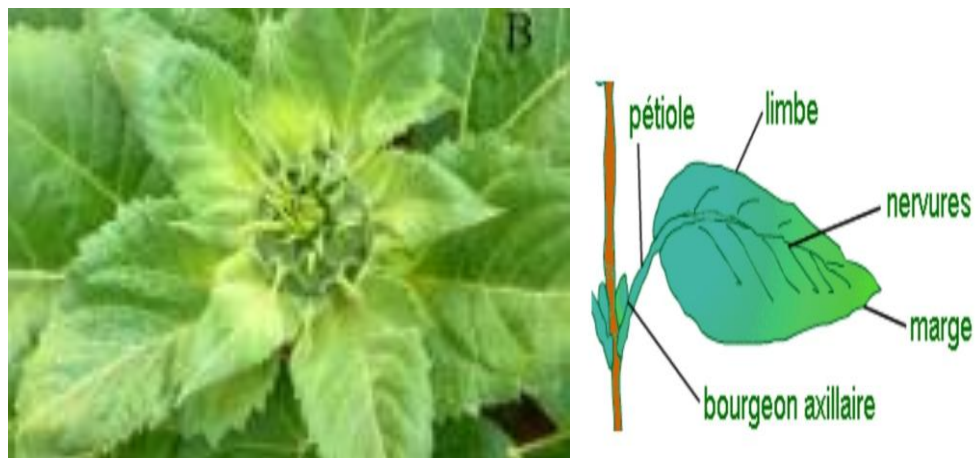


Figure I.5 : Présentation des feuilles de *Helianthus annuus L.*

I.5.4. Fleurs

Les fleurs du tournesol se présentent sous deux types de fleurons arrangés en multiples hélices sur un capitule, selon la spirale de Fibonacci. Les fleurons périphériques, appelés fleurons ligulés, sont stériles. Les fleurons centraux, appelés fleurons tubulés, sont hermaphrodites. Les fleurons ligulés sont généralement de grande taille et de couleur jaune, mais leur teinte peut varier du jaune citron à l'orangé ou au rougeâtre (Hamidreza, 2009).

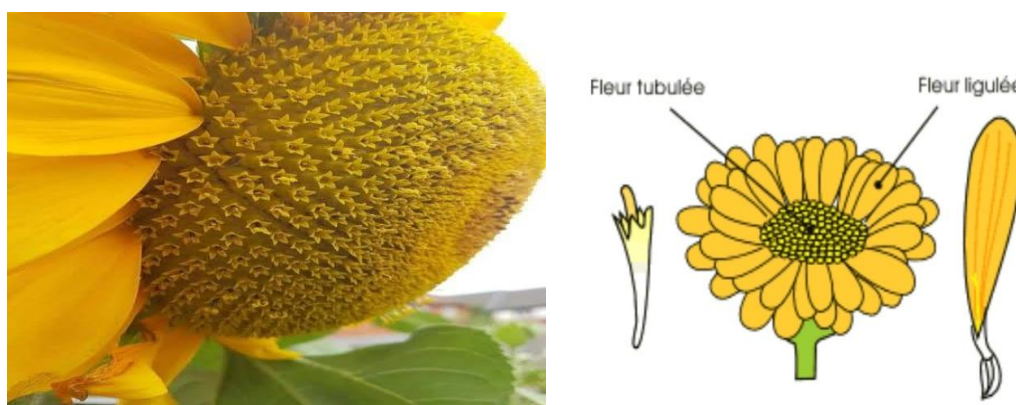


Figure I.6 : Présentation de fleur de *Helianthus annuus* L.

I.5.5. Graines

Les graines de tournesol (figure I.7) sont des akènes, situés dans l'inflorescence du capitule (Bonafous, 2017). Elles ont une forme ovale et sont recouvertes d'un tégument de couleur noire, appelé coque. Sous cette coque se trouve une amande de couleur gris clair. La coque du tournesol est composée de plusieurs couches fibreuses qui la séparent de l'embryon (Laguna, 2019).

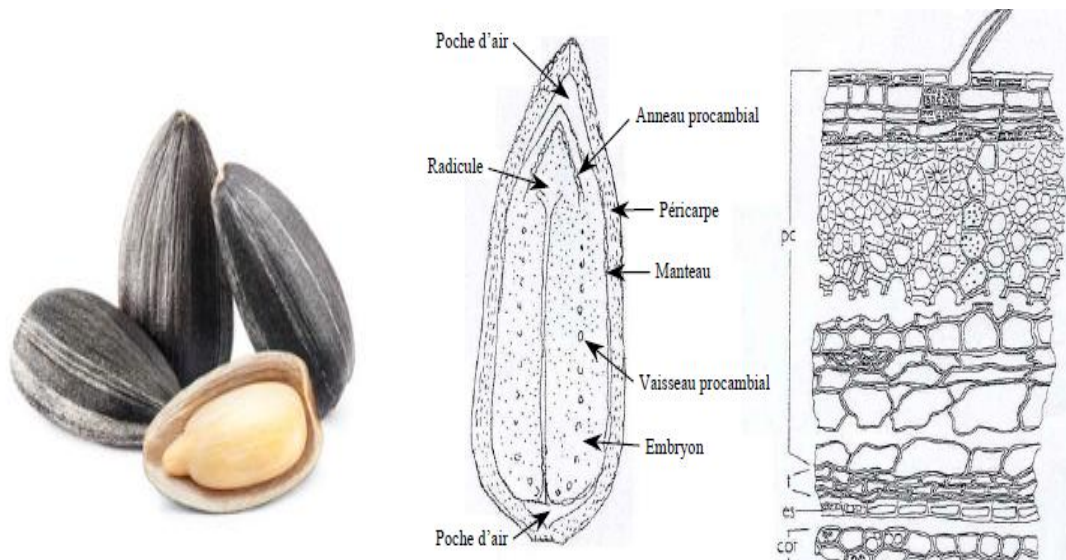


Figure I.7 : Graine de *Helianthus annuus* L. et coupe transversale du péricarpe (pc), du tégument séminal (t), de l'endosperme (es) et des cotylédons (**kartika, 2005**)

Deux types principaux des graines de tournesol sont cultivés :

- (1) les graines oléagineuses pour la production d'huile végétale.
- (2) les graines non oléagineuses pour les marchés de l'alimentation humaine et de l'alimentation des oiseaux. (**Berglund, 2007**).



Figure I.8 : Les deux catégories de tournesol, 1 : graines oléagineuses ; 2 : graines non oléagineuses (**Berglund, 2007**).

I.6. Cycle de développement de tournesol

Le tournesol est une plante à développement végétatif important, avec de larges feuilles, pouvant atteindre une hauteur de 1,5 à 2 mètres dans des peuplements denses. Le cycle complet du tournesol varie de 80 à plus de 170 jours, en fonction des génotypes, des conditions climatiques et des pratiques culturales (**Desanlis, 2013**).

Le semis conventionnel du tournesol est réalisé entre début avril et mi-juin, marquant la phase végétative qui détermine l'établissement de la surface foliaire, suivie de la phase de préfloraison jusqu'à la fin du mois de juin. La floraison se produit généralement en juillet et dure en moyenne de 7 à 10 jours. La maturité physiologique est atteinte vers le 20-25 août, tandis que la récolte peut se faire lorsque l'humidité des grains est d'environ 11%, généralement au cours de la première décade de septembre (**Evon, 2008**).

La division de la croissance du tournesol en stades végétatifs et reproductifs, telle que développée par Schneiter et Miller, est illustrée dans la **figure I.9**. Ce schéma est important car il fournit une base commune aux producteurs, aux scientifiques et à l'industrie pour discuter du développement des plantes (**Berglund, 2007**).

I.6.1. La phase végétative

La phase végétative du tournesol comprend la germination, la levée et la croissance de la plante. Pour déterminer ces stades, on compte le nombre de vraies feuilles d'au moins 4 cm de longueur, en commençant par V-1, V-2, V-3, V-4, et ainsi de suite. En cas de vieillissement des feuilles inférieures, on compte les cicatrices foliaires (à l'exclusion de celles où les cotylédons étaient attachés) pour déterminer le stade approprié (**Berglund, 2007**).

Stades végétatifs: *germination-levée*



V-E



Une feuille doit atteindre 4cm

Stades végétatifs: *croissance végétative*



V-2



V-4



V-12

Stades reproducteurs : *phase bouton floral*



R-1



R-2



R-3



R-4

Stades reproducteurs : *floraison*



R-5.1



R-5.5



R-5.9



R-6

Stades reproducteurs : *maturation*



R-7



R-8



R-9

Figure I.9 : Représentation des stades phénologiques pour la croissance végétative, la floraison et la maturité physiologique d'après Schneiter, et Miller(1981), (Allinne,2009).

I.6.2. La phase reproductrice

Inclure les phases suivantes :

I.6.2.1. Phase bouton florale

- **R-1** : Le bourgeon terminal forme une tête florale miniature plutôt qu'une grappe de feuilles. Vues d'en haut, les bractées immatures ont l'apparence d'une étoile à plusieurs pointes.
- **R-2** : Le bourgeon immature s'allonge de 0,5 à 2,0 cm au-dessus de la feuille la plus proche attachée à la tige. Ne pas tenir compte des feuilles attachées directement à l'arrière du bourgeon.
- **R-3** : Le bourgeon immature s'allonge à plus de 2 cm au-dessus de la feuille la plus proche.
- **R-4** : l'inflorescence commence à s'ouvrir. Vues de dessus, les fleurs ligulées immatures sont visibles (**Berglund, 2007**).

I.6.2.2. Floraison

- **R-5 : (décimal) (R-5.1, R-5.2, R-5.3)** : Ce stade correspond au début de la floraison. Le stade peut être divisé en sous-stades en fonction du pourcentage de la zone de la tête (fleurs en disque) qui a terminé ou qui est en cours de floraison. Ex. R-5.3 (30%), R-5.8 (80%),etc.
- **R-6** : La floraison est terminée et les fleurs ligulées se fanent (**Berglund, 2007**).

I.6.3. Maturation

- **R-7** : l'arrière de la tête a commencé à prendre une couleur jaune pâle.
- **R-8** : l'arrière de la tête est jaune mais les bractées restent vertes.
- **R-9** : Les bractées deviennent jaunes et brunes. Ce stade est considéré comme la maturité physiologique (**Berglund , 2007**).

I.7.Variétés

On distingue deux classes de tournesol ; standard et oléique :

I.7.1. Tournesol standard

Les huiles extraites à partir de variétés de tournesol standard se caractérisent par leur teneur élevée en acide linoléique, atteignant 70 %, et en acide oléique à une teneur de 16% (Karleskind, 1992).

I.7.2. Tournesol oléique

L'émergence de ce type de tournesol a été signalée pour la première fois en Russie dans les années 70. Il se distingue par sa richesse en acide oléique, qui atteint 83 % (Karleskind, 1992).

Tableau I.1 : Principales différences entre le tournesol standard et oléique (Karleskind,1992).

AG	Tournesol standard (%)	Tournesol oléique (%)
Acide palmitique C ₁₆ : 0	7	3
Acide stéarique C ₁₈ : 0	4	5
Acide linoléique C ₁₈ : 2	70	9
Acide oléique C ₁₈ : 1	16	83
Acide linoléique C ₁₈ : 3	Traces	Traces

I.8. Utilisation des graines de tournesol

La culture du tournesol offre de nombreuses opportunités, notamment grâce à ses utilisations dans l'alimentation humaine et animale, ainsi que dans d'autres domaines non alimentaires tels que la valorisation des huiles et des sous-produits issus des industries de l'huile. Certaines utilisations plus marginales sont également mentionnées, telles que l'utilisation des feuilles comme alimentation pour le bétail, des pétales pour la teinture ou des tiges pour la fabrication de papier. À l'origine utilisée principalement pour le tissage, les peintures et les vernis, l'huile de tournesol a commencé à être utilisée dans l'alimentation humaine à la fin du xv^{ème} siècle (Mati-Baouche, 2015). La figure I.10 représente les différents usages des graines de tournesol dans l'alimentation.

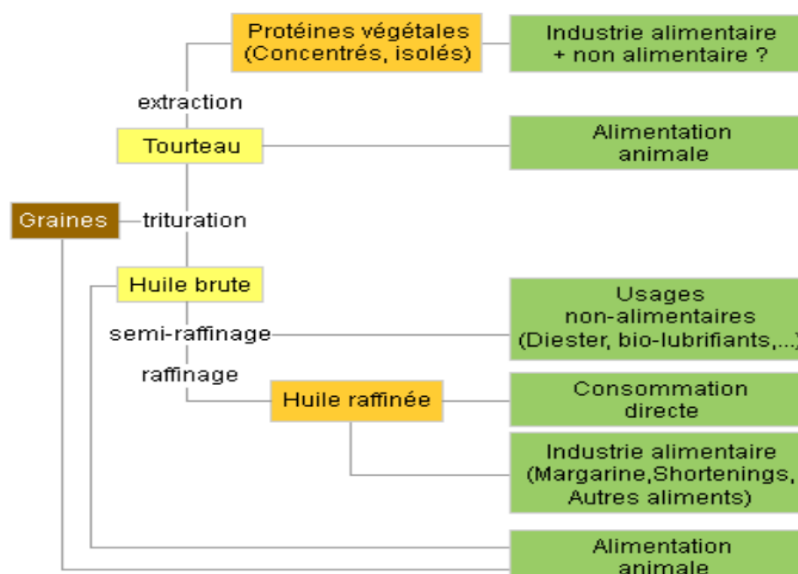


Figure I.10 : Devenir des graines de tournesol et débouchés alimentaires
(Bonnafous, 2017).

I.8.1. Alimentation humaine

Le tournesol est principalement utilisé pour produire de l'huile alimentaire par trituration. Il est classé comme la quatrième espèce oléagineuse la plus importante au niveau mondial, représentant 9 % du marché, après l'huile de palme, le soja et le colza (**Figure I.11**) (**Duriez, 2019**). L'huile de tournesol est utilisée dans diverses applications telles que l'assaisonnement, la cuisson, la fabrication de margarine, les sauces pour salade et les régimes alimentaires pour enfants (**Mati-Baouche, 2015**). L'extraction d'huile à partir des graines de tournesol et sa consommation directe par les humains, connue sous le nom de tournesol de bouche, a été la principale raison de la culture du tournesol. L'huile de tournesol est appréciée pour son équilibre en acides gras. Depuis les années 70, elle est considérée comme l'huile la plus consommée en France et en Europe (**Hamidreza, 2009**).

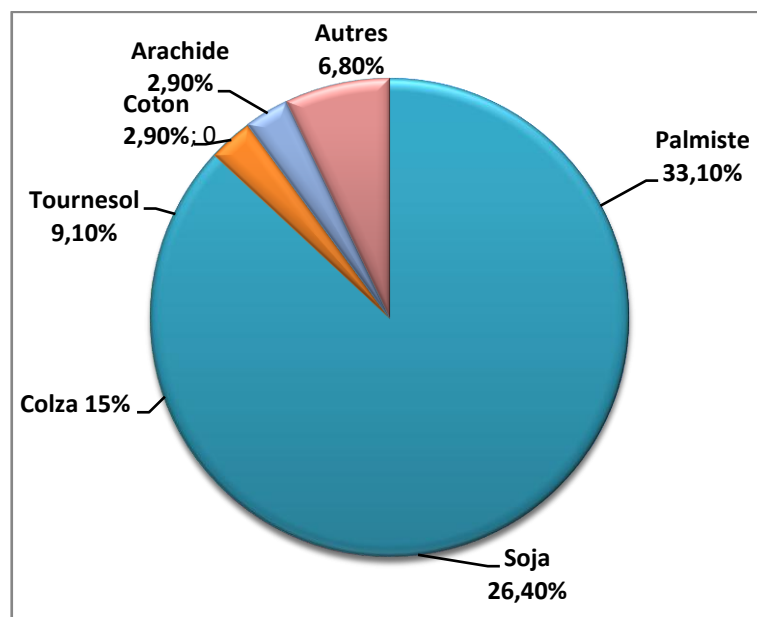


Figure I.11 : Répartition des espèces oléagineuses pour la production d'huile dans le monde (Duriez, 2019).

I.8.2. Alimentation animale

Les graines de tournesol sont une excellente source d'alimentation pour de nombreuses espèces d'animaux domestiques en raison de leur teneur en huile, en protéines et en fibres modérée (Hamidreza, 2009). Lorsque les graines de tournesol sont traitées, elles produisent 440 kg d'huile et 540 kg de tourteaux par tonne. La composition du tourteau varie selon que les graines de tournesol sont décortiquées ou non, car la coque contient une quantité élevée de fibres. Lorsque les graines sont décortiquées, la teneur en protéines du tourteau augmente de 28% à 37%, tandis que la teneur en fibres diminue (figure I.12) (Duriez, 2019). Les tourteaux issus de l'extraction de l'huile contiennent jusqu'à 35% de protéines riches en acides aminés soufrés, tels que la méthionine. Ces résidus peuvent être utilisés comme complément dans l'alimentation des polygastriques, mais leur faible apport énergétique, leur teneur élevée en fibres et leur faible teneur en lysine limitent leur utilisation. Les graines de tournesol sont également utilisées dans les oiselleries pour nourrir les oiseaux (Mati-Baouche, 2015).

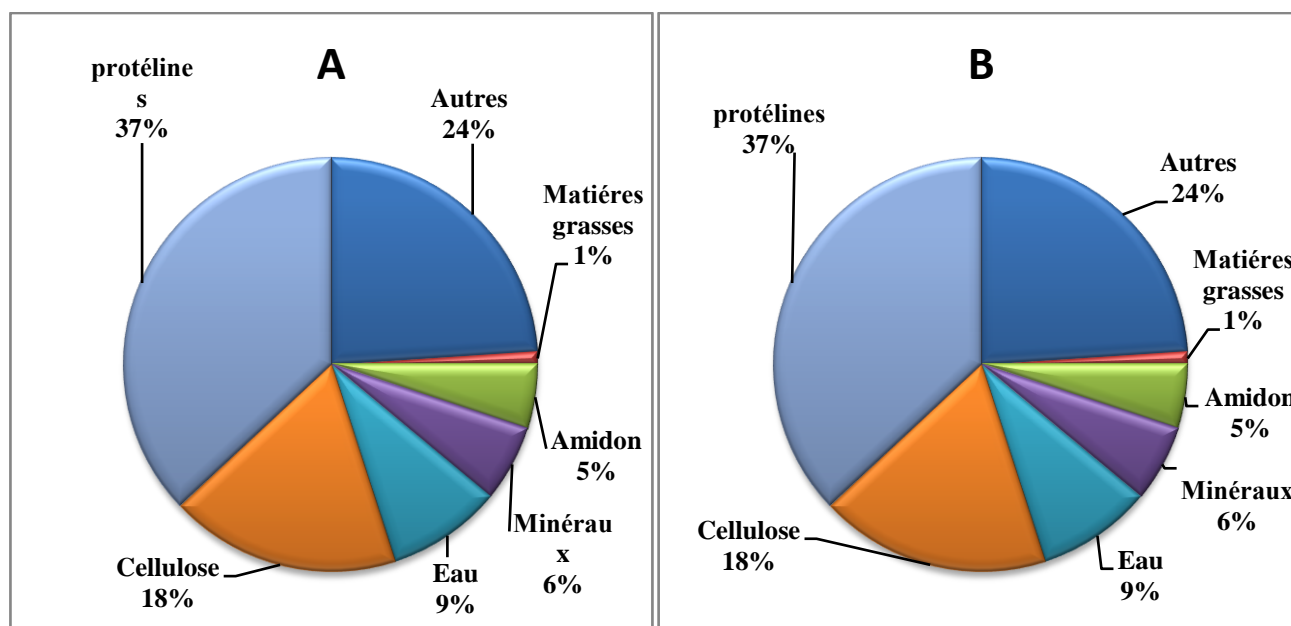


Figure I.12 : Composition de tourteau de tournesol, A : Composition de tourteau de tournesol entiers, B : Composition de tourteau de tournesol décortiqués (**Duriez, 2019**).

I.8.3. Usage industriel

Le tournesol offre une alternative écologique à la pétrochimie dans un contexte mondial où l'utilisation des énergies fossiles est à diminuer. En plus de son utilisation dans l'alimentation, l'huile de tournesol peut également être utilisée dans la fabrication de produits non alimentaires. Elle peut être incorporée dans la composition d'encre, de peintures, de vernis, de lubrifiants et de fluides hydrauliques, notamment dans le cas de l'huile de tournesol oléique. Ainsi, le tournesol présente des avantages en termes de durabilité et de réduction de la dépendance aux ressources fossiles dans diverses industries (**Duriez, 2019**). L'industrie a besoin d'huile riche en acide oléique, pour être utilisée en cosmétique, dans la fabrication de matières plastiques (**Hamidreza, 2009**).

Dans le secteur des peintures, les huiles végétales sont couramment utilisées dans les résines alkydes glycérophthaliques et les résines styrènes acryliques en phase aqueuse. L'huile de tournesol est préférée dans la fabrication de peintures à base végétale. Dans le domaine des encres, les huiles végétales ont gagné leur place grâce à des réglementations strictes telles que les directives sur les composés organiques volatils (COV), les substances dangereuses et l'impression des emballages

alimentaires. Elles sont utilisées comme substituts aux huiles minérales dans 50% des cas en tant que biosolvants, des solvants d'origine renouvelable, dans les encres utilisées dans les secteurs de l'emballage et de l'édition (offset sheetfed). Pour les biolubrifiants, les huiles végétales et leurs dérivés sont utilisés depuis longtemps pour réduire les frottements et les effets qui en découlent entre deux surfaces en contact. Les types de corps gras utilisés dans la fabrication de biolubrifiants varient en fonction de l'utilisation prévue :

Les huiles (triglycérides) conviennent aux utilisations à température modérée (<70 °C) et offrent généralement des performances comparables aux lubrifiants d'origine minérale, tandis que les esters dérivés de l'huile sont utilisés pour des températures plus élevées (<120 °C) et présentent de meilleures performances par rapport aux lubrifiants minéraux (**Borredon et al, 2011**).

I.4. Biocarburant

Les biocarburants ou biodiesels dérivés d'huiles végétales sont principalement composés d'esters méthyliques produits par transestérification de l'huile avec du méthanol. Les huiles de colza, tournesol et soja sont les principales sources utilisées pour leur fabrication. Ces esters sont utilisés comme additifs pour enrichir le gazole routier ou le fioul de chauffage (**Borredon et al, 2011**). L'huile de tournesol peut être directement utilisée comme carburant dans les moteurs diesel, ou après estérification en ester méthylique dans les moteurs à essence. Le diester, en tant que biocarburant, peut être mélangé à l'essence (de 5 à 15 %) et ne nécessite aucune modification des véhicules. Les biocarburants dérivés de l'huile de tournesol offrent ainsi une alternative plus écologique et renouvelable aux carburants conventionnels (**Hamidreza, 2009**).

I.8.5. Potentiel antifongique

Des recherches récentes menées par l'université de Cocody d'Abidjan ont révélé que l'utilisation d'huiles essentielles comestibles telles que *Chenopodium ambrosioides* et *Melaleuca quinquenervia* pourrait constituer une méthode alternative pour limiter le développement des champignons dans les stocks (*Aspergillus niger*, *A. Flavus* et *A. Sp*). Les champignons ont montré une sensibilité différente en fonction de la concentration et de la nature des huiles. Cette différence d'activité des huiles est liée à

différentes substances qui les composent. L'application d'huiles essentielles sur les fèves et autres denrées alimentaires stockées offre une méthode alternative de lutte biologique saine pour les consommateurs, s'inscrivant dans une stratégie de production durable et saine. Cette recherche met en évidence le potentiel des huiles essentielles comestibles dans la prévention des infections fongiques dans les stocks alimentaires (**Bendana, 2008**).

I.9. Exigences écologiques de la culture

Le tournesol est cultivé à partir de 40° S à 55°N mais les plus grandes productions sont entre les latitudes 20-50°N et 20-40°S (**Bangirinama et al, 2018**).

I.9.1. Sol

Le tournesol est une plante adaptable à différentes conditions de sol, mais il prospère particulièrement sur des sols bien drainés et ayant une capacité élevée de rétention d'eau (**Berglund, 2007**). Il peut pousser dans divers types de sols, et en général, les sols propices à la culture du maïs conviennent également à la culture du tournesol. Des rendements satisfaisants peuvent être obtenus même sur des sols sableux relativement légers. Cependant, le tournesol est sensible à la saturation en eau et ne tolère pas les sols acides. Le pH optimal pour la croissance du tournesol se situe dans une plage de 6,5 à 7,5 . La sélection de sols bien drainés et avec un pH adéquat est essentielle pour favoriser la croissance et les rendements du tournesol (**Bangirinama et al, 2018**).

I.9.2. Climat

Le tournesol est une plantenécessite un climat chaud. La quantité d'huile présente dans les graines dépend fortement de l'exposition de la plante à la chaleur, notamment pendant la phase de maturation des graines. Il est capable de résister au froid jusqu'à des températures d'environ -6 à -8 °C. Pour assurer une germination optimale, la température mensuelle moyenne doit être supérieure à 10°C. Pour une croissance idéale, le tournesol préfère des températures comprises entre 18 et 27°C. Il est donc important de cultiver le tournesol dans des régions où ces conditions climatiques sont rencontrées afin de favoriser son développement et d'obtenir des rendements satisfaisants en huile (**Bangirinama et al, 2018**).

I.9.3. Eau

Le tournesol est caractérisé par des racines profondes qui lui permettent d'extraire l'eau à des profondeurs inaccessibles pour la plupart des autres cultures, ce qui le rend tolérant à la sécheresse. En effet, sa profondeur de racine efficace est d'environ 1,5 mètre, mais il peut absorber l'eau située encore plus bas. En raison de son système racinaire profond, il est également capable d'utiliser les nutriments, tels que l'azote, qui se trouvent en-dessous des racines des cultures à racines moins profondes. Cette caractéristique en fait une culture bénéfique à inclure dans les rotations de culture. Ainsi, le tournesol présente un avantage agronomique en utilisant efficacement les ressources en eau et en nutriments, ce qui en fait un choix intéressant pour les agriculteurs dans les régions où les conditions de sol et de sécheresse sont préoccupantes (**Berglund, 2007**).

I.9.4. Nutrition minérale

Les nutriments jouent un rôle crucial dans le rendement optimal des graines de tournesol. Parmi eux, l'azote, le phosphore et le potassium sont essentiels. Cependant, des interactions entre ces nutriments sont nécessaires, notamment une disponibilité adéquate de phosphore et de potassium liée à l'azote. Il est intéressant de noter que l'apport en phosphore n'entraîne pas d'augmentation significative du rendement. En revanche, le potassium est indispensable pour favoriser une croissance saine et un rendement élevé, et il peut compenser partiellement le manque d'autres nutriments. Par ailleurs, la culture du tournesol est particulièrement sensible à la carence en bore, un élément essentiel qui peut avoir un impact négatif sur la plante si ses besoins ne sont pas satisfaits. Ainsi, il est important de fournir des nutriments adéquats, en particulier du potassium et du bore, pour maximiser la productivité et la qualité des graines de tournesol (**Bangirinama et al, 2018**).

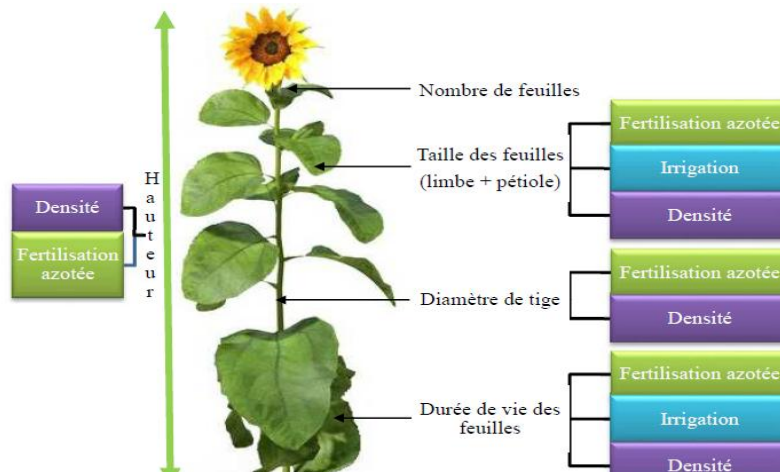


Figure I.13 : Effets des pratiques agricoles (hors choix variétal) sur les principales caractéristiques de la plante (Desanlis, 2013).

I.10. Importance économique de tournesol

I.10.1. Importance dans le monde

Au cours du siècle dernier, des efforts considérables ont été déployés pour améliorer et développer la culture du tournesol de manière intensive et délibérée. Les sélections effectuées durant cette période ont conduit à la création de variétés à tête unique présentant une teneur en huile accrue. De plus, la sélection a permis de développer des groupes hétérotiques distincts pour la production de semences hybrides, ainsi que des lignées présentant des profils d'huile spécifiques. Aujourd'hui, le tournesol est l'une des principales sources mondiales d'huile végétale. Sa production est remarquablement étendue, avec 25 millions d'hectares de tournesols cultivés dans le monde entier en 2013 (FAO, 2014). À l'échelle mondiale, le tournesol est considéré comme une culture oléagineuse secondaire, représentant seulement 8% de la production totale de graines oléagineuses, bien loin derrière le soja qui atteint 320 millions de tonnes. Toutefois, en raison de conditions pédoclimatiques favorables et des exigences du marché, la zone de culture préférentielle s'étend de l'Espagne à l'Oural. Deux pays, l'Ukraine et la Russie (**figure I.14**), ont réussi à représenter à eux seuls la moitié de la production mondiale en moins de 10 ans. En revanche, l'Union européenne (UE), avec une production de 7,8 millions de tonnes de graines en 2015, ne représente désormais que 20% de la production de tournesol. Ainsi, l'UE est

devenue un importateur net d'huile de tournesol et surtout de tourteaux de tournesol (Bonnaufous, 2017).

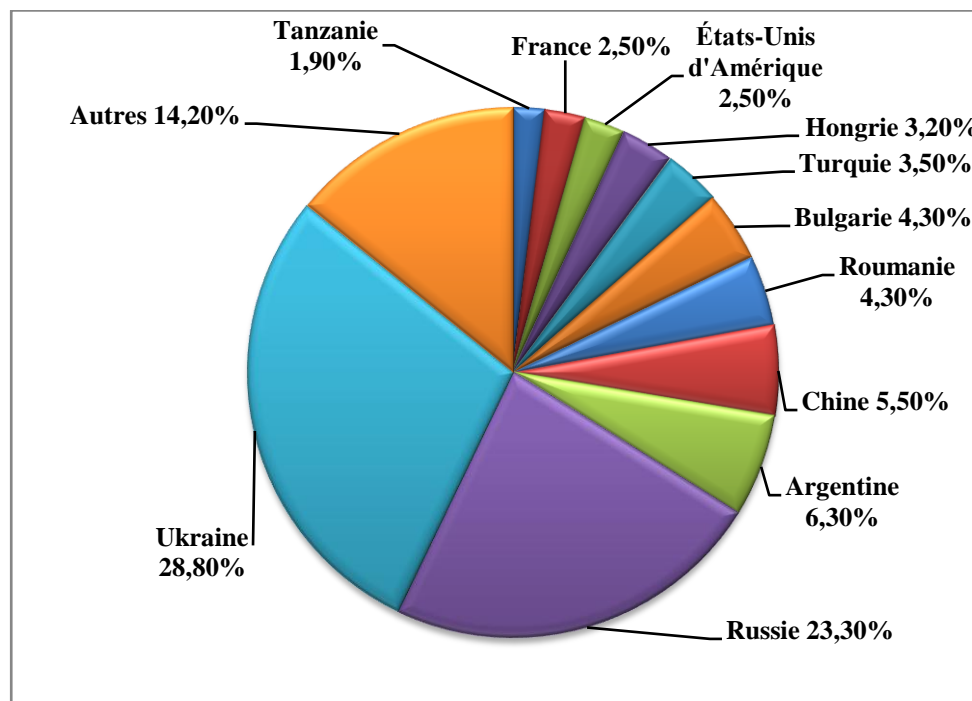


Figure I.14 : Répartition de la production de grains de tournesol entre les principaux pays producteurs (Duriez, 2019).

I.10.2. Importance en Algérie

La production de graines oléagineuses en Algérie n'a jamais été importante en raison des conditions climatiques et de la préférence accordée à la production de céréales. Par conséquent, le colza, l'arachide et le tournesol est la seule graine oléagineuse cultivée qui reste confinée à des milliers de tonnes pendant des décennies. Le tournesol, qui a connu un pic de production à 1800 t au milieu des années 70, a disparu.

La consommation d'huiles végétales a légèrement diminué en 2009 en Algérie plus de 12 kg/personne. L'huile d'olive, produit traditionnel ne représente que 13% de cette consommation. Elle est largement supplantée aujourd'hui par l'huile de soja (49%), de tournesol (13%), de colza (7%) et d'arachide (5%). À l'exception de l'huile d'olive, les huiles sont importées. Au total, le marché intérieur représenterait environ 430 000 t (Rastoin et Benabderrazik, 2014).

Chapitre II :

Généralités sur les huiles végétales

II. Généralités sur les huiles végétales

Les huiles végétales forment un ensemble diversifié de matières grasses d'origine végétale, caractérisées par des compositions, des qualités et des saveurs variées. Elles sont classées en fonction de leurs caractéristiques physico-chimiques, de leur mode de fabrication, de leur composition en acides gras, en vitamines et en composés mineurs, ainsi que de leur intérêt nutritionnel et de leurs utilisations spécifiques. Chaque huile végétale présente des caractéristiques distinctes et un intérêt particulier (**Lecerf, 2011**).

Les huiles végétales sont principalement dérivées de différentes sources riches en matières grasses, telles que les grains oléagineux (colza, tournesol, etc), les légumineuses (arachide, soja, etc), les noix (huiles de palme et de palmiste¹) et les fruits (huile d'olive, etc). Leur importance peut s'apprécier par leur utilité dans l'alimentation, les biocarburants et la production industrielle (**Olatounde, 2020**).

II.1. Définition de l'huile végétale

Le terme "huile" se réfère à une substance grasse qui est liquide à la température ambiante et qui ne se dissout pas dans l'eau. Les huiles peuvent être d'origine végétale, animale ou minérale, et elles sont utilisées dans de nombreux domaines différents (**Lepeltier, 2021**).

Les huiles végétales sont des composés principalement extraits de plantes, qui se présentent sous la forme de triglycérides d'acides gras. Ces huiles sont constituées en grande partie d'esters naturels d'acides gras, plus précisément des triglycérides. La structure chimique de base des esters naturels repose sur un squelette de glycérol, auquel sont attachés trois groupes d'acides gras naturels, qu'ils soient saturés ou insaturés. Ces acides gras peuvent être identiques ou différents les uns des autres (**Gnanasekaran, 2018**). Ce qui explique, qu'elles soient liquides à la température ambiante (**Lepeltier, 2021**).

II.2. Classification des huiles végétales

- Les huiles végétales peuvent être classées en 3 grandes catégories (**Lambert, 2005**):

Les huiles saturées : telles que l'huile de Coprah, l'huile de Palme et l'huile de Palmiste, sont caractérisées par leur résistance à l'oxydation et leur indice de cétane élevé. Cependant, elles ont souvent une viscosité élevée, voire une consistance pâteuse à des températures modérées, ce qui nécessite l'utilisation d'un dispositif de pré-réchauffage pour les rendre utilisables.

Les huiles monoinsaturées : se distinguent par leur viscosité variable. Parmi elles, on retrouve l'huile d'olive, l'huile d'arachide, l'huile de purghère et l'huile de colza, qui sont moyennement visqueuses. D'autre part, les huiles de tournesol, de soja, de maïs, de coton et de carthame sont quant à elles plus fluides.

Les huiles tri-insaturées : telle que l'huile de lin, se caractérise par la présence de chaînes carbonées particulièrement longues. Cependant, il a été constaté lors d'expérimentations qu'il est difficile d'assurer une combustion correcte de ces huiles dans le moteur.

- Selon leur mode d'obtention, les huiles sont disponibles sous trois formes différentes (**Severac,2010**):

Les huiles vierges : doivent respecter des critères stricts établis par la réglementation. Elles sont extraites uniquement par des procédés mécaniques, sans l'utilisation de solvants. Elles subissent une clarification par des moyens physiques tels que la décantation et la double filtration. Aucun traitement de raffinage physique ou chimique n'est appliqué à ces huiles.

Les huiles brutes : désignent toutes les huiles extraites, indépendamment de la méthode utilisée (mécanique ou solvant). Ce terme fait référence à l'état initial de l'huile juste après l'extraction.

Les huiles raffinées : sont produites en extrayant l'huile à partir des fruits ou des graines, puis en la soumettant à une opération de raffinage.

- Différentes classes d'huiles en fonction d'indice d'iode :

Tableau II.1 : Comparaison du type d'huile en fonction de l'indice d'iode
(Ballerini, 2006).

Types d'huile	Indice d'iode	Exemple d'huile
Siccative	150-170	Huile de lin
Semi-siccative	110-150	Huile de coton, soja et tournesol
Non-siccative	0-110	Huile d'arachide et de ricin

II.3. Composition chimiques des huiles végétales

Les huiles sont principalement composées de triglycérides, qui représentent entre 90 % et 99 % de leur composition totale. Les triglycérides sont principalement constitués d'acides gras (entre 90 % et 95 %) et de glycérol (entre 3 % et 5 %). En plus de ces composants principaux, les huiles contiennent également des constituants mineurs naturels (entre 1 % et 5 %), tels que les stérols, les tocophérols et les caroténoïdes, qui ont une structure variée (Karleskind, 1992).

II.3.1. Composition majeure

II.3.1.1. Triglycérides

Les triglycérides, également connus sous le nom de triacylglycérols (TG), représentent la majeure partie des graisses présentes dans les aliments. Ils se composent d'une molécule de glycérol dans laquelle les trois groupes alcool sont estérifiés par trois acides gras, qu'ils soient similaires ou différents. La structure et la composition des acides gras estérifiés sur le glycérol déterminent le type de glycéride formé, qui peut être un monoglycéride, un diglycéride ou un triglycéride. Chaque huile végétale est caractérisée par la composition en acides gras de l'espèce végétale à partir de laquelle elle est extraite (Benjelloun, 2014).

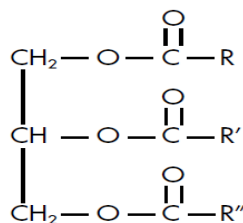


Figure II.1 : Structure de triglycéride.

II.3.1.2. Acides gras

Les corps gras d'origine végétale tels que les huiles, les graisses et les beurres végétaux sont répartis en différentes familles en fonction de leur composition en acides gras. Le nombre de familles peut varier en fonction des critères de caractérisation utilisés (**Morin, 2012**).

- Les acides gras sont classés en trois groupes selon leur degré de saturation (**Karleskind, 1992**) :

Acides gras saturés (AGS) : Les acides gras saturés sont des chaînes hydrocarbonées sans insaturations, principalement composées de 16 (acide palmitique) à 18 atomes de carbone (acide stéarique).

Acides gras monoinsaturés (AGMI) : Les acides gras monoinsaturés sont des chaînes hydrocarbonées qui comportent une seule double liaison. Le principal représentant de cette famille est l'acide oléique (C_{18:1}, n-9 ou ω9).

Acides gras polyinsaturés (AGPI) : Les acides gras polyinsaturés sont des chaînes hydrocarbonées qui comportent plusieurs doubles liaisons. Les deux principaux représentants de cette famille sont les acides linoléique (C_{18:2} n-6 ou ω6) et l'α-linolénique (C_{18:3} n-3 ou ω3). Ces acides gras sont essentiels et indispensables pour l'organisme.

La composition en acides gras de quelques huiles végétales est représentée dans le **Tableau II.1**.

Tableau II.2 : Teneur en acides gras de quelques huiles végétales (Karleskind, 1992).

Huiles (10g)	AGS (g)	AGMI (g)	AGPI ω6 (g)	AGPI ω3 (g)
Arachide	2	6	2.5	NS
Noisette	0.8	8	1	NS
Tournesol oléique	0.8	8.2	1	NS
Olive	1.5	7.7	0.7	0.1
Colza	0.8	6	2	1
Soja	1.5	2.5	5.3	0.7
Noix	1	2	6	1.3
Germe de maïs	1.5	3	5.9	0.1
Tournesol	1	2.3	6.5	NS
Pépins de raisin	1	1.7	7.3	NS
Palme	5	4	1	NS

NS : non significatif

II.3.2. Composition mineure

II.3.2.1. Les composés phosphorylés

Les composés phosphorylés sont représentés par des grands groupes de molécules différant par la nature de leur squelette carboné (Severace, 2010):

- Les phosphoglycérides
- Les sphingophospholipides.

II.3.2.2. Les Tocophérols et Tocotriénols

Les tocophérols sont des éléments abondants dans les huiles. Ils se composent d'un noyau chromanol et d'une chaîne latérale saturée composée de 16 atomes de carbone (voir **Figure II.2**). Les tocotriénols se distinguent des tocophérols par la présence de trois doubles liaisons (indiquées en pointillés dans la **Figure II.2**) sur cette chaîne latérale. Les tocophérols et tocotriénols existent sous trois formes différentes : α , β , δ et γ . La différence réside dans le nombre et la position des groupements méthyles sur

le noyau chromanol. Leur configuration est entièrement en configuration R. Ensemble, ils constituent le groupe de **la vitamine E (Severace, 2010)**.

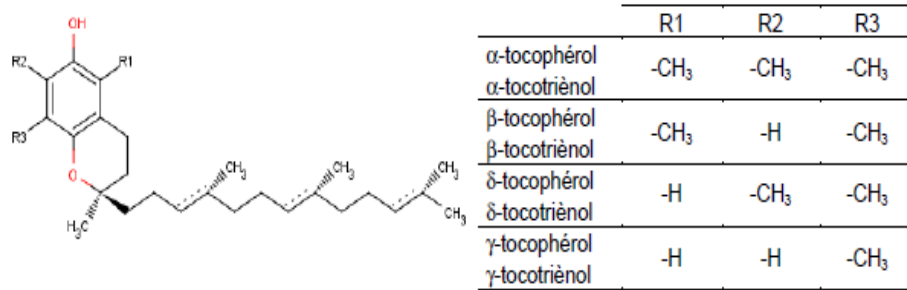


Figure II.2:Structure des Tocophérols et Tocotriénols(Severace,2010).

II.3.2.3. Les stérols

Les stérols constituent la fraction la plus importante des composés insaponifiables des huiles végétales. Leur structure est basée sur le noyau appelé cyclopentanophénanthrène, également connu sous le nom de noyau stérane. Il s'agit d'une structure cyclique composée de 19 atomes de carbone, avec les carbones C₅, C₈, C₉, C₁₀, C₁₃ et C₁₄ qui sont asymétriques (voir **Figure II.3**) (Severace, 2010).

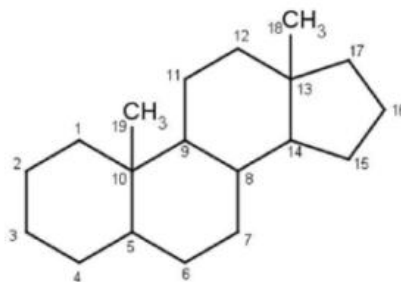


Figure II.3:Représentation du noyau cyclopentanophénanthrène, motif de base des stérols (Severace, 2010).

II.3.2.4. Composés phénoliques

Les composés phénoliques, également connus sous le nom de "biophénols", sont des substances naturelles présentes dans les huiles d'olive vierges, qui possèdent des propriétés antioxydantes importantes (**Evrard, 2007**).

II.3.2.5. Autres composés

Un certain nombre de composés mineurs supplémentaires sont contenus dans les huiles végétales. Peuvent être cités (**Severace, 2010**):

- Des hydrocarbures.
- Des pigments chlorophylliens et leurs dérivés (phéophytines).
- Des caroténoïdes.
- Des cires.
- Des traces de métaux.
- Des protéines résiduelles.

II.4. Caractéristiques de quelques huiles végétales

Parmi les caractéristiques dépendant des acides gras contenus dans les lipides, nous citons:

- Les huiles riches en acides gras saturés et en acide oléique telle que l'huile d'olive avec respectivement 14% et 81%.
- Les huiles riches en acides gras polyinsaturés telle que l'huile de soja avec 58% dont 50 à 60% d'acide linoléique, 20 à 30% d'acide oléique et 5 à 9% d'acide linoléique.
- Les huiles intermédiaires telles que l'huile de colza avec 33% d'acides gras polyinsaturés, 60% d'acide oléique et 7% d'acides gras saturés(**Bekkar, 2019**).

Tableau II.3 : Caractéristiques physiques de quelques huiles végétales (Bekkar, 2019).

Huile	Point de fusion (°C)	Densité (Kg/L)	Viscosité (Pa.s)
Huile de tournesol	-15	0.94	66
Huile de maïs	-18 à -10	0.90	65-72
Huile de soja	-15	0.91	57-76
Huile de colza	< 2	0.91	98

II.5. Différentes utilisations des huiles végétales

Les huiles végétales peuvent avoir de multiples usages l'alimentation, La pharmacie, La cosmétologie, Les biocarburants et Autres :

II.5.1. Alimentation

Dans l'alimentation humaine, les huiles végétales jouent un rôle essentiel en tant qu'ingrédient principal dans divers produits alimentaires tels que les huiles à salade et de cuisson, les vinaigrettes, la mayonnaise, les huiles de friture et les margarines. Elles sont également présentes dans certains produits de confiserie et des produits laitiers. Les huiles végétales sont largement utilisées pour leur texture, leurs propriétés de cuisson et leurs bienfaits pour la santé (Olatounde, 2020).

II.5.2. Pharmacie

Les huiles végétales sont présentes dans de nombreux produits disponibles en pharmacie. Elles peuvent être utilisées sous différentes formes, telles que des gélules ou des comprimés pour des compléments alimentaires, des produits de cosmétologie ou des flacons d'huiles à usage spécifique. Ces huiles végétales sont utilisées pour leurs propriétés bénéfiques pour la santé et la beauté, et sont intégrées dans ces produits pour répondre à divers besoins et préférences des consommateurs (Lepeltier, 2021).

II.5.3. Cosmétologie

Depuis longtemps, les huiles végétales sont largement utilisées dans l'industrie cosmétique et de la parfumerie. Elles sont des ingrédients clés dans les produits de beauté, tels que les crèmes hydratantes, les lotions et les produits capillaires. Ces huiles offrent une hydratation profonde, nourrissent la peau et préservent son élasticité. Leurs arômes naturels sont également appréciés dans les produits de

parfumerie. Les huiles végétales sont polyvalentes et bénéfiques, ce qui explique leur utilisation répandue dans ces industries (**Lepeltier, 2021**).

II.5.4. Biocarburants

Les huiles végétales sont largement utilisées comme matière première pour la fabrication de biocarburants et d'autres applications industrielles. Le choix des huiles végétales utilisées dans la production de biocarburants dépend généralement de leur disponibilité dans chaque région du monde (**Olatounde, 2020**).

II.5.5. Autres

La production d'huile végétale génère des résidus appelés tourteaux. Ces tourteaux sont utilisés comme alimentation animale. Ils sont plus fréquemment utilisés dans l'alimentation des bovins que dans celle des volailles (**Lepeltier, 2021**).

Certaines huiles végétales peuvent être incorporées au biolubrifiants et fluides hydrauliques, biosolvants, polymères, peintures et encres, etc (**RUP-Jacques, 2009**).

II.6. Marché mondial des huiles végétales

Ces dernières années, le marché mondial des huiles végétales a connu une croissance significative. L'offre d'huiles végétales s'est adaptée en fonction de la demande, initialement motivée par des préoccupations liées à la santé. Plus récemment, l'utilisation des huiles végétales dans la production de biocarburants a également contribué à cette demande croissante.

En 2018, les principaux consommateurs et utilisateurs d'huiles végétales étaient la Chine (19 %), les pays de l'Union européenne (14 %), l'Inde (12 %) et les États-Unis (8 %). Ce classement reflète l'importance de la démographie et du développement industriel en tant que facteurs déterminants de la consommation et de l'utilisation des huiles végétales. Bien que certains de ces pays figurent également parmi les principaux producteurs, leur production nationale reste inférieure à leurs besoins internes. Par conséquent, une grande partie de la production mondiale d'huiles végétales est destinée à l'exportation (**Olatounde, 2020**).

II.7. Huile de tournesol

II.7.1. Définition

L'huile de tournesol est extraite des graines de tournesol, soit par processus d'expression, soit par extraction par solvant. Elle est considérée comme une huile végétale. Cette huile est riche en acides gras polyinsaturés, ce qui la rend très bénéfique pour la consommation humaine. Au fil des dernières décennies, sa teneur

élevée en acide linoléique précieux a fait augmenter son importance. L'huile de tournesol est disponible en deux formes : brute ou raffinée, selon sa qualité (**Bekkar, 2019**).

II.7.2. Localisation dans la plante

L'huile se trouve principalement dans les graines, bien que de petites quantités de lipides (10 à 30 g par kg) puissent être présentes dans tous les tissus de la plante, associées aux membranes cellulaires et sub-cellulaires.

Les acides gras constituant l'huile sont stockés sous forme de triglycérides. Ils sont formés par la carboxylation de l'acétyl-coadans le cytosol. Certains des acides gras hydrolysés sont utilisés pour la synthèse des phospholipides, tandis que d'autres sont désaturés dans le réticulum endoplasmique pour former des acides gras polyinsaturés tels que l'acide oléique et l'acide linoléique. Les triglycérides sont ensuite stockés dans les oléosomes, qui sont des extensions de la paroi du réticulum endoplasmique (**Andriana solo, 2014**).

II.7.3. Composition de l'huile de tournesol

La composition de l'huile végétale est fortement influencée par les conditions de production. Elle se compose principalement de triglycérides (TG) ainsi que d'une partie insaponifiable. Plus précisément, l'huile de tournesol, tout comme les autres huiles végétales, est composée en grande partie de 98 à 99% de TG (**karleskind, 1992**). En plus de cela, il existe d'autres substances présentes dans la fraction insaponifiable, également appelée "composés mineurs", dont l'importance ne doit cependant pas être négligée (**Evrard, 2007**). Globalement, l'huile de tournesol se compose de 90% d'AGI(acide oléique et linoléique) et 10% d'AGsaturés (acide palmitique et stéarique) (**Roche, 2005**).

Tableau.II.4 : Composition en acides gras de l'huile de tournesol (Karlskind, 1992).

AG	NATURE	% AG TOTAUX
Acide palmitique	C ₁₆ : 0	5.7
Acide palmitoléique	C ₁₆ : 1	≤ 0.4
Acide margarique	C ₁₇ : 0	≤ 0.1
Acide stéarique	C ₁₈ : 0	4-6
Acide oléique	C ₁₈ : 1	15-25
Acide linoléique	C ₁₈ : 2	62-70
Acide linoléinique	C ₁₈ : 3	≤ 0.2
Acide arachidique	C ₂₀ : 0	< 1
Acide gadoléique	C ₂₀ : 1	≤ 0.5
Acide béhénique	C ₂₂ : 0	< 1

Les « composés mineurs » de l'huile de tournesol standard ont des qualités particulières qui peuvent avoir un impact positif sur le plan nutritionnel.

- Des teneurs élevées en vitamine E (tocophérols) ayant des propriétés antioxydantes.
- Des teneurs élevées en phytostérols ayant des propriétés hypocholestérolémiantes.
- Des teneurs faibles en hydrocarbures (Evrard, 2007).

Tableau II.5 : Composition en insaponifiables de l'huile de tournesol (Karleskind, 1992).

Insaponifiable	Teneur en mg/100g
Stérols	325-515
Hydrocarbures	15-20
Tocophérols	44-120
Alcools aliphatiques	100

II.7.4. Caractéristiques de l'huile de tournesol

Tableau II.6 : Les caractéristiques de l'huile de tournesol (Karleskind, 1992), (Donald, 1964) .

Caractéristique	Valeur
Densité à 20°C	0.920 à 0.925
Viscosité à 20°C	51 à 57
Indice de réfraction à 20°C	1.474 à 1.476
Point de fusion	-16°/18°
L'indice de cétane	48-50 pour le gasoil
Indices d'iode	120 à 134
Indices d'acide	0.05
Degré d'acidité	0.2
Indices de saponification	188 à 193
Indice de peroxyde	15

II.7.5. Utilisation d'huiles de tournesol

- L'huile de tournesol est largement utilisée en cuisine et il est recommandé de l'utiliser pour la cuisson, tandis qu'une autre huile est conseillée pour les vinaigrettes.
- Cette huile est également utilisée dans la production de biocarburants, bien que des adaptations soient parfois nécessaires pour son utilisation. Dans l'industrie, des dérivés de l'huile de tournesol sont utilisés comme tensio-actifs ou lubrifiants.
- En cosmétologie, l'huile de tournesol est fréquemment utilisée. Elle a des propriétés assouplissantes et adoucissantes pour la peau et les muqueuses. Elle convient particulièrement aux peaux sèches, déshydratées et sensibles. Lorsqu'elle est utilisée dans les soins capillaires, elle se fixe à la surface de la cuticule, ce qui apporte de la brillance et réduit les frictions. Elle peut être directement incorporée dans un shampooing ou un après-shampooing (une ou deux gouttes suffisent). Certaines marques l'utilisent également comme véhicule pour leurs ingrédients actifs, et on la retrouve dans une variété de produits allant des crèmes pour les mains aux contours des yeux raffermissants (Lepeltier, 2021).

Chapitre III :

Procédés d'extraction des huiles végétales

III. Procédés d'extraction des huiles végétales

L'extraction solide-liquide est un procédé largement utilisé en industrie de transformation des matières premières biologiques, notamment en agroalimentaire. Deux techniques d'extraction sont généralement employées : l'extraction par pression (pressage) et l'extraction par solvants (diffusion) (Semmak, 2018).

III.1. Méthode physique

III.1.1. Extraction par pression

Le pressage mécanique est une opération unitaire largement utilisée pour la séparation solide-liquide dans divers secteurs industriels. Son objectif principal est d'extraire le liquide à partir d'un solide en appliquant une pression sur le produit. Le pressage mécanique offre l'avantage d'être une méthode relativement simple et économique pour l'extraction de jus ou d'huiles. Cependant, il convient de noter que son efficacité peut varier en fonction du produit traité et de ses caractéristiques physiques. Dans certains cas, des procédés complémentaires peuvent être nécessaires pour obtenir un rendement optimal en termes d'extraction de liquide (Semmak, 2018).

III.1.1.1. Extraction mécanique à froid

L'extraction par pression à froid est une méthode simple pour obtenir des huiles consommables. Elle est utilisée artisanalement avec des étapes physiques ou mécaniques. Dans l'industrie, elle permet une production continue avec une presse à vis ou production discontinue avec une presse hydraulique pour les graines riches en huile. Cette méthode est largement employée pour sa simplicité et sa capacité à produire des huiles de qualité (Pioch, 2018).

➤ Presses hydrauliques (procédé discontinu)

Les graines sont placées sur une plaque de tamisage recouverte d'un grillage fin dans une chambre de pressage à température contrôlée ($30-100 \pm 1^\circ\text{C}$) de 30 mm de diamètre. Un piston hydraulique exerce des pressions allant jusqu'à 100 mpa. La presse est équipée d'un thermocouple ($\pm 1^\circ\text{C}$), d'un capteur de pression et d'un transducteur de position ($\pm 0,01$ mm) pour mesurer les valeurs toutes les secondes. Les presses hydrauliques ont été utilisées jusqu'aux années 1950 et ont été remplacées par des presses à vis en continu et des installations d'extraction de solvants en continu,

nécessitant moins de main-d'œuvre. Cependant, l'industrie de l'huile d'olive utilise toujours des presses hydrauliques (Mariana et al, 2015).

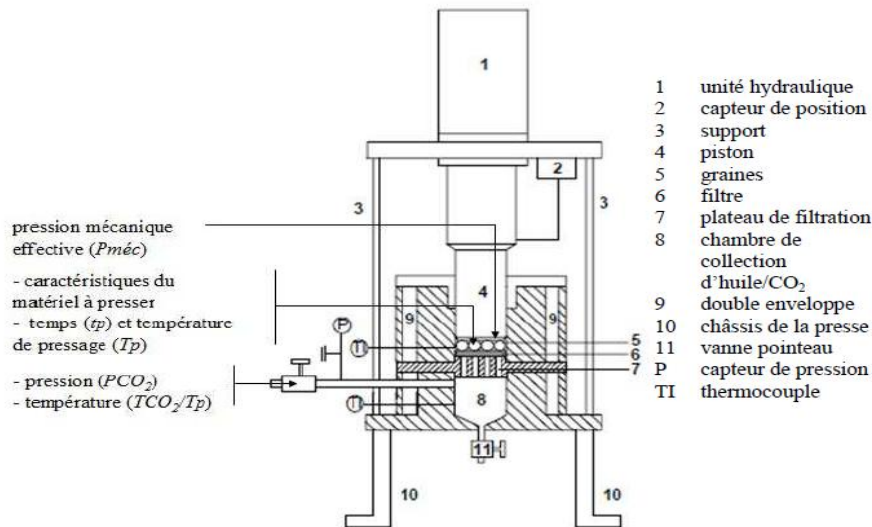


Figure III.1: Presse hydraulique (Rombaut, 2013).

➤ Presses à vis (procédé continu)

La presse à vis se compose d'un alimentateur vertical et d'une vis horizontale dont le diamètre augmente pour exercer une pression sur les graines oléagineuses à mesure qu'elles avancent. Le baril percé de fentes entourant la vis permet à la pression croissante d'expulser l'air puis d'évacuer l'huile à travers le baril. L'huile est recueillie dans une cuvette sous la vis, tandis que le tourteau déshuilé est évacué à l'extrémité de la vis. Le principal avantage de cette presse est de traiter de grandes quantités de graines avec peu de main-d'œuvre et d'assurer une extraction continue de l'huile. Les améliorations passées ont porté sur l'optimisation des variables du processus, telles que la pression, la température et l'humidité des échantillons. Des améliorations ont également été apportées à la conception et aux matériaux des presses (Mariana et al, 2015).

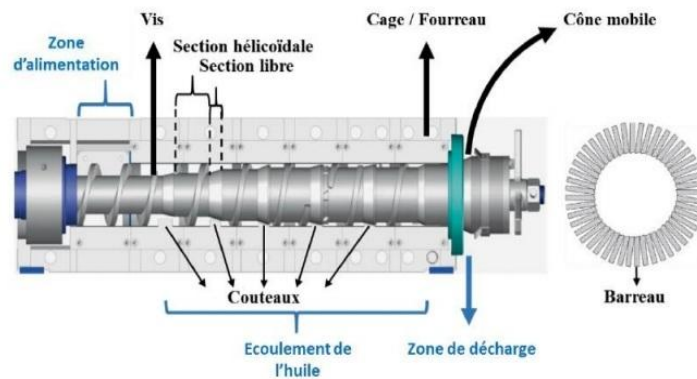


Figure III.2 : Représentation schématique d'une presse à vis (Gagnon, 2021).

III.1.1.2. Extraction mécanique « industrielle », à chaud

À grande échelle, l'extraction mécanique à chaud est utilisée pour faciliter l'extraction de l'huile. La matière première broyée est chauffée à des températures élevées (parfois plus de 100°C) avant d'être pressée. Cela peut être fait pour des raisons techniques ou pour augmenter le rendement. Toutefois, l'huile obtenue nécessite généralement un traitement supplémentaire, car elle peut avoir une odeur plus forte. Dans certains cas, des solvants sont ajoutés pour faciliter l'extraction, ce qui rend le raffinage obligatoire. Les huiles biologiques n'utilisent pas de solvants (Kaibeck, 2013).

III.2. Méthode chimique

III.2.1. Extraction par solvant

Le processus d'extraction par solvant conventionnel (ESC) repose, entre autres facteurs, sur la capacité du solvant à dissoudre les huiles et à les extraire des graines. Par conséquent, le solvant doit avoir le pouvoir desolubiliser l'huile pour une extraction efficace. Il s'agit de la méthode la plus couramment utilisée en discontinu ou en continu. Les trois principales étapes de l'extraction par solvant sont les suivantes : le nettoyage et le conditionnement des graines oléagineuses, l'extraction de l'huile et la séparation du miscella. La qualité de l'huile brute et du tourteau dépendent principalement du type de solvant utilisé, de la température de réaction et du type de prétraitement appliqué aux graines oléagineuses (BupNde et al, 2020).

III.2.1.1. Extraction au n-hexane

La méthode couramment utilisée pour extraire les lipides des graines oléagineuses est l'extraction par solvant. Cette méthode implique la dissolution de l'huile dans un solvant, généralement le n-hexane. Le mélange obtenu, appelé miscella, est constitué d'huile et de solvant, et sa concentration dépend de la qualité du solvant et de la teneur en lipides des graines traitées. Comparé aux procédés mécaniques seuls, le rendement d'extraction par solvant atteint environ 97%, tandis que celui des procédés mécaniques est d'environ 89%. Environ 1,5 litre de solvant est nécessaire pour extraire 1 kg d'huile. Il convient de noter que l'utilisation de solvants pour l'extraction des lipides peut avoir des répercussions environnementales négatives, il est donc crucial de les utiliser de manière responsable, en réduisant leur quantité et en privilégiant le recyclage lorsque possible (**Lepeltier, 2021**).

III.2.1.2. Extraction par fluide supercritique

L'extraction par fluide supercritique (EFS) est une technique similaire à l'extraction par solvant conventionnelle, mais avec l'utilisation d'un solvant sous forme de gaz au-dessus de son point critique, plutôt qu'un liquide. Dans le cas de l'extraction d'huile, le fluide supercritique le plus couramment utilisé est le dioxyde de carbone (CO₂) (**Mariana et al, 2015**).

Le CO₂ est un gaz très peu polaire. Pour les molécules faiblement ou totalement polaires, c'est un solvant très intéressant. Il est largement accessible avec une bonne pureté et à un prix abordable. Il est très sélectif et ne détruit pas les molécules délicates (**Lepeltier, 2021**).

Dans la technique d'extraction par dioxyde de carbone supercritique, les graines sont mélangées avec CO₂ liquide à haute pression (à une température de 31°C et une pression de 7,3 mpa). L'huile se dissout ensuite dans le CO₂. Lorsque la pression est relâchée, le CO₂ redevient gazeux et l'huile précipite hors du mélange CO₂-huile (**Mariana et al, 2015**).

III.2.1.3. Extraction à l'aide d'enzymes

Les grandes entreprises d'huile végétale utilisent cette méthode car elle permet d'obtenir divers produits de grande valeur. Le processus commence par la cuisson des graines, suivie de la mise des graines cuites dans l'eau. Ensuite, des enzymes sont

ajoutées pour digérer la matière solide. Enfin, la séparation des enzymes résiduelles et de l'huile est effectuée à l'aide d'une centrifugeuse liquide-liquide. Cette méthode a été développée pour remplacer les solvants organiques traditionnellement utilisés pour l'extraction de l'huile comestible (Mariana et al, 2015).

III.2.1.4. Extraction assistée par ultrasons

EAU utilise des ondes sonores à des fréquences de 20 à 100 mhz pour l'extraction assistée par ultrasons. Ce processus exploite la cavitation, où les bulles générées par les ondes ultrasonores facilitent la rupture de la matrice matérielle, libérant les composés extractibles. L'extraction assistée par ultrasons offre des avantages tels que des temps d'extraction courts, une faible consommation d'énergie et une haute efficacité. Cependant, une puissance ultrasonore optimale est nécessaire, car des puissances plus élevées peuvent endommager la structure moléculaire des huiles de graines. Malgré un léger impact sur le rendement, l'extraction assistée par ultrasons permet des gains de temps significatifs par rapport aux méthodes traditionnelles comme le Soxhlet (BupNde et al, 2020).

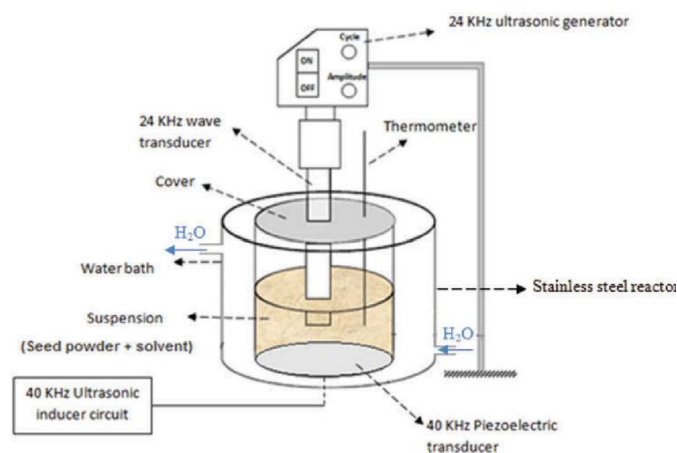


Figure III.3 : Schématisation du système d'extraction par ultrasons (Moradi et al, 2018).

III.2.1.5. Extraction assistée par micro-ondes

L'extraction assistée par micro-ondes (EAM) est une méthode récente et attrayante d'extraction d'huile. Elle permet une extraction efficace en peu de temps grâce au chauffage rapide et à la destruction des structures cellulaires. Cette méthode utilise peu de solvant, produit une huile de haute qualité et réduit la consommation

d'énergie. La conduction ionique et la rotation dipolaire résultant de l'effet des micro-ondes sur les molécules permettent une extraction efficace. Cependant, les acides gras polyinsaturés sont sensibles à la dégradation thermique. Des études ont montré des résultats optimaux pour l'extraction de l'huile de graines de ricin et de beurre d'arachide, avec des gains d'efficacité et de réduction du temps d'extraction et de solvant utilisé (**BupNde et al, 2020**).

Chapitre IV :

Matériels et méthodes

IV. Matériels et méthodes

IV.1. Cadre de l'étude

L'étude s'est déroulée du 28 Février au 4 juin 2023, elle a été effectuée au niveau de :

- Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana
 - Laboratoire de génie de procédés.
 - Laboratoire d'analyse physico-chimique.
 - Laboratoire de biochimie (SNV)
- L'Ecole Nationale Supérieure d'Agronomie (ENSA – Harrach - Alger).

IV.2. Diagramme du Protocole expérimental

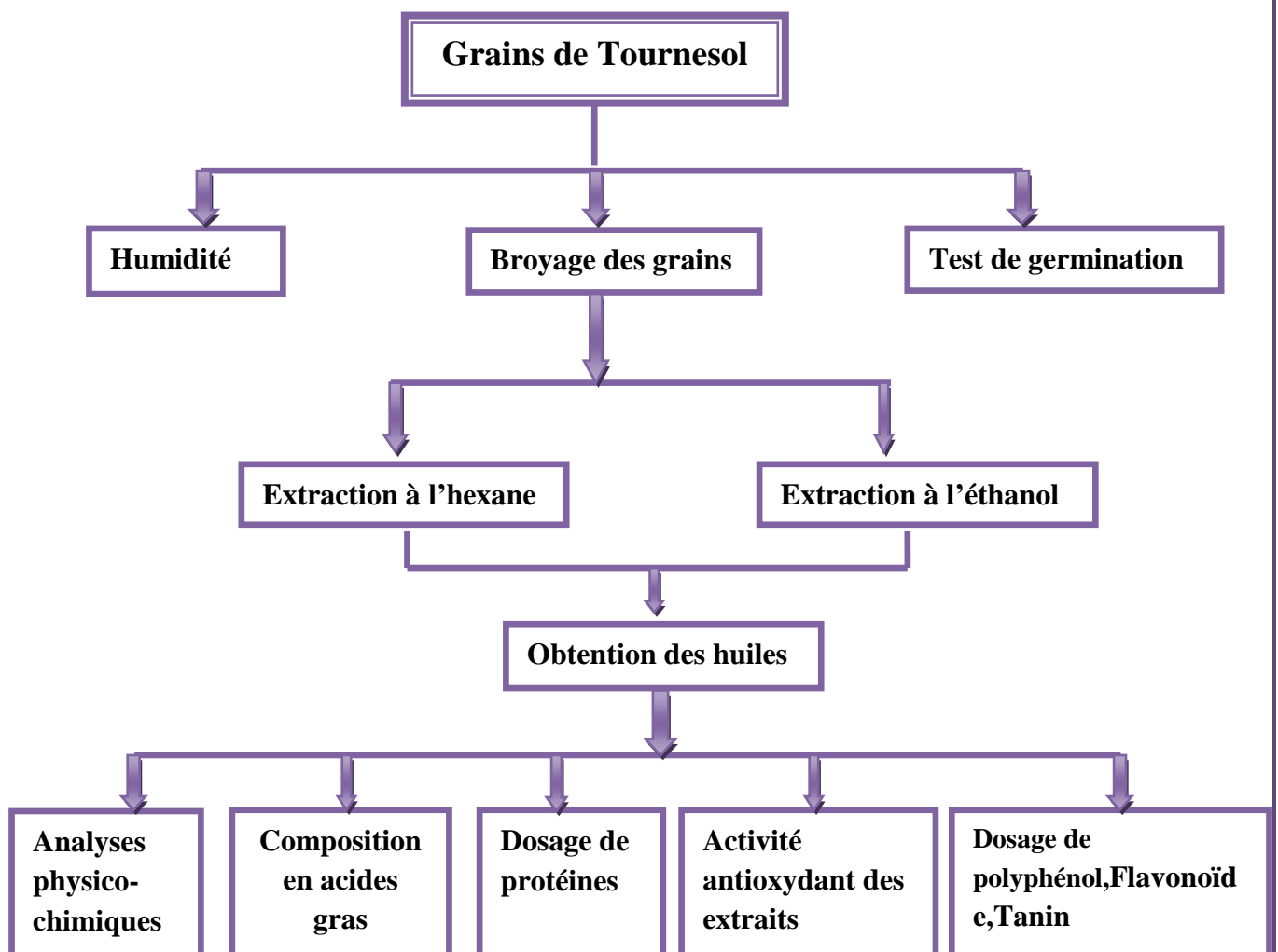


Figure IV.1 : protocole expérimental.

IV.3. Objectif

L'objectif de notre étude est l'extraction de l'huile à partir des graines de tournesol cultivées en Algérie, ainsi la détermination de la teneur en huile et d'évaluer

leurs caractéristiques physico-chimiques et composition dans le cadre de la réhabilitation des cultures oléagineuses y compris le tournesol.

IV.4. Matière végétale

Cette étude a été effectuée sur des grains de tournesol d'une variété local (région de Relizane) fournie par le professeur Bellague Djamel, et emballées dans un sac et entreposées à 10°C jusqu'à ce qu'elles soient utilisées. Les matériels, appareils et produits utilisés dans l'étude appartiennent à l'université de Khemis Miliana et autres institutions scientifiques.



Figure IV.2 : Grains de tournesol.

IV.4.1. Test de germination

Pour garantir la faculté germinative qui confère aux grains leur importance alimentaire, un test de germination est effectué de la manière suivante: 60 graines sont placées dans trois boîtes pétri tapissées de papier absorbant en double couche, avec 20 graines par boîte. Les boîtes sont ensuite exposées à la lumière et maintenues à une température ambiante pendant 3 jours. Ensuite, le nombre de graines ayant germé est calculé et le rendement est déterminé. Les détails de cette procédure sont illustrés dans la **Figure IV.3**.

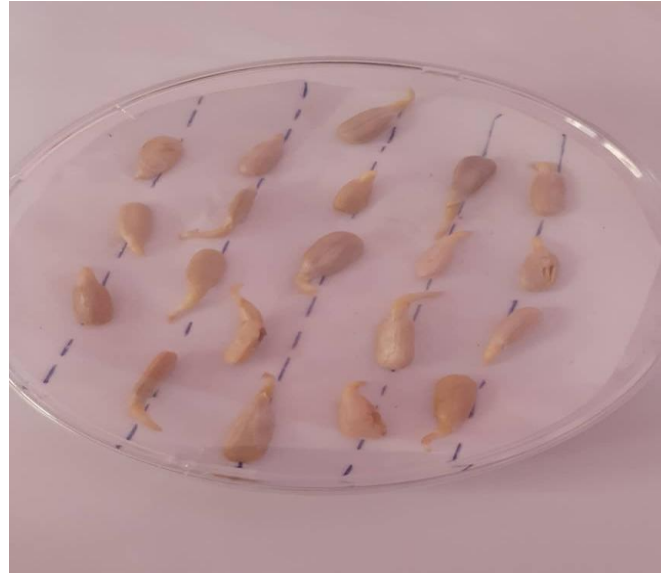


Figure IV.3 : Germination des grains de tournesol.

- Le rendement est calculé comme suite :

$$R\% = \frac{\text{nombre de grains germiné}}{\text{nombre de grain totale}} * 100 \quad (1)$$

IV.4.2. Humidité

L'humidité fait référence au contenu liquide présent dans un corps solide, liquide ou pâteux, qui doit être éliminé lors du processus de séchage (Mennouche, 2006).

IV.4.2.1. Humidité absolue

L'humidité absolue d'un solide, également appelée teneur en eau à base sèche ou simplement humidité, est exprimée en termes de la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse sèche selon la formule (2) (boughali, 2010).

$$H\% = \frac{Mh - Ms}{Ms} \quad (2)$$

Avec :

Mh : Poids de l'échantillon humide (g).

Ms : Poids de l'échantillon sèche (g).

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

IV.4.2.2. Humidité relative

L'humidité relative d'un solide, également appelée titre en eau ou teneur en eau à base humide, est exprimée en termes de la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse humide. Selon la formule (3) (boughali, 2010).

$$H\% = \frac{Mh - Ms}{Mh} \quad (3)$$

IV.4.2.3. Mode opératoire de séchage par l'étuve

Dans le cadre de cette étude, nous avons utilisé trois échantillons de graines de tournesol pesant chacun 10g. Ces échantillons ont été soumis à un étuvage à une température constante de 103°C pendant une durée de 72 heures, jusqu'à ce que leur poids atteigne une valeur stable. Cette méthode a été employée dans le but de déterminer la quantité initiale d'eau présente dans les graines (teneur en eau initiale).



Figure IV.4 : Etuve.

IV.5. Extraction de l'huile

IV.5.1. Extraction par Soxhlet

L'extracteur Soxhlet est une pièce de verrerie fréquemment utilisée dans les laboratoires pour effectuer des extractions solide-liquide. Cet outil porte le nom de son créateur, le scientifique allemand Franz von Soxhlet, qui vivait au XIXe siècle. Il a créé cette technique d'extraction en 1879 afin d'extraire efficacement des substances chimiques intéressantes à partir de solides, tels que des extraits de plantes ou des matières organiques (Penchev, 2010).

IV.5.1.1. Principe

Soxhlet consiste à placer l'échantillon dans un porte-filtre et à le rincer progressivement avec un solvant frais condensé. Cette opération est répétée jusqu'à l'obtention de l'extraction complète. La simplicité de cette technique permet son application à différents types d'échantillons (Luque de Castro, 2000).

IV.5.1.2. Avantages

Les avantages les plus remarquables de la méthode du Soxhlet conventionnel sont les suivants :

- L'évaporation est mélangée aux parties fraîches du solvant, ce qui contribue à déplacer la balance de transfert
- Le contact répété entre l'échantillon et les parties fraîches du solvant déplace la balance de transfert.
- La chaleur appliquée au ballon de distillation atteignant dans une certaine mesure la cavité d'extraction, la température du système reste assez élevée
- Après l'étape de lixiviation, aucune filtration n'est plus nécessaire
- Il s'agit d'une méthodologie très simple qui ne nécessite qu'une formation spécialisée minimale et qui permet d'extraire plus d'échantillons que nécessaire (**Decastro et al, 1998**).

IV.5.1.3. Inconvénients

- La quantité de solvant est importante. Il existe donc un grand risque d'inflammation et de pollution, donc augmentation de risque sur la dégradation environnementale.
- Des traces résiduelles de solvant peuvent être présentes à la fin dans l'huile, altérant sa qualité.
- La durée nécessaire est très longue, donc besoin d'un grand investissement.

IV.5.1.4. Appareillage

L'appareil utilisé pour réaliser les expériences (Soxhlet) est essentiellement composé de trois parties :

- **Le ballon** est utilisé pour contenir le solvant pur au début de l'opération et agit comme un récipient pour recueillir l'extrait à la fin du processus.
- **La colonne** joue le rôle d'extracteur, c'est-à-dire que c'est à l'intérieur de cette colonne que se produit l'extraction proprement dite, grâce au contact entre la matière végétale et le solvant.
- **Le réfrigérateur**, situé en haut de la colonne, a pour fonction de condenser les vapeurs de solvant.

IV.5.1.5. Mode opératoire

Broyer 22 g (nous avons utilisé 22g car la cartouche ne contient que ça) de graines et à les placer dans une cartouche. En utilisant soit 250ml d'hexane, soit d'éthanol comme solvant, l'échantillon est extrait pendant 4 heures à la pression atmosphérique. Le solvant est porté à ébullition à l'aide d'un chauffe-ballon, et les vapeurs se condensent dans un réfrigérant. Les gouttelettes liquides ainsi obtenues s'écoulent dans le récipient Soxhlet, où elles entrent en contact avec les graines. Le solvant extrait les composés d'intérêt des graines, et l'extrait est collecté dans le ballon. Après 4 heures, l'extraction est arrêtée.



Figure IV.5 : Appareil de soxhlet.

IV.5.2. Elimination du solvant

La séparation du solvant de l'extrait est réalisée à l'aide d'un appareil appelé Rota vapeur (**Figure IV.8**). Dans cet appareil, le solvant est évaporé sous vide à l'aide d'une pompe à vide. Pendant le processus d'évaporation, un ballon contenant l'extrait est placé en rotation et immergé dans un bain liquide chauffé, généralement de l'eau distillée. L'appareil est équipé d'un refroidisseur et d'un ballon de récupération des condensats, permettant ainsi de recueillir le solvant évaporé qui se condense.



Figure IV.6 : Rota vapeur.

IV.5.3. Rendement d'extraction

Le rendement en huiles (R) est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile (mH) obtenue et la masse de la matière végétale (mMV), exprimé en pourcentage, il est calculé par la relation :

$$R\% = \frac{mH}{mMV} * 100 \quad (4)$$

D'où :

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

mH : La masse d'huile obtenue.

mMV : La masse de la prise d'essai de matière végétale utilisée.



Figure IV.7 : Huile de tournesol extraite.

IV.6. Analyses physico-chimiques

Afin d'évaluer la composition et la pureté de l'huile de tournesol obtenue, il est nécessaire de mener une étude approfondie de ses propriétés physiques et chimiques.

IV.6.1. Analyses physiques

IV.6.1.1. Indice de réfraction (*n*)

C'est la relation entre la vitesse de la lumière dans le vide et la vitesse de la lumière à travers la substance (sales, 2011).

Principe

Cet indice est mesuré à l'aide de réfractomètre (Figure IV.8). Il est lié à la température. Il est mesuré à 20°C pour les huiles (Novidzro, 2019).

Mode opératoire

Pour étalonner le réfractomètre, commencez par ajouter quelques gouttes d'eau distillée à 20°C sur la plaque de mesure. Ensuite, nettoyez délicatement la plaque à l'aide d'un morceau de coton sec pour éliminer les impuretés. Déposez ensuite quelques gouttes d'huile de tournesol à 20°C sur la plaque. Regardez à travers l'oculaire du réfractomètre pour lire directement la valeur de l'indice de réfraction affichée sur l'échelle. Cette valeur correspondra à l'indice de réfraction de l'huile de tournesol à 20°C (Novidzro, 2019).



Figure IV.8 : Réfractomètre électronique.

IV.6.1.2. Masse volumique (ρ)

La masse volumique ρ (rho) d'un corps gras s'entend comme le quotient de sa masse et de son volume. Elle est exprimée en grammes par millilitre (Novidzro, 2019).

Mode opératoire

Dans un bécher on pèse 2g de l'huile de tournesol et mettre l'huile dans une éprouvette gradué pour mesurer le volume visuellement (**Travaux préliminaire**).

- La masse volumique se détermine par la relation (5) :

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (5)$$

D'où :

ρ : La masse volumique d'huile.

m : masse d'huile de tournesol.

V : volume d'huile de tournesol.

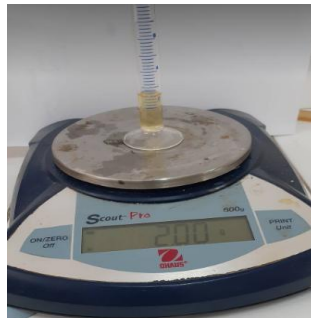


Figure IV.9 : Détermination de Masse volumique.

IV.6.1.3. Densité (D_{20})

La densité relative à une température de 20°C d'une huile ou d'une graisse est le quotient de la masse dans l'atmosphère d'un certain volume de cette huile ou à une température donnée T par la masse du même volume d'eau à 20°C, les pesées étant faites avec les poids ajustés de façon à équilibrer les poids de laiton dans l'air (**Benbada, 2013**).

Principe

A l'aide d'un pycnomètre (**figure IV.3**), on effectue une suite de pesées de volume égale d'huile et d'eau à la température de 20°C.

Mode opératoire

Nettoyer le pycnomètre et le sécher. après on détermine la masse relative de pycnomètre vide et la masse du pycnomètre remplie d'eau distillée récemment refroidie jusqu'à atteindre une température de 20°C. Ensuite, nettoyer et sécher le pycnomètre. Puis, refroidie l'huile de tournesol pour qu'elle atteigne les 20°C et

enfin on détermine la masse de pycnomètre contenant d'huile de tournesol (Benbada, 2013).

➤ La densité relative se détermine par la formule (6) :

$$D_{20} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \quad (6)$$

Avec :

m₀ : masse du pycnomètre vide.

m₁ : masse du pycnomètre rempli d'eau distillée.

m₂ : masse du pycnomètre rempli d'huile de tournesol.



Figure IV.10 : Pycnomètre

IV.6.2. Analyses chimiques

IV.6.2.1. Détermination du pH

Le pH mesure l'activité chimique des ions Hydrogènes H⁺ en solution. Cette méthode décrit l'acidité ionique du produit à analyser (Mahboub et al, 2019). Le pH n'a pas d'unité de mesure. L'échelle de pH s'étend généralement de 0 à 14.

Principe

La mesure consiste à introduire l'électrode du pH-mètre dans le produit après le réglage de la température d'étalonnage (Mahboub et al, 2019).

Mode opératoire

Après l'étalonnage, on place l'électrode dans le béccher d'huile de grains de tournesol, et on détermine la valeur fixée (Mahboub et al, 2019).



Figure IV.11: Le pH mètre

IV.6.2.2. Indice d'acide (I_a)

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaires pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un gramme de matière grasse (Novidzro, 2019).

Principe

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

Mode opératoire

Verser 0.5 g de l'échantillon d'huile de tournesol dans l'erlenmeyer, puis ajouter 5 ml d'éthanol neutralisé à l'aide de la pipette et 3 gouttes de phénolphthaléine. Après, fait le titrage de la solution obtenue avec l'hydroxyde de potassium à l'aide de la burette et arrêter le titrage si la couleur de la solution varie (Novidzro, 2019).

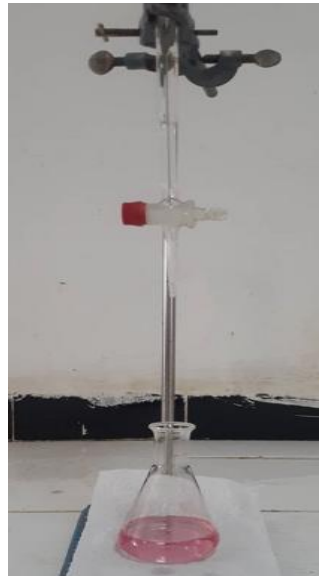


Figure IV.12 : Détermination d'Indice d'acide.

- En fin de titrage lire le volume de KOH consommé pour calculer l'indice d'acide à l'aide de la relation (7).

$$I_a = \frac{MKOH \cdot V_{eq} \cdot N}{m} * 100 \quad (7)$$

D'où :

V_{eq} : Volume équivalent de KOH.

N : Normalité de KOH.

MKOH : Masse molaire de KOH.

m : la masse d'huile de tournesol.

IV.6.2.3. Indice d'ester (*I_e*)

L'indice d'ester d'un corps gras est une mesure de la quantité d'esters présents dans ce corps gras. Il est déterminé en mesurant la quantité d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides libérés lors de l'hydrolyse des esters contenus dans 1 gramme de corps gras (Novidzro, 2019).

Principe

Dans des conditions spécifiées, l'ester est hydrolysé par chauffage en présence d'une solution éthanolique titrée de potasse, et l'excès de solution est additionné d'une solution titrée d'acide chlorhydrique.

Mode opératoire

Introduit 0.5 g d'huile de tournesol et 25 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (KOH) (0.5N) dans un ballon et adapte un réfrigérant puis 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 (phénolphtaléine). Ensuite, on titre la solution précédente avec la solution d'acide chlorhydrique (HCl) (0.5N) et effectue un essai à blanc dans les mêmes conditions (en éliminant l'huile) (Novidzro, 2019).



Figure IV.13 : Détermination de l'Indice d'ester



Figure IV.14 : Titrage par HCl.

- En fin de titrage lire le volume de KOH consommé pour calculer l'indice d'ester par la relation (8) :

$$I_e = \frac{28.05 * (V_0 - V_1)}{m} - I_a \quad (8)$$

D'où :

I_e : Indice d'ester.

I_a : Indice d'acide.

V₀ : Volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc.

V₁ : Volume de HCl.

m : La masse de la prise d'essai.

IV.6.2.4. Indice de saponification (*I_s*)

L'indice de saponification mesure le nombre de milligrammes de base (généralement de l'hydroxyde de potassium, KOH) nécessaire pour saponifier complètement un gramme de lipide (ISO 2020).

- Il est effectué après dosage de l'indice d'acide (*I_a*) et l'indice d'ester (*I_e*) selon la relation (9) :

$$I_e = I_s - I_a \rightarrow I_s = I_e + I_a \quad (9)$$

IV.6.2.5. Indice d'iode (*I_i*)

Mesure la quantité de monochlorure d'iode, exprimée en grammes d'iode, absorbée par 100g du produit dans les conditions opératoires décrites dans la présente méthode (Benbada, 2013).

Principe

Ajouter au corps gras d'une solution de chlorure d'iode, appelé réactif de Wijs et l'éthanol. Après un temps, l'iode libéré est titré par une solution titrée de thiosulfate de sodium (0.0992 N) en présence d'empois d'amidon (Benjelloun, 2014).

Mode opératoire

On pèse 0,13 g d'huile de tournesol dans une fiole de 500 ml et ajoute 20 ml d'éthanol et 25 ml de réactive de Wijs, puis boucher, agiter le contenu et placer la fiole dans un endroit sombre pendant une heure. Ensuite, on titre avec la solution de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) (0,0992 N) jusqu'à obtention d'une couleur jaune. Après, on ajoute quelques gouttes d'empois d'amidon et poursuivre le titrage jusqu'au moment où la couleur bleue disparaître après avoir agité vigoureusement le contenu et aussi prépare un essai à blanc de la même façon (Benjelloun, 2014).



Figure IV.15 : Détermination de
L'indice d'iode.



Figure IV.16 : Titrage par
thiosulfate de sodium.

- L'indice d'iode est donné comme suit (10) :

$$I_i = \frac{12.69C(V1 - V2)}{M} \quad (10)$$

D'où :

C : concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée.

V1 : volume, en millilitres, de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour l'essai à blanc.

V2 : volume, en millilitres, de la solution $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé pour la détermination.

M : masse, en gramme, de la prise d'essai.

IV.6.2.6. Indice de peroxyde (*Ip*)

L'indice de peroxyde d'un corps gras représente la quantité de peroxyde active présente dans un gramme de matière grasse, qui réagit avec l'iodure de potassium en libérant de l'iode selon la méthode décrite par Bouzidi (**Bouzidi et Bouahadi, 2022**).

Principe

Cette méthode utilise un dosage indirect des molécules de diiode (I_2) formées par réaction d'oxydo-réduction entre des ions iodures (I^-) en excès et les hydroperoxydes présents dans l'huile. Ce I_2 va par la suite réagir en présence du thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) lors d'une seconde réaction d'oxydo-réduction entraînant la diminution jusqu'à l'extinction de la couleur rose-violette en présence d'empois d'amidon (**Dagmey, 2020**).

Mode opératoire

Une prise d'essai de 2 g a été ajoutée à 10 mL de chloroforme, 15 mL d'acide acétique pure et 1 mL de solution d'iodure de potassium saturée. Le flacon a été bouché, agité et laissé à l'abri de la lumière pendant 5 mn. Il s'ensuit une libération d'iode par action de peroxyde sur l'iodure de potassium. 75 mL d'eau distillée ont été ajoutés avec quelques gouttes d'empois d'amidon puis le mélange a été titré avec une solution de thiosulfate $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0.002N) en agitant jusqu'à décoloration totale de la solution. Parallèlement, un essai à blanc a été préparé sans l'utilisation de corps gras (huile de tournesol) (**Bouzidi et Bouahadi, 2022**).



Figure IV.17 : Détermination de
L'indice de peroxyde.



Figure IV.18 : Titrage par
thiosulfate de sodium.

- L'indice de peroxyde s'effectue de la manière suivante (11) :

$$Ip = \frac{N(V1 - Vn)}{m} * 1000 \quad (11)$$

D'où

Vn : est le volume de témoin qui égale à 0.

V1 : est le volume de thiosulfate de sodium (ml) nécessaire pour la détermination.

N : est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium utilisée.

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

IV.7. Dosage des protéines par la méthode de Lowry (1977)

IV.7.1. Principe

Le dosage des protéines totales est effectué selon la méthode de Lowry. Cette méthode repose sur une réaction colorimétrique dans laquelle un sel de cuivre est ajouté à une solution protéique en milieu alcalin, suivi de l'ajout du réactif de Folin-Ciocalteu. Cette réaction génère une coloration bleu foncé. Cette coloration est le résultat de l'interaction du cuivre avec les liaisons peptidiques et de la réduction de l'acide phospho-tungstomolybdique par la tyrosine, le tryptophane et la cystéine présents dans les protéines. Les espèces réduites absorbent la lumière à une longueur d'onde de 750 nm (Lowry, Rosebough, Farr, & Randal, 1977).

Le dosage des protéines est réalisé à l'aide d'un spectrophotomètre visible. La concentration en protéines de l'échantillon analysé est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage établie en utilisant de la sérum albumine bovine (B.S.A) comme référence. Le taux de protéines mesuré pour chaque échantillon traité est la moyenne de trois essais. La teneur en protéines est exprimée en milligrammes de protéines par millilitre (**Lowry, Rosebough, Farr, & Randal, 1977**).

IV.7.2. Réactifs et solutions utilisées

IV.7.2.1. Réactifs

Tableau IV.1 : Composition des solutions utilisées pour le dosage des protéines totale

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

IV.7.2.2. Solution a préparé extemporanément

- **Solution A** : 0.2 ml de solution A1 +0.2 ml de solution A2.
- **Solution C** : solution A +19.6 ml de solution B.
- **Solution E** : Réactif de FOLIN dilué au (1/2) V dans l'eau distillée.
- **Sérum physiologique** : NaCl 0.9%.

IV.7.2.3. Solutions de protéines

- Solution étalon de BSA à 0.2mg/1ml.
- Solution de protéine à doser pour Lowry : dissoudre 1mg de l'huile de tournesol dans 10ml de l'eau distillée.

IV.7.3. Mode opératoire

Nous avons réalisé une série de tubes.

Tableau IV.2 : Essais réalisés pour le dosage des protéines

Numéro des Tubes	0	1	2	3	4	5	6
BSA (μl)	0	40	80	120	160	180	200
Solution tournesol à doser (μl)	0	0	0	0	0		0
NaCl 0.9%	1	1	1	1	1		1
Mg de protéine	0						

- 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 $\frac{1}{2}$ V dans tous les tubes mélangés.
- 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 tournesol (inconnue).

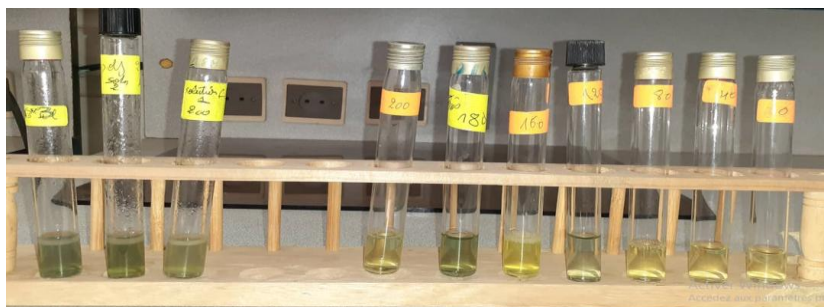


Figure IV.19 : Dosage des protéines.

IV.7.4. Spectroscopie UV-Visible

La spectroscopie d'absorption UV et visible est une méthode très courante dans le laboratoire. Il est basé sur la propriété des molécules à absorber le rayonnement lumière d'une longueur d'onde spécifique.

- La densité optique est mesurée à la spectrométrie à 750 nm.



Figure IV.20 : Appareil UV-Visible.

IV.8. Dosage des composés phénoliques totaux

Afin de caractériser l'huile de tournesol, plusieurs teneurs se rapportant aux composés phénoliques peuvent être mesurées.

Les composés phénoliques sont constitués de trois grandes catégories : les Polyphénols, les flavonoïdes et les tanins.

IV.8.1. Polyphénols

La présence d'un cycle aromatique avec des groupements hydroxyles libres ou engagés distingue les composés phénoliques ou polyphénols des autres métabolites secondaires (Haddoudi et al, 2014). La teneur en polyphénols totaux des extraits a été déterminée par la méthode adaptée de Singleton et Ross en 1965 avec le réactif Folin-Ciocalteu (Ouadan et al, 2018).

IV.8.1.1. Principe

Ce dosage est basé sur une réaction d'oxydo-réduction. Le réactif de Folin est constitué d'un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Il est réduit lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène. La coloration produite est proportionnelle à la quantité de polyphénols présente dans les extraits végétaux (Rombaut, 2013).

IV.8.1.2. Mode opératoire

➤ Préparation de solution mère

Dans un bêcher, nous mettons 500 μ l huile de tournesol et ajoutons 3 ml d'éthanol et faire une agitation pendant 1 minute.

- Dans un tube à essai : On ajoute 20 µl de solution mère et 100 µl du réactif de Folin-Ciocalteu. Puis on agite et incube les tubes dans l'obscurité pendant 3 min. Ensuite, on ajoute 300 µl de la solution de carbonate de sodium (Na_2CO_3) (7.5 % l'eau distillé) et 2 ml de l'eau distillé.
- Après les 2 heures d'incubation on fait la lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 765 nm.

On réalise en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant l'acide gallique comme standard, différentes concentrations (0.02, 0.04, 0.06, 0.08, 0.1 et 0.12 mg/ml) (Belviso et al, 2013).

IV.8.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des composés polyphénoliques les plus abondants contenus dans les végétaux (Stoclet, 2011).

IV.8.2.1. Mode opératoire

- Dans un tube à essai : On ajoute 1 ml de solution mère et 1 ml de solution de Chlorure d'aluminium hexahydraté ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) à (2% à éthanol 98%) et on agite les tubes. Après les 10 min d'incubation on fait la lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 430 nm.
- On réalise en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant la quercétine comme standard, différentes concentrations (0.03, 0.06, 0.09, 0.12, 0.18 et 0.21 mg/ml) (Belviso et al, 2013).

IV.8.3. Tanins

Les tanins sont des composés polyphénoliques à haut poids moléculaire produits par le métabolisme secondaire des plantes (Bossu, 2006). De nombreuses méthodes de détermination des tanins sont basées sur leur capacité à former des complexes avec les protéines.

IV.8.3.1. Mode opératoire

- Dans un tube à essai : On ajoute 0.4 ml de la solution mère, 3 ml de la solution de valine (4% à éthanol 98%) et 1500 µl de HCl concentré à 37% puis on agite

les tubes. Après les 20 min d'incubation on fait la lecture de l'absorbance au spectrophotomètre à 500 nm.

- On réalise en parallèle dans les mêmes conditions opératoires en utilisant la catéchine comme standard, différentes concentrations (0,50,100,200 et 300 mg/ml) (Belviso et al, 2013).

IV.9. Analyse chromatographique en Phase Gazeuse (CPG) d'huile de tournesol

IV.9.1. La chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou décomposés qui peuvent être volatilisés sans être décomposés (Sicaire, 2016).

➤ Principe

Le principe de la séparation par chromatographie en phase gazeuse (CPG) implique la division de l'échantillon à analyser en deux phases distinctes. L'une de ces phases est une couche stationnaire uniformément répartie sous forme d'une mince pellicule sur une surface solide inerte possédant une grande spécificité de surface. Pendant ce temps, l'autre phase consiste en un gaz qui s'écoule à travers toute la phase stationnaire.

L'identification des pics correspondant aux différents acides gras (AG) sur un chromatogramme est réalisée en comparant leurs temps de rétention à ceux d'un mélange témoin d'AG injecté précédemment. Les pourcentages des différents acides gras présents sont calculés à partir des aires des pics les représentant sur le chromatogramme : plus l'aire du pic est grande, plus le pourcentage d'acides gras est élevé (Chaaben et al, 2015).



FigureIV.21 : Chromatographe CHROMPACK CP9002Intégrateur Shimadzu.

IV.9.2.Méthode : Transestérification à froid au moyen d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium**IV.9.2.1. Application**

Cette méthode rapide est applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive ayant une teneur en acides gras libres inférieure à 3,3%. Les acides gras libres ne sont pas estérifiés par l'hydroxyde de potassium. Les esters éthyliques d'acides gras se transestérifient plus lentement que les esters glycéridiques et il est possible qu'ils ne se méthylent que partiellement.

IV.9.2.2. Principe

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification.

IV.9.2.3. Réactifs

- Méthanol ne contenant pas plus de 0,5% (m/m) d'eau
- Heptane pour chromatographie
- Hydroxyde de potassium, solution méthanolique d'environ 2 N : dissoudre 11,2 g d'hydroxyde de potassium dans 100 ml de méthanol

IV.9.2.4. Matériel

- Tubes à bouchon vissant (de 5 ml de capacité) avec un bouchon muni d'un joint de PTFE.
- Pipettes graduées ou automatiques de 2 ml et 0,2 ml.

Tableau IV.3 : Chromatographiques pour esters méthyliques.

Chromatographe	Chrompack CP 9002
Détecteur	FID (260C°)
Injecteur	SPLIT 1/100 (250C°)
Gaz vecteur	Azote
Colonne Capillaire	RTX 2330(90% biscyanopropyl+10% polysiloxane)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0,32 mm *0.25 UM
Epaisseur	0,25 µm
Injecteur	250°C
Détecteur	260°C
Four	150 C°3C°/mn---- 230C°
Quantité injectée	0.8µl
Vitesse du papier	0.5 cm/mn

IV.9.2.5. Mode opératoire

- Dans un Tube à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile de tournesol.
- Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter.
- Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien Fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la Partie supérieure de la solution devienne claire.
- Décanter la couche supérieure, qui est celle Qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le Chromatographe.
- Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment De l'analyse chromatographique.
- Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant Plus de 12 heures.

IV.10. Activité antioxydant des extraits

IV.10.1. Définition

L'évaluation préliminaire de l'activité antioxydante des échantillons a été réalisée en utilisant la méthode du radical stable 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH), qui a été initialement développée par Blois (1958). Le DPPH, de couleur violette en solution, présente un maximum d'absorption à 515 nm (**Ismaili et al, 2017**).

IV.10.2. Principe

Le principe de ce test est basé sur le fait que le DPPH est un radical libre qui présente une bande d'absorption caractéristique à 517 nm liée à la résonance des électrons non appariés. En présence d'une substance chimique anti-radicalaire, il y a capture des électrons non appariés de façon stœchiométrique et des produits de la réaction n'absorbent plus que vers 470 nm. Cela se traduit par une baisse de l'absorption à 517 nm liée à la décoloration de la solution de DPPH. Il est donc possible de suivre la réaction par spectrophotométrie dans le visible et de comparer l'intensité colorante 50 (IC₅₀) de la substance étudiée à celle d'un antioxydant connu tel que l'acide ascorbique. IC₅₀ peut être définie comme étant la quantité de produits nécessaire pour faire diminuer la coloration de réactif (DPPH) de moitié 50% (**Dieng et al, 2015**).

IV.10.3. Mode opératoire

- Préparation de la solution DPPH par solubilisation de 0.004 g de DPPH dans 100 ml d'éthanol.
- On prépare les extraits à différentes concentrations (10, 20, 40, 60, 80, 100, 200) de l'huile de tournesol à diluer par 1ml de l'éthanol et mettre dans chaque tube 1 ml de la solution de DPPH préparée. Puis incuber pendant 30 min à température ambiante.
- On fait la lecture des absorbances à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre (**Belviso et al, 2013**).

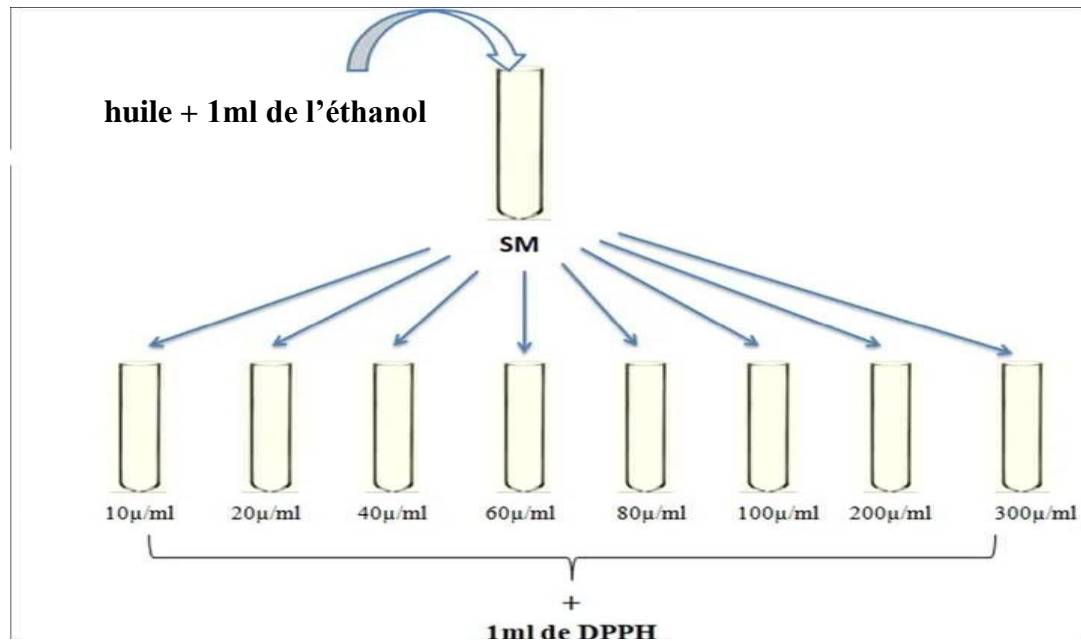


Figure IV.22 : Détermination de l'activité antioxydant de l'huile de tournesol.

➤ **Préparation les standard (vitamine c) acide ascorbique**

- Peser 300 mg de l'acide ascorbique (p%=99 ou 100%) dans un tube à essai contenant 10 ml d'éthanol.
- Dans les tubes préparer : dessolutions de concentration (2.5, 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 200, 300 µl/ml) de l'acide ascorbique diluée et mettre dans chaque tube 1 ml de DPPH (la solution préparée). Après incuber pendant 30 min à température ambiante.
- On fait la lecture des absorbances à 517 nm à l'aide d'un spectrophotomètre.

IV.10.4. Expression des résultats

Les résultats de l'activité antioxydante sont exprimés en pourcentage d'inhibition, calculés suite à la diminution de l'intensité de la coloration du mélange, selon la formule (12):

$$PI\% = \frac{Abs\ blanc - Abs\ échantillon}{Abs\ blanc} * 100 \quad (12)$$

PI% : pourcentage d'inhibition (%).

Abs blanc : absorbance du blanc (DPPH dans l'éthanol).

Abs échantillon : absorbance du composé d'essai.

Chapitre V :

Résultats et discussion

V. Résultats et discussion

Notre intérêt est porté en premier lieu sur la détermination des résultats de certains paramètres physico-chimiques correspondant aux l'huile de tournesol extraite avec deux solvants différents:hexane et éthanol, ainsi que la détermination de la composition chimique et le pouvoir antioxydant.

V.1. Rendement de germination

Le rendement de germination des grains de tournesol obtenu après 72 heures d'exposition à l'air, la lumière, et à la température ambiante est de **85%**. Ce rendement est similaire à celui obtenu par **Bhutta et al (2001)** qui est entre **70%** et **85%**.

V.2. Teneur en eau des grains de tournesol

Pour déterminer la teneur en eau, on place 3 échantillons de 10 g de graines de tournesol dans l'étuve pendant 72 heures à 103 C°. Nous avons fait cette façon pour conserver les grains.

La valeur de teneur en eau obtenue est **5.15 %**.

Selon l'étude réalisée par **Evon(2008)** sur l'humidité de quatre types de graines de tournesol a donné une teneur entre **3.5%** et **7.85%**. Ces résultats sont en grande proximité avec l'humidité trouvée dans notre travail.

V.3. Extraction de l'huile

L'étape d'extraction par Soxhlet a permis d'obtenir des rendements varie selon le type de solvant utilisé et dont les valeurs sont représentées par le **Tableau V.1**:

Tableau V.1 : Rendement des huiles des graines de tournesol.

Solvant utilisé	Hexane	Ethanol
Poid des graines(g)	22	22
Poid de l'huile(g)	7.38	5.48
Rendement (%)	33.54	24.91

A travers le **tableau V.1**, on remarque que le rendement en huile de tournesol diffère selon le type du solvant utilisé, alors que le rendement en huile extraite à

l'hexane a une valeur de **33,54%**, et le rendement en huile extraite à l'éthanol a une valeur de **24,91%**, ce dernier est inférieur par rapport au rendement obtenu par l'utilisation de l'hexane. On déduit que l'hexane présente un bon rendement en comparaison avec l'éthanol.

Selon **Moradi et al (2018)**, le rendement d'extraction de l'huile des graines de tournesol extraite par soxhlet en utilisant l'hexane est **48%**. Cette valeur est supérieure à notre résultat (**33.54%**), cette différence peut être expliquée par la variété de tournesol utilisée pour l'extraction. Concernant l'extraction par l'éthanol le rendement obtenu par Moradi est **11.99%** en utilisant les ultrasons. Notre résultat (**24.91%**) est supérieur à ce dernier, ce qui peut être expliqué par la méthode utilisée pour l'extraction (ultrasons/soxhlet).

V.4. Analyses physico-chimiques de l'huile de tournesol

Les propriétés physico-chimiques constituent un moyen de vérification de la pureté et du contrôle de qualité d'huile et de la conservation.

V.4.1. Résultats des analyses physiques

Les analyses physiques faites sont : densité, indice de réfraction, la masse volumique pour différents solvants. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau V.2 : Résultats des analyses physiques des huiles extraites par l'hexane et l'éthanol.

Paramètre physique	Extraction à l'hexane	Extraction à l'éthanol	Les normes données par le codex alimentaire
Indice de réfraction (Ir) à 20 ° C	1.463	1.461	1.461- 1.471
La masse volumique ρ (g/ml)	0.869	0.867	
Densité à 20 C°	0.919	0.918	0.918 - 0.923

V.4.1.1. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est également une mesure de la pureté de l'huile. Cela dépend de la composition chimique de l'huile et de la température. Généralement, l'indice augmente avec la présence d'insaturation ou de sous-produits (**Karleskind, 1992**).

Les résultats relatifs à cet indice en huile extraite à l'hexane a une valeur de **1.463**, et pour l'huile extraite à l'éthanol a une valeur de **1.461**. Elles sont proches de celui trouvé par **Rosa et al (2009)** qui est de **1.4617** à **1.4679**, et elles sont comprise dans l'intervalle donnée par le **codex alimentaire 1999 (1.461-1.471)**.

V.4.1.2. Masse volumique

D'après le **tableau V.2** la masse volumique de l'huile de tournesol a presque les mêmes valeurs (**0.869** et **0.867**) pour les deux huiles extraites par l'hexane et l'éthanol respectivement. Ces valeurs situent dans l'intervalle des masses volumiques des huiles (<1).

V.4.1.3. Densité

La détermination de la densité d'une huile peut nous renseigner sur sa pureté, qui dépend de la composition chimique et de la température de l'huile (**Karleskind, 1992**).

L'huile de tournesol extraite par l'hexane possède une densité de **0.919** et l'huile extraite par l'éthanol possède une densité de **0.918**, et elles sont comprise entre **0.918** à **0.923** selon la norme donnée par le **codex alimentaire (1999)**.

V.4.2. Résultats des analyses chimiques

Les analyses chimiques faites sont : pH, indice d'acide et indice d'ester, etc pour différents solvants. Les résultats obtenus sont récapitulés dans le **tableau V.3** :

Tableau V.3 : Résultats des analyses chimiques des huiles extraites par l'hexane et l'éthanol.

Paramètre chimique	Extraction à l'hexane	Extraction à l'éthanol	Les normes donnée par le codex alimentaire
pH	6.64	6.49	
Indice d'acide (Ia) (mg de KOH/g d'huile)	1.12	3.36	<4
Indice d'ester(Ie) (mg de KOH /g d'huile)	189.62	187.38	186 – 194
Indice de saponification(Is) (mg de KOH /g d'huile)	190.74	191.1	188 – 194
Indice d'iode(Ii) (g/100 g 'huile)	139.80	137.77	118 – 141
Indice de peroxyde (Ip) (méqd'O ₂ /kg d'huile)	10	7.5	5 – 10

V.4.2.1. pH

Le pH est utilisé pour comparer l'acidité, la neutralité ou la basicité des solutions, D'après le **tableau V.3**, on constate que les valeurs du pH observées restent presque stables ce qui indique que la caractéristique dominante est presque neutre.

V.4.2.2. Indice d'acide

L'indice d'acide détermine les acides libres dans l'huile et donne une information sur la pureté de l'huile, lorsqu'il augmente, indique que l'huile s'est détériorée.

Les résultats relatifs à l'indice d'acide présentés dans le **tableau V.3** pour l'huile extraite à l'hexane a une valeur de **1.12**, et pour l'huile extraite à l'éthanol a une valeur de **3.36**. Ces valeurs ne sont pas similaires avec les résultats obtenus par **Mengistie et al (2018)** qui a trouvé une valeur de **2.43** et les résultats obtenus par **Rosa et al (2009)**

qui a trouvé une valeur de **4.10**. Nos résultats sont conformes à la norme indiquée par **le codex alimentaire (1999) (<4)**.

V.4.2.3. Indice d'ester

Cet indice est utilisé pour connaître la longueur des chaînes carbonées des AGs et évaluer la masse molaire des esters présents dans les huiles. L'indice d'ester d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est longue.

Les résultats relatifs à l'indice d'ester présentés dans le tableau ci-dessus en huile extraite à l'hexane est de **189.62**, et pour huile extraite à l'éthanol est de **187.38**. Ces valeurs sont conformes à l'intervalle des valeurs donnée par **le codex alimentaire (2009)** en l'occurrence (**186 - 194**).

V.4.2.4. Indice de saponification

L'indice de saponification mesure la longueur moyenne de la chaîne des AGs qui compose l'huile. Autrement dit, les valeurs de saponification sont utiles pour l'obtention des informations sur la quantité, le type de glycérides et le poids moyen des acides dans une huile donnée (**Wali et al, 2015**). L'indice de saponification d'un corps gras est d'autant plus élevé que la chaîne carbonée des acides gras est longue.

Les résultats correspondent à l'indice de saponification présentés dans le tableau ci-dessus en huile extraite à l'hexane est de **190.74**, et pour l'huile extraite à l'éthanol est de **191.1**. Ces valeurs sont conformes à la norme donnée par **le codex alimentaire (1999) (188-194)**. **Rose et al (2009)** a obtenu des valeurs comprise entre **193.2 et 193.9**. Ces valeurs sont très proches à nos résultats.

V.4.2.5. Indice d'iode

L'indice d'iode met en évidence le degré d'insaturation de l'huile (**Wali et al. 2015**). Plus l'indice d'iode est élevé, plus l'huile est riche en acides gras insaturés.

Les deux valeurs de l'indice d'iode obtenus dans notre étude sont **139.80** pour l'extraction de l'huile de tournesol par l'hexane et **137.77** pour l'extraction de l'huile par l'éthanol. Les valeurs de cet indice nous ont permis de classer cette huile parmi les huiles Semi-siccative, dont les indices d'iode sont compris entre **110 et 150**, comme a été mentionné dans le deuxième chapitre. Ces valeurs sont conformes aux valeurs situent dans l'intervalle donnée par **Le codex alimentaire (1999) (118 -141)**. Lorsque

nous comparons nos valeurs avec les résultats obtenus par **Mengistie et al (2018)**(de **132.3 à 138.5**), on constate qu'ils se rapprochent de manière significative.

V.4.2.6. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est utilisé pour mesurer l'étendue des réactions de rancissement qui se produisent pendant le stockage. C'est une bonne norme pour prédire la qualité et la stabilité de l'huile (**Mengistie et al,2018**).

Les deux valeurs de l'indice de peroxyde obtenus dans notre étude sont **10** pour l'extraction de l'huile de tournesol par l'hexane et **7.5** pour l'extraction de l'huile par l'éthanol. Ces valeurs sont en accord avec l'intervalle des valeurs données dans **Le codex alimentaire (1999) (5-10)**. En comparant nos résultats avec ceux de **Mengistie et al (2018) (8.80)**, on remarque que les deux valeurs sont semblables.

V.5. Dosage des protéines

Pour déterminer la concentration des protéines présentés dans l'huile des graines de tournesol, on utilise la courbe d'étalonnage illustrée dans la **figure A- 4.3**

➤ Valeur de taux de protéine

Tableau V.4:Taux des protéines de l'huile de tournesol extraite par l'hexane.

Concentration des protéines µg/ml	Concentration moyenne µg/ml
295	362
368	
417	

D'après le **tableau V.4** la concentration de protéine de l'huile de tournesol extraite par l'hexane est 362 µg/ml. Cette valeur est importante ce qui indique que l'huile de tournesol est riche en protéine.

V.6. Dosage des composés phénoliques totaux

Les composants phénoliques sont des éléments qui peuvent jouer un rôle important en tant qu'antioxydants et avoir une influence sur la saveur de l'huile (**Cavusoglu et Oktar, 1994**). Les avantages de ces composés sont attribués à leur activité antioxydante. Ils jouent un rôle important dans l'élimination des radicaux libres toxiques après un stress oxydatif en formant des antioxydants.

V.6.1. Polyphénols

Les polyphénols totaux ont été déterminés par spectrophotométrie à l'aide du réactif de Folin-Ciocalteu. Les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent acide gallique par gramme de matière végétale sèche (mg d'EAG/g MVS) en utilisant l'équation de régression linéaire d'une courbe d'étalonnage préparée pour l'acide gallique.

La courbe d'étalonnage de l'acide gallique est illustrée sur la **figure A-5.4**

La teneur en polyphénols totaux de l'huile de tournesol extraite par l'hexane est **0.80** mg EAG/g MVS et de l'huile de tournesol extraite par l'éthanol est **0.77** mg EAG/g MVS.

Les deux solvant (hexane et éthanol) ont presque le même degré d'extraction des polyphénols. L'huile de tournesol contient une quantité appréciable de polyphénols.

V.6.2. Flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes a été effectué par une méthode colorimétrique (spectrophotométrie) avec la solution de chlorure d'aluminium hexahydraté ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$). La concentration des flavonoïdes totaux est exprimée en milligramme d'équivalent de quercétine par gramme de matière végétale sèche (mg d'EQ/g MVS)

En utilisant l'équation de régression linéaire pour une courbe d'étalonnage préparée pour la quercétine.

La courbe d'étalonnage de la quercétine est illustrée sur la **figure A-5.5**

La teneur totale en flavonoïdes de l'huile de tournesol extraite par l'hexane est **0.027** mg d'EQ/g MVS et de l'huile de tournesol extraite par l'éthanol est **0.023** mg d'EQ/g MVS. L'hexane et l'éthanol ont presque le même pouvoir d'extraction des flavonoïdes.

V.6.3. Tanins

Le dosage spectrophotométrique en solution de valine des tanins a été effectué. La concentration des tannins hydrolysables est exprimée en milligramme d'équivalent de catéchine par gramme de matière végétale sèche (mg d'EC/g MVS). Ces résultats ont été obtenus en utilisant l'équation de régression linéaire dérivée d'une courbe d'étalonnage spécialement préparée pour la catéchine **figure A-5.6**.

La teneur en tanins totaux de l'huile de tournesol extraite par l'hexane est **489.95** mg d'EC/g MVS et de l'huile de tournesol extraite par l'éthanol est **76.33** mg d'EC/g MVS. Les deux solvant (hexane et éthanol) ne sont pas le même degré d'extraction des tanins. Cela est dû au fait que le point d'évaporation de l'hexane de 69°C est inférieur à celui de l'éthanol de 79°C . Et donc la température peut être affecte la quantité des tanins présents dans les graines de tournesol (les tanins sont des composé thermosensible). Ce résultat indique que notre huile contient une quantité considérable de tanins.

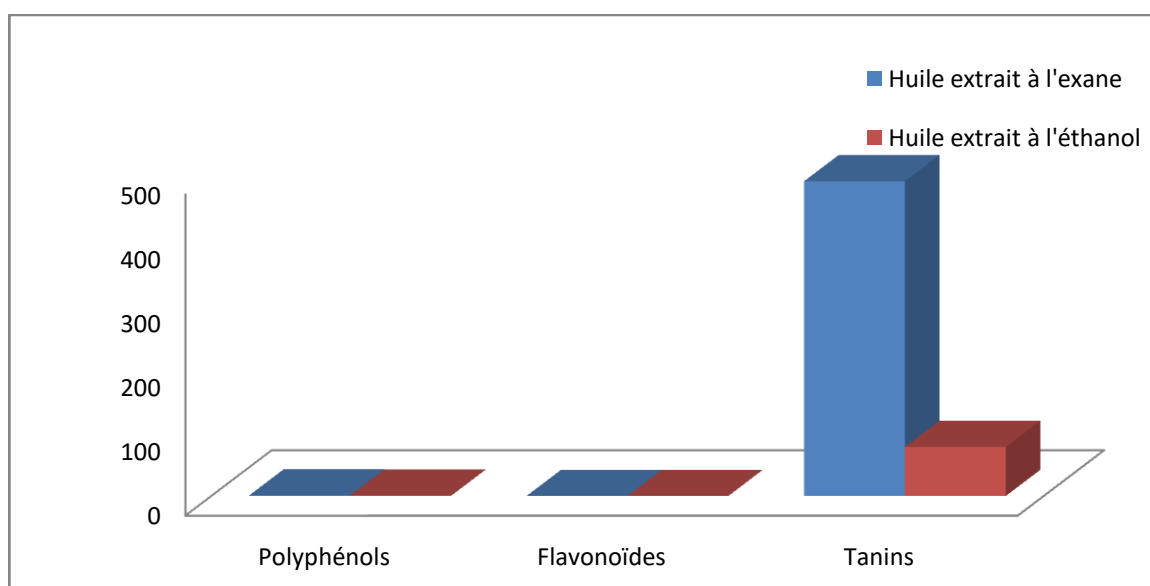


Figure V.1 : Illustration des teneurs des composés phénoliques pour les deux solvants (hexane et éthanol).

V.7. Analyse chromatographique en Phase Gazeuse (CPG) d'huile de tournesol

La composition en acide gras de l'huile de tournesol correspondant aux deux types de solvant est donnée dans le **tableau V.5** et illustré dans l'histogramme de la **figure V.2** :

Tableau V.5 : Analyse des acides gras de l'huile de tournesol par CPG.

Composition en acides gras de l'huile de tournesol			
Acides gras	Dénomination	Extraction a l'hexane	Extraction a l'éthanol
C16 :0	Acide palmitique	6.63 %	10.79 %
C16 :1ω7	Acide palmitoléique	0.27%	2.95 %
C18 :0	Acide stéarique	3.04 %	3.24 %
C18 : 1ω9	Acide oléique	47.69 %	27.42 %
C18 : 2ω6	Acide linoléique	39.27 %	40.21 %
C18 : 3ω3	Acide linoléique	0.73 %	9.62 %
C20 :0	Acide arachidique	0.25 %	-
C20 : 1ω9	Acide gondoïque	Trace	-
C22 :0	Acide Béhenique	0.55 %	*
C24 :0	Acide Lignocérique	0.34 %	-
Acides gras saturés		10.81 %	14.03 %
Acides gras monoinsaturés		48 %	30.37 %
Acides gras Poly insaturés		40 %	49.83 %

D'après le **tableau V.5**, on remarque que le taux d'acides gras saturés présents dans l'huile extraite à l'éthanol est **14,03 %** et il est légèrement supérieur au taux d'acides grassaturés de l'huile extraits à l'hexane (**10,81 %**). De même, pour les acides gras polyinsaturés dans l'huile extraite à l'éthanol (**49,83 %**), alors que dans l'huile extraite à l'hexane est **40 %**. Par contre, le taux d'acides monoinsaturés dans l'huile extraite à l'hexane est **48 %** était supérieur au taux d'acides gras pour l'huile extraite à l'éthanol (**30,37 %**). Ces résultats sont confirmés par les résultats de l'indice d'iode expliqués précédemment.

On remarque également l'absence de quatre acides gras (Acide arachidique, Acide gondoïque, Acide Béhenique et Acide Lignocérique) dans l'huile extraite à

l'éthanol, ceci peut être expliqué par le mécanisme d'extraction de l'éthanol ou par l'effet de la température d'extraction (degré d'évaporation de l'éthanol (79C°) et degré d'évaporation de l'hexane (69C°)).

Le taux des acides gras de l'huile de tournesol extraite à l'hexane correspond aux normes trouvées dans le **codex alimentaire (1999)**, à l'exception des acides oléique et linoléique qui sont un peu proches aux normes.

Selon le **codex alimentaire(1999)** on trouve que l'acide stéarique et l'acide oléique sont conformes à ceux trouvés quant aux autres acides, ils sont proches aux normes, sauf pour l'acide linoléique qui est supérieur à la norme. Cela peut être s'expliquer par le caractère polaire de l'éthanol qui a une affinité relativement plus élevée pour les acides gras polyinsaturés, y compris l'acide linoléique. Lorsque l'huile de tournesol est extraite par l'éthanol, il a tendance à solubiliser davantage d'acides gras polyinsaturés, augmentant ainsi la teneur en acide linoléique.

Ces résultats sont comparables à ceux obtenus par **Moradi et al (2018)**, là où il y a une grande convergence du taux d'acides gras présents dans l'huile extraite à l'hexane. Il y a une légère différence dans l'acide oléique et linoléique. Cette différence est éventuellement dû à la variété de tournesol utilisé dans l'extraction.

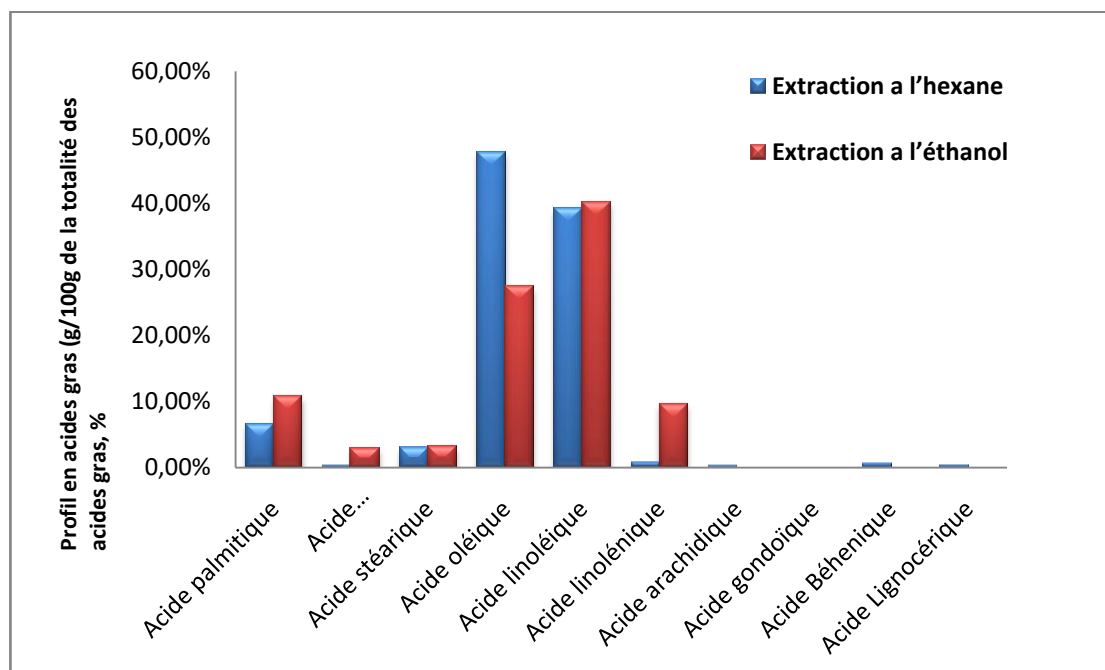


Figure V.2 : Illustration des taux d'acides gras pour les deux solvants (hexane et éthanol).

V.8. Etude de l'activité antioxydante

L'activité antioxydante de l'extrait contre le radical DPPH a été évaluée par spectrophotométrie en suivant la réduction de ce radical, accompagnée de sa transition du violet au jaune, mesurable à 517 nm.

Dans cette partie, nous avons étudié l'activité antioxydante de l'huile de tournesol in vitro par la technique de piégeage des radicaux DPPH pour mesurer les valeurs IC_{50} . Les résultats sont souvent comparés à des antioxydants synthétiques tels que l'acide ascorbique (vitamine C).

Pour déterminer IC_{50} de l'acide ascorbique et des huiles de tournesol l'équation d'une courbe d'étalonnage suivant.

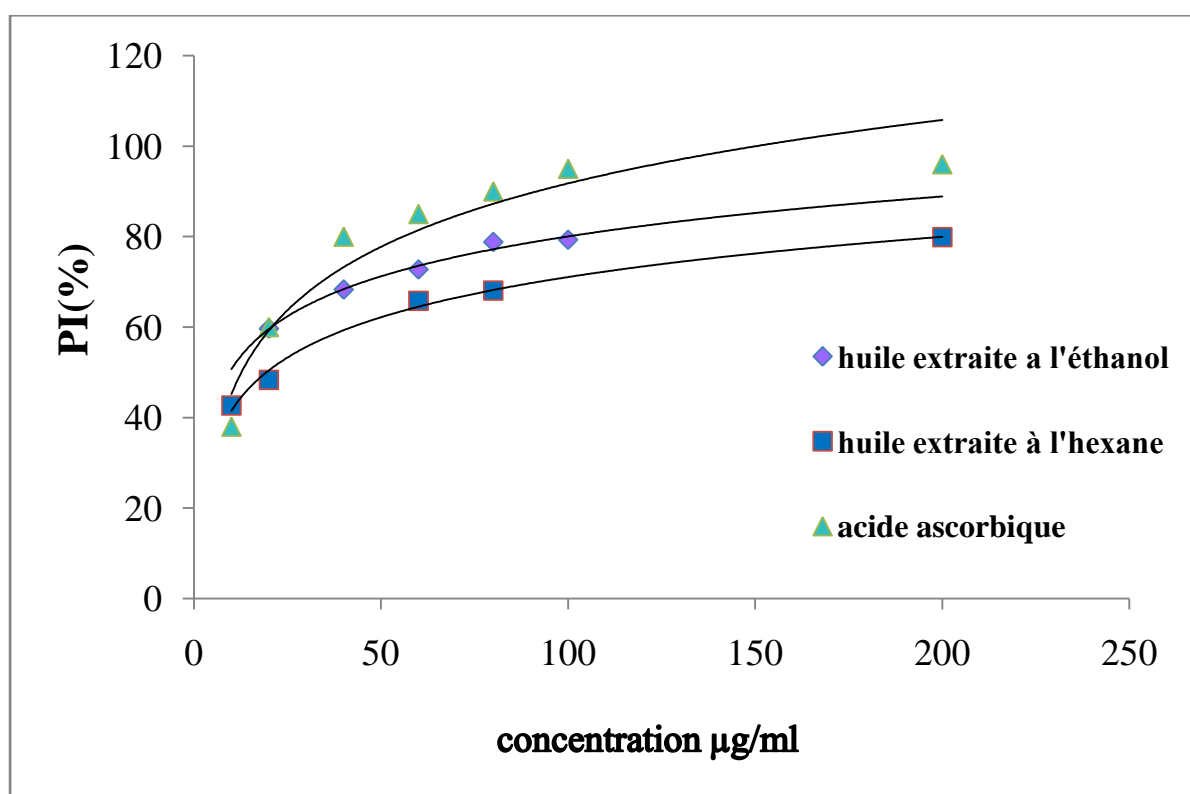


Figure V.3 : Activité antioxydante d'acide ascorbique, l'huile extraite par l'hexane et l'huile extraite par l'éthanol.

V.8.1. Activité antioxydante de l'acide ascorbique (vitamine C)

Comme la montre la **figure V.3**, l'antioxydant de l'acide ascorbique à une valeur de IC_{50} est de l'ordre de **16.61** µl/ml.

V.8.2. Activité antioxydant d'huile de tournesol

L'activité antioxydant des huiles de tournesol a été évaluée par le test au DPPH, les résultats exprimés dans la **figure V.3**

L'activité antioxydante de l'huile de tournesol est exprimée en **IC₅₀**. Cette **IC₅₀** est déterminée à partir de la courbe décrite sur la **figure V.3**, dont l'abscisse représente la concentration de l'huile et l'ordonnée indique l'activité antioxydante en pourcentage. Le **IC₅₀** obtenu est de **9.39**µl/ml pour l'huile extraite à l'hexane et de **15.02** µl/ml pour l'huile extraite à l'éthanol, plus cette concentration est faible plus l'effet antioxydant est élevé.

Par rapport aux résultats de l'acide ascorbique (**IC₅₀**=16.61µl/ml) notre huile possède une activité antioxydante plus élevée que ce dernier. Ce pouvoir antioxydant peut être lié à la richesse de notre huile en composés phénoliques et vitamine E.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail a porté sur l'étude de caractérisation et évaluation des extraits (huile) des grains de tournesol (*Helianthus annuus* L.).

Grâce à cette étude, qui est essentiellement axée sur l'influence des solvants utilisés dans le processus d'extraction sur les propriétés physico-chimiques, la teneur des protéines, composés phénoliques, composition en acides gras et l'activité antioxydante de l'huile de tournesol.

L'hexane est l'excellent solvant pour dissoudre et récupérer l'huile, et il est meilleur que l'éthanol dans le degré d'extraction de nombreux composants de l'huile et conserve leurs propriétés physico-chimiques. Toutefois, le n-hexane, la principale composante de l'hexane commercial, figure au premier rang de la liste des 189 polluants atmosphériques dangereux établie par l'Environmental Protection Agency des USA.

Les analyses de notre huile présentent des propriétés physico-chimiques intéressantes dans l'ensemble. Le tournesol se caractérise par une grande diversité de composition en acides gras et protéines, composés phénoliques et l'activité antioxydante de bonne valeur ajoutée. Ceci conduit à des utilisations variées aussi bien en nutrition humaine que dans l'utilisation non alimentaire. Ces valeurs sont conformes aux normes établies par le codex alimentaire et similaires de certains travaux antérieurs.

D'après nos résultats ont conclu que l'huile des graines de tournesol cultivée en Algérie est de bonne qualité physico-chimique, d'où la nécessité de la réhabilitation de cette culture en Algérie en introduisant de la culture de tournesol dans les systèmes de culture de notre pays afin de produire des graines oléagineuses et l'utilisation d'autres méthodes d'extraction de l'huile sans utilisation de solvants organiques et travailler à cultiver de nouvelles variétés qui manquent actuellement en Algérie.

Référence bibliographique

Référence bibliographie

Abou AL fadil, Taissir. *Déterminisme de la tolérance du tournesol à *Phoma macdonaldii* au collet et sur racines: approches génétiques et histologiques.* Thèse de doctorat, l'Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2006.

Allinne, Clémentine. *Modélisation écophysiological et analyse génétique pour la recherche de génotypes de tournesol adaptés aux basses températures causées par des semis précoces.* Thèse de doctorat, université de toulouse, France, 2009.

Andrianasolo, FetyNambinina. Modélisation statistique et dynamique de la composition de la graine de tournesol (*Helianthusannuus L.*) Sous l'influence de facteurs agronomiques et environnementaux. Thèse de doctorat, université de toulouse, France, 2014.

Ballerini, Daniel. Les Biocarburants état des lieux, perspectives et enjeux du développement, IFP publications, Editions Techni, France, 2006.

Bangirinama F, Nyandwi S, NtagahorahoC,&SinzobatohanaA. Effet de l'application du fumier organique et de l'association du haricot sur la productivité du tournesol au Burundi: cas de la plaine de Bujumbura. Bulletin Scientifique sur l'Environnement et la Biodiversité, 2018;3:1:2.

Bekkar, Khaoula. Application de la spectroscopie irtf a l'étude des huiles alimentaires. Thèse de doctorat. Université 8 Mai 1945 Guelma, Algerie, 2019.

Belviso, Simona, Ghirardello, Daniela, Giordano, Manuela, et al. *Phenolic composition, antioxidant capacity and volatile compounds of licuri (Syagrus coronata (Martius) Beccari) fruits as affected by the traditional roasting process.* Food research international, 2013, vol. 51, no 1, p. 39-45.

Benbada, Mustapha. Méthodes officielles d'analyses physico-chimique relatives aux corps gras d'origine animales et végétales. Journal officiel de la république Algérienne, 2011, N°64, 1-26.

Bendana, Hadjer. Contribution à l'étude des paramètres physiologiques, morpho-agronomiques et biochimiques de la culture du Colza (*Brassicinapus L. var. fantasio*). Magister en Biologie, Algérie, université Mentouri de Constantine. 2008.

Benjelloun, Nisrine. Huile d'argan: propriétés pharmacologiques et mise en place d'un processus de contrôle. Thèse de doctorat, université de Limoges, Maroc, 2014.

Berglund, Duane Raymond; ASHLEY, Roger; BRADLEY, Carl Alan. Sunflower Production (Introduction only). Dacota du nord, 2007:128p.1-5.13.15.16.

Bhutta, Rauf; Rahberbhatti, m. H.; iftikhar, ahmad. Effect of seed diffusates on fungal population and germination of sunflower seeds/efecto de extractos de semillas sobre la población de hongos y la germinación de semillas del girasol/effet des extraits de semence sur la population de champignons et sur la germination des graines de tournesol. *Helia*, 2001, 24.34: 77-82.

Bonafous, Fanny. *Prise en compte d'informations a priori en sélection génomique dans un dispositif d'hybrides de tournesol (Helianthus annuus L.)*. Thèse de doctorat, université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), France, 2017.

Borredon, Marie-Elisabeth, et al. Débouchés actuels et futurs du tournesol produit en France-Critères de qualité. *Innovations Agronomiques*, 2011, 14: 19-38.

Bossu, Carla M., et al. Flow injection system for hydrolysable tannin determination. *Microchemical journal*, 2006, 84.1-2: 88-92.

Boughali, Slimane. Etude et optimisation du séchage solaire des Produits agro-alimentaires dans les zones Arides et désertiques. Thèse de doctorat, université de Batna 2, Algerie, 2010.

Bouzi, Nebia; Bouahadi, Djilali. Evaluation de la stabilité oxydative de l'huile de tournesol aromatisée par l'huile essentielle d'artémisia herba alba Asso: Evaluation of the oxidative stability of sunflower oil flavored with essential oil of Artemisia herba alba Asso. *Revue Nature et Technologie*, 2022, 14.01: 14-22.

Cavusoglu, A.; Oktar, A. Les effets des facteurs agronomiques et des conditions de stockage avant la mouture sur la qualité de l'huile d'olive. *Olivae (Ed. française)*, 1994, 52: 18-24.

Chaaben, H.; Motri, S.; Ben Selma, M. Z. Etude des Propriétés Physico-chimiques de l'Huile de Fruit de *Laurus nobilis* et Effet de la Macération par les Fruits et les Feuilles de *Laurus nobilis* sur les Propriétés Physico-Chimiques et la Stabilité

Oxydative de l'Huile d'Olive. J. New Sci. Agric. Biotechnol. JS-INAT, 2015, 8: 873-880.

Codex Alimentarius.1999, Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique (CODEX STAN 210-1999).

Codex Alimentarius.2009. Normes alimentaires Internationales pour les huiles végétales portant un nom spécifique (CODEX STAN 210-1999). Adoptée en 1999. Amendement: 2005, 2011, 2013, 2015. Révision: 2001, 2003, 2009. Codex Alimentarius.

Cuvelier, Marie-Elisabeth;MAILLARD, Marie-Noëlle. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. *OCL Oilseeds and fats crops and lipids*, 2012, 19.2: 125-132.

Dagmey, Aurélien. Enrichissement d'huiles alimentaires riches en acides gras polyinsaturés, par des composés phénoliques d'origine naturelle, afin de les protéger de la peroxydation lipidique, en vue d'une encapsulation pour augmenter la durée de conservation de ces huiles. Thèse de doctorat, université de Technologie de Compiègne, France, 2020.

De castro, MD Luque;Garcia-Ayuso, L. E. Soxhlet extraction of solidmaterials: an outdated technique with a promising innovative future. *Analyticachimica acta*, 1998, 369.1-2: 1-10.

Demol, Julien;Otoul, Émile. *Amélioration des plantes: application aux principales espèces cultivées en régions tropicales*. Presses Agronomiques de Gembloux, Belgique, 2002 :583p.213-215.

Desanlis, Myriam. *Analyse et modélisation des effets de la conduite de culture sur deux maladies cryptogamiques majeures du tournesol: Phoma macdonaldii et Phomopsis helianthi*. Thèse de doctorat, université de toulouse, France, 2013.

Dieng, Mbaye, et al. Dosage des polyphénols et activité anti-oxydante de feuilles et d'inflorescences mâles de *Borassus aethiopum*, Mart.(Arecaceae). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 2015, 9.2: 1067-1071.

Donald J.C, Georges H. *The chemistry of natural fats*, Second Ed. Academic Press, New York.1964.

Duriez, Pauline. *Caractérisation génétique, moléculaire et physiologique du locus Or7 de résistance à Orobanche cumana chez le tournesol.* Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier-Toulouse III, France, 2019.

Evon, Philippe. *Nouveau procédé de bioraffinage du tournesol plante entière par fractionnement thermo-mécano-chimique en extrudeur bi-vis: étude de l'extraction aqueuse des lipides et de la mise en forme du raffinat en agromatériaux par thermomoulage.* thèse de doctorat, L'université de toulouse délivré par l'institut national polytechnique de toulouse, France, 2008.

Evrard, Jacques, et al. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. *Cahiers de Nutrition et de Diététique*, 2007, 42: 13-23.

Fernández-Martínez, José M.; VELASCO, Leonardo; PÉREZ-VICH, Begoña. Progress in the genetic modification of sunflower oil quality. In: *Proceedings of the 16th International Sunflower Conference*. 2004. P. 1-14.

Gagnon, Yancie. *Étude de l'extraction des huiles végétales en milieu aqueux assistée par des tensioactifs.* Thèse de doctorat. Université de Technologie de Compiègne, France, 2021.

Gallais, André; BANNEROT, Hubert. *Amélioration des espèces végétales cultivées. Objectifs et critères de sélection.* Editions Quae, France, 1992.

Gnanasekaran, Dhorali, et al. Green fluids from vegetable oil: Power plant. *Vegetable Oil based Bio-lubricants and Transformer Fluids: Applications in Power Plants*, springer, Singapore, 2018 : 3-26.

Haddoudi, M., et al. Valorisation du marc du café: extraction de l'huile et évaluation de son activité antioxydante. *Les technologies de laboratoire*, 2014, 8.36.

Hamidreza Nooryazdan. *Étude du comportement agronomique de populations de tournesol sauvage et sauvage x domestique en préliminaire à un programme de néodomestication du tournesol.* Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure Agronomique de Montpellier, France, 2009.

Ismaili, Rachid, et al. Etude de l'activité antioxydante des huiles essentielles de plantes aromatiques et médicinales marocaines. *European Scientific Journal*, 2017, 13.12: 323.

ISO3657 : 2020(F). Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice de saponification.

Julius.Olatounde, les facteurs déterminants du marché mondial des huiles végétales, bio clips : Actualité bioalimentaire , Vol. 28, 2020.

Kaibeck, Julien. Les huiles végétales, c'est malin. Éditions Leduc, France, 2013.

Karleskind A. Manuel des corps gras. Tome 2. Éd. tec et doc, Lavoisier : Paris, France, 1992 : 1571-1578 .787p

Kartika, Ika Amalia. *Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol: expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol.* Thèse de doctorat, l'institut national polytechnique de toulouse, France, 2005.

Laguna, Oscar. *Valorisation des composés phénoliques des tourteaux de colza et tournesol: du fractionnement des matières premières vers la synthèse de molécules multifonctionnelles.* Thèse de doctorat, université Montpellier, France, 2019.

Lambert, J. Les huiles végétales: 2 000 plantes oléagineuses répertoriées. *Institut français des huiles végétales pures-IFHVP*, 2005, 5-22., 2005.

Lecerf, J.-M. Les huiles végétales: particularités et utilités: Vegetable oils: Particularities and usefulness. *Médecine des maladies Métaboliques*, 2011, 5.3: 257-262.

Lepeltier, Sonia. Étude ethnobotanique de *Camelina sativa* (L.) Crantz. Thèse de doctorat, université de Caen Normandie, France, 2021.

Lowry, O., Rosebough, N., Farr, A., & Randal, R. Protein measurement with the Folin phenol reagent. *J Biol Chem*, 1977, 193.1: 265-75.

Luque de Castro, M. D., & García Ayuso, L. E. Environmental Applications: Soxhlet Extraction. *Encyclopedia of separ.* (2000).

Mahboub, Nasma, et al. Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique des huiles essentielles à partir de *Cymbopogon schoenanthus* dans la région de Ghardaïa. *Revue des bio ressources*, 2019, 9.2: 14-14.

Mariana, Ionescu, et al. Actual methods for obtaining vegetable oil from oilseeds. In: Conference Paper, Politehnica University of Bucharest. 2013.

Mati-Baouche, Narimane. *Conception d'isolants thermiques à base de broyats de tiges de tournesol et de liants polysaccharidiques*. Thèse de doctorat, université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, France, 2015.

Mengistie, Tilahun; Alemu, Agegnehu; Mekonnen, Alemayehu. Comparison of physicochemical properties of edible vegetable oils commercially available in Bahir Dar, Ethiopia. *Chemistry International*, 2018, 4.2: 130-135.

Mennouche, Djamel. Valorisation des produits agro-alimentaires et des plantes médicinales par les procédés de séchage solaire. . Magister en Génie Chimique, université KasdiMerbah Ouargla, Algérie, 2006.

Moradi, Negin, et al. Impact of ultrasound on oil yield and content of functional food ingredients at the oil extraction from sunflower. *Separation Science and Technology*, 2018, 53.2: 261-276.

Morin, Odile; PAGÈS-XATART-PARÈS, Xavier. Huiles et corps gras végétaux: ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 2012, 19.2: 63-75.

NDE, Divine Bup; Foncha, AnuanwenClariss. Optimization methods for the extraction of vegetable oils: a review. *Processes*, 2020, 8.2: 209.

Novidzro, Kosi Mawuéna, et al. Etude de quelques paramètres physicochimiques et analyse des éléments minéraux, des pigments chlorophylliens et caroténoïdes de l'huile de graines de *Griffonia simplicifolia*. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 2019, 13.4: 2360-2373.

Ouadan, Lamiae, et al. Étude phytochimique et ethnobotanique, dosage des polyphénols totaux de l'huile essentielle et des extraits du *Thymus capitatus*. *J. Natl. Sur La Chim*, 2018, 57-62.

Penchev, Petko Ivanov. 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. Thèse de doctorat, université de Toulouse, France, 2010.

Pioch, Daniel. Les huiles végétales: diversité d'usages et filières en compétition. 2018.

Rastoin, J. L.; Benabderrazik, E. Chapitre 1 Algérie: Céréales et oléo protéagineux au Maghreb Pour un Co-développement de filières territorialisées. *IPEMED, Institut de Prosectivite Economique du Monde Méditerranéen*, 2014.

Roche, Jane. Composition de la graine de tournesol (*Helianthus annuus* L.) Sous l'effet conjugué des contraintes agri-environnementales et des potentiels variétaux. Thèse de doctorat, Institut national Polytechnique de Toulouse, France, 2005.

Rombaut, Natacha. Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile: aspects qualitatifs et quantitatifs: application aux graines de lin et aux pépins de raisin. Thèse de doctorat, université de technologie de Compiègne, France, 2013.

Rosa, P.M., et al. Chemical composition of brazilian sunflower varieties/composición química de las variedades de girasol brasileñas/composition chimique de sortes de tournesol brésiliennes. *Helia*, 2009, 32.50: 145-156.

ROUANE, Azeddine. *Etude de l'huile de tournesol époxydée comme bio-plastifiant du PVC.* Mémoire de magister, université Ferhat Abbas-Setif, Algérie, 2008.

RUP-Jacques, Sandrine. Oxydation catalytique de l'acide oléique sous ultrasons par le tétraoxyde de ruthénium: valorisation de l'acide pélargonique pour la précipitation sélective de cations métalliques. Thèse de doctorat, université Paul Verlaine – Metz, France, 2009.

Sales, Alejandro. Production of biodiesel from sunflower oil and ethanol by base catalyzed transesterification. 2011.

Semmak, Abdelkader, et al. Contribution à l'étude de l'extraction des jus et des huiles végétales par champ électrique pulsé. Thèse de doctorat, université Djillali Liabes de Sidi-Bel-Abbes, Algérie, 2018.

Severac, Etienne. Valorisation enzymatique des huiles végétales. Thèse de doctorat, université de Toulouse, INSA, France, 2010.

Sicaire, Anne-Gaëlle. Solvants alternatifs et techniques innovantes pour l'éco-extraction des huiles végétales à partir de graines oléagineuses. Thèse de doctorat, université d'Avignon, France, 2016.

Stoclet, J.-C.;Schini-Kerth, V. Flavonoïdes alimentaires et santé humaine. In: Annales pharmaceutiques françaises. Elsevier Masson, 2011. p. 78-90.

Wali, Fazal, et al. Comparison of some physicochemical properties of different oils available in the local market in Pakistan. *International Journal of Recent Research Aspects*, 2015, 2.2: 93-98.

Annexes

Annexes

Annexe 1

Matériels et appareillages

Tableau A-1.1 : Liste de matériels et appareillages

Matériels	Appareillages
Soxhlet	Spectrophotomètre UV-VIS
Cartouche	Chromatographie phase gazeuse
Burette de 100 ml avec son support	Agitateur-magnétique
Bécher (5-1000) ml	Chauffe ballon
Verre de montre	Etuve de séchage
Entonnoir	Rota vapeur
Eprouvette graduée de (10 –100)ml	Thermomètre
Fiole jaugée de (100 –250 ml)	Plaque chauffante
Pissette	Balance-électronique
Tubes à essais	Réfractomètre
Flacons (100-500)	Réfrigérateur
Spatule	pH-mètre
Papier pH	
Erlenmeyer	
Boîtes pétries	
Pycnomètre	
Micro pipette	
Pipettes	
Coton sec	

Annexes

Réactifs chimique utilisés

Tableau A-1.2 : Propriétés et Caractéristiques des produits utilisés.

Désignation	Formule chimique	Etat physique
n-Hexane (99%)	C_6H_{12}	Liquide
Hydroxyde potassium	KOH	Solide
Ethanol (96 %)	C_2H_5OH	Liquide
Acide chlorhydrique	HCL	Liquide
Phénolphtaléine	$C_{20}H_{14}O_4$	Liquide
Sulfate de cuivre	$CuSo_4$	Solide
Tartrate de potassium et sodium	$C_4H_4KNaO_6.4H_2O$	Solide
Carbonate de sodium	Na_2CO_3	Solide
Folin		Liquide
Sérum albumine bovin (BSA)		Solide
Sérum physiologique (0.9%)	NaCl	Liquide
Chloroform	$CHCl_3$	Liquide
Soude	NaOH	Solide
Empois d'amidon	$C_6H_{10}O_5$	Liquide
chlorure mercurique	$HgCl_2$	Solide
Diode	I_2	Solide
Acétone	C_3H_6O	Liquide
Réactif Wijs	ICl_3	Liquide
Thiosulfate de sodium à (0,0992 N-0.002N)	$Na_2S_2O_3$	Liquide
Acide acétique	CH_3COOH	Liquide
Iodure de potassium saturée	KI	Liquide
Folin-Ciocalteu		Liquide
Carbonate de sodium	Na_2CO_3	Liquide
Acide gallique	$C_7H_6O_5$	Liquide
Chlorure d'aluminium hexahydraté	$AlCl_3.6H_2O$	Liquide

Annexes

Quercétine	$C_{15}H_{11}NO_2$	Liquide
Valine	$C_5H_{11}NO_2$	Liquide
Catéchine	$C_{15}H_{14}O_6$	Liquide
DPPH	$C_{18}H_{12}N_5O_6$	Liquide
Acide ascorbique	$C_6H_8O_6$	Liquide
Méthanol	CH_3OH	Liquide
Heptane	C_7H_{16}	Liquide

Annexe 2

Indice de réfraction

Cette figure présente le résultat d'indice de réfraction :

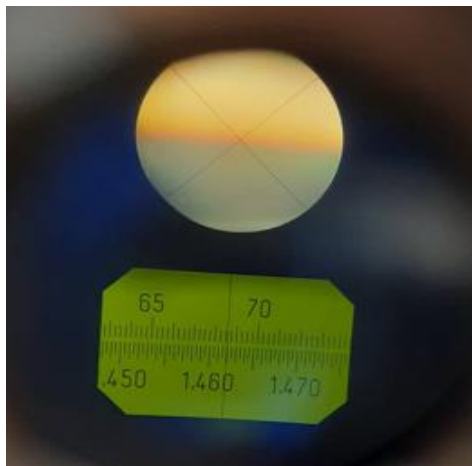


Figure A-2.1 : Visualisation la valeur de l'indice de réfraction.

Annexes

Annexe 3

Détermination du pH

On met des gouttes d'huiles de tournesol sur les carrés colorés et les laisse pendant une minute. Noter immédiatement le changement de la coloration du papier et comparer avec le pH indiqué par l'échelle colorimétrique de la boîte.



Figure A-3.2 : Détermination du pH par papier pH.

Nous avons constaté que le papier pH donnait la même valeur dans l'huile extraite à l'hexane et l'huile extraite à l'éthanol (**pH=5**), et donc cette méthode donne des résultats inexacts.

Annexes

Annexe 4

Pour déterminer la concentration des protéines présentés dans l'huile des graines de tournesol, on utilise la courbe d'étalonnage illustrée dans la **figure A-4.3**

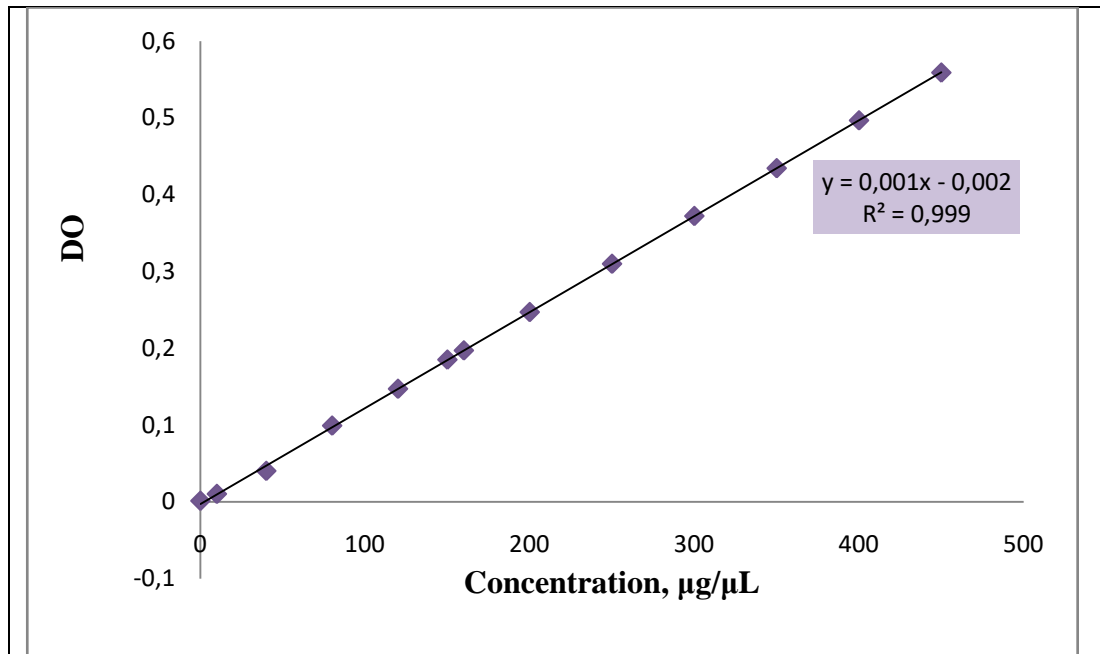


Figure A-4.3 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des protéines selon la méthode de Lowry 1977 par l'utilisation de BSA.

Annexes

Annexe 5

Pour déterminer la teneur des polyphénols en utilisant l'équation de régression linéaire d'une courbe d'étalonnage préparée pour l'acide gallique.

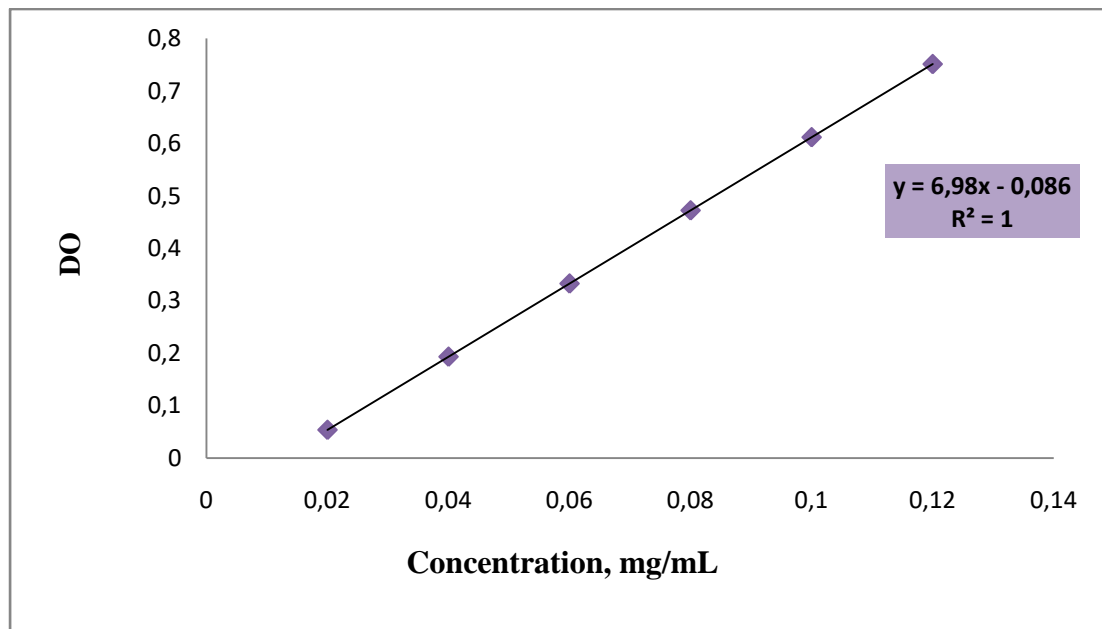


Figure A-5.4 : La courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

Pour déterminer la teneur des flavonoïdes en utilisant l'équation de régression linéaire d'une courbe d'étalonnage préparée pour la quercétine.

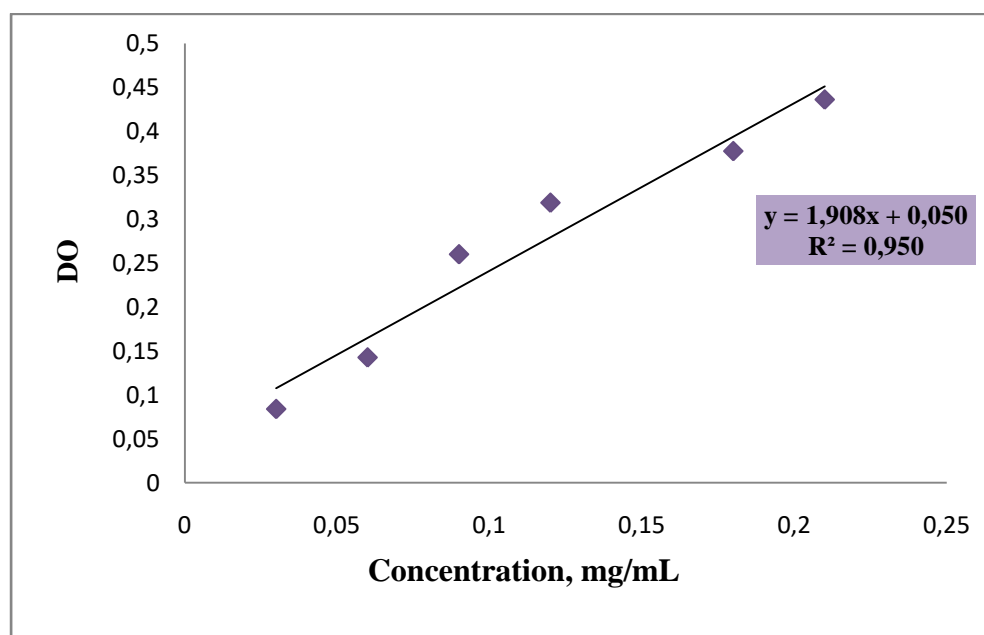


Figure A-5.5 : La courbe d'étalonnage de la quercétine.

Annexes

Pour déterminer la teneur des tanins en utilisant l'équation de régression linéaire d'une courbe d'étalonnage préparée pour la catéchine

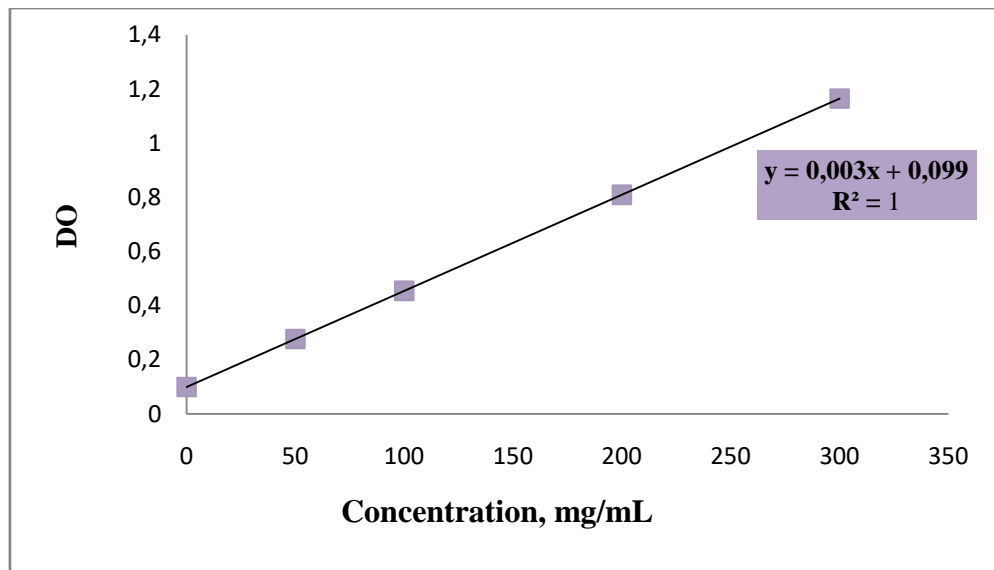


Figure A-5.6 : La courbe d'étalonnage de catéchine.

Annexes

Annexe 6

Chromatogrammes du profil en acide gras des huiles testées obtenus par CPG.

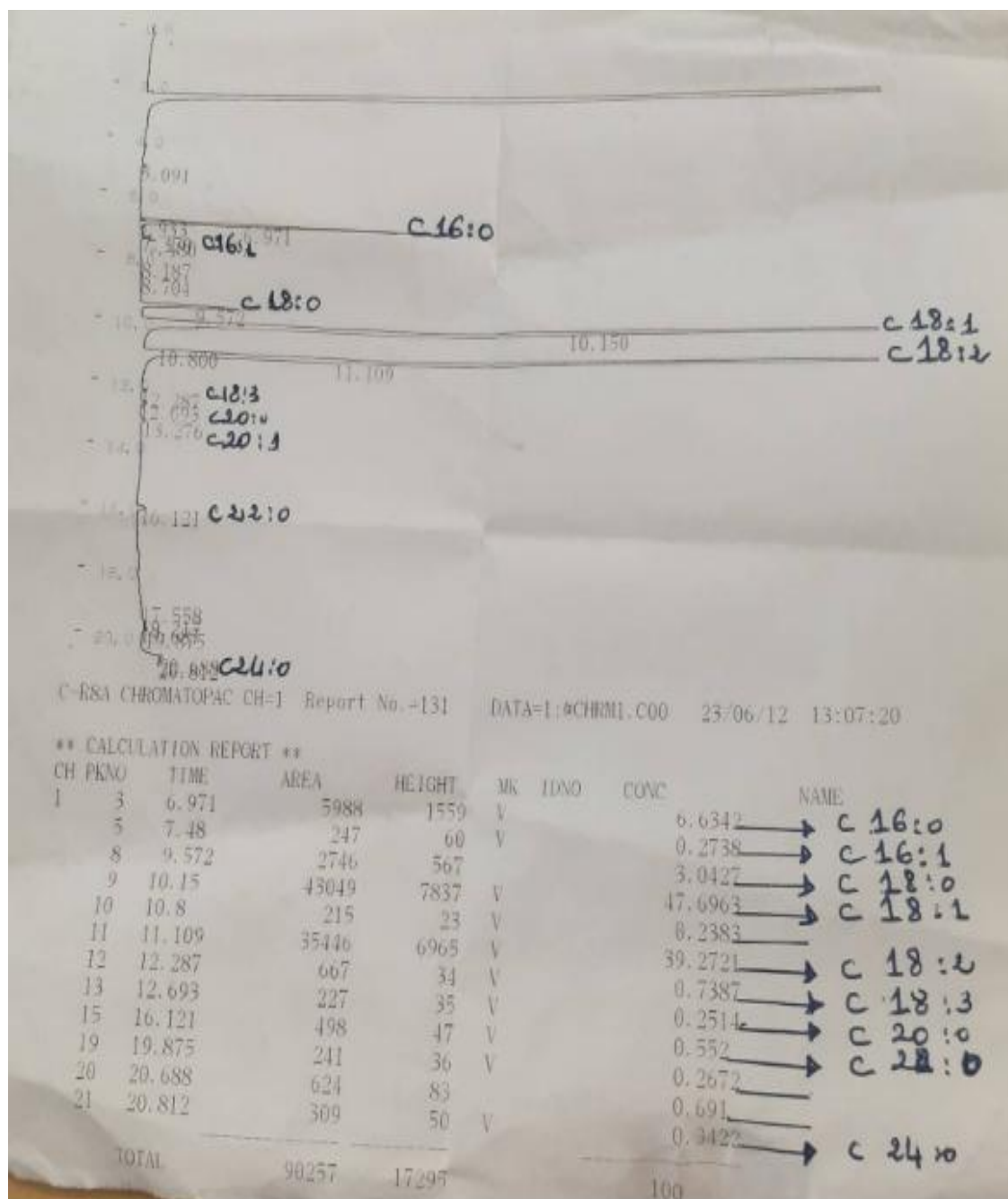


Figure A-6.7 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de tournesol extraite par l'hexane.

Annexes

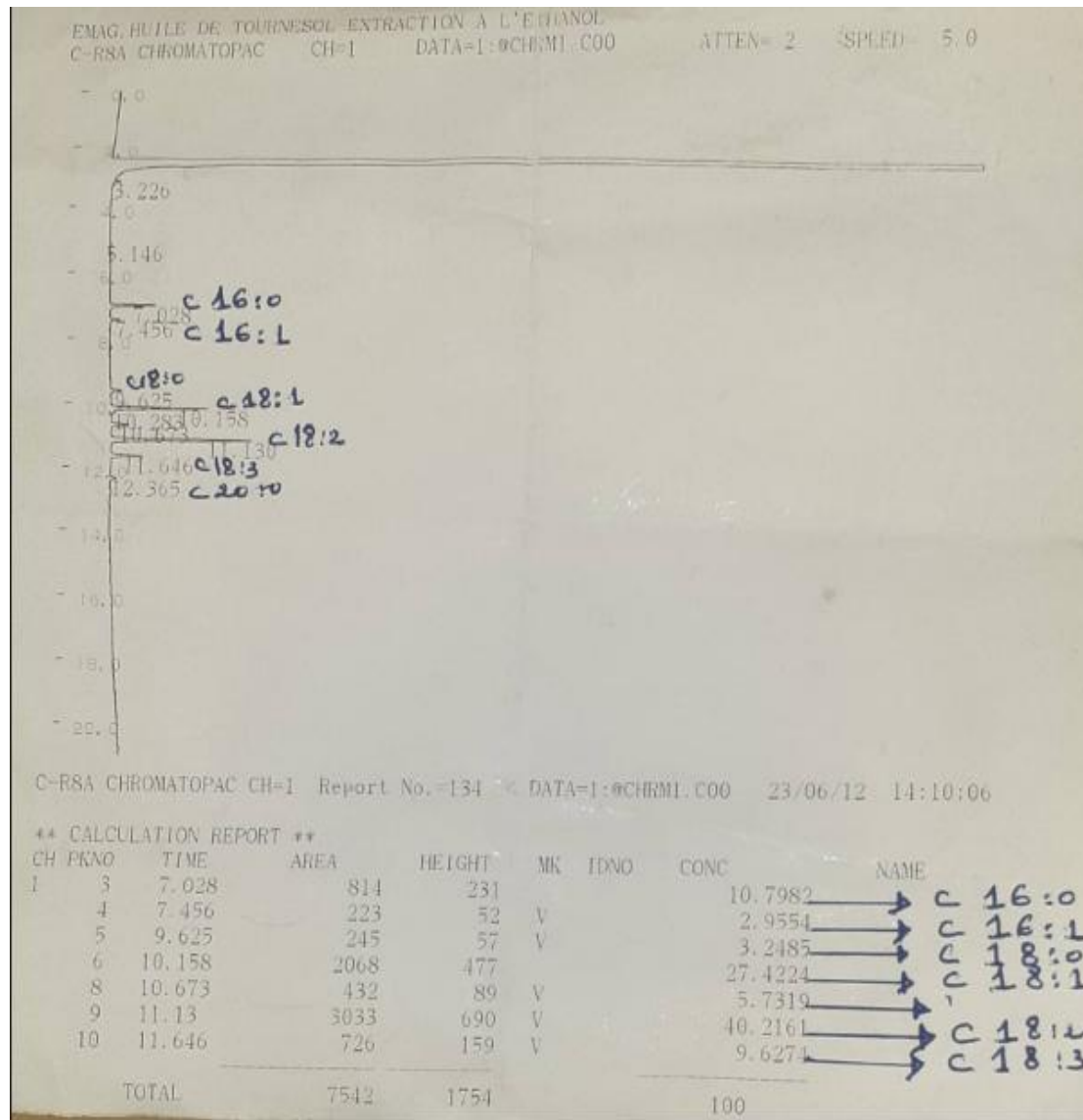


Figure A-6.8 : Analyse par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de tournesol extraite à l'éthanol.