

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الجيلالي بونعاما خميس مليانة
Université Djilali Bounaama de Khemis Miliana

Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Technologie



Mémoire de projet de fin d'étude

En vue d'obtention de Diplôme de Master en Génie des procédés

Spécialité : Génie Pharmaceutique

Thème

**Etude de l'influence du séchage sur l'activité
antioxydante des grains de lin**

(*Linum usitatissimum L*)

Présenté par :

- Belkacemi Achwak
- Nedjmaoui Fedoua

Devant le Jury :

Président : Pr M.HEMIS
Examinatrice : Dr S.BOUDERGUA
Encadrant : Dr B.MEKHANEG

Année universitaire : 2022/2023

Remerciements

Avant tout, nous remercions ALLAH le tout puissant de nous avoir donné la force, la patience et le courage pour mener et achever ce modeste travail.

Nous exprimons nos profondes gratitude et respectueuses reconnaissances à notre encadrant Dr. B.MEKHANEG pour son encadrement, conseils et sacrifices afin de donner le meilleur et pour son suivi durant la période de

Préparation de notre mémoire de fin d'étude.

Nos remerciements vont aux membres du jury, Pr M. Hemis qui nous a fait l'honneur de présider le jury, Dr S.Boudergua pour avoir accepté de juger ce travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à tous les enseignants pour leurs conseils et leurs efforts durant toutes les années passées. Un grand remerciement à toutes personnes ayant participé et aidé de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Enfin, nos remerciements vont à nos amies et collègues de la promotion de 2023

Merci à tous !!!

Dédicace

Je dédie ce travail :

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon cœur, ma vie et mon bonheur ; maman que j'adore.

A celui que j'aime beaucoup et qui m'a soutenue tout au long de ce projet : mes frères et ma sœur et ma nièce et mon nouveau et bien sur à mon fiancé.

A mes copines : Rihab et Fatma Zohra

A toute la promotion GPH 2022_2023

Achwak

Dédicace

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

A mon père, qui m'a toujours poussée et motivée dans mes études, pour son sacrifice et son amour éternel, que Dieu le protège et lui prête bonne santé et longue vie.

A ma mère, qui m'a toujours poussée et motivée dans mes études, pour son sacrifice et son amour éternel, que Dieu le protège et lui prête bonne santé et longue vie.

A mes sœurs et mon frère.

A toute ma famille surtout mes grands-mères.

Fedoua

الملخص

تعتبر النباتات مصدرًا طبيعيًا لمضادات الأكسدة مثل الأحماض الفينولية والفلافونويدات المسؤولة عن نشاطها البيولوجي. ركزت هذه الدراسة بشكل أساسي على تأثير طرق التجفيف على إنتاج المركبات الفينولية (الفينولات الكلية والفلافونويد والعفص المكثف) لبذور الكتان، وبالتالي قوتها المضادة للأكسدة. تم استخدام نوعين من التجفيف، الطبقة المميعة، منها ثلاث درجات حرارة مطبقة، 40 درجة مئوية، 50 درجة مئوية و 60 درجة مئوية، والتجفيف بالميكروويف، حيث القوى المستخدمة هي تلك التي تبلغ 100 واط، 180 واط و 300 واط.

تقدم القوة المضادة للأكسدة التي تمت دراستها نشاطًا مضادًا للأكسدة أكثر فاعلية مقارنةً بعنصر التحكم القياسي "حمض الأسكوربيك" للطبقة المميعة مع درجة حرارة 50 IC تبلغ 6.18 ميكروولتر / مل عند درجة حرارة 40 درجة مئوية ونشاط مضاد للأكسدة. 21.649 ميكروجرام / مل عند 180 واط للميكروويف

الحد الأقصى لتركيز الفينولات الكلي هو 11.0491 مجم / EAG جم تم الحصول عليه عند 60 درجة مئوية للطبقة المميعة و 9.4419 مجم / EAG جم للميكروويف.

بالنسبة للفلافونويدات، القيمة القصوى هي 0.3277 mg EQ / g EX التي تم الحصول عليها عند 50 درجة مئوية للطبقة المميعة و 0.5119 مجم / EQ جم EX للميكروويف عند 300 واط

يحتوي العفص على أقصى تركيز 406.89 مجم / EC جم EX عند 60 درجة مئوية للطبقة المميعة و 411.49 مجم / EC جم EX للميكروويف بقوة 300 واط

الكلمات المفتاحية: بذور الكتان، الطبقة المميعة، الموجات الدقيقة، نشاط مضادات الأكسدة، المركبات الفينولية

Résumé

Les plantes constituent une source naturelle d'antioxydants tels que les acides phénoliques et les flavonoïdes, qui sont responsables de son activité biologique. Dans cette étude, axée principalement sur l'influence des modes de séchage sur le rendement en composés phénoliques (phénols totaux, flavonoïdes et tanins condensés) de grains de lin, et par conséquent leur pouvoir antioxydant. On a utilisé deux types de séchage, le lit fluidisé dont trois températures sont appliquées 40°C, 50°C et 60°C, et le séchage par micro-ondes auquel les puissances utilisées sont celles de 100W, 180W et 300W. Le pouvoir antioxydant étudié, présente une activité anti-oxydante plus efficace par rapport au témoin standard

«l'Acide ascorbique » pour le lit fluidisé avec une IC 50°C de 6.18 µl/ml à la température 40°C et une activité anti-oxydante efficace de 21.649µg/ml à 180w pour le micro-onde La concentration maximale des phénols totaux est de 11.0491 mg EAG/g obtenue à 60°C pour le lit fluidisé et 9.4419 mg EAG/g pour le micro-onde. Pour les flavonoïdes la valeur maximale est de 0.3277mg EQ/g EX obtenu à 50°C pour le lit fluidisé et 0.5119 mg EQ/g EX pour le micro-onde à 300w Les tannins ont une concentration maximale de 406.89 mg EC/g EX à 60°C pour le lit fluidisé et 411.49 mg EC/g EX pour le micro-onde à une puissance de 300w.

Mots clés : grains de lin, lit fluidisé, micro-ondes, activité anti-oxydante, composés phénoliques.

Abstract :

Plants are a natural source of antioxidants such as phenolic acids and flavonoids, which are responsible for their biological activity. In this study, we focused on the influence of drying methods on the yield of phenolic compounds (total phenols, flavonoids and condensed tannins) in flaxseed, and consequently its antioxidant power. Two types of drying methods were used: fluidized bed drying at three temperatures (40°C, 50°C and 60°C), and microwave drying at 100W, 180W and 300W. The studied antioxidant power studied showed a more effective antioxidant activity than the standard control «Ascorbic acid» for the fluidized bed, with an IC 50 of 6.18 µl/ml at 40°C, and an effective antioxidant activity of 21.649µg/ml at 180w for the microwave. The maximum concentration of total phenols is 11.0491 mg EAG/g obtained at 60°C for the fluidized bed and 9.4419 mg EAG/g for the microwave. For flavonoids, the maximum value is 0.3277mg EQ/g EXobtained at 50°C for the fluidized bed and 0.5119 mg EQ/g EX for the microwave at 300w. Tannins have a maximum concentration of 406.89 mg EC/g EX) at 60°C for the fluidized bed and 411.49 mg EC/g EXfor the microwave at 300w power.

Key words : flaxseed, fluidized bed, microwave, antioxidant activity, phenolic compounds.

Liste des figures

Figure I. 1 : Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Sennedjem, Der el Medineh, XIXème dynastie	3
Figure I. 2 Description de lin	5
Figure I. 3 Morphologie d'une plante de lin.	5
Figure I. 4 culture de lin	7
Figure I. 5 les stades de développement du lin	9
Figure I. 6 Principaux pays producteurs de lin oleagineux dans le monde en 2009.	12
Figure I. 7 Courbe de séchage	14
Figure I. 8 Lyophilisateur Pilote LPCCPLS15 et lyophilisateur de production.....	17
Figure I. 9 Etuve de séchage	17
Figure I. 10 Le séchage au soleil de raisins en Espagne.	18
Figure I. 11 Schéma d'une micro-onde	19
Figure I. 12 Mouvement d'un dipôle dans un champ électrique.	20
Figure I. 13 Schéma du séchoir à lit fluidisé du Laboratoire ESI, Université Khemis Miliana Algérie.....	22
Figure II. 1. Structure de base des poly-phénols	Erreur ! Signet non défini.
Figure II. 2. Structure de base des flavonoïdes	Erreur ! Signet non défini.
Figure II. 3. Structure des Tanins	Erreur ! Signet non défini.
Figure III. 1 Protocole expérimental.....	32
Figure III.2 grains de lin.....	33
Figure III 3: Germination des grains de lin	33
Figure III 4: Etuve de séchage.....	34
Figure III 5: Micro-ondes utilisé pour le séchage des grains de lin.	35
Figure III 6 : Lit fluidisé de laboratoire LESI, utilisé dans le séchage des grains de lin.	36
Figure III.7 Broyeur électronique.....	36
Figure III 8 : Appareil de soxhlet	37
Figure III 9: Appareil rota vapeur	38
Figure III 10 : Huile de lin extraite	39
Figure III.11 Réfractomètre électronique.....	40
Figure III.12 Détermination de pH.....	41
Figure III.13 Détermination d'Indice d'acide.	42
Figure III.14 Détermination de l'Indice d'ester	Figure III.15 Titrage par HCl..... 44
Figure III 16 Spectrophotomètre utilisé pour le dosage des composés phénoliques.	45
Figure III.17 Détermination des poly-phénols, des tanins et des flavonoïdes	47
Figure III.18 Réduction du radical DPPH par un antioxydant [77].	47
Figure III.19 Le changement de couleur du DPPH lors de la réaction avec l'extrait	48
Figure III.20 Le changement de couleur du DPPH lors de la réaction avec acide ascorbique	49
Figure IV. 1: Test de germination des grains de lin	50

Figure IV. 2 : Teneur en eau des graines de lin après séchage par lit fluidisé.	52
Figure IV. 3 : Isothermes de désorption de l'humidité des grains de lin à différentes température ajustées au modèle GAB	54
Figure IV. 4: Temps de séchage pour avoir une teneur en eau 2.7. Erreur ! Signet non défini.	
Figure IV. 5 : Evolution de la température de l'air dans le cylindre du séchage à 40°C.	55
Figure IV. 6 : Evolution de la température de l'air entre l'entrée et la sortie du cylindre du séchage à 50°C.	55
Figure IV. 7: Evolution de la température de l'air entre l'entrée et la sortie du cylindre du séchage à 60°C.	56
Figure IV. 8: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 40°C.	57
Figure IV. 9: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 50°C.	57
Figure IV. 10: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 60°C.	58
Figure IV. 11: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 40°C.	59
Figure IV. 12: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 50°C.	59
Figure IV. 13: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 60°C.	60
Figure IV. 14: Rendement en huile pour le cas de séchage par micro-onde des grains de lin.	62
Figure IV. 15: Rendement en huile pour le cas de séchage par lit fluidisé des grains de lin... ..	63
Figure IV. 16: La courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique.	66
Figure IV. 17: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 40°C.	67
Figure IV. 18: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 50°C.	Erreur !
Signet non défini.	
Figure IV. 19 : courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 60°C.	Erreur !
Signet non défini.	
Figure IV. 20: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 100W.	68
Figure IV. 21: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 180W.	Erreur !
Signet non défini.	
Figure IV. 22: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour 300W.	Erreur !
Signet non défini.	
Figure IV. 23: La courbe d'étalonnage de l'acide gallique.	70
Figure IV. 24: Teneur en polyphenol dans des différent extraits testés par lit fluidisé.	73
Figure IV. 25: Teneur en polyphenol dans des différent extraits testés par micro-onde.	74
Figure IV. 26: La courbe d'étalonnage de l'acide quercétine.	74
Figure IV. 27: Teneur en Flavonoïde dans des différent extraits testés par lit fluidisé.	75
Figure IV. 28: Teneur en Flavonoïde dans des différent extraits testés par micro-onde.	76
Figure IV. 29: La courbe d'étalonnage de l'acide catéchine.	77
Figure IV.30 : Teneur en tanins dans des différent extraits testés par lit fluidisé.	78
Figure IV.31 : Teneur en tanins dans des différent extraits testés par micro-onde.	79

Liste des tableaux

Tableau I. 1: Classification botanique de <i>Linum usitatissimum</i> L [10].	4
Tableau I. 2 : Composition chimique (%) des grains de lin. [13].	6
Tableau I. 3: Utilisations traditionnelle et moderne de la graine de lin [20].	11
Tableau II. 1. Teneur en huile de la graine de lin extraite par des solvants polaires et non-polaires [31].	25
Tableau II. 2. Composition en acides gras (saturés et insaturés) des graines de lin [33].	25
Tableau II. 3. Caractéristiques analytiques de l'huile de lin [33].	26
Tableau II. 4. Activité anti-oxydante de l'huile de lin [31].	31
Tableau II. 5 Contenu phytochimique de l'huile de lin [31].	31
Tableau IV. 1 : le taux d'humidité des graines de lin sécher par lit fluidisé	51
Tableau IV. 2 Le taux d'humidité des graines de lin séchées par micro-onde	53
Tableau IV. 3 : Rendement des huiles des graines de lin sécher par microonde.	61
Tableau IV. 4 : Rendement des huiles des graines de lin sécher par lit fluidisé.	62
Tableau IV. 5 : Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchés par lit fluidisé.	64
Tableau IV. 6 : Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchés par micro-onde.	65
Tableau IV. 7 : le pouvoir antioxydant (exprimé par IC50) de standard et des extraits testés pour différent températures.	67
Tableau IV. 8 : le pouvoir antioxydant (exprimé par IC50) de standard et des extraits testés pour différent puissances.	69

Liste des symboles et abréviation

ABTS	Acide 2,2'-azino-bis (3-éthylbenzothiazoline-6-sulfonique)
AGL	Acides gras libres
AGPI	Acides gras polyinsaturés
AGS	Acides gras saturés
DPPH	1,1-diphényl-2-picrylhydrazine.
EAG	Équivalent acide gallique
EQ	Équivalent quercétine
TAG	Triacylglycérol
HDG	Diglucosides d'herbacétine
HMGA	3-hydroxy-3-méthylglutarique
FRAP	Pouvoir antioxydant réducteur ferrique
IC50	La concentration qui correspond à 50% d'inhibition
MVS	Matière végétale sèche
OMS	Organisation mondiale de santé
pH	Potentiel Hydrogène
UV	Ultraviolet

Sommaire

<i>Remerciements</i>	
<i>Dédicace</i>	
Résumé	
Liste des figures.....	
Liste des tableaux	
<i>Liste des symboles et abréviation</i>	
Introduction générale.....	1

Chapitre I : Généralités

Partie I : Grains de lin

I.1 Introduction.....	3
I.2 Historique	3
I.3 Définition	4
I.4 Classification	4
I.5 Description de lin	4
I.6 Morphologie de lin.....	5
I.7 Compositions de graine de lin	6
I.8 Structure et composition biochimique de graine	6
I.9 Variétés de lin.....	6
I.10. Culture de lin.....	7
I.11 Développement de lin	7
I.12 Utilisation traditionnelle et moderne	9
I.13 Production mondiale	12

Partie II : Séchage

I.14 Introduction.....	13
I.15 Historique	13
I.16 Définition du séchage	13
I.17 Principe de séchage.....	13
I.18 Trois phases de séchage	14
I.19 Avantages et inconvénients de séchage	15

I.19.1 Avantages du séchage :	15
I.19.2 Inconvénients du séchage :	15
I.20. Technologies de séchage.....	16
I.21. Modes de séchage.....	16
I.21.1 Séchage <i>par conduction</i>	16
I.21.2 Séchage par convection (ou par entraînement)	16
I.21.3 Séchage par rayonnement	16
I.21.4 Lyophilisation	17
I.21.5 Séchage à l'étuve.....	17
I.21.6 Séchage solaire	18
I.21.7 Séchage par four à micro-ondes	18
I.21.7.1 Définition des micro-ondes	18
I.21.7.2 Mécanisme de séchage par four à micro-ondes	19
I.21.7.3 Interaction ondes-matière	20
I.21.7.4 Avantages de séchage par microonde	20
I.21.7.5 Inconvénients du séchage à microondes	20
I.21.8 Séchoir à lit fluidisé	21
I.21.8.1 Description de séchoir à lit fluidisé	21
I.21.8.2 Principe	21
I.21.8.3 Avantages de la fluidisation	23
I.21.8.4 Inconvénients de la fluidisation	23

Chapitre II : Métabolites secondaires

II.1 Introduction	24
II.2 Huile de grains de lin	24
II.3 Composition de l'Huile de lin	25
II.4 Caractéristiques physicochimiques de l'huile de lin	26
II.5 Métabolites secondaire	30
II.5.1 Alcaloïdes	Erreur ! Signet non défini.
II.5.2 Terpénoïdes.....	31
II.5.3 Saponines.....	Erreur ! Signet non défini.
II.5.4 Composés phénoliques.....	Erreur ! Signet non défini.
II.5.4.1 Polyphénols	Erreur ! Signet non défini.
II.5.4.2 Flavonoïdes	Erreur ! Signet non défini.
II.5.4.3 Tanins	Erreur ! Signet non défini.

II.6 Radicaux libres	Erreur ! Signet non défini.
II.7 Activités antioxydante	Erreur ! Signet non défini.
II.8 Contenu phytochimique	31
II.9 Conclusion	31

Chapitre III : Matériels et méthodes

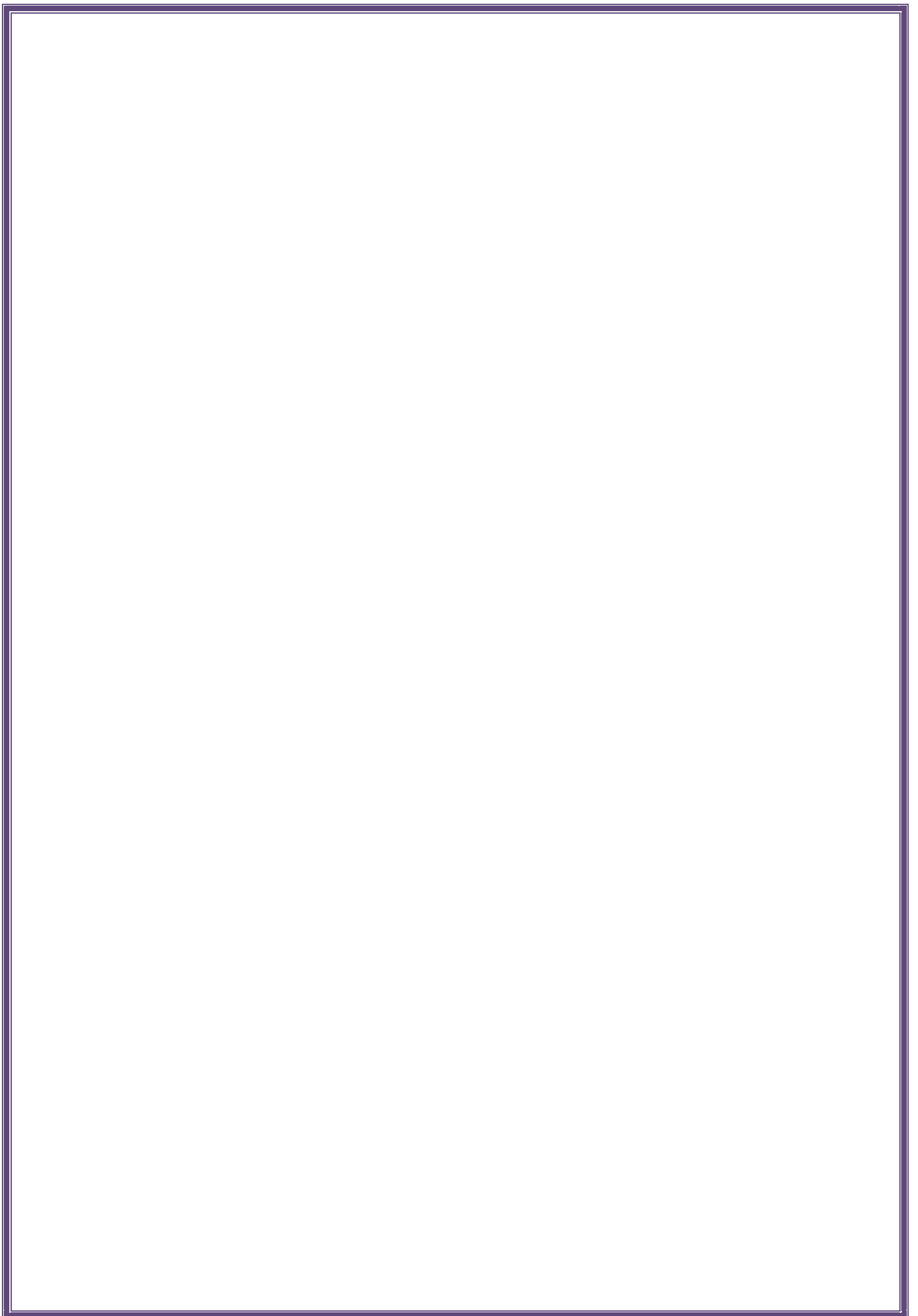
III.1. Cadre de l'étude.....	32
III.2. Diagramme du Protocole expérimental	32
III.3. Matière végétale	33
III.4. Mise en culture.....	33
III.5. L'humidité.....	34
III.6. Les procédés de séchage utilisés.....	35
III.6.1 Séchage par micro-ondes.....	35
III.6.2 Séchage par lit fluidisé	35
III.7 Broyage	36
III.8 Extraction de l'huile	36
III.8.1 Extraction par Soxhlet.....	36
III.8.2 L'élimination du solvant.....	37
III.8.3 Rendement d'huile	38
III.9 Analyses physico-chimiques	39
III.9.1. Propriétés physiques	39
III.9.1.1. Indice de réfraction	39
III.9.2. Propriétés chimique.....	40
III.9.2.1. Détermination du pH	40
III.9.2.2 L'Indice d'acide	41
III.9.2.3 L'Indice d'ester	42
III.9.2.4. Indice de saponification	44
III.10 Dosage des composés phénoliques	44
III.10.1 Méthode de dosage des composés phénoliques	44
III.10.2 Dosage des poly-phénols totaux	45
III.10.3 Dosage des flavonoïdes.....	46
III.10.4 Dosage des Tanins	46

III.11 Détermination de l'activité anti-oxydante par la méthode de DPPH	47
III.11.1 Préparation des standards (vitamine C) acide ascorbique	49

Chapitre IV : Résultats et discussion

IV.1 Introduction.....	50
IV.2 Rendement de germination.....	50
IV.3 Le taux d'humidité des graines	50
IV.3.1 Lit fluidisé.....	51
IV.3.2 Micro-onde	53
IV.4 Résultats de séchage en lit fluidisé.....	54
IV.5.L'extraction des huiles	61
IV.5.1 Rendement.....	61
IV.5.1.1 Valeurs de rendement d'extraction d'huile de lin de four microondes	61
IV.5.1.2 Valeurs de rendement d'extraction d'huile de lin de four lit fluidisé	62
IV.5.2 L'analyse physico-chimique des huiles de lin.....	63
IV.5.2.1 Séchage par lit fluidisé	63
IV.5.2.2 Séchage par Micro-onde	65
IV.6 Activité antioxydante.....	66
IV.7 Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes.....	69
IV.7.1 Dosage des phénols totaux	69
IV.7.2 Teneur en flavonoïdes	71
IV.7.3 Teneur en Tanins	74
Conclusion générale	76
Conclusion générale	76
Références Bibliographiques.....	
Annexes.....	

Introduction générale



Introduction générale

Les plantes ont été de tout temps les alliées de l'homme, d'abord pour se nourrir et aussi pour soulager ses maux. On sait que les plantes constituaient la base de la pharmacopée et de la thérapeutique des civilisations antiques [1].

L'utilisation des plantes en phytothérapie est très ancienne et connaît actuellement une région d'intérêt auprès du public, selon l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) (2003), environ 65-80% de la population mondiale à recours à la médecine traditionnelle pour satisfaire ses besoins en soins de santé primaire, en raison de la pauvreté et du manque d'accès à la médecine moderne [2].

La plupart des effets médicinaux des extraits sont liés aux activités antioxydantes, qui ont le potentiel de réduire le processus de l'oxydation cellulaire, en réagissant avec les radicaux libres, et diminuant ainsi les risques des maladies cardiaques, maladies neurodégénératives, cancer et vieillissement [3].

Les graines de lin, scientifiquement connues sous le nom de *Linum usitatissimum* L. appartient à la famille des *Linacée*, est une plante annuelle ou bisannuelle, l'une des cultures les plus utiles, qui a été cultivée comme plante commerciale dans plus de trente pays du monde entier. Dans plus de trente pays à travers le monde, elle est cultivée pour son huile et ses fibres La graine de lin est cultivée dans plus de 50 pays, dont la majorité se trouve dans l'hémisphère nord. Le Canada est le principal producteur de lin, suivi par la Chine, les États-Unis et l'Inde Les graines de lin sont riches en matières grasses, en protéines et en fibres alimentaires [4].

C'est aussi une excellente source d'acide α -linoléique bioactif (ALA), de polysaccharides gommeux et de protéines de haute qualité. En outre, les lignanes et les acides phénoliques abondants dans les graines de lin possèdent des propriétés anti-inflammatoires, antimicrobiennes, anticancéreuses, anti obésité, etc. Fait important, ces composés phénoliques ont également contribué grandement aux propriétés techno-fonctionnelles des polysaccharides et des protéines de la gomme de lin sur la base des interactions non covalentes et/ou covalentes [5].

Le séchage est une opération essentielle introduite dans différentes industries alimentaires. Son rôle est de diminuer la teneur en eau des produits traités, afin de neutraliser les activités bactériennes et les champignons, ce qui implique une conservation des produits alimentaires pendant une longue durée (plusieurs mois).

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

Le chauffage par micro-ondes est lié à l'effet de polarisation du rayonnement électromagnétique et provoque la transformation de l'énergie électromagnétique en énergie thermique [4].

C'est dans ce contexte, que s'inscrit notre travail, qui a pour objectif d'étudier l'effet du séchage sur l'activité antioxydante et les composés phénoliques des grains de lin, en optant pour deux modes de séchage, à savoir le lit fluidisé et les micro-ondes.

Notre travail est divisé en deux parties :

Une partie relative à la synthèse bibliographique, subdivisée en deux chapitres.

Dans le premier chapitre nous évoquons des Généralités sur les grains de lin et le séchage. Dans le deuxième chapitre, nous avons revu tout ce qui concerne les métabolites secondaires de l'huile de lin. L'autre partie expérimentale est subdivisée en deux chapitres. Le premier où le matériel et méthodes sont rassemblés. Dans le deuxième et dernier chapitre nous avons réuni les différents résultats et les discussions y approfondie.

Enfin, nous avons terminé le travail par une conclusion qui englobe les différents résultats obtenus.

Chapitre I :

Généralités

Partie I :
Grains de lin

I.1 Introduction

Lin ou flax ou linseed, est une des plus anciennes plantes cultivées pour son huile et sa fibre. Le nom botanique, *Linum usitatissimum* a été donné par Linnaeus en 1857 dans son livre "Species Plantarum".

I.2 Historique

L'histoire du lin, de ses fibres textiles et de ses graines est intimement liée à celle de la civilisation humaine. Le lin fut l'une des premières plantes cultivées par l'homme [6]. Des traces de son existence datant de 8000 ans avant J.C. Il a été découvert dans des sites archéologiques à Tell Abu Hureya en Syrie [7].

L'utilisation du lin a été étendue par l'Égypte des pharaons où certaines momies de pharaons étaient enroulées de 1000 m de bandelettes de lin. De plus, des fresques retrouvées dans les pyramides illustrent la culture du lin [8].



Figure I. 1 : Arrachage du lin, par un dignitaire et sa femme, Tombe de Sennedjem, Der el Medineh, XIX^{ème} dynastie [8].

I.3 Définition

Le lin du nom Latin *Linum usitatissimum* signifie «le plus utile» (en anglais Flax, en arabe El-katan) est une plante herbacée annuelle qui appartient à la famille des *Linaceae*. Le Lin est utilisé dans les domaines de l'industrie textile (fibres), alimentaire (graine et huile) et Chimique (huile) [9].

I.4 Classification

Selon la classification botanique de Linné, le lin (*Linum usitatissimum L.*) est une plante herbacée annuelle appartenant à la sous-famille des Angiospermes, à la famille des Linacées, à l'ordre des Linéales, ils sont classés selon le tableau suivants : [10]

Tableau I. 1: Classification botanique de *Linum usitatissimum L* [10].

Classification	Nom scientifique
Règne	<i>Plantae</i>
Sous règne	<i>Tracheobionta</i>
Division	<i>Ptéridophyte</i>
Sous-division	<i>Angiospermae</i>
Classe	<i>Dicotyledoneae</i>
Sous-classe	<i>Rosidae</i>
Ordre	<i>Geraniales</i>
La famille	<i>Linaceae</i>
Tribu	<i>Linoideae</i>
Genre	<i>Linum</i>
Espèce	<i>Linum usitatissimum L.</i>

I.5 Description de lin

Le genre *Linum* contient environ 200 espèces de lin, une angiosperme annuelle dicotylédone, qui appartient à la famille des *Linaceae*. Linné (1753) a reconnu quatre cultivars de lin sur la base de critères morphologiques, *Linum usitatissimum* étant le plus largement cultivé aujourd'hui. Deux variantes principales de l'espèce *usitatissimum* sont produites pour la production de graines ou de fibres. Alors que les variétés de lin à fibres ont une tige plus

haute et moins ramifiée, les variétés de lin à graines ont une tige relativement courte avec de nombreuses branches secondaires [11].

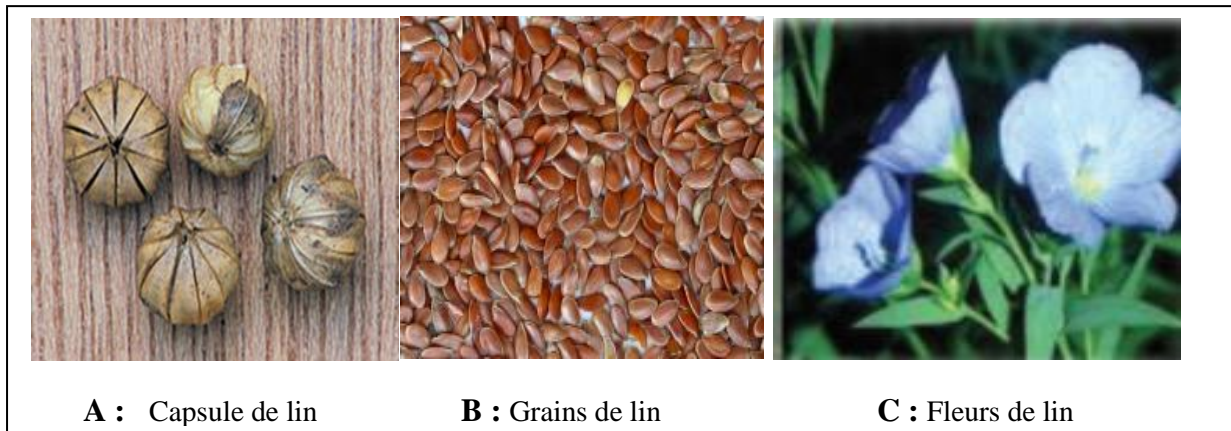


Figure I. 2 Description de lin [11].

I.6 Morphologie de lin

Le lin est constitué d'un certain nombre de parties (figure I.3) : une racine pivotante principale (1) qui est surmontée d'une tige (2) portant des feuilles en forme de spirale. L'inflorescence a une forme de cyme.

Des fleurs de type 5 sont présentes dans l'inflorescence en forme de cyme (3). Après fécondation, l'ovaire produit une capsule (4) dont la coupe transversale révèle la présence de cinq loges (5) et de dix graines ovales (6). [12]

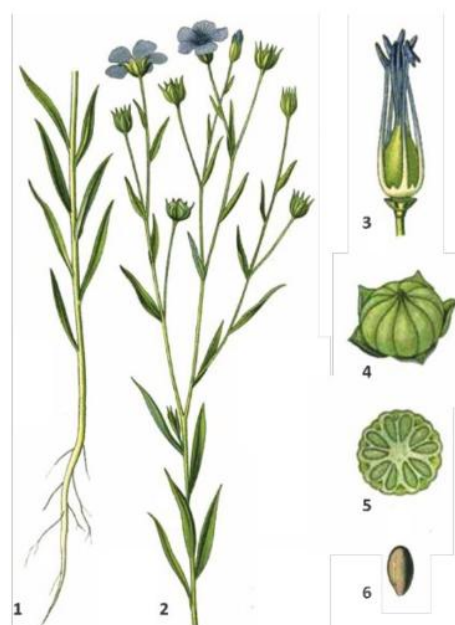


Figure I. 3: Morphologie d'une plante de lin. [12]

I.7 Compositions de graine de lin

Environ 40 % de la graine est constituée de lipides, 30 % de fibres alimentaires et 20 % de protéines. La composition chimique varie considérablement d'un type à l'autre et est également influencée par l'environnement dans lequel la plante est cultivée. 75 % des lipides et 76 % des protéines de la graine se trouvent dans les cotylédons. Seuls 23% des lipides et 16% des protéines se trouvent dans l'endosperme [13]. La composition chimique de la graine de lin est présentée dans le **tableau I.2**.

Tableau I. 2 : Composition chimique (%) des grains de lin. [13]

Humidité	Protéine	Lipide	Fibre	Cendre
4-8	20-25	30-40	20-25	3-4

I.8 Structure et composition biochimique de graine

La graine de lin est l'organe reproducteur de la plante. Maintenir la conservation des semences dans l'état la faible teneur en eau des graines (moins de 10 %) permet la conservation des graines à l'état dormant. C'est une graine exalbuminée, c'est-à-dire que ses réserves (lipides et protéines) se trouvent dans l'amande, constituée de deux cotylédons qui renferment l'embryon. [14].

I.9 Variétés de lin

Pour une production végétale adaptée aux conditions climatiques, les variétés commerciales de lin oléagineux sont divisées en variétés de printemps et d'hiver .29 variétés de printemps et 9 variétés d'hiver sont inscrites au Catalogue français 2012. Les graminées d'hiver sont issues de croisements avec des graminées de printemps et sont ensuite sélectionnées pour leur tolérance au froid. L'équinoxe d'hiver a lieu en septembre et l'équinoxe de printemps en mars. Le rendement du lin d'hiver est Des semences plus stables grâce à un plus grand nombre de variétés rustiques et intolérantes la pression environnementale. [10]

I.10. Culture de lin

Dans les régions tempérées, le lin cultivé est une culture annuelle estivale Zones subtropicales [15]. C'est une espèce de plante à cycle court, avec un cycle de culture de 100 jours en moyenne.

Sa culture est respectueuse de l'environnement et utilise un minimum d'intrants (engrais et pesticides).

L'eau (l'eau de pluie est suffisante) et les engrais sont également mentionnés [16].



Figure I. 4: culture de lin

I.11 Développement de lin

Semé en Mars-Avril, le lin de printemps n'a besoin que d'une centaine de jours pour arriver à maturité. Les fleurs apparaissent à mi-juin, elles s'ouvrent le matin et fanent l'après-midi. La floraison ne dure qu'une semaine. Les fleurs de lin sont autogames, les organes mâles d'une fleur pollinisent les organes femelles de la même fleur. En général, quand la fleur s'ouvre, la fécondation a déjà eu lieu. Les fécondations croisées ne sont donc que très rares et généralement dues à l'intervention d'insectes. Il est possible de discerner cinq étapes de développement dans les cultures de lin en relation avec le développement des fibres périphloémiennes (**Figure I.7**) :

- De la levée au stade 15 cm : au cours de cette période, les plantules de lin sont très sensibles au gel. Cette étape correspond à la phase d'installation durant laquelle la

racine se développe pour atteindre une profondeur d'environ 60 cm. C'est aussi l'étape qui

Déterminera la richesse en fibres.

- Du stade 15 cm à la floraison : c'est une étape de croissance végétative intense et de grande sensibilité à la verse au cours de laquelle les plantes de lin passent d'une hauteur de 15 cm à 80-90 cm.
- Du stade floraison à la fructification : cette étape correspond à la formation des capsules qui sont encore vertes. C'est également l'étape de « remplissage » des fibres, au cours de laquelle les cellules subissent un fort épaissement de leur paroi secondaire.
- Du stade capsules vertes au stade capsules jaunes : les fibres ont alors atteint leur maturité
- Du stade capsules jaunes au stade capsules brunes : c'est la maturité des graines. Les tiges de lin se défolient et prennent une couleur jaune. [17]

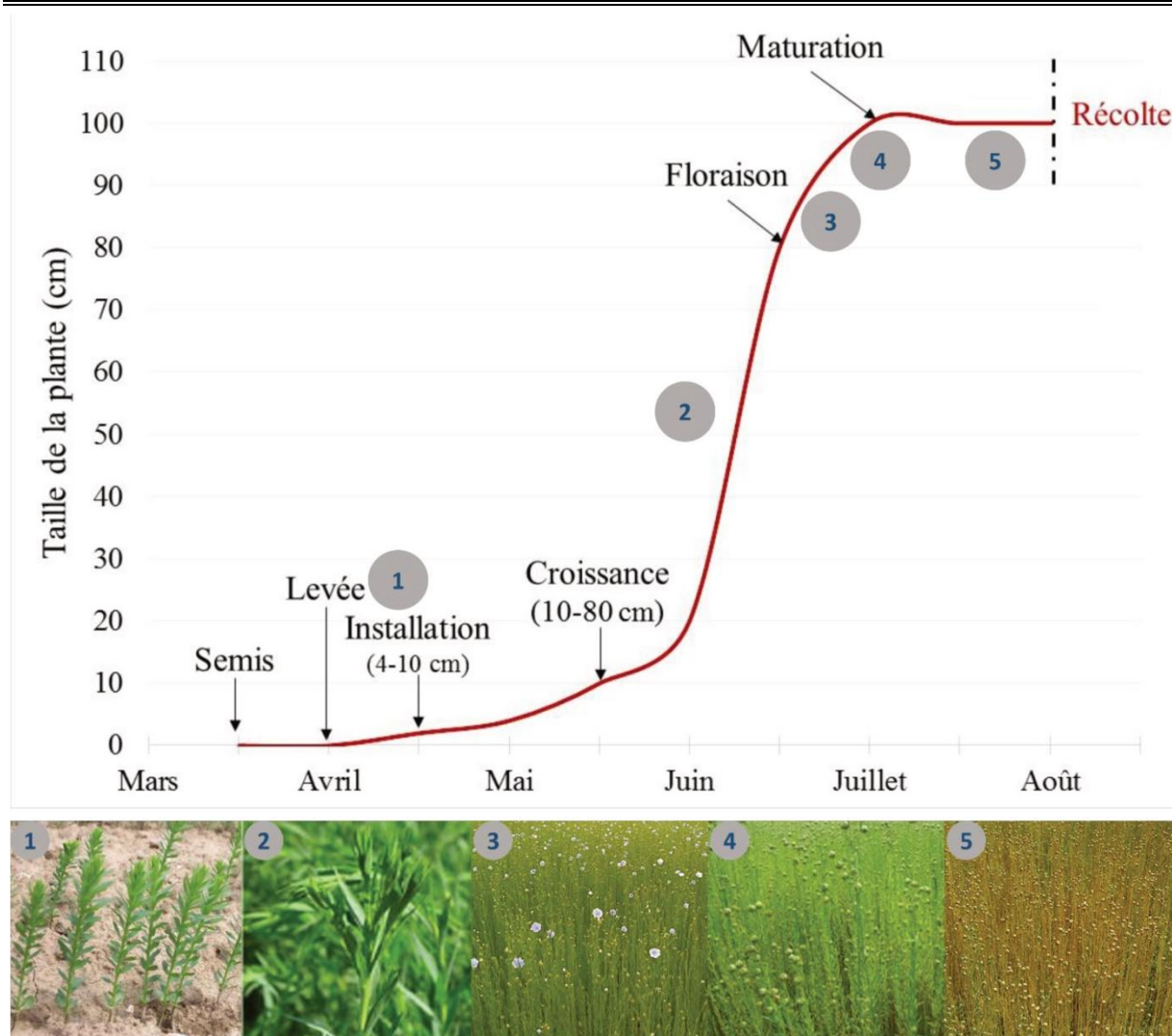


Figure I. 5 : les stades de développement du lin [17].

De la levée à la fin du stade d'installation, les plantes de lin sont frêles et sensibles au gel (1). Le lin subit ensuite une phase de croissance végétative intense qui se termine par la différenciation des méristèmes apicaux en méristèmes floraux (2). Les plantes fleurissent sur une courte période (3) avant de passer au stade capsules vertes (4) puis au stade capsules runes (5) où les plantes de lin sont matures et prêtes à être arrachées. [17]

I.12 Utilisation traditionnelle et moderne

Les graines de lin sont consommées parce qu'elles sont nutritives. Elles sont utilisées à des fins médicales depuis l'Égypte ancienne. A cette époque, les médecines traditionnelles chinoise et indienne ainsi que les Grecs produisaient de nombreux traitements à base de graines de lin (18). Au moyen âge, le lin était considéré comme une plante magique [19].

Les acides linoléiques et linoléiques oméga-3 et oméga-6 sont particulièrement abondants dans l'huile des graines de lin. En France, l'huile de lin a longtemps été utilisée uniquement à des fins techniques. Ce n'est qu'en 2009 qu'elle est devenue propre à la consommation humaine. Ces graines sont utilisées dans les boulangeries pour garnir les pains spéciaux, grillés ou non (20), et en alimentation animale, en particulier pour les poules pondeuses dont on souhaite augmenter la teneur en oméga-3 des oeufs [18].

Depuis l'Antiquité, ces graines sont utilisées comme laxatif et diurétique, comme émollient et adoucissant pour les peaux sèches, et enfin comme cataplasme pour leurs qualités anti-inflammatoires contre les irritations des muqueuses et les inflammations cutanées.

La médecine traditionnelle utilisait également des préparations orales à base d'huile ou de farine de lin pour traiter la lassitude, les troubles de l'attention et le vieillissement physique et mental. La médecine ayurvédique (Inde) utilise des infusions de graines de lin pour traiter la toux, la bronchite et l'irritation des voies urinaires (tableau 3) [20].

De plus, les graines de lin protégeraient contre les maladies cardiovasculaires et les syndromes métaboliques, en réduisant les taux de lipides et de glucose, la pression artérielle, le stress oxydatif et l'inflammation à cause de sa richesse en oméga-3 et en lignane, le diglucoside de sécoisolaricirésinol, un phyto-oestrogène et les antioxydants [21; 20]. Sa richesse en fibres aurait des effets positifs sur la satiété, d'où l'utilisation également comme amincissant. Grace aux propriétés anti-oxydantes et anti-inflammatoires, ces graines réduiraient également le risque de certains cancers, surtout hormonosensibles (cancer du sein, de l'endomètre, de l'ovaire et de la prostate) (Tableau 3) [22 ; 20].

Le lin est utilisé en textile peut être responsable de byssinose, maladie respiratoire non-IgE médiée, ou d'asthme professionnel provoqué par l'inhalation de poussière de lin chez les ouvriers de l'industrie de textile [23].

Lorsqu'elle est manipulée professionnellement par des infirmières, des pharmaciens, des droguistes, ou lorsqu'elle est appliquée localement sur des jeunes, la farine de lin peut provoquer une dermatite de contact ou de l'urticaire [24 ; 25]. Le tableau 3 énumère quelques applications de la graine de lin.

Tableau I. 3: Utilisations traditionnelle et moderne de la graine de lin [20].

Forme	Préparation / Indication	Préparation / Indication
Utilisation traditionnelle et médicinale		
Boisson	1 cuillère-à-café de poudre de graine de lin dans l'eau chaude	Constipation
Farine	Mélange la farine de lin avec du miel 30–40 g de cette pâte est consommée à jeun	Tuberculose pulmonaire, hémoptysie, toux, bronchite Ulcère gastroduodéal Inflammations intestinales Douleurs abdominales Splénomégalie Déclin du système nerveux, difficultés de concentration Vieillessement mental et physique
Farine	pour cataplasme	Plaies, eczéma, psoriasis, sécheresse de la peau
Farine	pour bains de bouche	Gingivite, pharyngite
Huile de lin		Maladies rénales (diurétique)
Tisane	Infusion de graines de lin dans l'eau chaude (30 minutes)	Asthme, bronchite, dyspnée, toux
Utilisation moderne		
Graine, huile, extrait	Sous forme naturelle ou en préparation pour sa richesse en lignanes (phytoestrogènes, antioxydant) Acide linoléique (oméga-3) Acide linoléique (oméga-6)	Hypercholestérolémie, dyslipidémie, HTA, maladies cardiovasculaires Diabète, Syndrome métabolique, obésité Tumeurs, surtout hormonosensibles

I.13 Production mondiale

De nombreuses nations dans le monde, dont la Chine, la Russie, la Pologne, la Lituanie, la Biélorussie et l'Ukraine, ainsi que la France, la Belgique et les Pays-Bas en Europe occidentale, et l'Égypte le long du Nil en Afrique, cultivent le lin.

Au niveau mondial, le lin représente moins de 1 % de la surface totale des oléagineux [26].

En 2010, la production mondiale de graines de lin s'est élevée à 2 millions de tonnes, le Canada étant le premier producteur.

Avec 22 % de la production mondiale de graines, le Canada est le premier producteur. L'Union européenne reçoit une partie des graines produites au Canada [9].

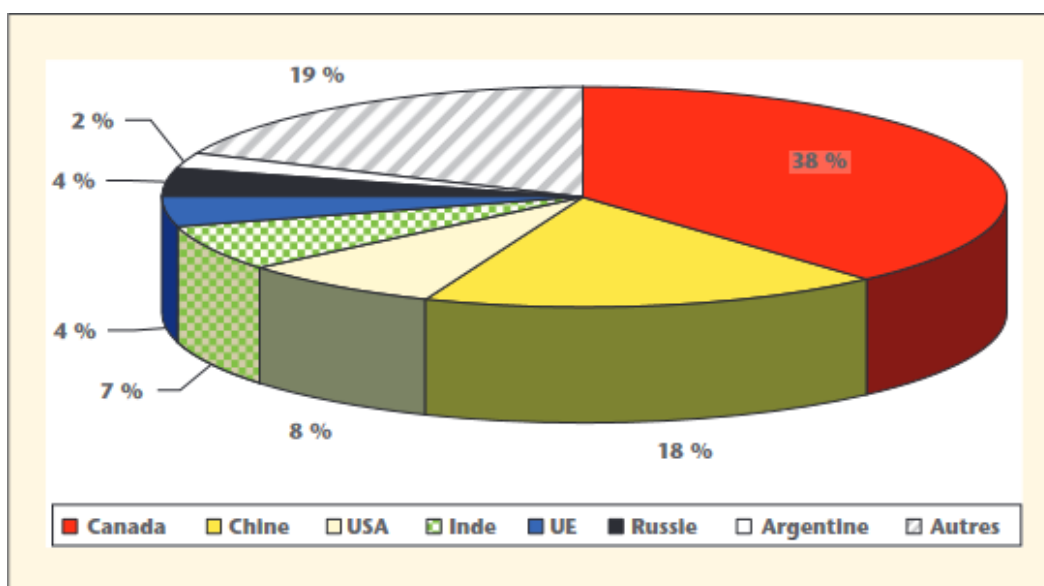


Figure I. 6 : Principaux pays producteurs de lin oléagineux dans le monde en 2009. [26]

Partie II :

Séchage

I.14 Introduction

En raison de leur disponibilité, surtout en périodes de bonnes saisons, pour le stockage de nombreux produits agro-alimentaires plusieurs solutions sont proposées, la congélation, culture sous serre, le traitement chimique et le séchage.

I.15 Historique

Le séchage est une technique très anciennement utilisée pour la conservation des produits agricoles et alimentaires (céréales, graines, fourrages, viandes et poissons séchés, figes, noix, tabac, etc.), ou pour l'élaboration des matériaux (briques de terre sèche, céramiques, poterie avant cuisson, bois,...), ou pour les textiles (lavage, teinture,...) et les peaux. Pour ces applications traditionnelles, on fait encore beaucoup appel au séchage par l'air ambiant dit « naturel », le séchage dit « artificiel » avec apport d'énergie, n'étant qu'une technique complémentaire apportant une plus grande régularité face aux aléas climatiques, ou bien apportant de nouveaux services (lait sec ou café dits « instantanés », pâtes alimentaires sèches à longue conservation, etc.). [27]

I.16 Définition du séchage

Sécher un produit consiste à extraire une grande partie de l'eau qu'il contient jusqu'à le porter à un état jugé suffisamment sec de façon à lui permettre sa bonne préservation. Le séchage permet donc, de réduire, voire supprimer les pertes de récoltes par dégradation, ainsi, d'atteindre une autonomie dans le temps pour les produits saisonniers comme les figes.

Les objectifs visés à travers ce séchage sont :

- Faire des réserves afin de commercialiser le produit durant les pénuries et d'étaler la consommation du produit.
- Transformer des produits non vendus.
- Transporter et commercialiser plus facilement.

Cependant, cette opération s'accompagne toujours de modifications de goût, d'aspect et de perte de qualité nutritionnelle du produit ou d'hygiène. [28]

I.17 Principe de séchage

Pour sécher un produit, il suffit de le ventiler par de l'air suffisamment chaud et sec. Un échange de chaleur et d'humidité se produit entre cet air et le produit humide. L'air chaud transmet une partie de sa chaleur au produit qui développe une pression partielle en eau à sa

surface supérieure à la pression partielle de l'eau dans l'air utilisé pour le séchage. Cette différence de pression entraîne un transfert de matière de la surface du solide vers l'air de séchage. Il existe donc deux facteurs importants pour contrôler les processus de séchage : 1. Le transfert de chaleur pour fournir la chaleur latente de vaporisation nécessaire ; 2. Le mouvement de l'eau ou de la vapeur d'eau à travers le produit humide pour l'extraire des produits. [28]

I.18 Trois phases de séchage

Quelques soit le mode de séchage, le produit humide passe par trois phases de séchage comme il est montré sur la **Figure I.9** :

• La période de mise en température [AB]

Elle est souvent très courte et se caractérise par une vitesse de séchage croissante et correspond à la montée en température du produit jusqu'à une température d'équilibre. Lorsque le produit reçoit autant de chaleur de l'air qu'il doit en fournir à l'eau, il est alors en phase de sa vaporisation. Cette température d'équilibre n'est pas atteinte de suite puisque le produit avait au départ du séchage une température plus basse, et une inertie thermique relativement importante. La vitesse de séchage sera croissante puisque l'échange d'eau entre le produit et l'air sera d'autant plus efficace que le produit sera réchauffé.

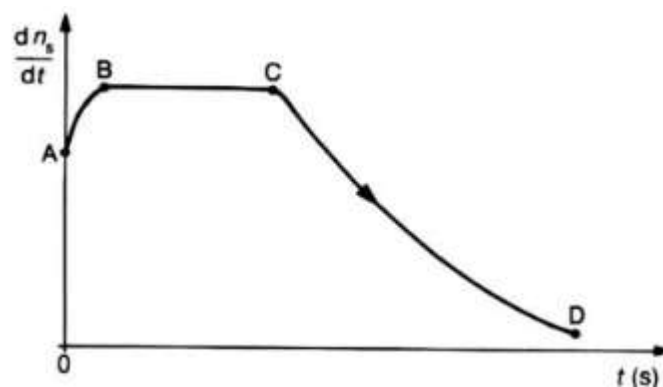


Figure I. 7 : Courbe de séchage [53].

• La période de vitesse de séchage constante [BC]

Elle correspond à l'évaporation de l'eau libre en surface de produit, sans cesse renouvelée par de l'eau venant de l'intérieur du produit (en partie similaire au phénomène de transpiration). La température du produit reste constante.

• Phases de ralentissement du séchage [CD]

Elle correspond à l'évaporation de l'eau liée. L'eau libre, qui migrait de l'intérieur vers l'extérieur du produit pour être alors transformée en vapeur d'eau, a complètement disparu en fin de phase II. Il ne reste plus dans le produit que de l'eau liée, plus accrochée au produit. L'eau ne s'évapore plus à la surface du produit mais à l'intérieur. Un front d'évaporation s'enfonce vers le cœur du produit. La vapeur d'eau est ensuite évacuée en surface par l'air. Plus le front s'éloigne de la surface extérieure du produit, plus le transfert d'eau est difficile. A ce stade la température du produit augmente et tend vers celle de l'air à l'entrée si la température et le débit restent les mêmes qu'avant. [28]

I.19 Avantages et inconvénients de séchage**I.19.1 Avantages du séchage :**

Le processus de séchage présente plusieurs avantages clés, notamment sa simplicité et ses rendements généralement élevés.

- Il est accessible à tous, y compris aux particuliers.
- Les aliments peuvent être conservés en déshydratation pendant plusieurs mois.
- L'inactivation des enzymes dégradant les aliments
- la réduction de l'activité de l'eau pour inhiber la croissance des micro-organismes
- Sa capacité d'application commerciale, aidant à réduire les pertes de récoltes
- Les frais de transport sont moins coûteux sur le plan financier et environnemental en raison de la réduction de la masse [29].

I.19.2 Inconvénients du séchage :

Comme tous les traitements thermiques, le séchage peut entraîner des pertes d'arômes, de vitamines et de pigments, des réactions de brunissement, un durcissement superficiel, des changements de texture irréversibles qui affectent la capacité de réhydratation, la perte de constituants volatils et des modifications de la distribution de l'humidité du produit. En général, le séchage présente moins d'inconvénients que d'autres techniques de conservation telles que l'appertisation, la congélation ou la manipulation aseptique. Les fruits, les légumes et les épices peuvent encore être conservés en grandes quantités en étant séchés. [29]

I.20. Technologies de séchage

Le séchage est une opération de transfert couplé de chaleur et de masse pour laquelle il est nécessaire de fournir de l'énergie. Plusieurs méthodes de séchage ont été adaptées à différentes situations, d'utilisation facile et pratique, les paramètres opératoires des procédés de séchage peuvent être aisément contrôlés. Ces procédés dits classiques notamment le séchage au soleil et le séchage à l'air chaud sont les plus couramment utilisés pour les fruits et légumes [29], il existe aussi d'autres modes de séchage qui sont définis ci-dessous

I.21. Modes de séchage

I.21.1 Séchage par conduction

Dans ce mode de séchage, l'énergie thermique nécessaire au séchage est apportée non pas par un gaz en mouvement autour du produit à sécher, mais par contact direct entre le produit et une paroi chauffée. [30]

I.21.2 Séchage par convection (ou par entraînement)

On envoie sur le produit à sécher un flux d'air chaud. Il s'établit spontanément entre ce produit et l'air un écart de température et de pression partielle d'eau tels que :

- Un transfert de chaleur de l'air vers le produit sous l'effet de l'écart de température.
- Un transfert d'eau en sens inverse du fait de l'écart de concentration en eau dans l'air.

Ce mode de séchage représente plus de 85 % des séchoirs industriels [31] et est très utilisé dans le domaine agro-alimentaire. [30]

I.21.3 Séchage par rayonnement

Un rayonnement infrarouge est appliqué sur le produit. Il permet un chauffage rapide des produits en couches minces (500µm). La génération du rayonnement se fait soit par des dispositifs électroniques (micro-ondes) soit par élévation de la température d'un émetteur infrarouge. Ce mode est très appliqué dans l'industrie des peintures et des pellicules photographiques. [28]

I.21.4 Lyophilisation

La lyophilisation combine l'action du froid et du vide pour réaliser la sublimation de cristaux de glace c'est-à-dire un passage direct de l'état solide (glace) à l'état vapeur. Cette dernière est ensuite enlevée de la chambre de séchage par des pompes à vide mécaniques ou des éjecteurs à jet de vapeur. [28]



Figure I. 08: Lyophilisateur Pilote LPCPLS15 et lyophilisateur de production. [29]

I.21.5 Séchage à l'étuve

Dans ce type de séchage, l'air chauffé est mis en contact avec le matériel humide pour faciliter la chaleur et le transfert massif ; la convection est principalement impliquée. Il faut préciser la consigne de température de l'étuve, le temps de séjour, et la taille de l'échantillon à tester. Le choix de ces deux critères (Taille et temps de séjours) doit être adapté au rapport surface/volume. [32]



Figure I. 09: Etuve de séchage

I.21.6 Séchage solaire

Le séchage au soleil s'est largement développé dans les zones arides ou semi-arides qui présentent des conditions climatiques optimales : une saison sèche avec un fort ensoleillement, une faible pluviométrie, une hygrométrie peu élevée.

Le séchage s'effectue sur le sol, sur des nattes, sur des rochers plats, ou bien sur les toits des maisons. Ce système présente deux principaux avantages pour les communautés : peu de travail et pas d'investissement, mais, très souvent, les résultats obtenus sont médiocres car les produits sont souillés de sable et de poussière, ils subissent les attaques des animaux, des insectes et des micro-organismes, les pertes sont ainsi importantes. De plus, les produits s'abîment, sèchent trop ou pas assez, ce qui dégrade fortement leur qualité. [29]



Figure I. 10: Le séchage au soleil de raisins en Espagne. [29]

I.21.7 Séchage par four à micro-ondes

I.21.7.1 Définition des micro-ondes

Les micro-ondes ou hyperfréquences sont des ondes électromagnétiques non ionisantes, composées d'un champ électrique et d'un champ magnétique. Les fréquences des micro-ondes se situent dans le domaine des fréquences allant de 300 MHz à 300 GHz ce qui correspond à une longueur d'onde de 1 millimètre à 1 mètre. La fréquence la plus utilisée est 2450 MHz correspondant à la fréquence de la majorité des magnétrons des fours micro-ondes de cuisine ayant une puissance de 600 à 1000 Watts et une longueur d'onde dans l'air de 12,2 cm. [33]

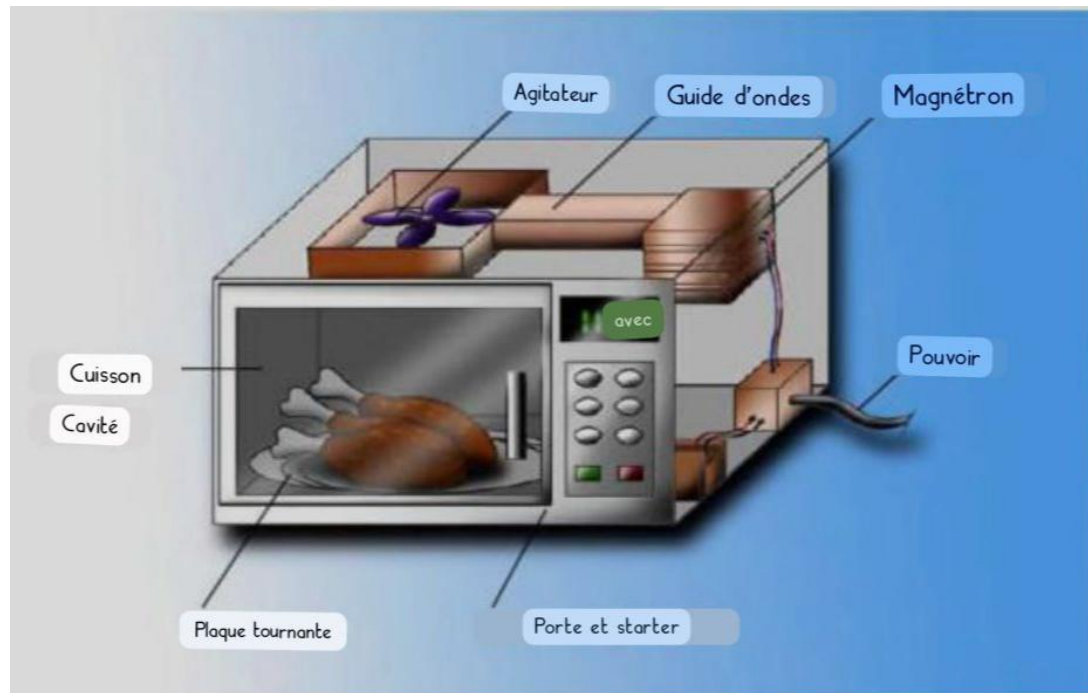


Figure I. 11: Schéma d'une micro-onde

I.21.7.2 Mécanisme de séchage par four à micro-ondes

Le séchage par four à micro-ondes transforme l'énergie électromagnétique à haute fréquence en chaleur, de sorte que l'humidité liquide contenue dans l'aliment est évaporée de manière intensive et transportée vers la surface du produit alimentaire. Deux types de mécanismes sont à l'origine de l'échauffement, le premier est relatif à la présence de charges libres, le deuxième est lié à la nature polaire des molécules. Dans le premier cas, les charges électriques libres (ions) soumises à un champ électrique E , vont migrer dans le sens du champ et sont à l'origine d'un courant de conduction. Il s'agit du mécanisme de conduction ionique. Les oscillations de ces charges, gênées par la présence de molécules fixes, produisent un échauffement par chocs. Dans le deuxième cas, les matériaux composés de molécules formant des dipôles électriques, de répartition généralement aléatoire, s'orientent dans le sens du champ électrique extérieur imposé. Dans le cas d'un champ électrique alternatif, les dipôles changent « rapidement » de sens et la haute fréquence génère un mouvement aléatoire traduisant ainsi une haute température du système. [33]

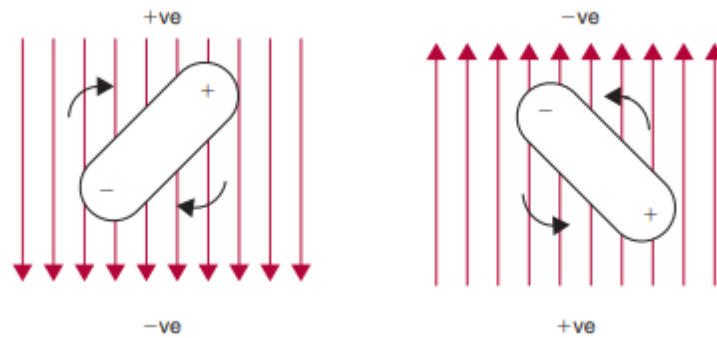


Figure I. 12: Mouvement d'un dipôle dans un champ électrique. [34]

I.21.7.3 Interaction ondes-matière

Le mécanisme du chauffage diélectrique repose sur le fait que les molécules polaires, telles que l'eau, ont des extrémités négatives et positives : ce sont des dipôles. En l'absence de champ électrique, les dipôles d'un milieu diélectrique se trouvent orientés au hasard sous l'effet de l'agitation thermique du milieu. Sous l'effet d'un champ électrique continu, les molécules tendent à s'orienter dans la direction des champs électriques continus, les molécules tendent à s'orienter dans la direction du champ électrique. Plus le champ électrique n'est intense, moins l'agitation thermique qui tend à désorganiser l'alignement a d'importance. [35]

I.21.7.4 Avantages de séchage par microonde

Le séchage par micro-ondes présente l'avantage spécifique d'un chauffage rapide et uniforme grâce à la pénétration des micro-ondes dans le corps du produit. L'énergie des micro-ondes est capable de polariser les substances. Les électrons de la substance polarisée sont en mouvement en raison de la conversion de l'énergie électromagnétique intégrée à la substance en énergie cinétique. Les électrons se heurtent les uns aux autres au cours de ce mouvement électronique et leur énergie est convertie en énergie thermique en raison de la friction. Ainsi, l'humidité a été éliminée du produit lors du séchage par micro-ondes. [36]

I.21.7.5 Inconvénients du séchage à microondes

Le séchage par micro-ondes présente certains inconvénients, notamment [37]:

- Il s'agit d'une technologie très compliquée dont les coûts de démarrage sont élevés.
- Une détérioration de la texture et un chauffage inégal
- L'énergie des micro-ondes est incapable de pénétrer dans certains aliments.

I.21.8 Séchoir à lit fluidisé**I.21.8.1 Description de séchoir à lit fluidisé**

Le séchoir à lit fluidisé est essentiellement composé de [38]:

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

I.21.8.2 Principe

L'air ambiant est chauffé dans l'élément de chauffage, après qu'il soit aspiré par le supprimeur, l'air chauffé est introduit à la base de la colonne qui représente la chambre de séchage. Si le produit à sécher est suspendu, alors chaque particule est entourée par de l'air chaud. Les produits à sécher dans ce type de séchoir sont les produits de structure granulaire comme les produits plastiques et plusieurs aliments. [38]

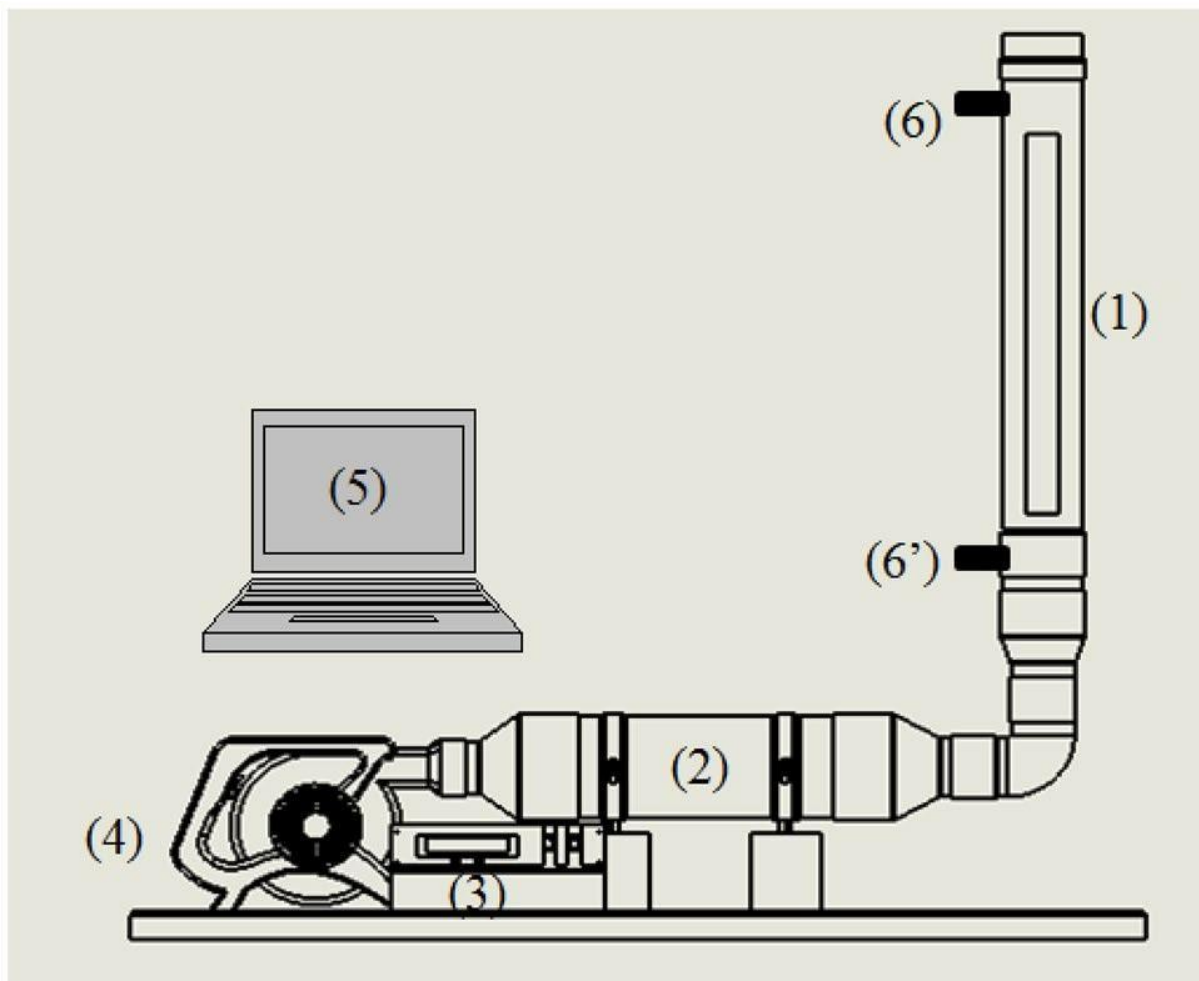


Figure I.13: Schéma du séchoir à lit fluidisé du Laboratoire ESI, Université Khemis Miliana Algérie. [39]

Avec :

- (1) : Cylindre de séchage ;
- (2) : Chauffage ;
- (3) : Carte de contrôle et d'acquisition ;
- (4) : Ventilateur ;
- (5) : PC ;
- (6) et (6') capteurs de température et d'humidité d'entrée et de sortie

I.21.8.3 Avantages de la fluidisation

Cette technique de mise en contact de particules de faible diamètre avec un gaz présente de nombreuses propriétés avantageuses parmi lesquelles : [31]

- Une température homogène au sein du lit du fait d'un bon mélange des particules en régime fluidisé, contrairement au lit fixe qui est soumis à un fort gradient de température.
- Un coefficient de transfert de chaleur solide/fluide très élevé entre 200 et 600 W/(m. °K) qui est nettement supérieure à celui des échangeurs fluide/fluide qui est de l'ordre de 50 W / (m. °K). La phase solide du système peut être aisément renouvelée si besoin est, même en fonctionnement.
- La vidange et le nettoyage du lit de particules se fait très facilement.

I.21.8.4 Inconvénients de la fluidisation

La fluidisation présente aussi des inconvénients, citons les deux principaux : [31]

- Pour de très grandes vitesses de gaz, la partie de gaz sous forme de bulles quitte rapidement le lit. Dans ce cas l'échange de chaleur entre les bulles et les particules est beaucoup plus faible : le temps de contact solide/gaz est beaucoup plus faible.
- Une diminution progressive du diamètre des particules au cours de l'utilisation due à un frottement permanent entre elles. Les particules les plus fines peuvent alors quitter le lit, entraînées par le fluide et polluent l'aval du processus.

Chapitre II :

Métabolites secondaires

II.1 Introduction

Les graines de lin sont riches en graisses, en protéines et en fibres alimentaires. L'analyse chimique des graines de lin indique en moyenne 30 à 40 % d'huile, 20 à 25 % de protéines, 20 à 28 % de fibres alimentaires totales, 4 à 8 % d'humidité et 3 à 4 % de cendres. L'huile contient des vitamines A, B, D et E, des minéraux et des acides aminés, en raison de la présence de composants alimentaires physiologiquement actifs qui peuvent avoir des effets bénéfiques sur la santé au-delà de la nutrition de base[40]. Une cellule végétale produit deux types de métabolites pouvant être divisés en deux catégories principales selon l'origine et la fonction ; à savoir, les métabolites primaires et les métabolites secondaires. Les métabolites secondaires sont considérés comme des produits finaux du métabolisme primaire et ne sont pas impliqués dans l'activité métabolique [41].

II.2 Huile de grains de lin

Les graines de lin présentent une importante teneur en huile, ce qui permet de classer le lin dans la catégorie des oléagineux. . Une partie de l'huile se trouve dans la cuticule (10%). Cependant la majorité de l'huile est localisée au niveau des cellules des cotylédons (78%) et de l'endosperme (12%) sous forme de globules lipidiques ou oléosomes (de diamètre moyen 1,3µm). Les oléosomes contiennent des lipides neutres (triglycérides, de 96 à 98%), des lipides polaires (phospholipides et glycolipides, de 1 à 1,6%) et des oléosines (1,3%) [42].

L'huile végétale obtenue à partir des graines de lin est utilisée depuis de nombreux siècles et la culture du lin remonte à quelques millénaires. L'analyse phylogénétique a indiqué que le lin a été domestiqué à l'origine pour l'huile plutôt que pour les fibres. Cette huile riche en ALA possède des propriétés uniques qui sont utiles pour des applications alimentaires et non alimentaires. L'huile de qualité alimentaire peut être obtenue par pression à froid et commercialisée sous le nom de "huile de lin". L'huile peut également être extraite à l'aide de solvants lorsqu'elle est utilisée pour des applications industrielles non alimentaires [43].

De nombreux solvants polaires et non polaires peuvent être utilisés pour extraire l'huile des graines oléagineuses y compris les graines de lin. Dans cette étude, l'iso-propanol, un solvant biorenouvelable et de qualité alimentaire, a été utilisé comme solvant polaire alimentaire, a été utilisé comme solvant polaire et le n-hexane comme solvant non polaire [44].

Tableau II. 1. Teneur en huile de la graine de lin extraite par des solvants polaires et non-polaires [44].

Solvant	Teneur en huile (%)
Solvant polaire (iso propanol)	35% ± 0.79
Solvant non polaire (n-hexane)	40% ± 0.92

II.3 Composition de l'huile de lin

Les graines de lin contiennent de 30 à 60 % d'huile. Le principal composant de la plupart des huiles végétales est le triacylglycérol (TAG), qui s'accumule pendant la phase de maturation du développement des graines et est utilisé par la plante comme source de carbone réduit pour soutenir la croissance des semis après la germination. La composition chimique des TAG de l'huile de lin est bien caractérisée [43]. L'huile de lin est unique parce qu'elle est composée de 73% d'acides gras polyinsaturés (AGPI), de 18% d'acides gras mono-insaturés (AGMI) et de 9% d'acides gras saturés (AGS), ce qui en fait un aliment pauvre en graisses saturées (**Tableau II. 2**). Elle est également connue comme étant la source la plus riche en oméga-3 (n-3) acides gras, ALA, qui comprend 55% des acides gras totaux. Le pourcentage de matières grasses que l'ALA dans l'huile de lin est 5,5 fois plus élevé que celle des noix et de l'huile de canola [45]. L'ALA peut s'accumuler jusqu'à 64 % en fonction du cultivar et des conditions de croissance. Il est bien connu que les facteurs environnementaux tels que le sol et le climat peuvent influencer la composition en acides gras des huiles de graines. Les oléagineux cultivés à des températures plus basses accumulent généralement des niveaux plus élevés d'acides gras polyinsaturés (AGPI) au détriment des acides gras saturés et monoinsaturés. Cet effet est évident lorsqu'on compare les graines de lin cultivées dans le Dakota du Nord avec des variétés similaires cultivées dans l'ouest du Canada. La teneur élevée en ALA influence certaines propriétés physicochimiques des huiles végétales [43].

Tableau II. 2. Composition en acides gras (saturés et insaturés) des graines de lin [46].

Acides gras	Contenu (%)
acide palmitique	6.58
acide stéarique	4.43
acide oléique	18.51
acide linoléique	17.25
acide linoléique	53.21

II.4 Caractéristiques physicochimiques de l'huile de lin

Les caractéristiques analytiques telles que l'indice de réfraction l'indice d'acidité, l'indice de peroxyde, l'indice d'iode et l'indice de saponification de l'huile de lin extraite par solvant non polaire ont été déterminées et incluses dans le **tableau II. 3**.

Tableau II. 3. Caractéristiques analytiques de l'huile de lin [46]

Propriétés	Valeur moyenne
indice de réfraction	1.469
indice d'iode (g I ₂ /100g huile)	177
Indice de saponification (mg KOH/g huile)	190
Indice d'acide (mg KOH/g huile)	0.80
Indice de peroxyde (meqO ₂ /Kghuile)	0.95

II.5 Métabolites secondaires

Les métabolites secondaires sont des substances essentielles à l'interaction d'une plante avec son environnement, mais qui n'ont pas de place fondamentale dans le maintien des activités essentielles de la plante. Pour lutter contre divers herbivores, microbes pathogènes et un certain nombre de stress environnementaux, les plantes produisent des métabolites secondaires. Ceux-ci sont largement utilisés dans les secteurs de la santé, de la pharmacie et de l'agriculture.

Les métabolites secondaires peuvent être classés en 4 groupes chez les plantes : les alcaloïdes, les terpénoïdes, les saponines et les composés phénoliques [41].

II.5.1 Alcaloïdes :

Les alcaloïdes sont un groupe de composés chimiques naturels existant dans une grande variété d'organismes, y compris les plantes. Ils sont principalement impliqués dans la défense des plantes contre les herbivores et les agents pathogènes. Le nom d'alcaloïde vient de "alcalin" qui a été utilisé pour décrire tout composé contenant de l'azote. Ils ont un goût amer et sont souvent des substances optiquement actives, incolores, cristallines ou liquides à la température ambiante. Au 19^{ème} siècle, Friedrich Serturmer a isolé la morphine et ceci a conduit à l'isolation et à la découverte des autres alcaloïdes comme la caféine et la nicotine [47].

II.5.2 Terpénoïdes :

Les terpénoïdes, également connus sous le nom d'isoprénoïdes, constituent la classe de métabolites secondaires la plus vaste et la plus répandue, principalement chez les plantes. La majorité de ces composés possèdent des structures cycliques différentes les unes des autres. Leur différence provient non seulement des groupes fonctionnels mais également de la structure de leur squelette hydrocarboné [48].

II.5.3 Saponines

Les saponines sont des composés phytochimiques qui peuvent être trouvés dans la plupart des légumes et des herbes. Elles font partie des métabolites secondaires et servent de défense à la plante. Elles sont principalement distribuées dans le règne végétal mais sont également présentes dans les organismes marins comme le concombre de mer [41].

II.5.4 Composés phénoliques**II.5.4.1 Polyphénols**

Les poly-phénols sont des métabolites secondaires présents dans toutes les parties des végétaux supérieurs: racine, tiges, feuilles, fleurs et, fruits [49]. En effet les composés phénoliques, constituent le groupe le plus grand nombre et le plus largement distribué dans le royaume des végétaux, avec plus de 8000 structures phénoliques connus [50]. La graine de lin présente une teneur faible en polyphénols (0,06 à 0,9 g/100g). Les teneurs en polyphénols diffèrent d'une variété à une autre, mais reste toujours inférieures de 1%. Cette variation pourrait être attribuée à la nature du solvant et la température d'extraction ainsi que la technique utilisée [51].

La teneur en polyphénols dépend d'un certain nombre de facteurs intrinsèques (génétique) et extrinsèques (origine géographique, conditions climatiques, les pratiques culturelles, la maturité à la récolte et les conditions de stockage) [52].

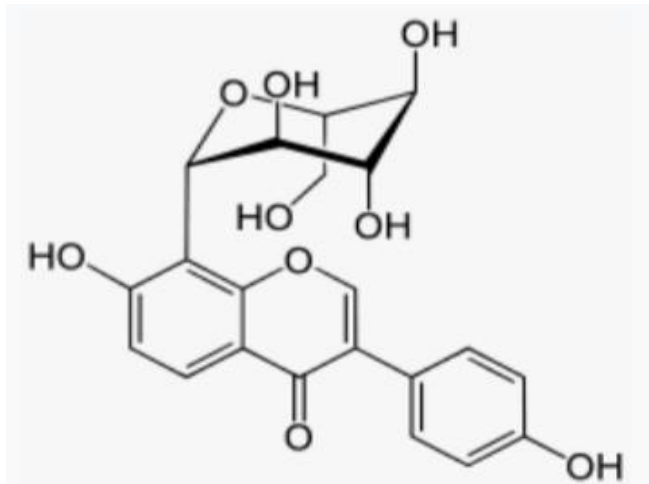


Figure II. 1. Structure de base des poly-phénols [53].

II.5.4.2 Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des poly-phénols dont le squelette en C6-C3-C6 est constitué de deux anneaux aromatiques reliés par une liaison à trois atomes de carbone. Les flavonoïdes comprennent généralement les anthocyanes, les flavanols, les flavones, les flavanones et les flavonols. Selon les conditions de croissance et de culture, les graines de lin contiennent environ 0,3-0,71 g de flavonoïdes totaux par kg de graines de lin. Dans la graine de lin, les flavonoïdes se présentent sous la forme de glucosides tels que l'herbacétine 3, 8-Odiglucopynanoside, l'herbacétine 3, 7-O-diméthyl éther et le kaempférol 3, 7-O-diglucopyranoside (figure 2). Les diglucosides d'herbacétine (HDG) sont liés par ester à la macromolécule de lignane par l'intermédiaire de l'acide 3-hydroxy-3-méthylglutarique (HMGA) [54].

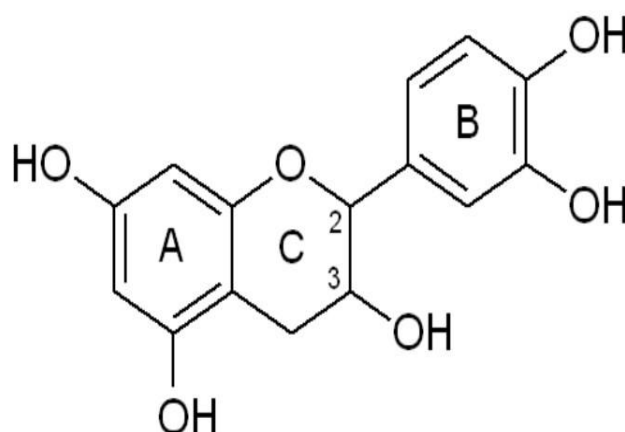


Figure II. 2. Structure de base des flavonoïdes [55].

Les flavonoïdes sont un groupe de métabolites végétaux secondaires importants pour la croissance et le développement des plantes. Ils ont également un effet protecteur contre le cancer du côlon et du sein, le diabète, l'athérosclérose hypercholestérolémique, la néphrite lupique et les réactions immunitaires et inflammatoires. Ainsi, la surproduction de ces composés dans le lin par la méthode du génie génétique pourrait potentialiser l'application biotechnologique de ces produits végétaux.

Sur le plan cellulaire, les flavonoïdes sont synthétisés dans les chloroplastes puis migrent vers les vacuoles [56]. Ils sont répartis dans toutes les parties des végétaux supérieurs : racines, tiges, feuilles, fruits, graines, bois, pollens [55].

II.5.4.3 Tanins

Les tanins sont un groupe des polyphénols à haut poids moléculaire. Les tanins sont des molécules fortement hydroxylées et peuvent former des complexes insolubles lorsqu'ils sont associés aux glucides, aux protéines et aux enzymes digestives, réduisant ainsi la digestibilité des aliments. Ils peuvent être liés à la cellulose et à de nombreux éléments minéraux [57].

Les tanins sont des macromolécules de grande taille, structurellement différentes, qui se répartissent en deux catégories. Les tannins condensés sont des polymères produits à partir de résidus de flavanol, tandis que les tannins hydrolysables sont des phénols liés à un résidu de sucre par une liaison ester [58].

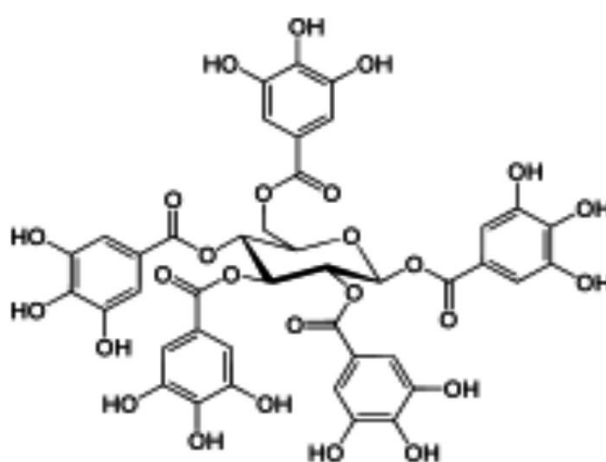


Figure II. 3. Structure des Tanins [53].

II.6 Radicaux libres

Les atomes ou les molécules porteurs d'un électron non apparié sont appelés radicaux libres. En raison de la tendance de l'électron à s'apparier à nouveau, ce qui déstabilise d'autres molécules, cette caractéristique les rend très réactifs. Une réaction en chaîne est déclenchée lorsque les molécules qui ont subi cette transformation se transforment en d'autres radicaux libres. Cela se produit généralement lors de la peroxydation des lipides [59].

Un minuscule sous-ensemble de molécules connues sous le nom de radicaux libres primaires, qui proviennent directement de l'oxygène, joue un rôle spécifique en physiologie parmi toutes les espèces de radicaux libres qui peuvent se développer dans les cellules. Ces radicaux libres primaires interagissent avec les composants métaboliques de la cellule pour produire des radicaux secondaires, tels que le radical peroxyde (ROO-) et le radical alkoxyde (RO-) [60].

II.7 Activité anti-oxydante

Un antioxydant est défini comme toute substance qui lorsqu'elle est trouvée à des concentrations faibles par rapport à celles d'un substrat oxydable, retarde ou prévient significativement l'oxydation de ce substrat [61]. Les cellules utilisent de nombreuses stratégies anti-oxydantes et consomment beaucoup d'énergie pour contrôler leurs niveaux d'espèces réactives de l'oxygène. La nature des systèmes antioxydants diffère selon les tissus et les types cellulaires et selon qu'on se trouve dans le milieu intracellulaire ou extracellulaire [62].

Des preuves de plus en plus nombreuses suggèrent que les graines de lin sont une riche source d'antioxydants naturels. Jusqu'à présent, le potentiel antioxydant des graines de lin et de leurs composants phénoliques a été étudié dans des modèles in vitro et in vivo. Dans la plupart des études, le potentiel antioxydant des graines de lin entières ou de leurs extraits a été corrélé à leur contenu phénolique [63].

L'activité anti-oxydante des échantillons d'huile de lin a été évaluée à l'aide des tests DPPH, FRAP, ABTS et les résultats sont présentés dans le **tableau II. 4**

Tableau II. 4. Activité anti-oxydante de l'huile de lin [44].

Test	Solvant non polaire (n-hexane)
DPPH	82 % \pm 0.21
FRAP ($\mu\text{mol/ml}$)	11 \pm 0.39
ABTS	44% \pm 0.42

II.8 Contenu phytochimique

L'analyse phytochimique a révélé la présence et la teneur en composés phénoliques et en flavonoïdes, comme le montre le **tableau II. 5**.

Tableau II. 5 Contenu phytochimique de l'huile de lin [44].

Contenu phytochimique	Huile extraite par n-hexane
Contenu phénolique total	2120 \pm 1.07 mg /100 mg
Contenu total en flavonoïdes	441 \pm 0.87 μg /mg échantillon

II.9 Conclusion

Huile de lin est conseillée pour les personnes souffrant de diabète ou de sclérose en plaques. En outre, elle a un impact sur les systèmes immunologique et hormonal. La consommation quotidienne d'huile de lin préserve système urinaires et stomacales. L'huile de lin peut être utilisée pour des massages et des soins corporels (le visage et le corps). L'huile extraite des graines est réputée pour ses qualités émoullientes et adoucissantes en application externe. Elle protège et adoucit les peaux enflammées [64].

Chapitre III :
Matériels et méthodes

III.1. Cadre de l'étude

L'étude s'est déroulée du 26 février au 31 mai 2023, elle a été effectuée au niveau de:

➤ Université de Djilali Bounaama Khemis Miliana

- Laboratoire de génie des procédés.
- Laboratoire d'énergies et systèmes intelligents (l'ESI).
- Laboratoire de biochimie (SNV).
- Laboratoire d'analyse.

III.2. Diagramme du Protocole expérimental

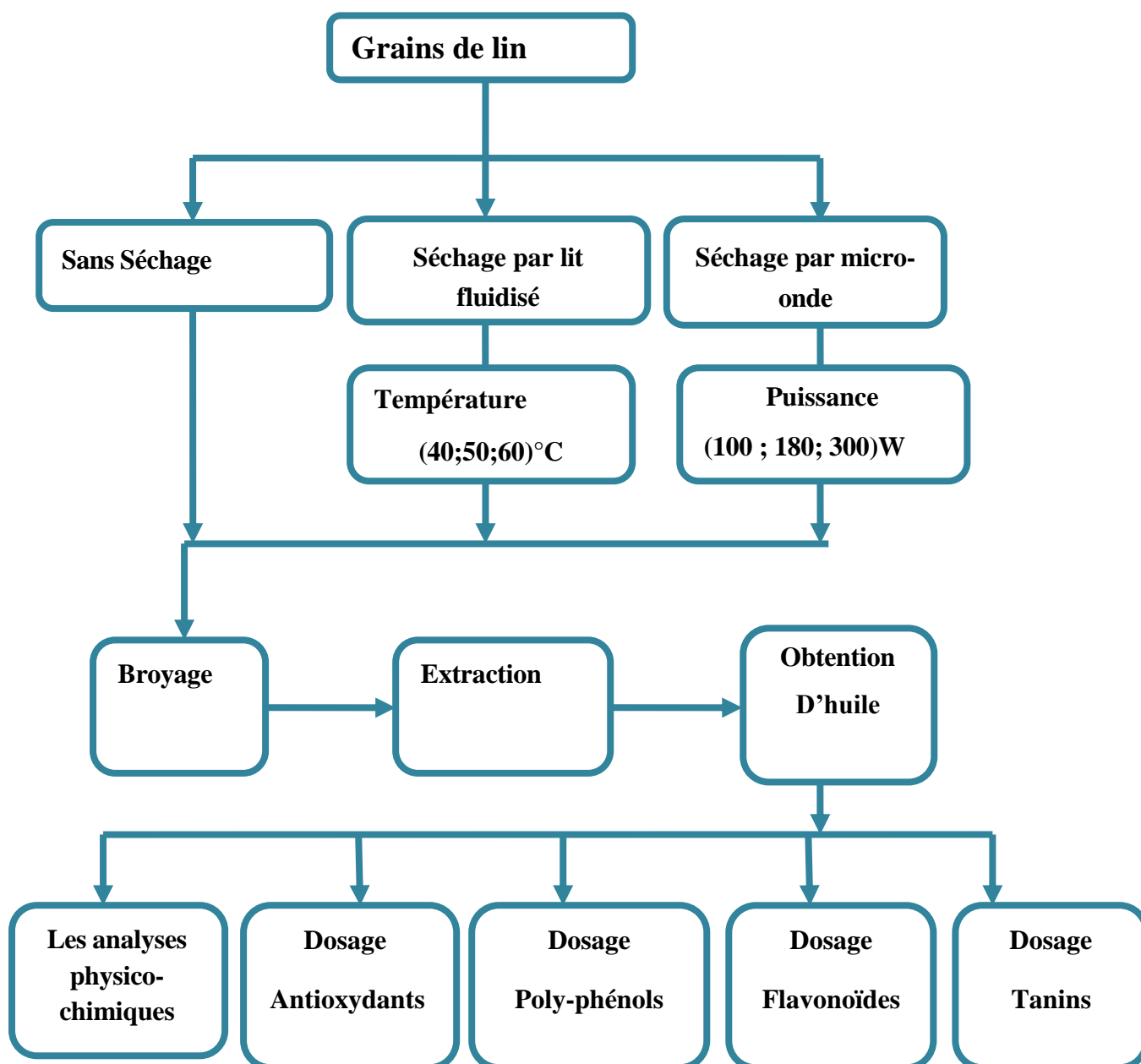


Figure III 1.1 Protocole expérimental

III.3. Matière végétale

Les graines de lin (*Linum usitatissimum L.*) utilisées pour l'extraction, sont des graines commercialisées achetées du marché de Khemis- Miliana (**Figure III.2**).



Figure III.2 grains de lin

III.4. Mise en culture

On fait premièrement un test de germination, on prend 75 graines de lin mises à germer dans trois boîtes de pétries tapissées d'une double couche de papier absorbant, à raison de 25 graines par boîte. Ensuite, ils sont placés sous la lumière et à une température ambiante pendant 3 jours puis on calcule le nombre des graines qui ont germé et on déduit le rendement. Comme il est indiqué dans (**Figure III.3**).

Le rendement est calculé selon la formule (1) :

$$R = \frac{\text{Nombre de grains germiné}}{\text{Nombre de grains totaux}} \times 100 \quad (1)$$



Figure III 3: Germination des grains de lin

III.5. L'humidité

◆ Humidité absolue

L'humidité absolue d'un solide appelée aussi teneur en eau ou humidité à base sèche s'exprime par la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse sèche [65] selon la formule (2) :

$$H(\%) = [(Mh - Ms)/Ms] \times 100 \quad (2)$$

◆ Humidité relative

L'humidité relative d'un solide appelée aussi titre en eau, ou bien teneur en eau à base humide s'exprime par la masse de liquide contenue dans le produit par rapport à sa masse humide [65]. Selon la formule (3) :

$$H(\%) = [(Mh - Ms)/Mh] \times 100 \quad (3)$$

Mh: Poids de l'échantillon humide(g).

Ms: Poids de l'échantillon sèche (g).

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

◆ Mode opératoire

Trois prises d'essai de 10g des grains de lin est étuvée à 105 °C, pour une durée de 72h. Cela pour déterminer la quantité d'eau contenue dans les grains initialement.



Figure III 4: Etuve de séchage.

III.6. Les procédés de séchage utilisés

III.6.1 Séchage par micro-ondes

A fin d'étudier l'influence de la température de sortie de micro-ondes sur la qualité nutritionnelle et la faculté germinative des grains de lin, on a utilisé une microonde de la marque SAMSUNG à une fréquence de 2450 Mhz (**Figure III.5**), pour sécher trois échantillons des grains de lin de 50 g à trois puissances différentes (100; 180; 300 W), et on mesure la masse toutes les deux minutes et 30 secondes pour déterminer la variation d'humidité jusqu'à la stabilité du poids.



Figure III 5: Micro-ondes utilisé pour le séchage des grains de lin.

III.6.2 Séchage par lit fluidisé

Dans cette étape, le lit fluidisé (**Figure III.6**) a été utilisé pour sécher trois types d'échantillons des grains de lin de 200g à trois température différentes (40; 50; 60 °C) et la masse a été mesurée chaque 5 min pour déterminer la variation d'humidité. Dans le même but que la microonde.

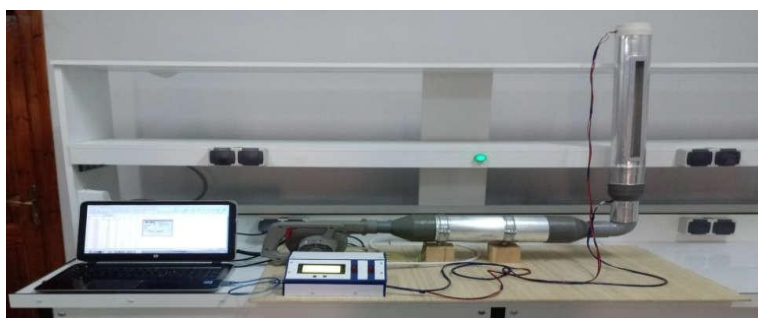


Figure III 6 : Lit fluidisé de laboratoire LESI, utilisé dans le séchage des grains de lin.

III.7 Broyage

Ces graines sont broyées à l'aide d'un broyeur électronique de type BEAIKA (Chine) (**Figure III.7**), puis tamisées jusqu'à l'obtention d'une poudre fine pour l'extraction.



Figure III.7 Broyeur électronique

III.8 Extraction de l'huile

III.8.1 Extraction par Soxhlet

Un extracteur Soxhlet est une pièce de verrerie utilisée en chimie analytique et en chimie organique qui permet de faire l'extraction par solvant continue d'une espèce chimique contenue dans une poudre solide. Cet appareil porte le nom de son inventeur : Franz Von Soxhlet [66].

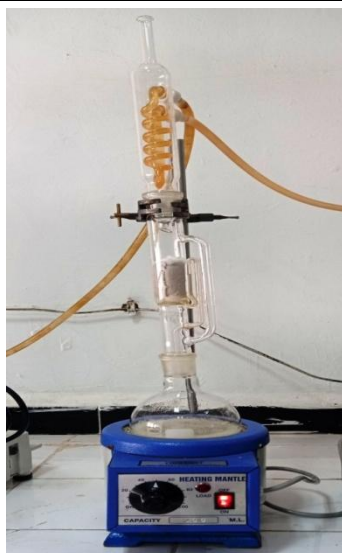


Figure III 8 : Appareil de soxhlet

◆ Principe

Le solvant d'extraction est porté à ébullition. Ces vapeurs qui traversent le Soxhlet, sont condensées au niveau du réfrigérant et s'écoulent à travers l'échantillon dans la cartouche. Ce système de distillation-condensation assure au solvant une circulation en continu dans l'échantillon. Un siphon permet au solvant de s'écouler de la cartouche pour retourner dans le ballon. Le solvant peut donc recommencer un nouveau cycle d'évaporation - condensation. Cette méthode est utilisée pour l'extraction des composés non volatils et semi volatils.

◆ Mode opératoire

- La poudre des graines de Lin (20g) est introduite dans la cartouche en papier filtre, cette dernière sera placée dans le Soxhlet surmonté d'un réfrigérant.
- En premier lieu, on verse 250 ml de n-hexane dans le ballon et porté à ébullition (69C°).
- On ouvrir le robinet d'eau passant par le réfrigérante.
- On a fait l'extraction, pendant 4 heures.

III.8.2 L'élimination du solvant

La séparation du solvant de l'extrait est faite à l'aide de l'appareil appelé rota vapeur (Figure III.9). Dans cet appareil, l'évaporation est effectuée sous vide à l'aide d'une pompe à vide. Pendant l'évaporation, le ballon est mis en rotation et immergé dans un bain liquide

chauffé (l'eau distillé). L'appareil est équipé d'un refroidisseur et d'un ballon de récupération de condensats.



Figure III 9: Appareil rota vapeur

III.8.3 Rendement d'huile

Le rendement de l'huile de lin (**Figure III.10**) se définit par le rapport de la masse d'huile (m_H) obtenue et de celle de la matière végétale (m_{MV}), et est exprimé en pourcentage.

Le rendement est calculé à l'aide de la formule (4) [67]:

$$R(\%) = \left(\frac{m_H}{m_{MV}} \right) \times 100 \quad (4)$$

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

m_H : La masse d'huile extraite.

m_{MV} : La masse de la prise d'essai de matière végétale utilisée pour faire l'extraction.

L'huile a été recueillie dans un flacon en verre fumé, étiqueté et mis au réfrigérateur en attente d'analyses.



Figure III 10 : Huile de lin extraite

III.9 Analyses physico-chimiques

Pour obtenir des données sur la composition et la pureté de notre huile, nous avons étudié ses propriétés physiques et chimiques.

III.9.1. Propriétés physiques

III.9.1.1. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est le rapport entre le sinus de l'angle d'incidence et le sinus de l'angle de réfraction d'un rayon lumineux de longueur d'onde déterminée passant de l'air dans l'huile maintenue à température constante [68].

◆Principe

L'échantillon est mis au contact de l'une des faces d'un prisme, dont l'indice de réfraction est supérieur à celui de l'échantillon. Le tout est illuminé par un ensemble de rayons lumineux rasant la surface de contact. Une fois réfractés, ces rayons délimitent une zone claire et une zone sombre dont la limite a une position angulaire qui est fonction de l'indice de réfraction.

◆ Mode opératoire

- On nettoie la lame du réfractomètre par un coton.
- On introduit quelques gouttes d'eau distillée pour étalonner l'appareil, la température de l'eau doit être à 20°C.
- On nettoie la lame du réfractomètre en utilisant le coton.
- On dépose quelque goutte de l'huile de lin dans la lame de réfractomètre l'huile est récemment atteinte une température de 20°C.
- On effectue la lecture, la valeur de l'indice de réfraction directement donné.



Figure III.11 Réfractomètre électronique.

III.9.2. Propriétés chimique**III.9.2.1. Détermination du pH**

L'échelle de pH est utilisée pour indiquer la teneur en acide dans un liquide. Sachant que les acides libèrent des ions hydrogène, le degré d'acidité d'une solution dépend de sa concentration en ions hydrogène et il est exprimé par l'unité de pH. Cette échelle est utilisée pour déterminer l'acidité des échantillons.

◆Mode opératoire de détermination de pH

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



Figure III.12 Détermination de pH

III.9.2.2 L'Indice d'acide

L'indice d'acide d'une huile végétale est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour neutraliser les acides gras libres (AGL) contenus dans 1 g de corps gras [69].

◆Principe

Il s'agit de dissoudre la matière grasse dans de l'éthanol chaud neutralisé, puis titrer les (AGL) présents au moyen d'une solution titrée de KOH en présence de phénolphtaléine comme indicateur.

◆Mode opératoire d'indice d'acide

- On verse 0.5g de l'échantillon d'huile de lin dans l'erenmeyer.
- On ajoute 5 ml d'éthanol neutralisé à l'aide de la pipette.
- On ajoute 3 gouttes de phénolphtaléine.
- On titre la solution obtenue avec l'hydroxyde de potassium à l'aide de la burette.
- On arrêter le titrage si la couleur de la solution varie

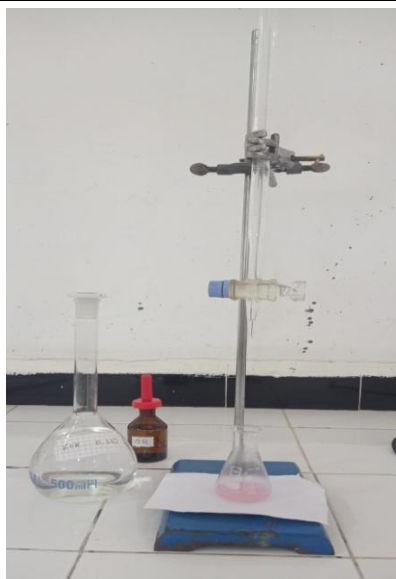


Figure III.13 Détermination d'Indice d'acide.

L'indice d'acide (I_a) exprimé en mg de KOH par un g d'huile est donné par la formule (5):

$$I_a = MKOH \times V_{eq} \times N/m \quad (5)$$

V_{eq} : Volume équivalent de KOH

N : Normalité de KOH

M_{KOH} : Masse molaire de KOH

m : la masse d'huile de lin

III.9.2.3 L'Indice d'ester

L'indice d'ester (I_E) d'un corps gras est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libérés par l'hydrolyse des esters contenus dans 1 g de corps gras [70].

◆Principe

Les esters sont hydrolysés par chauffage, dans des conditions définies, en présence d'une solution éthanolique titrée de KOH et l'excès d'alcali est dosé par une solution titrée d'HCL.

L'indice d'ester est donné selon la formule (6) :

$$I_e = [(28.05 \times (V1 - V0) \div m) - I_a] \quad (6)$$

I_e : Indice d'ester

I_a : Indice d'acide

V_0 : Volume de HCl utilisé pour l'essai à blanc

V_1 : Volume de HCl

m : la masse de la prise d'essai

◆Mode opératoire :

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



Figure III.14 Détermination de l'Indice d'ester



Figure III.15 Titrage par HCl

III.9.2.4. Indice de saponification

C'est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras [71].

Il est effectué après dosage de l'indice d'acide (I_a) et l'indice d'ester (I_e) selon la formule (7) :

$$I_e = I_s - I_a \rightarrow I_s = I_e - I_a \quad (7)$$

III.10 Dosage des composés phénoliques

III.10.1 Méthode de dosage des composés phénoliques

La technique utilisée pour le dosage des composés phénoliques est la Spectrophotométrie d'absorption moléculaire de l'ultraviolet et du visible, cette dernière repose sur l'absorption des radiations lumineuses par la matière dans la plage spectrale s'étendant du proche ultraviolet au très proche infrarouge, soit entre 180 et 1100 nm. Cette partie du spectre est désignée par l'UV/Visible, parce qu'elle englobe les radiations perceptibles par l'oeil humain. D'une manière générale elle apporte peu d'informations structurales, mais elle a, en revanche, beaucoup d'applications en analyse quantitative. Les calculs de concentration qui découlent de la loi de Beer et Lambert ont donné naissance à la

méthode connue sous le terme général de colorimétrie. Celle-ci s'applique non seulement aux composés qui possèdent un spectre d'absorption dans le visible mais aussi à tous ceux qui conduisent au moyen d'un réactif spécifique à un dérivé permettant une mesure d'absorbance [68].



Figure III 16 Spectrophotomètre utilisé pour le dosage des composés phénoliques.

III.10.2 Dosage des poly-phénols totaux

◆Principe

Les poly-phénols ont été déterminés par spectrophotométrie selon la méthode de Folin-Ciocalteu [72] utilisant l'acide gallique comme standard : ce réactif decouleur jaune est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique et d'acide phosphomolybdique. Lorsque les poly-phénols sont oxydés, ils réduisent le réactif Folin-Ciocalteu en un complexe ayant une couleur bleue constitué d'oxyde de tungstène et de molybdène. L'intensité de la couleur est proportionnelle aux taux des composés phénoliques oxydés.

◆Mode opératoire

Le dosage des composés phénoliques est effectué selon la méthode de Folin-Ciocalteu décrite par [73];

- On mélange 100 μ l de réactif de Folin- Ciocalteu, avec 20 μ l de chaque extrait.
- Après 3min d'incubation à l'obscurité, on ajoute 300 μ l de carbonates de sodium (7.5 %) et 2ml d'eau distillée.

- Le mélange est agité puis incubé à l'obscurité et à température ambiante pendant deux heures. On mesure l'absorbance à 765nm.
- Les résultats sont exprimés en mg équivalent acide gallique par gramme de matière végétale sèche en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique (mg EAG/g de MVS).

III.10.3 Dosage des flavonoïdes

◆Principe

Le dosage des flavonoïdes est basé sur la formation de complexes flavonoïdes métaux tel que l'aluminium utilisé sous forme de chlorures d'aluminium ($AlCl_3$). La liaison des atomes d'oxygène présents sur les carbones 4 et 5 des flavonoïdes forme avec les chlorures d'aluminium des complexes jaunâtres [74].

◆Mode opératoire

- On mélange 1ml de chlorure d'aluminium ($AlCl_3, 6H_2O$) à (2% à Ethanol 98%) à 1ml de chaque extrait.
- Après 10min d'incubation, l'absorbance est mesurée à 430nm contre un blanc.
- Les résultats sont exprimés en mg équivalent quercétine par gramme de matière végétale sèche en se référant à la courbe d'étalonnage de la quercétine (mg EQ/g de MS) [73].

III.10.4 Dosage des Tanins

Les tanins condensés sont déterminés par la méthode à la vanilline en milieu acide. Cette méthode est basée sur la capacité de la vanilline à réagir avec les unités des tanins condensés en présence d'acide pour produire un complexe coloré mesuré à 550 nm. La réactivité de la vanilline avec les tanins n'implique que la première unité du polymère. Les quantités des tannins sont estimées en utilisant la méthode de vanilline décrite par [75].

◆ Mode opératoire

- On mélange 3ml de solution valine (4% à Ethanol 98%), avec 0.4ml de chaque extrait.
- On ajoute 1500µl de HCl concentré à (37%).

- Le mélange est agité puis incubé à l'obscurité et à température ambiante pendant 20 minutes.
- On mesure l'absorbance à 500nm [73].

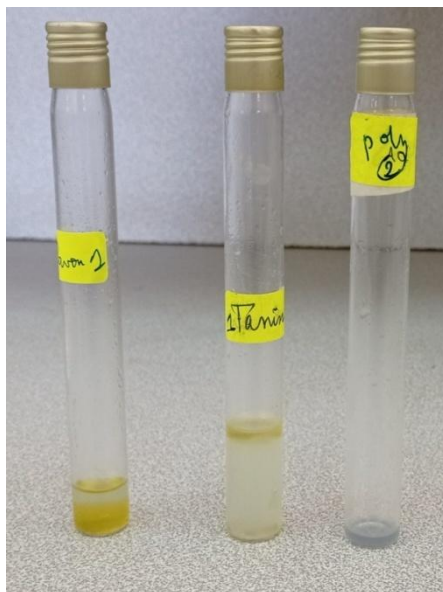


Figure III.17 Détermination des poly-phénols, des tanins et des flavonoïdes

III.11 Détermination de l'activité anti-oxydante par la méthode de DPPH

◆ Principe

A température ambiante, le radical DPPH présente, en solution alcoolique, une intense coloration violette qui est changée par la couleur jaune au contact d'une substance donneuse de protons H⁺. Cette couleur est l'indicateur du pouvoir antioxydant d'un échantillon par sa capacité à piéger le radical libre et se traduit par une diminution de l'absorbance à 517 nm [76].

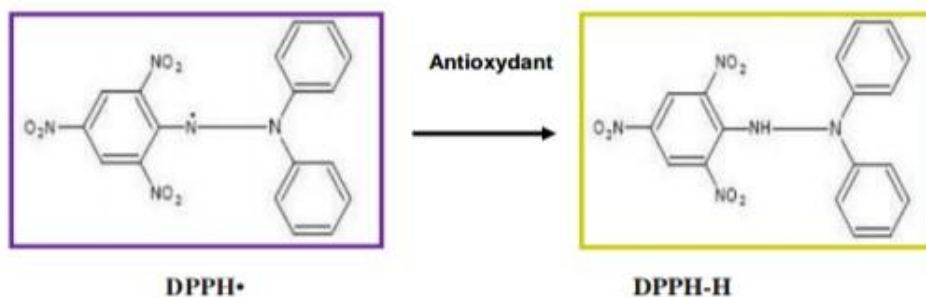


Figure III.18 Réduction du radical DPPH par un antioxydant [77].

◆ Mode opératoire

- On Solubilise 0.004g de DPPH dans 100ml d'éthanol
- Dans des tubes, on prépare les solutions des concentrations (10, 20, 40, 60, 80, 100, 200µl/ml) d'Huile a diluée par 1ml d'éthanol.
- On met dans chaque tube 1ml de la solution de DPPH préparée.
- Incubation pendant 30 min à température ambiante.
- On lit les absorbances à 517 nm.

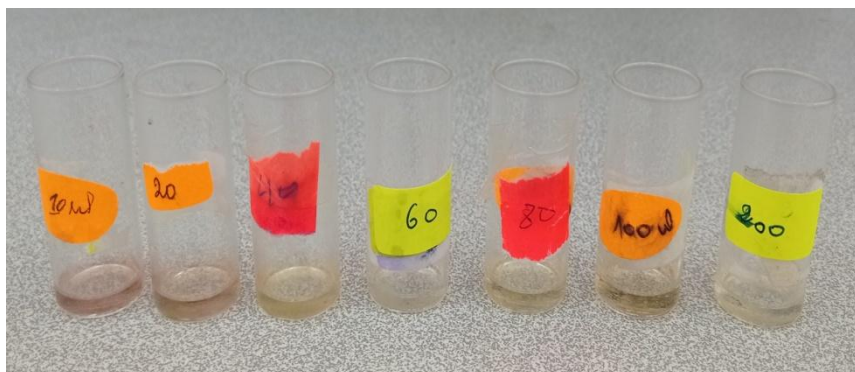


Figure III.19 Le changement de couleur du DPPH lors de la réaction avec l'extrait

Le pourcentage d'inhibition du radical de DPPH a été calculé selon la formule (8):

$$PI = [(A_0 - A_1) \times 100] \quad (8)$$

Avec :

PI: pourcentage d'inhibition.

A₀ : absorbance du control (sans extrait).

A₁ : absorbance de l'extrait après 30 min.

III.11.1 Préparation des standards (vitamine C) acide ascorbique

La vitamine C, ou acide ascorbique, connue pour ses propriétés antioxydantes est tout simplement indispensable à la vie. Celle que l'on retrouve en grande quantité dans de nombreux fruits notamment, joue un rôle important dans l'absorption du fer, des acides aminés, dans la synthèse du collagène, des stéroïdes corticosurréaliens, ainsi que des catécholamines et dans l'activité des enzymes-c-dépendantes. Un déficit en vitamine c entraîne un risque de scorbut. Déficit très rare dans les pays industrialisés [78].

◆ Mode opératoire

- On pesé 300mg de l'acide ascorbique (P%= 99 où 100%) dans un tube à essai contenant 10ml d'éthanol.
- Dans les tubes préparer :des solution des concentrations (2.5 ;5 ;10 ;20 ;40 ;60 ;80 ;100 ;200 ;300µl/ml) de l'acide ascorbique diluée.
- On met dans chaque tube 1ml de DPPH (de la solution préparer).
- Incuber pendant 30min à température ambiante.
- On Lit les absorbance à 517nm.



Figure III.20 Le changement de couleur du DPPH lors de la réaction avec acide ascorbique

Chapitre IV :
Résultats et discussion

IV.1 Introduction

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

Les graines oléagineuses et spécialement le lin sont caractérisés par leur richesse en huile.

IV.2 Rendement de germination

Le rendement de germination des grains de lin obtenu après les trois jours (sous l'air, la lumière, et à la température ambiante) est de 92%.

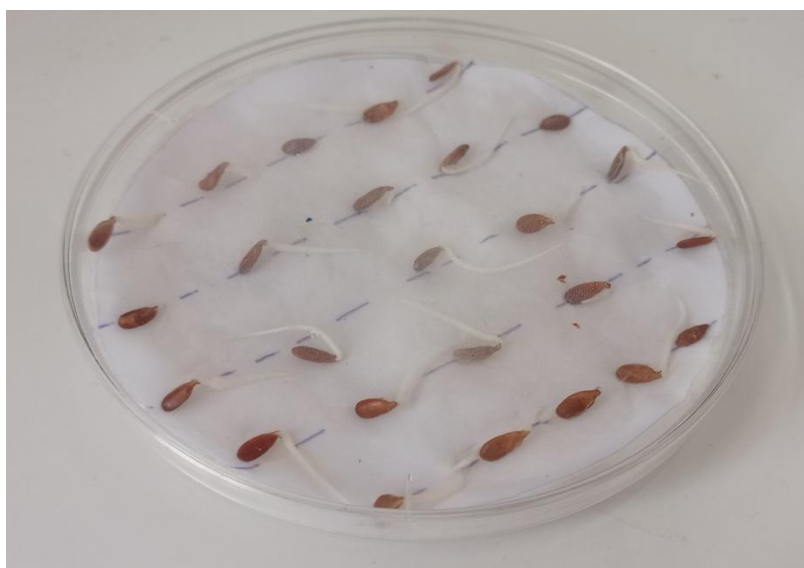


Figure IV. 1 : Test de germination des grains de lin

IV.3 Le taux d'humidité des graines

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

IV.3 1 Lit fluidisé

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

40°C			
Temps (min)	Poids avant séchage (g)	Poids après séchage (g)	Humidité R%
5	485.78	478.18	7.58
10		475.35	6.94
15		468.60	5.42
20		467.14	5.09
25		466.26	4.90
30		465.69	4.77
35		465.53	4.73
40		464.96	4.60
45		464.47	4.49
50°C			
5	427.32	414.54	6.02
10		410.59	5.01
15		409.23	4.66
20		407.52	4.23
25		406.60	3.99
30		405.40	3.68
35		405.10	3.61
40		404.10	3.35
45		403.51	3.20
60°C			
5	428.65	412.23	5.11
10		408.82	4.24
15		406.8	3.72
20		405.24	3.32
25		404.08	3.03
30		403.56	2.90
35		402.70	2.68
40		401.90	2.47
45		401.66	2.41

D'après le tableau **IV.1**, la teneur en eau finale des grains de lin atteint les valeurs de 4.49% ; 3.20% ; 2.40% aux températures de 40°C, 50°C et 60° respectivement. Pour assurer une bonne conservation, la teneur en eau doit être inférieure ou égale à 10 %.

Pour mieux présenter la variation de ces taux, des diagrammes relatifs aux valeurs des taux sont établis. (**Figure IV.2**).

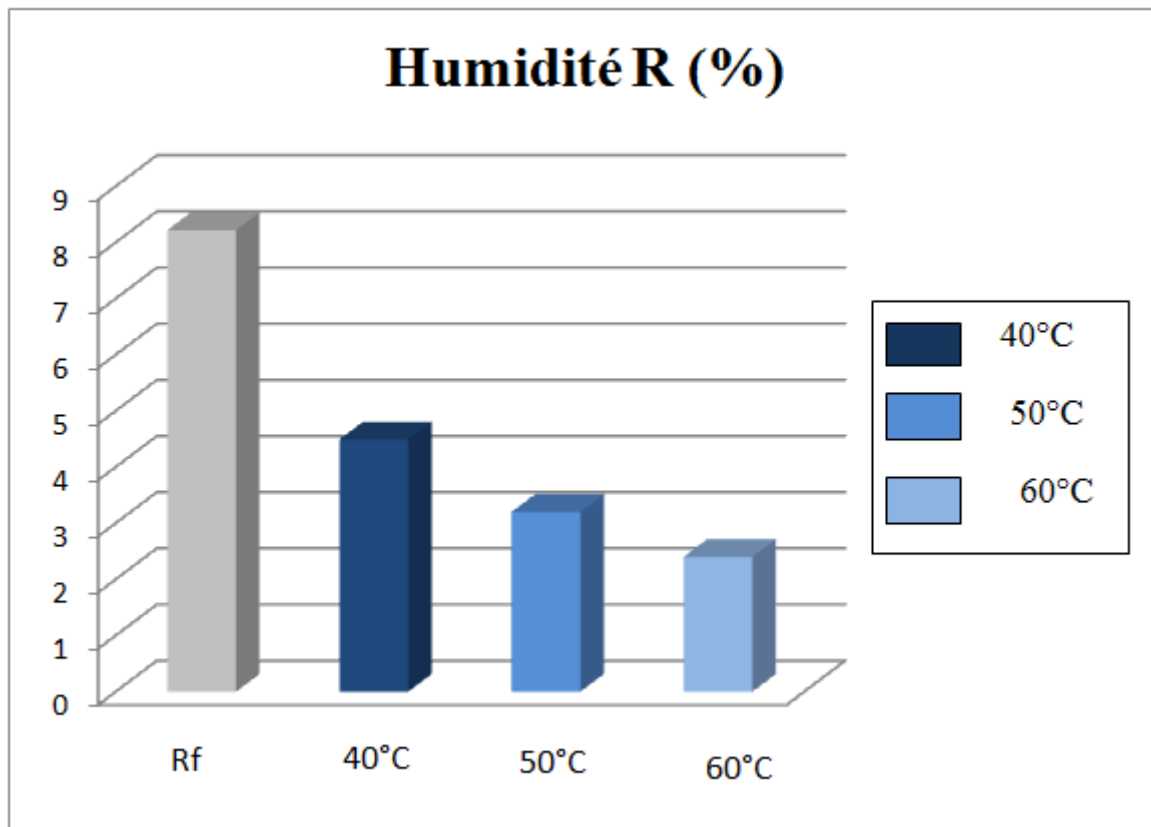


Figure IV. 2 : Teneur en eau des graines de lin après séchage par lit fluidisé.

A travers le diagramme (**Figure IV. 2**), on peut dire que la teneur en eau finale des grains de lin diminue très légèrement avec les températures.

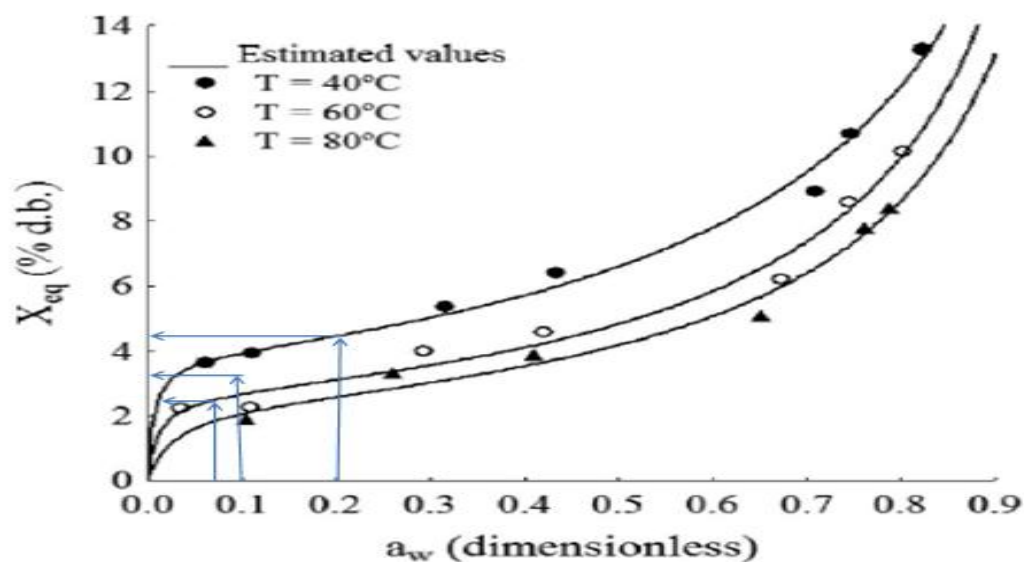


Figure IV. 3: Isothermes de désorption de l'humidité des graines de lin à différentes températures ajustées au modèle GAB [79].

IV.3.2 Micro-onde

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

100W			
Temps (min)	Poids avant séchage (g)	Poids après séchage (g)	Humidité R%
0	50	50	9.29
2 :30		49.76	8.77
5		48.89	6.86
7 :30		48.24	5.44
10		47.69	4.24
12 :30		47.11	2.9
180W			
0	50	50	9.29
2 :30		48.86	6.80
5		46.99	2.71
300W			
0	50	50	9.29
2 :30		48.15	5.25
3		47	2.73

D'après le tableau IV.2, les taux d'humidité on atteint les valeurs de 2.9% ; 2.71% ; 2.73% aux puissances 100w, 180w et 300w respectivement, Pour assurer une bonne conservation, teneur en eau doit être inférieure ou égale à 10 %. Pour mieux présenter la variation de ces taux d'humidité, des diagrammes relatifs aux valeurs sont établis.

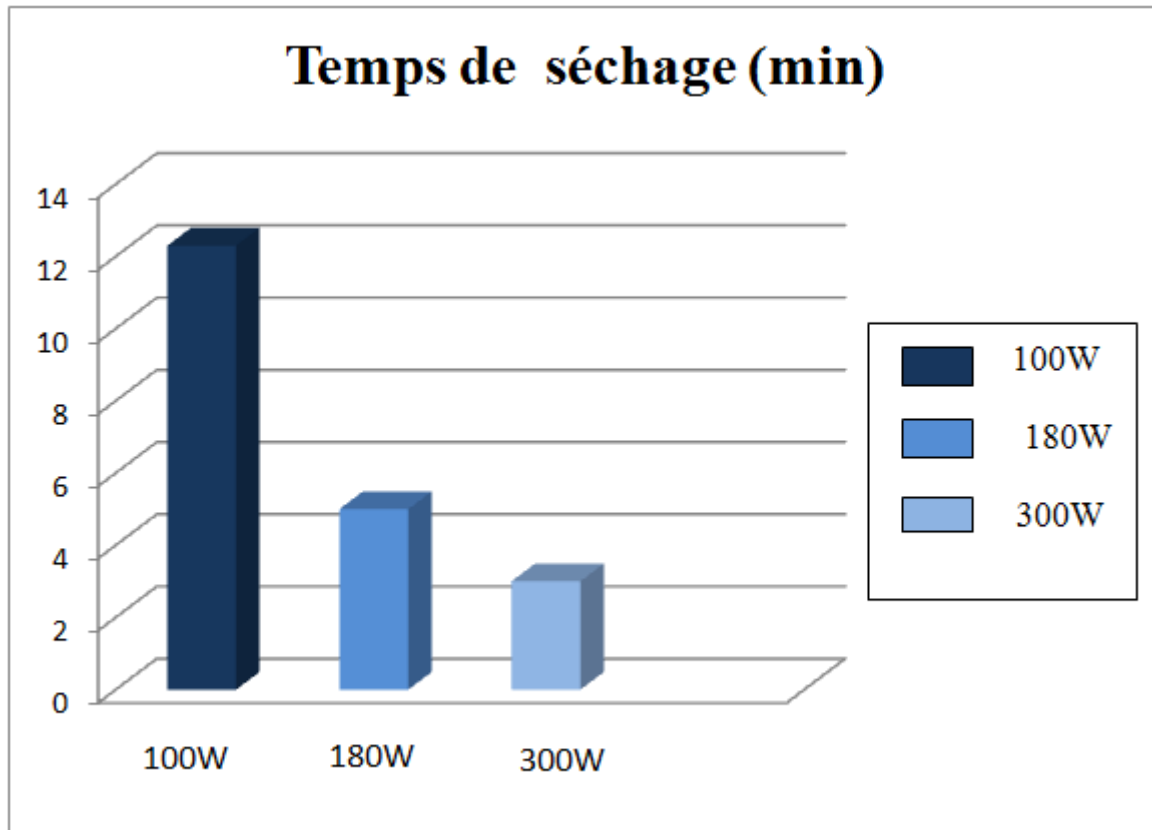


Figure IV.4 : Temps de séchage pour avoir une teneur en eau 2.7.

La Figure IV.4 représente temps de séchage pour avoir une teneur en eau 2.7. Le temps de séchage doit être respecté pour les trois puissances afin d'éviter l'évaporation de l'huile et de préserver les caractéristiques des grains.

IV.4 Résultats de séchage en lit fluidisé

Les figures IV.5, IV.6, IV.7 représentent l'évolution des températures d'entrée et de sortie du cylindre pendant le processus de séchage en lit fluidisé sous trois températures d'air chaud de 40°C, 50°C et 60°C. On observe que la température de séchage adoptée diminue pendant le contact air/produit en raison du phénomène de contact air/eau trouvée sur la surface des grains et bien sûr en raison du transfert de chaleur qui aura lieu pendant le contact air/eau/grain.

La stabilité de la température est remarquée à partir de la 8 minute.

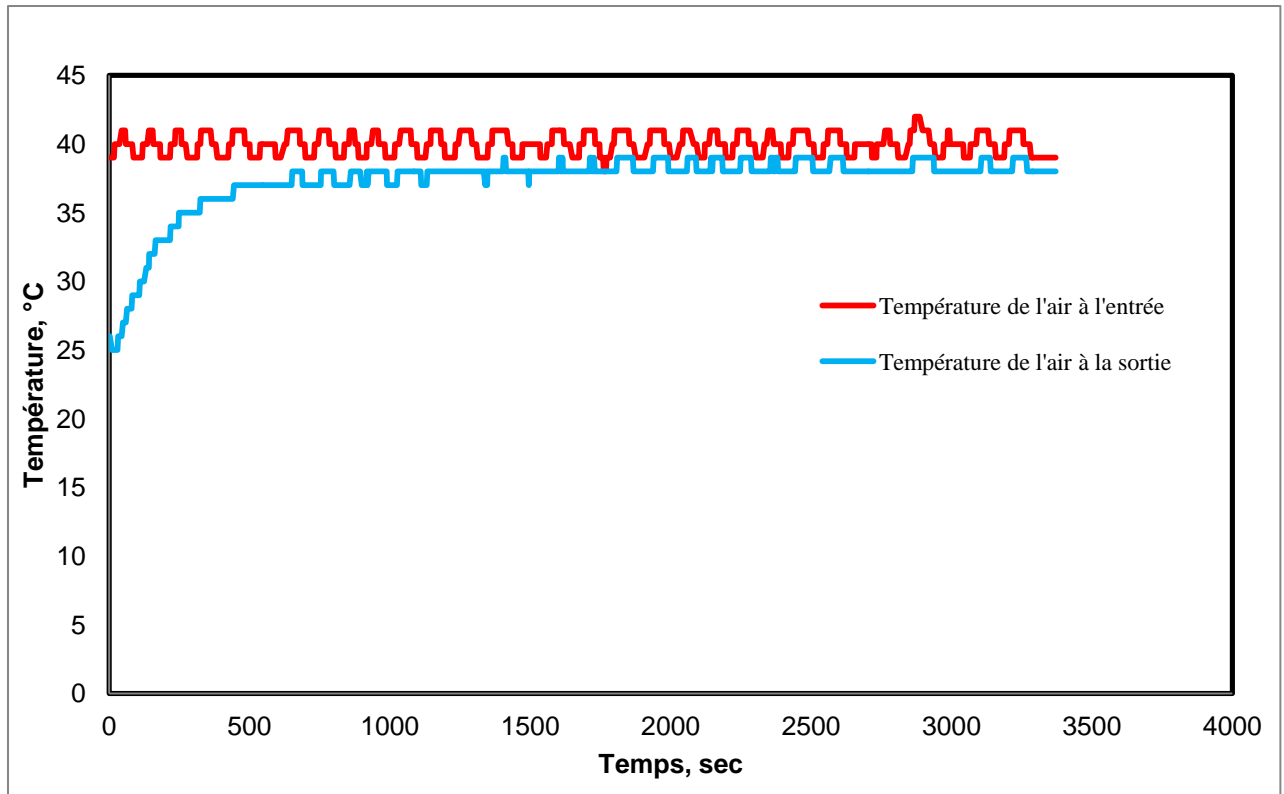


Figure IV. 5 : Evolution de la température de l'air dans le cylindre du séchage à 40°C.

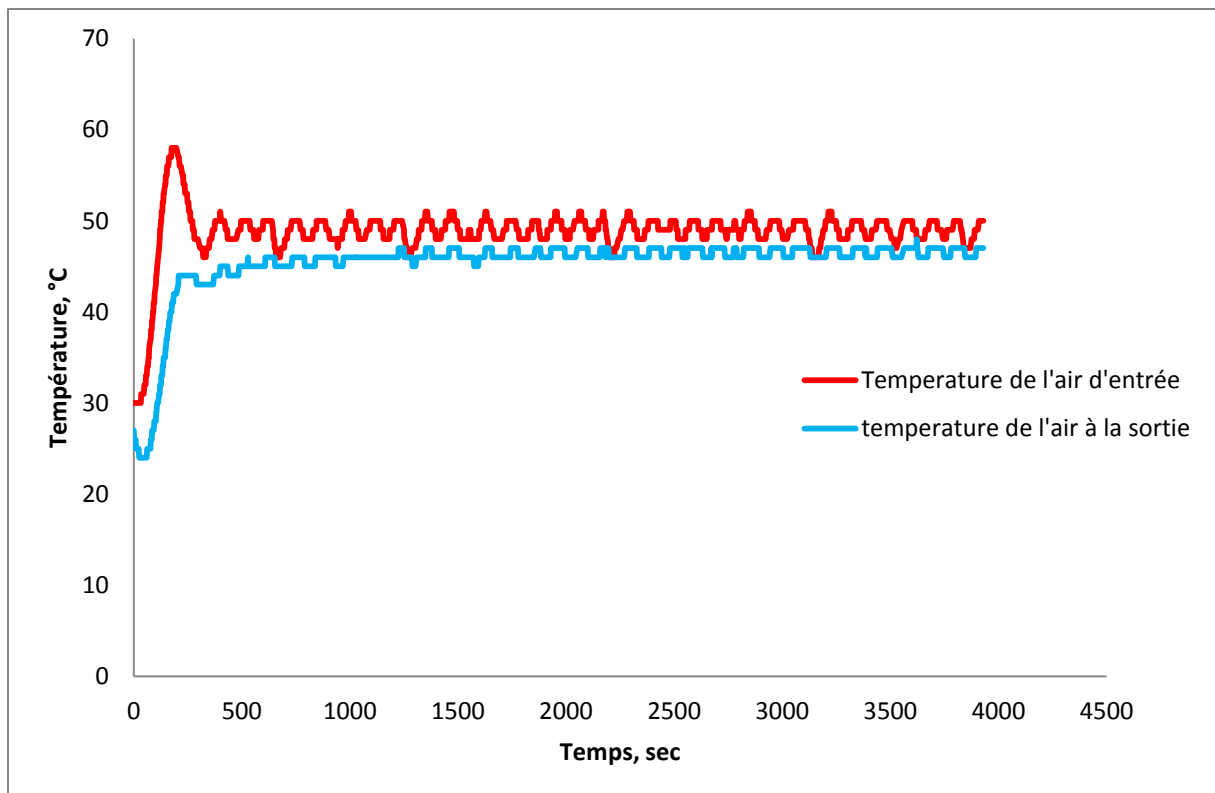


Figure IV. 6 : Evolution de la température de l'air entre l'entrée et la sortie du cylindre du séchage à 50°C.

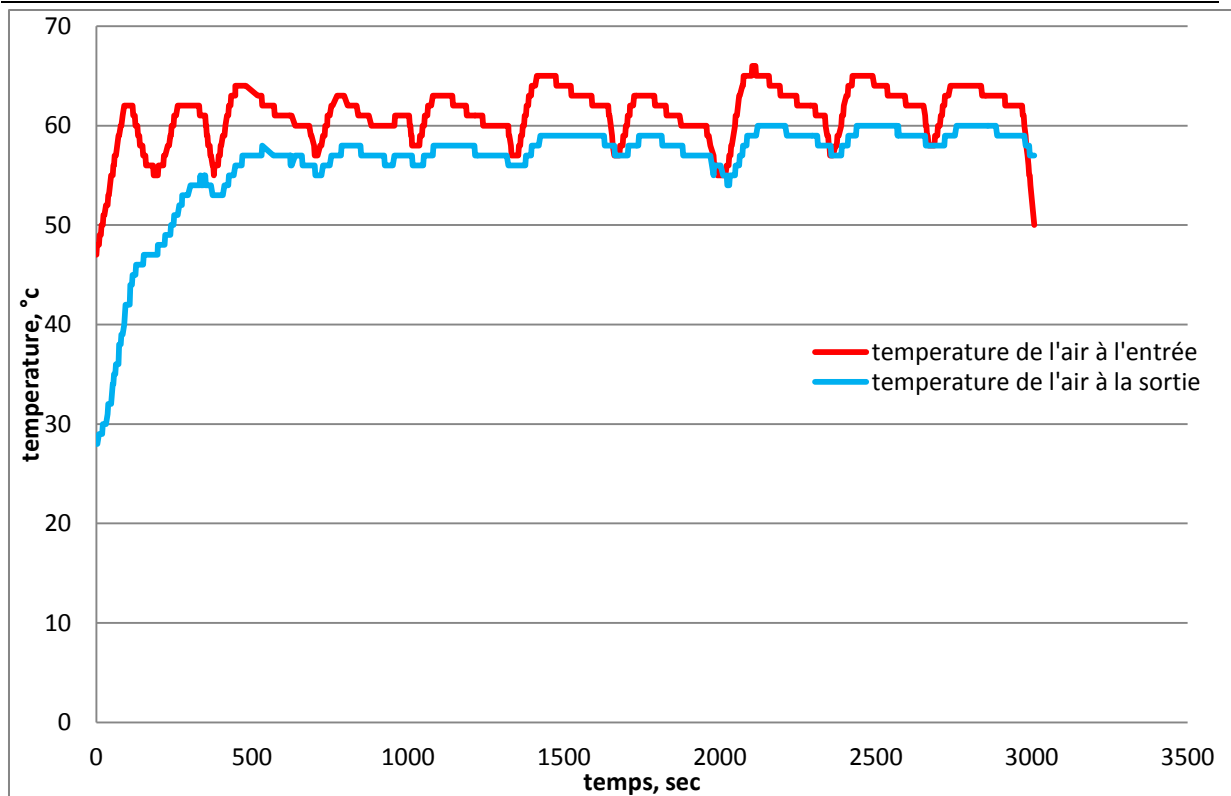


Figure IV.7: Evolution de la température de l'air entre l'entrée et la sortie du cylindre du séchage à 60°C.

Les **figures IV.8, IV.9, IV.10** représentent l'évolution de l'humidité d'entrée et de sortie du cylindre de séchage pendant le processus de séchage en lit fluidisé sous trois températures d'air chaud de 40°C, 50°C et 60°C. On observe que la température de séchage adoptée diminue lors du contact air/produit en raison du phénomène de contact air/eau constaté à la surface des grains et bien sûr en raison du transfert de matière qui aura lieu lors du contact air/eau/grain.

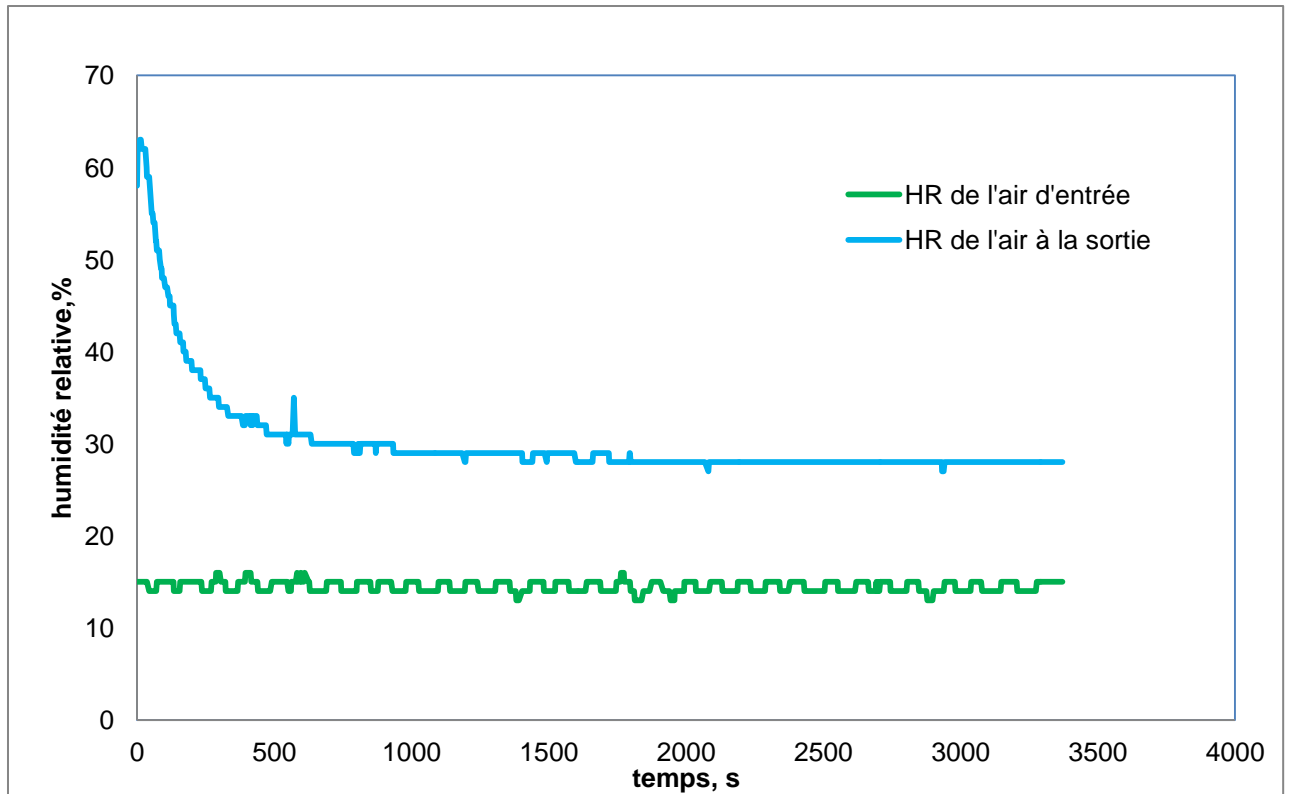


Figure IV.8: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 40°C.

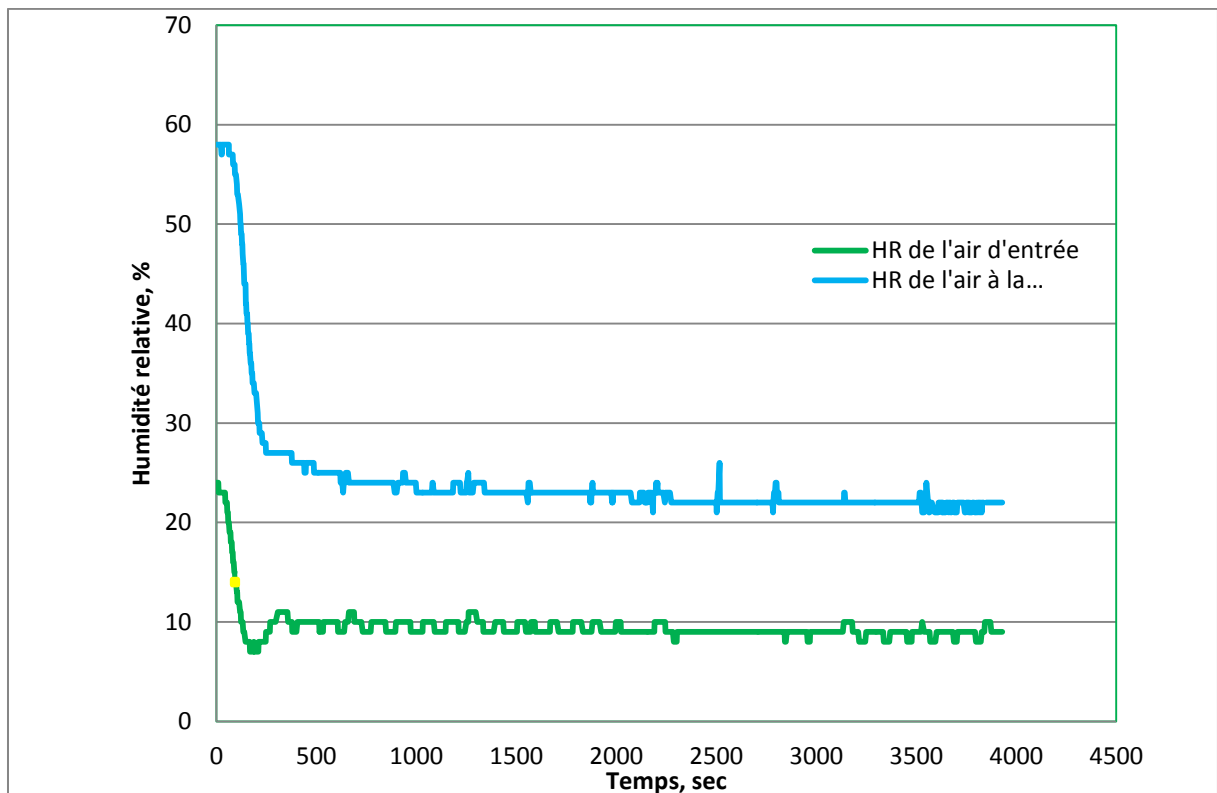


Figure IV.9: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 50°C.

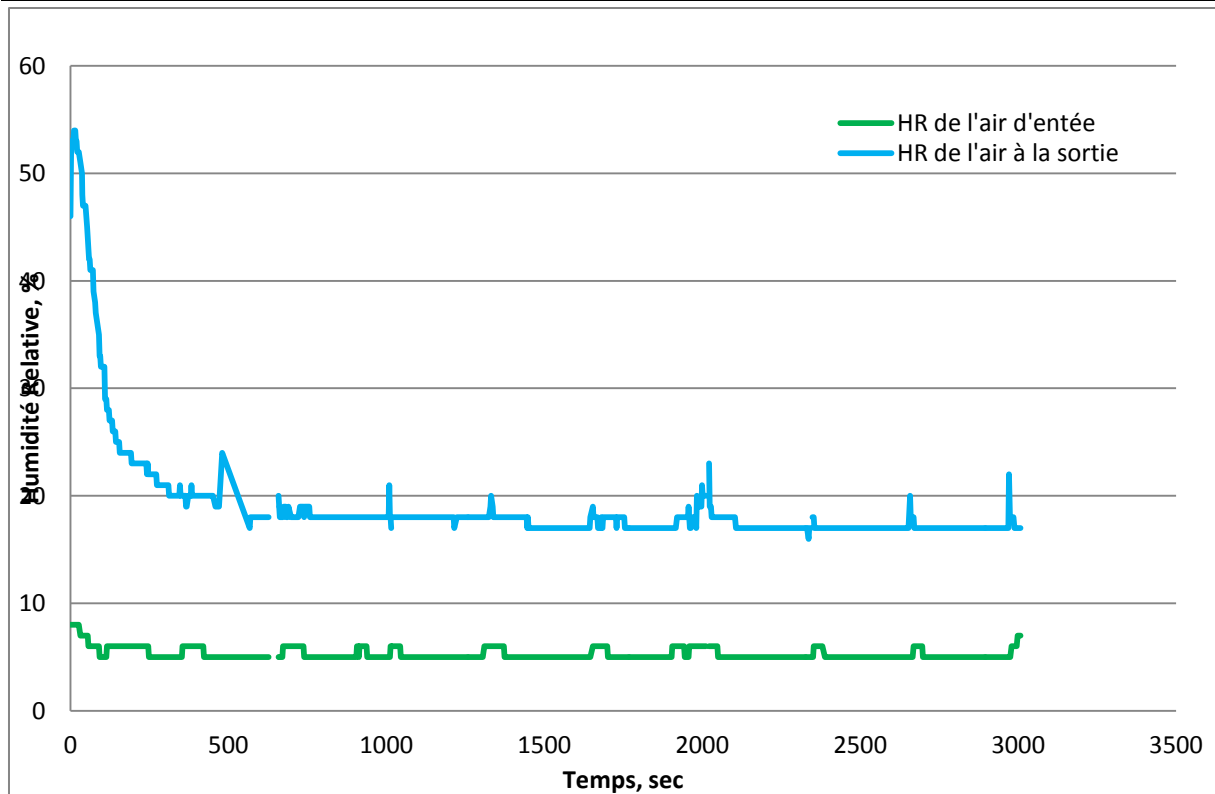


Figure IV.10: Evolution de l'humidité de l'air dans le cylindre du séchage à 60°C.

Les **figures IV.11, IV.12, IV.13** représentent l'évolution de teneur en eau du cylindre de séchage pendant le processus de séchage en lit fluidisé sous trois températures d'air chaud de 40°C, 50°C et 60°C.

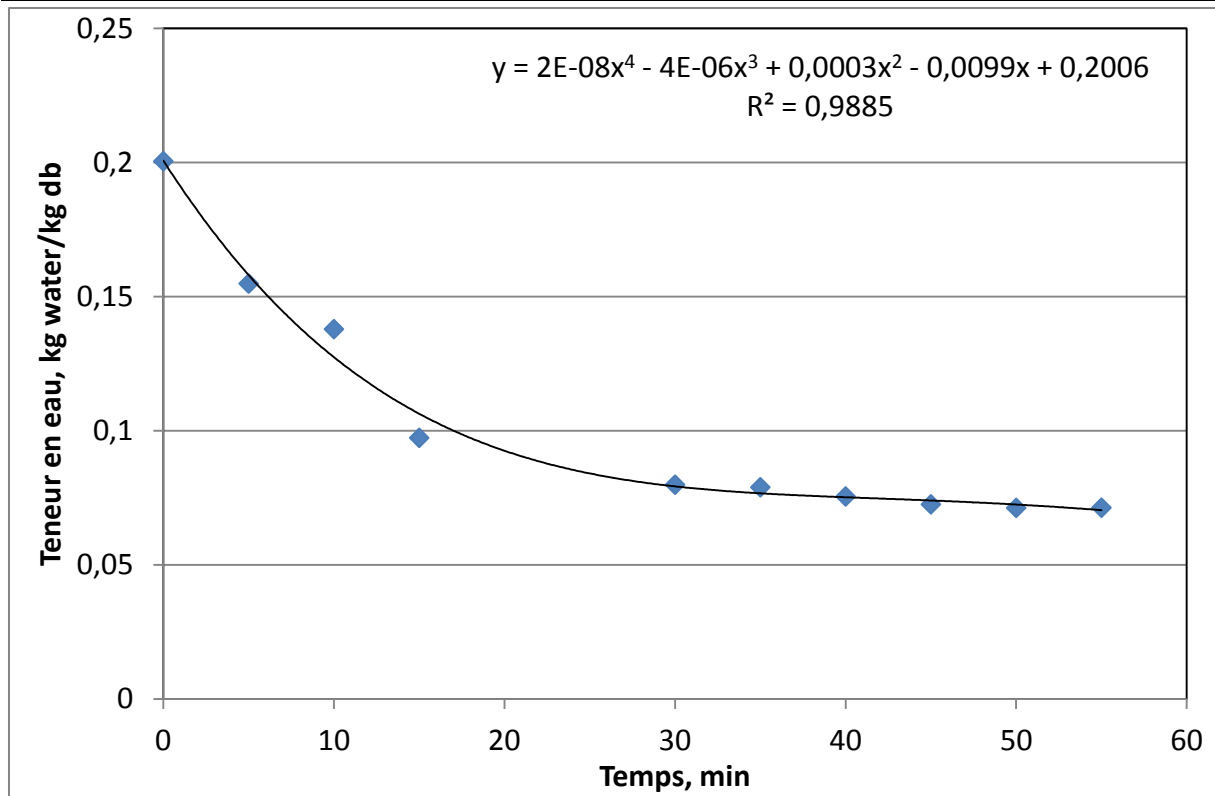


Figure IV.11: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 40°C.

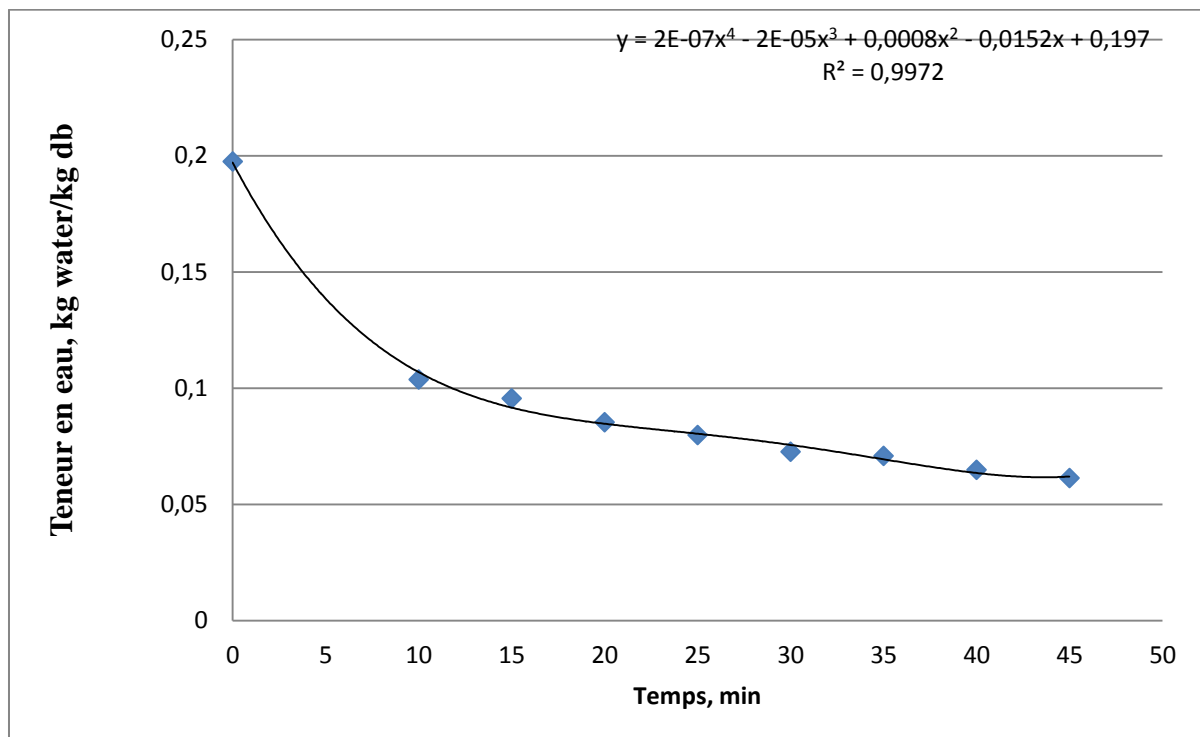


Figure IV.12: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 50°C.

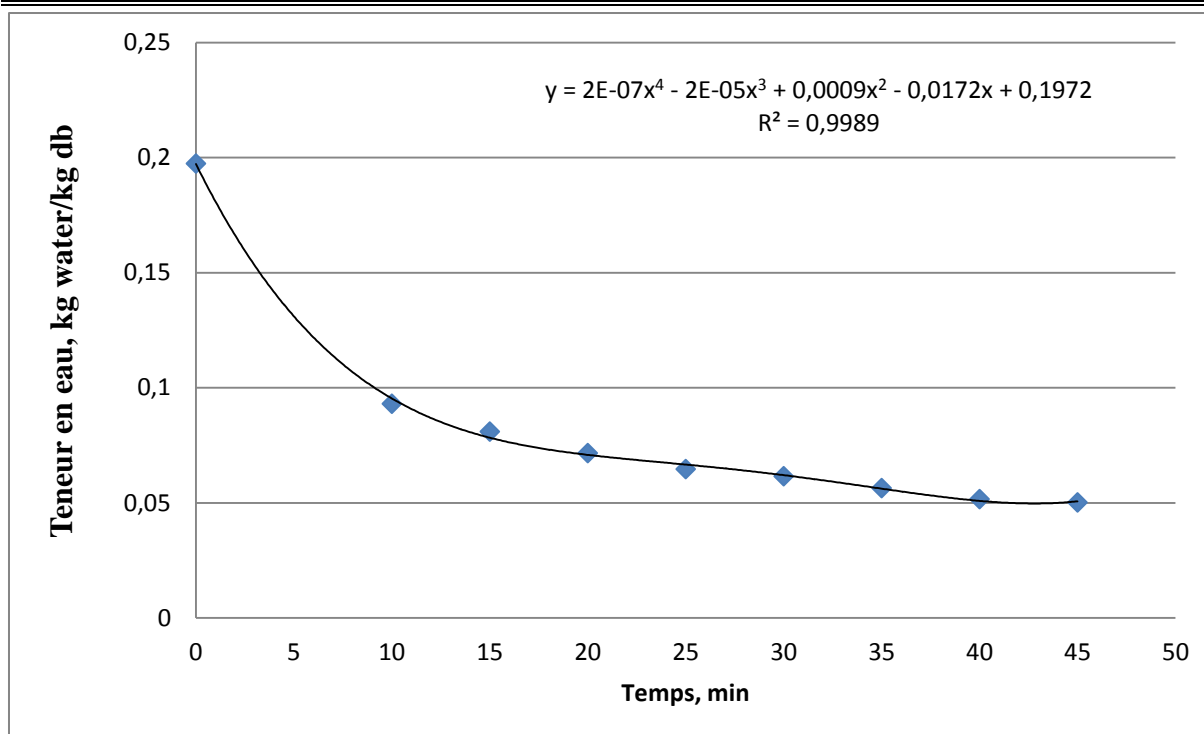


Figure IV.13: Evolution de teneur en eau dans le cylindre du séchage à 60°C.

IV.5.L'extraction des huiles

IV.5.1 Rendement

L'étape d'extraction par Soxhlet a permis d'obtenir des rendements variables selon le mode de séchage utilisé et dont les valeurs sont représentées par les **tableaux IV.3** et **IV.4**

IV.5.1.1 Valeurs de rendement d'extraction d'huile de lin de four microondes

Tableau IV. 3 : Rendement des huiles des graines de lin sécher par microonde

	P avant	P huiles	R %
Sans séchage	20	8.9	44.5
100W	20	8.06	40.3
180W	20	7.42	37.1
300W	20	6.93	34.65

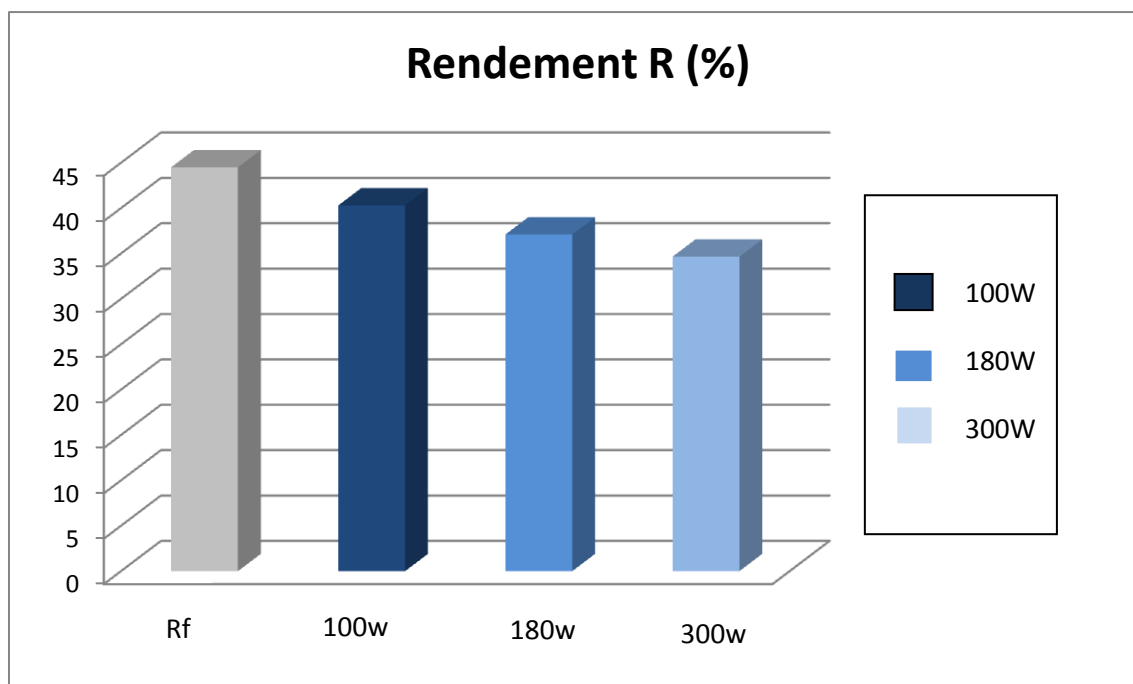


Figure IV. 14: Rendement en huile pour le cas de séchage par micro-onde des grains de lin.

IV.5.1.2 Valeurs de rendement d'extraction d'huile de lin de four lit fluidisé

Tableau IV. 4 : Rendement des huiles des graines de lin sécher par lit fluidisé

	P avant	P huiles	R%
40 °C	20	10.94	54.70
50 °C	20	10.2	51
60 °C	20	8.86	44.30

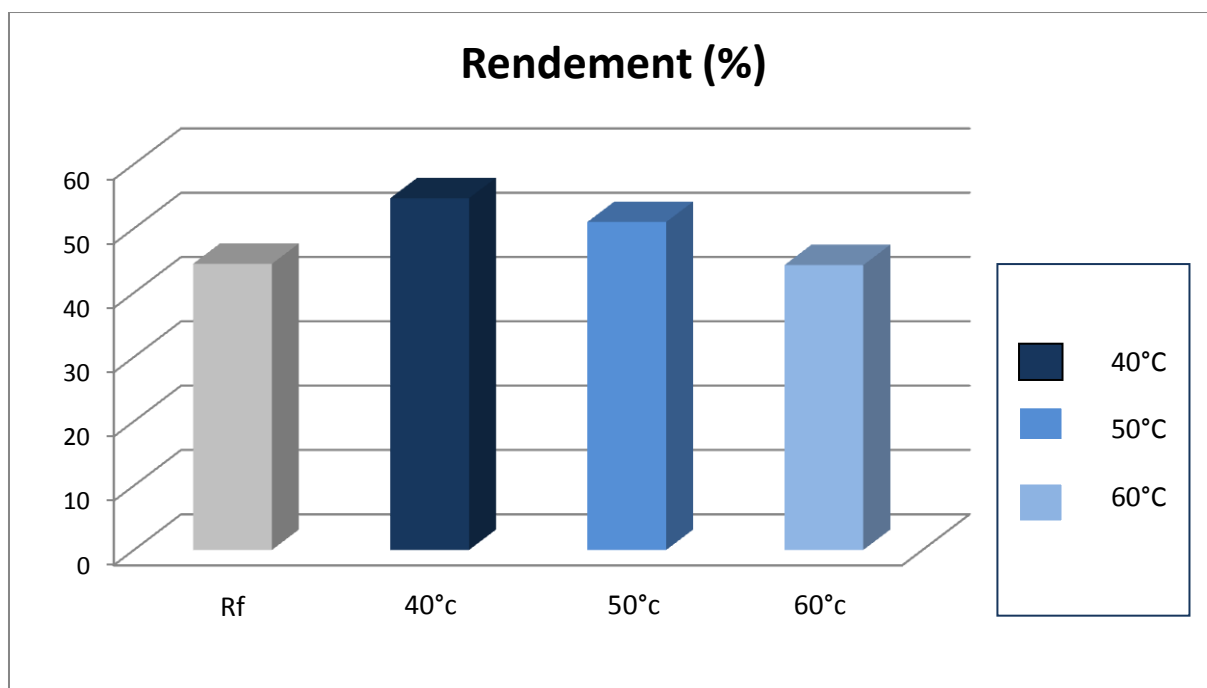


Figure IV. 15: Rendement en huile pour le cas de séchage par lit fluidisé des grains de lin.

A travers les diagrammes des **figures IV.14** et **IV.15**, on peut dire que les rendements en huiles diminuent très légèrement avec les températures pour le cas de séchage par microonde d'une valeur de 3 à 4% pour les puissances 100w, 180w et 300w. En revanche, la variation du rendement en huile est de 7% entre 50°C à 60°C. Pour le séchage sur lit fluidisé, la variation des rendements en fonction de la température semble être plus importante que celle obtenue par microonde.

IV.5.2 L'analyse physico-chimique des huiles de lin

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

IV.5.2.1 Séchage par lit fluidisé

Les valeurs relatives aux propriétés physico- chimiques d'huile des grains de lin sont rapportées dans le tableau **IV.5**.

Tableau IV. 5 : Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchés par lit fluidisé.

	Référence	40°C	50°C	60°C
Indice de réfraction	1.469	1,467	1,455	1,453
pH	5.15	5.23	5.18	5.31
Indice d'acide (I _A) (mg KOH/g d'huile)	0.00953	0.00336	0.00224	0.00336
Indice d'ester (I _E) (mg KOH/g d'huile)	151.4604	67.31664	8.41276	56,09664
Indice de saponification (I _S) (mg KOH/g d'huile)	151.47	67.31336	8.41224	56.09336

➤ **L'indice de réfraction**

L'indice de réfraction représente aussi un critère de pureté de l'huile. Il dépend de la composition chimique des huiles et de la température. Généralement, l'indice augmente avec l'insaturation ou la présence de produit secondaire

On remarque une diminution des valeurs de l'indice de réfraction après l'opération de séchage aux différentes températures étudiées par rapport à celle de la référence (1,474). Ceci peut être attribué à l'évaporation de l'eau lors de séchage et également à la modification de la composition de l'huile.

➤ **pH**

D'après le **tableau .IV.5**, on constate que les valeurs du pH observées restent presque stables.

➤ **Indice d'acide**

L'indice d'acide, indique la pureté de l'huile, lorsqu'il augmente, cela signifie que l'huile est détériorée

Pour les indices d'acide, on remarque une diminution des valeurs entre 40°C à 50°C, puis une augmentation de l'indice d'acide à 60°C. Ceci s'explique par la libération des acides libres à l'intérieur de la graine.

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

L'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile.

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

IV.5.2.2 Séchage par Micro-onde

Tableau IV. 6 : Les paramètres physico-chimiques d'huile des grains de lin séchés par micro-onde.

	Référence	100W	180W	300W
Indice de réfraction	1.469	1,452	1,453	1,454
pH	5.15	5.37	5.38	5.27
Indice d'acide (I _A) (mg KOH/g d'huile)	0.00953	0.00224	0.00336	0.00448
Indice d'ester (I _E) (mg KOH/g d'huile)	151.4604	187.93276	117.80664	81.34052
Indice de saponification (I _S) (mg KOH/g d'huile)	151.47	187.9322	117.80336	81.34448

A partir de la lecture des résultats illustrés dans le (tableau IV.6) on constate :

➤ **L'indice de réfraction**

On remarque une diminution des valeurs de l'indice de réfraction après l'opération de séchage aux différentes puissances étudiées par rapport à celle de la référence (1,469). Ceci peut être attribué à l'évaporation de l'eau lors de séchage et également à la modification de la composition chimique de l'huile.

➤ **pH**

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

➤ **Indice d'acide**

Pour l'indice d'acide, on remarque qu'il augmente pour les puissances de 100W à 300W, et diminue par rapport à la référence.

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

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

IV.6 Activité antioxydante

L'activité antioxydante pour les extraits vis-à-vis du radical DPPH a été évaluée spectrophotométriquement en suivant la réduction de ce radical qui s'accompagne par son passage de la couleur violette à la couleur jaune mesurable à 515nm.

L'évaluation de l'activité antioxydante exprimée en équivalence d'acide ascorbique, la méthode consiste à comparer l'absorbance de nos échantillons à celle d'une droite d'étalonnage qui relie l'absorbance à la concentration en l'un des étalons.

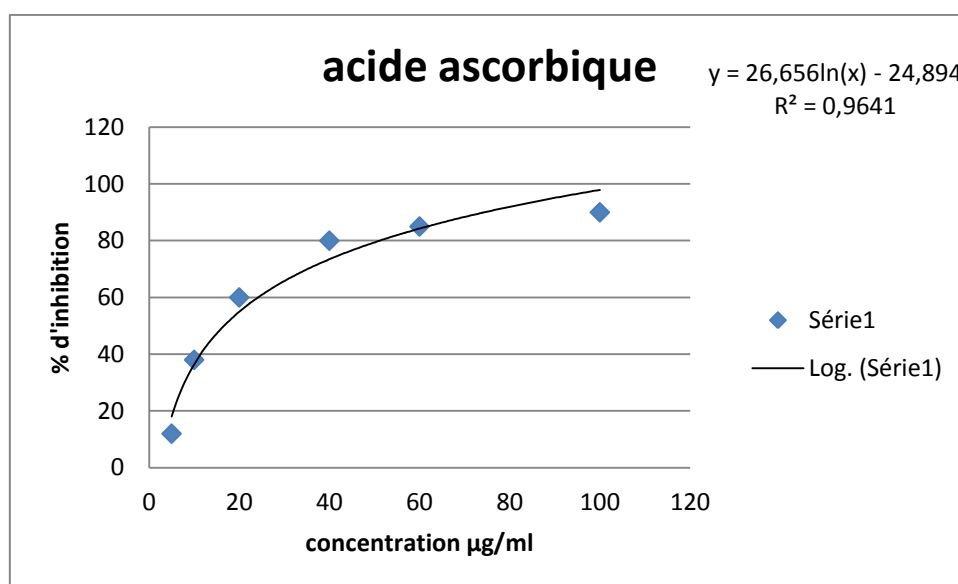


Figure IV. 16: La courbe d'étalonnage de l'acide ascorbique.

La figure IV.17 représente % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pendant le processus de séchage en lit fluidisé sous trois températures d'air chaud de 40 °C, 50°C et 60°C.

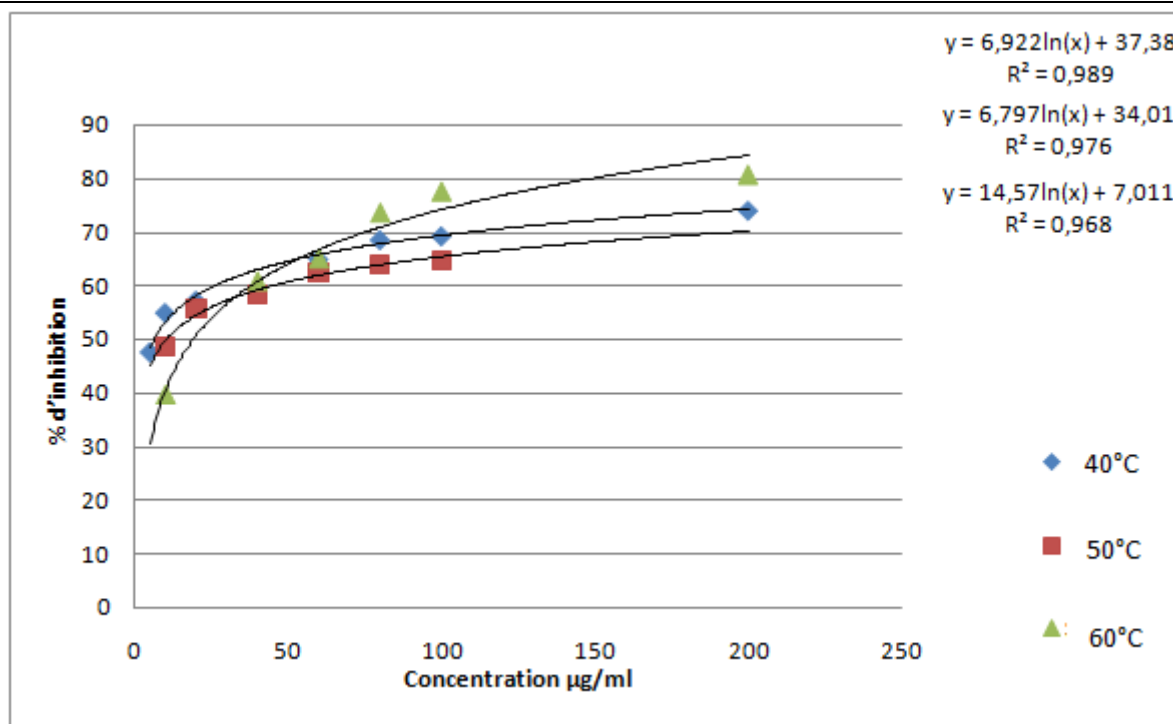


Figure IV. 17: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour l.it fluidisé

La capacité antioxydant des extraits a été déterminée à partir de l'IC50, c'est la concentration nécessaire pour réduire 50% du radicale DPPH. Plus la valeur d'IC50 est basse, plus l'activité antioxydante d'un composé est grande.

Nous avons déterminés pour chaque température, la concentration nécessaire pour réduire 50% du radical libre DPPH ou IC50. À partir des équations des graphes.

Les valeurs sont représentées dans le **tableau IV.7** :

Tableau IV. 7 : le pouvoir antioxydant (exprimé par IC50) de standard et des extraits testés pour différent températures.

L'échantillon	IC50
Acide ascorbique	16.603 µg/ml
Extrait pour 40°C	6.186 µg/ml
Extrait pour 50°C	10.504 µg/ml
Extrait pour 60°C	19.105 µg/ml

D'après les résultats présentés dans le tableau IV.7, l'IC50 obtenu pour l'acide ascorbique (16.603 µg/ml), est utilisé comme référence, est supérieur à ceux des extraits pour les températures 40°C et 50°C et donc, une activité antioxydante très élevée.

Cependant, l'IC50 obtenu à température 60°C est supérieur à celle de l'acide ascorbique à travers ces résultats on peut dire que la température 40°C, présente l'activité antioxydante la plus élevée 6.186 µg/ml, par rapport l'acide ascorbique, ceci s'explique par la libération des composés antioxydant des cellules internes. A partir de 60°C, on assiste à la destruction des antioxydants.

La figure IV.18 représente le pourcentage d'inhibition du DPPH pour l'huile de lin pendant le processus de séchage en micro-onde sous trois puissances 100W, 180W et 300W.

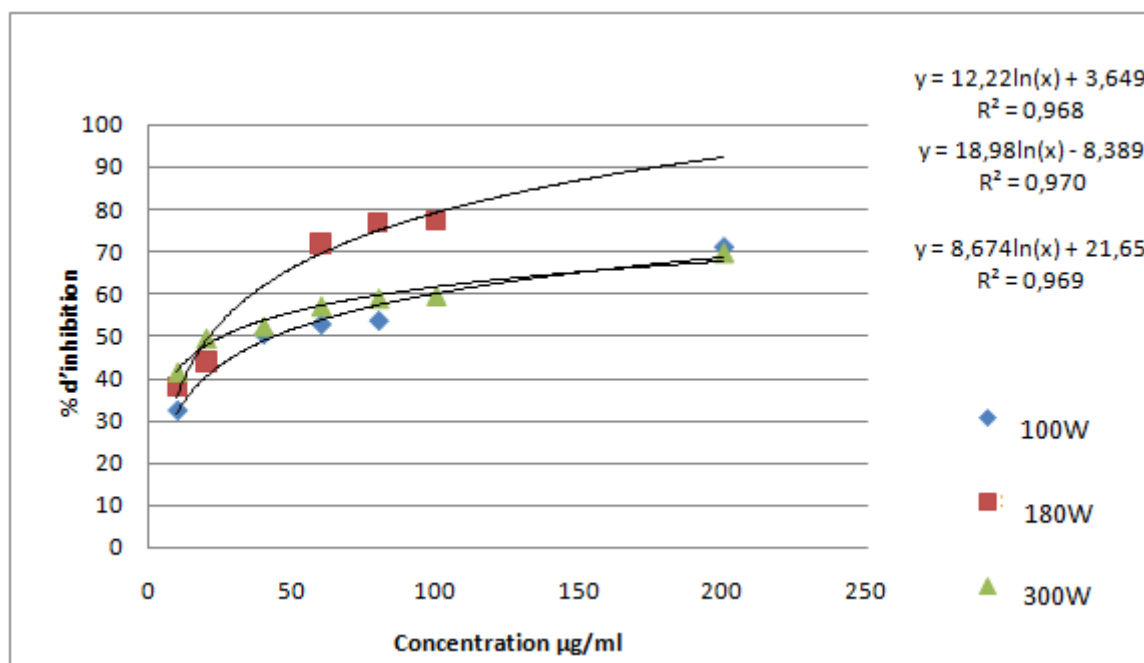


Figure IV.20: courbe de % d'inhibition du DPPH par l'huile de lin pour micro ondes.

Tableau IV. 8 : le pouvoir antioxydant (exprimé par IC50) de standard et des extraits testés pour différent puissances.

L'échantillon	IC50
Acide ascorbique	16.603 µg/ml
Extrait pour 100W	44.265 µg/ml
Extrait pour 180W	21.649µg/ml
Extrait pour 300W	26.245 µg/ml

D'après les résultats présentés dans le tableau IV.8, l'IC50 obtenu pour l'acide ascorbique (16.603 µg/ml), La puissance optimale qui présente une bonne activité antioxydante est la puissance de 180w, avec une valeur de 21.649µg/ml, puis 300W et 100 W.

IV.7 Dosage des polyphénols totaux et flavonoïdes

Afin de caractériser les extraits préparés à partir des graines de *Linum usitatissimum*, un dosage des polyphénols totaux et des flavonoïdes a été effectué. La raison principale pour le choix de ces substances réside dans le fait que la majorité des propriétés antioxydante des plantes sont attribués par ces métabolites secondaires.

IV.7.1 Dosage des phénols totaux

Le dosage des poly-phénols totaux a été effectué par la méthode spectrophotométrique de Folin-Ciocalteu, en utilisant comme standard l'acide gallique. Les teneurs en polyphénols totaux sont exprimés en mg EAG/g d'extrait. Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par gramme d'extrait (mg EAG/g), en utilisant l'équation de la régression linéaire de la courbe d'étalonnage tracée de l'acide gallique.

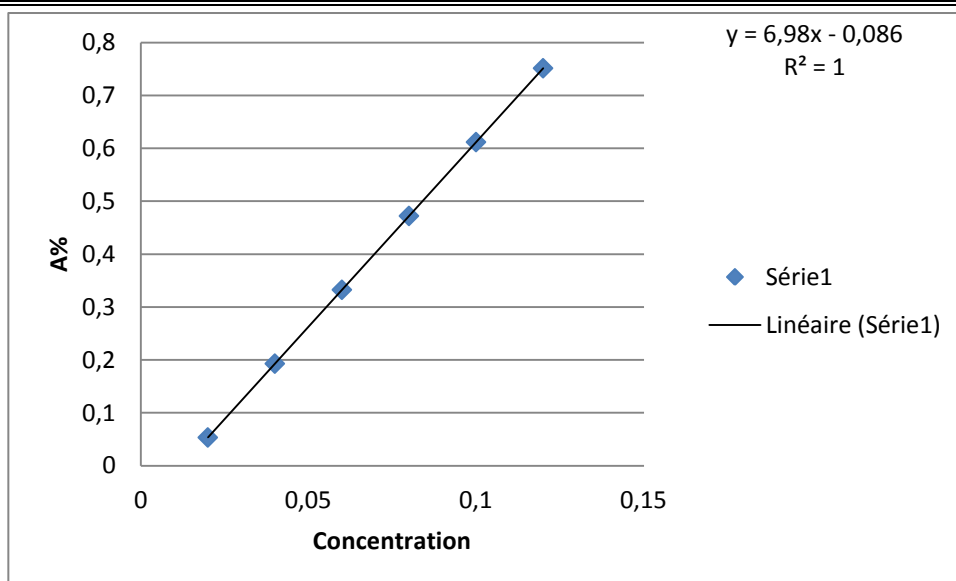


Figure IV.23: La courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

D'après **Figure. IV. 24** et **Figure. IV. 25** Les concentrations en polyphénols totaux, pour le micro-onde est optimale à 300 w avec une valeur de 9.4419mg EAG/g. Par contre, le lit fluidisé à la valeur optimale la plus élevée en polyphénols 11.0491 mg EAG/g, à une température de 60°C.

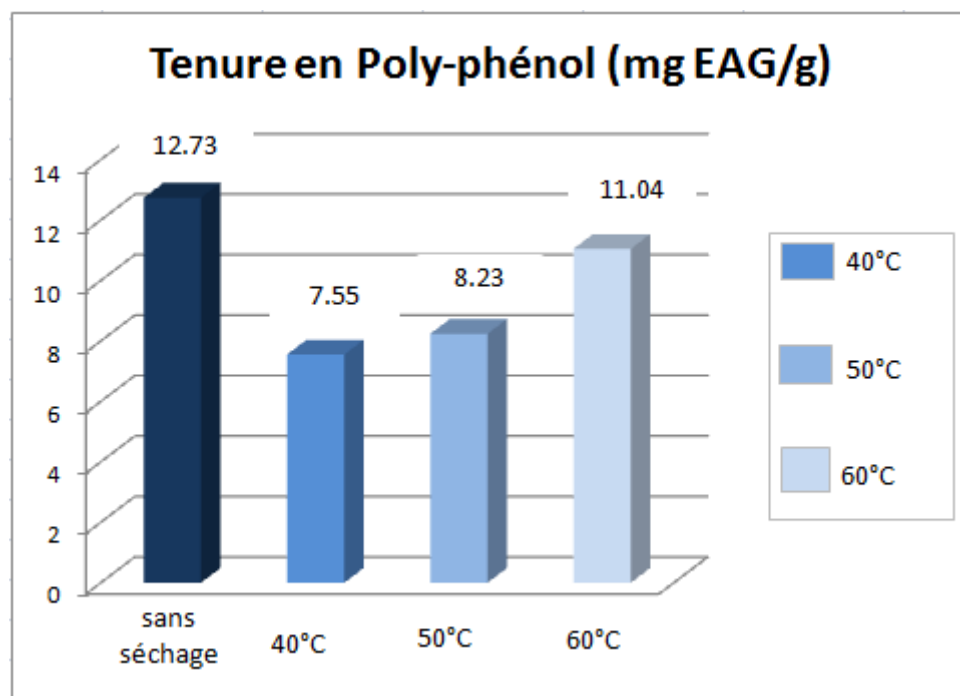


Figure IV. 24: Teneur en polyphenol dans des différent extraits testés par lit fluidisé.

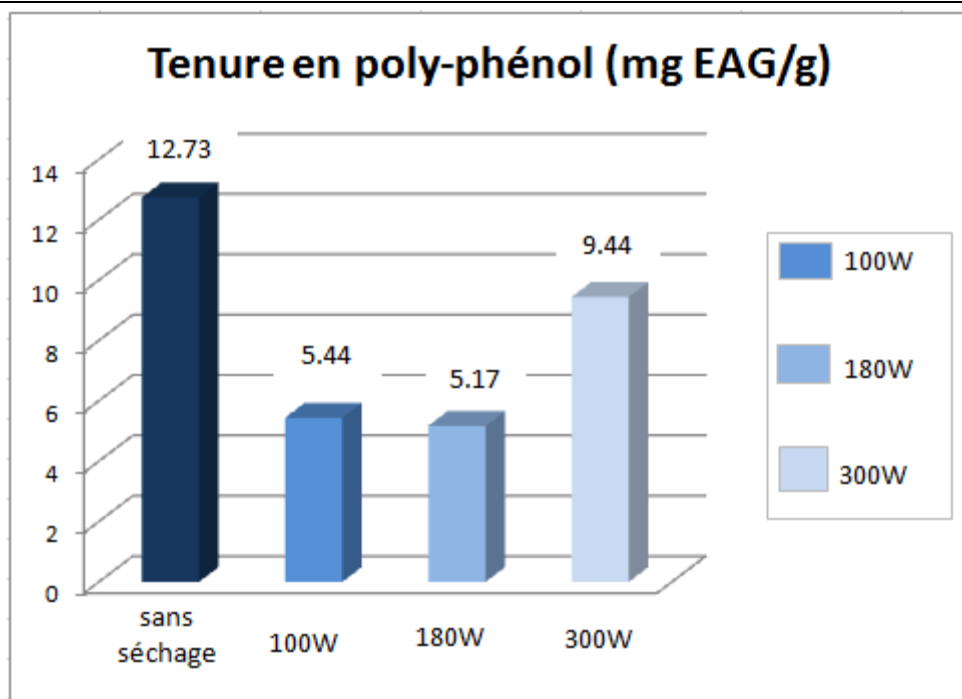


Figure IV. 25: Teneur en polyphenol dans des différent extraits testés par micro-onde.

IV.7.2 Teneur en flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes dans les extraits éthanoliques du lin a été réalisé selon la méthode utilisant l' AlCl_3 . Les résultats obtenus sont exprimés en mg équivalent de quercétine par g de l'extrait (mg EQ/g EX).

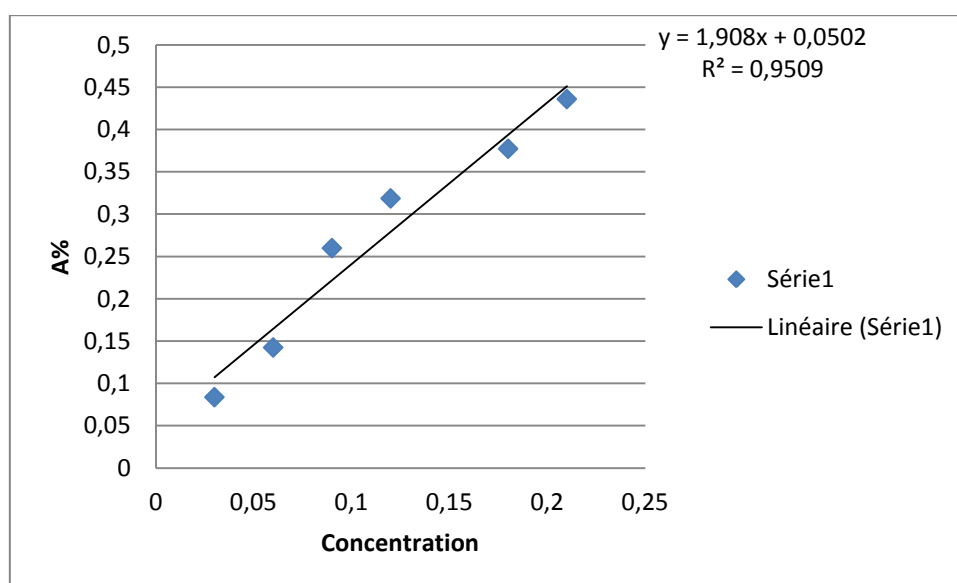


Figure IV.26: La courbe d'étalonnage de l'acide de la quercétine.

Les **Figures. IV. 27** **Figure. IV. 28** montrent que, Les flavonoïdes, présentent une valeur optimale de 0.3277 mg EQ/g EX à 50°C, pour le lit fluidisé et une valeur optimale de 0.5119mg EQ/g EX à une puissance de 300w pour le micro-onde.

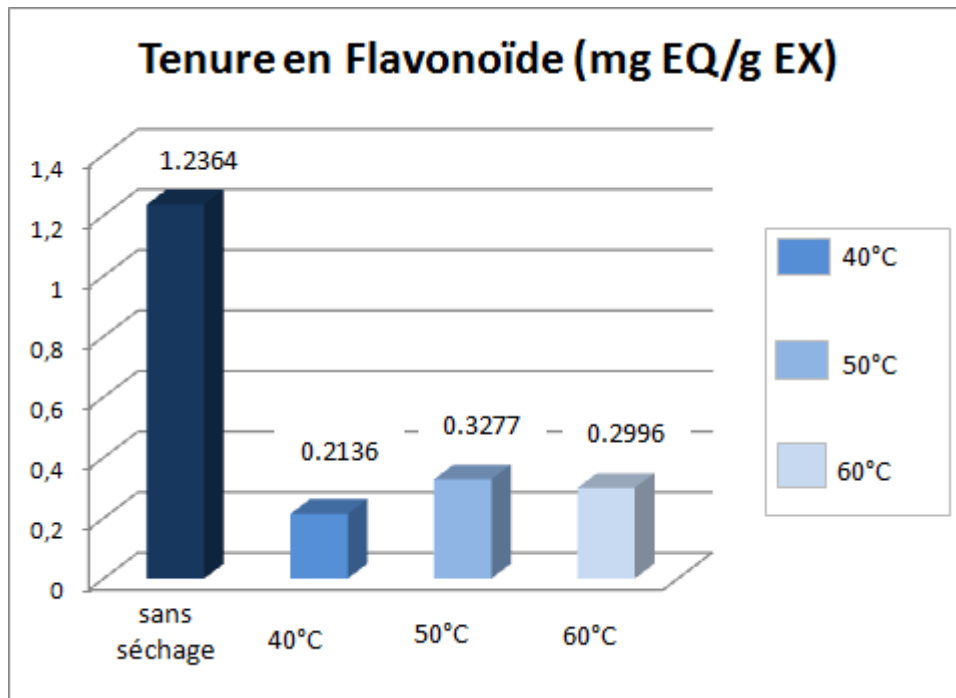


Figure IV. 27: Teneur en Flavonoïde dans des différent extraits testés par lit fluidisé.

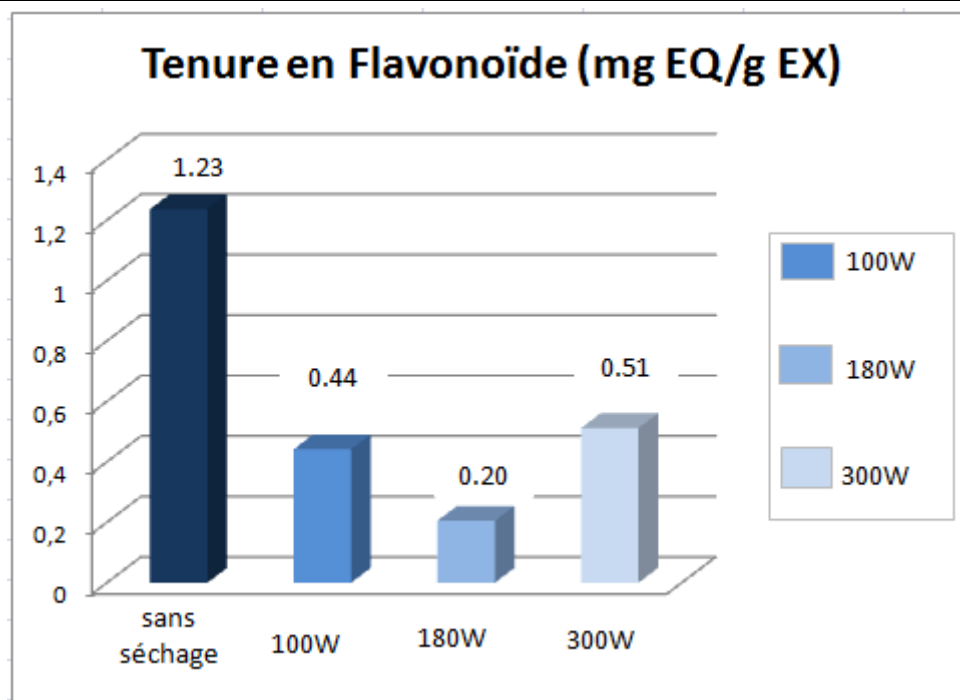


Figure IV. 28: Teneur en Flavonoïde dans des différent extraits testés par micro-onde.

IV.7.3 Teneur en Tanins

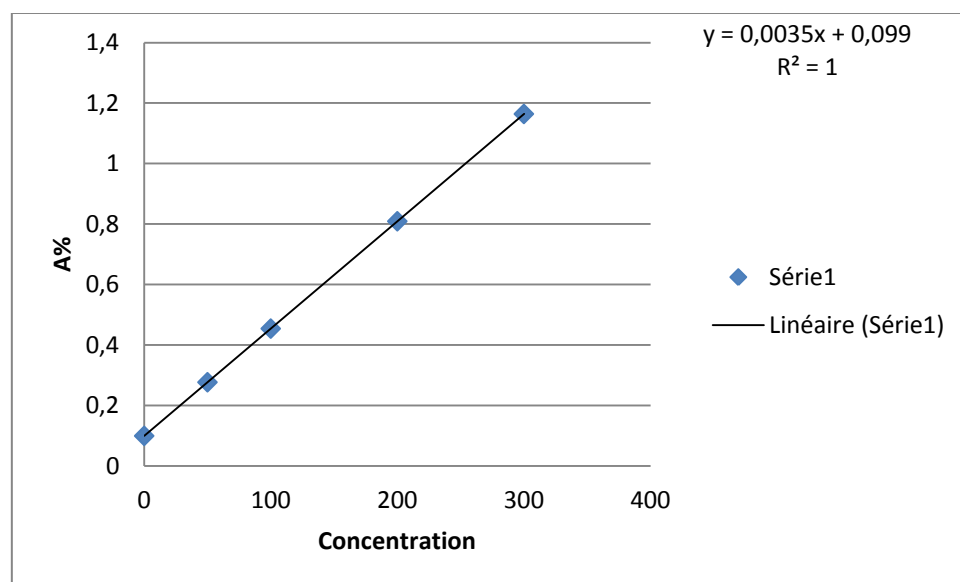


Figure IV.29: La courbe d'étalonnage de l'acide catéchine.

Les **Figures. IV. 30** **Figure. IV. 31**, montrent que La concentration optimale pour les tanins est de 406.89 mg EC/g EX à la température 60°C pour le lit fluidisée et 411.49 mg EC/g EX à 300w pour le micro-onde.

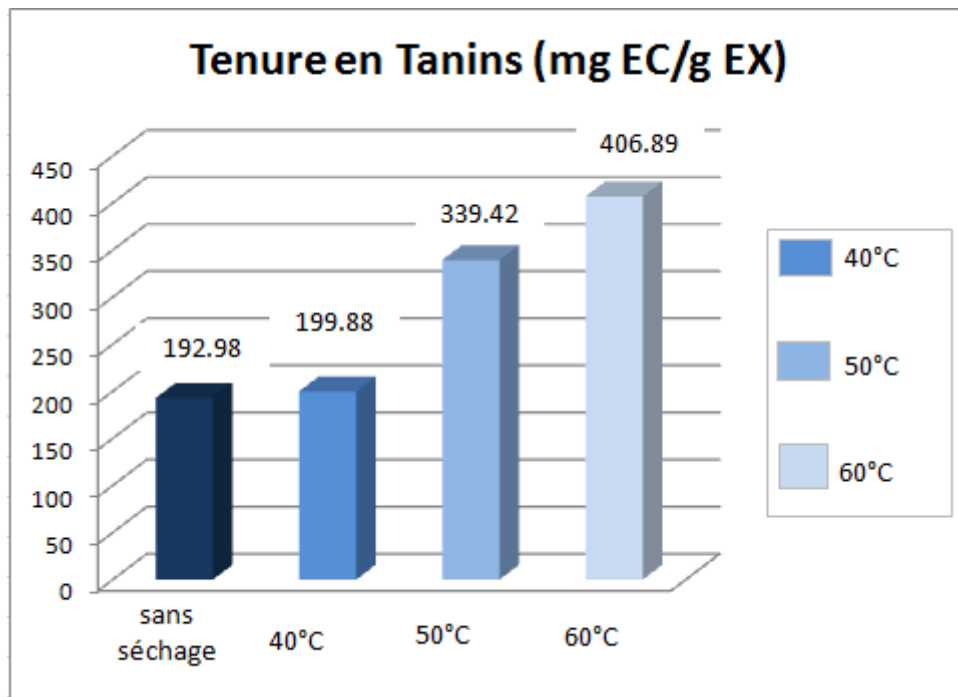


Figure IV.30 : Teneur en tanins dans des différent extraits testés par lit fluidisé.

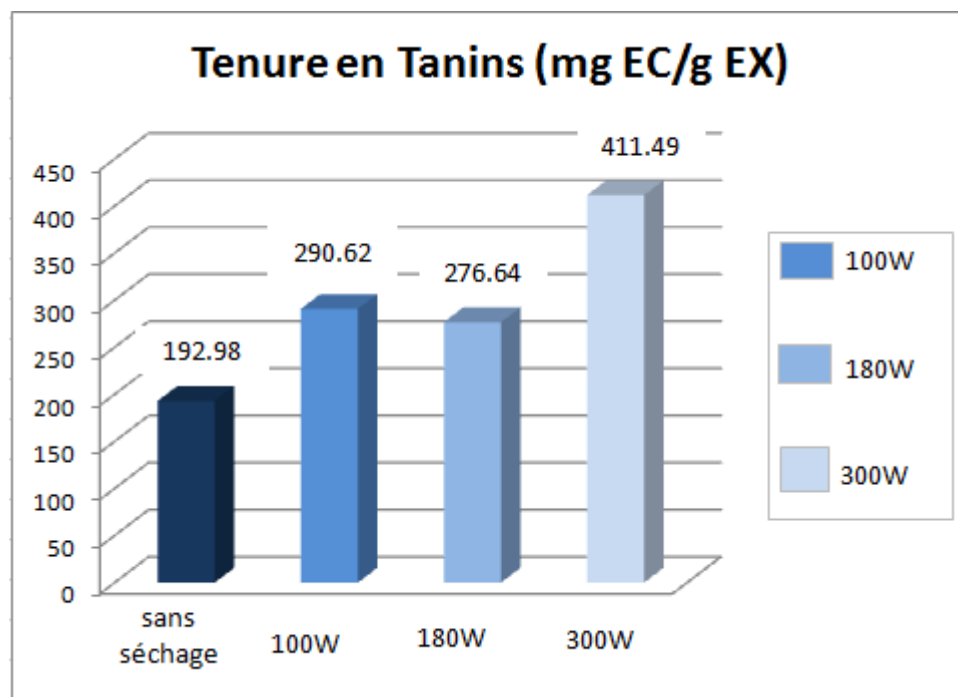


Figure IV.31 : Teneur en tanins dans des différent extraits testés par micro-onde.

Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail a porté sur l'étude de techniques innovantes de séchage qui contribuent à la production d'huile de lin à des fins alimentaires et industrielles, l'un des principaux processus permettant d'obtenir une bonne conservation des graines oléagineuses (grains de lin) sans perdre leur valeur antioxydante.

L'objectif de cette étude est essentiellement axée sur l'influence des méthodes de séchage sur la teneur des composés phénoliques de lin, et établir les conditions optimales d'expérimentation pour avoir le meilleur rendement en composés phénoliques et par conséquent leur pouvoir antioxydant. On a obtenu des résultats intéressants. Deux modes de séchage sont utilisés, le lit fluidisé où trois températures ont été appliquées 40°C, 50°C et 60°C, et le séchage par micro-ondes où des doses de puissance de 100W, 180W et 300W sont utilisées.

Le premier paramètre, étroitement lié à l'objectif d'utilisation du séchage, est la teneur en eau. En effet, la teneur maximale en humidité obtenue dans ce travail pour les deux modes est très proche, 4.49% à 40°C, et 2.9 %, à la dose de puissance de 100W.

Le pouvoir antioxydant étudié par la méthode de piégeage du radical libre DPPH, montre que l'huile lin présente une activité anti-oxydante plus efficace par rapport à un témoin standard « l'Acide ascorbique » avec une valeur de IC50 égal à 21.649 µg/ml à une puissance de 180w pour le micro-onde et avec une valeur optimale d'IC50 6.186µg/ml à la température (40°C) pour le lit fluidisé.

Les concentrations en polyphénols totaux, pour le micro-onde est optimale à 300 w avec une valeur de 9.4419mg EAG/g. Par contre, le lit fluidisé à la valeur optimale la plus élevée en polyphénols 11.0491 mg EAG/g, à une température de 60°C.

Les flavonoïdes, présentent une valeur optimale de 0.3277 mg EQ/g EX à 50°C, pour le lit fluidisé et une valeur optimale de 0.5119mg EQ/g EX à une puissance de 300w pour le micro-onde

La concentration optimale pour les tanins est de 406.89 mg EC/g EX à la température 60°C pour le lit fluidisée et 411.49 mg EC/g EX à 300w pour le micro-onde.

Enfin ce travail reste loin d'être terminé, nous suggérons d'autres études plus approfondies où les différents aspects relatifs à la plante (région de plantation, période de

Conclusion générale

récolte), ainsi que le dosage d'autres constituants tels que les vitamines, les sels minéraux, soient considérés.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] A. Bouguerra, 2011, *Etude des activités biologiques de l'huile essentielle extraite des graines de Foeniculum vulgare Mill. En vue de son utilisation comme conservateur alimentaire*, p10.
- [2] W.G. Ma, R.X. Tan , N. Fuzzati, S.Q. Li, J.L. Wolfender, K. Hostettmann, 1997, Natural occurring and synthetic polyene glycosides. *Phytochemistry*, 45(2),411-415.
- [3] S.B. Astley, (2003). Dietary antioxidant-past, present and future.*Trends Food Sci. Tech* 14, 93-98, (2013).
- [4] H. Lixia, Z. Yujin,C. Liyan, W. Xuede, 2021, A comparative study on the effect of microwave and conventional oven heating on the quality of flaxseeds,LWT 139.
- [5] Y. Xiao, N.Chengzhen, Z.Peng, Z.Haicheng, P.Xiao, D.Qianchun, H.Fenghong, Z.Yingying, G.Fang, 2022, Influences of microwave exposure to flaxseed on the physicochemical stability of oil bodies: Implication of interface remodeling, *Food Chemistry*, 368.
- [6] F. Flückiger, D.Hanbury, 1878, *Histoire des drogue d'origine végétale* , premier édition, Paris.
- [7] B. D. Oomah, 2011, Flaxseed as a functional food source. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(9), 889-894.
- [8] R.Savoire, 2008, *Etude multi-échelles de la séparation solide-liquide dans la trituration du lin oléagineux*, Thèse de doctorat (Université de Technologie, Compiègne), p11.
- [9] K. Beroual, Z. Maameri, S. Halmi, B. Benleksira, A. Agabou, Y. Hamdi-Pacha, 2013, Effects of *Linum usitatissimum* L. ingestion and oil topical application on hair growth in rabbit. *Int. J. Med. Arom. Plants*, 3(4), 459-463.
- [10] A. Abidi, S. Bahri, 2019, CARACTERISTIQUES PHYTOCHIMIQUES ET THERAPEUTIQUES DU LIN OU *LINUM USITATISSIMUM* : REVUE DE LA LITTÉRATURE.
- [11] F. Nolin, 2009, Hétérogénéité spécifiée de la lignification chez le lin (*Linum usitatissimum*)étude microscopiques et biochimique de la polymérisation des lignines thèse de doctorat université Lille 1_lille (France) p2.
- [12] A. Masclef, 1891, *Atlas des plantes de France*.

[13] J. Soil Sci, 2010, Plant Nutr, FLAXSEED AS A SOURCE OF FUNCTIONAL INGREDIENTS. Journal of soil science and plant nutrition, 10 (3): 373 - 377.

[14] R. Natacha, (2013), Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin. Université de technologie Compiègne Statistiques : Production mondiale de fibre de lin.

[15] Onidol, 2009, L'avenir de la filière du lin oléagineux Français, interprofession des Oléagineux, 18(3) : 113–122.

[16] M. Vaisey-Genser, D.H. Morris, 2003, Introduction: history of the cultivation and uses of flaxseed. In *Flax* (pp. 13-33). CRC Press.

[17] A. Planchon, 2018, Le pathosystème Lin (*Linum usitatissimum*)-*Fusarium oxysporum*: Impact du champignon et d'un agent de biocontrôle sur des réponses moléculaires de la plante et le développement de la fusariose thèse de doctorat université Rouen Normandie.

[18] C. Chatain, J.P. Jacquier, P. Pralong, M.T. Leccia, 2016, Allergie à la graine de lin : revue générale à propos d'une observation. Revue Française d'Allergologie, 56(7-8), 562–566.

[19] A. Chevalier, (1944), Histoire de deux plantes cultivées d'importance primordiale. Le Lin et le Chanvre. Rev Bot An Appl Agric Colon;24(269):51–71.

[20] A. Goyal, V. Sharma, N. Upadhyay, S. Gill, M. Sihag, 2014, Flax and flaxseed oil: an ancient medicine & modern functional food, Journal of Food Science and Technology, 51(9), 1633–1653.

[21] K. Prasad, 2009, Flaxseed and cardiovascular health. J Cardiovas Pharmacol, 54:36977.

[22] JL. Adolphe, SJ. Whiting, BH. Juurlink, LU. Thorpe, J. Alcorn, 2010, Health effects with consumption of the flax lignin secoisolariciresinoldiglucoside. Br J Nutr; 103:929–38.

[23] MH. Noweir, Y.M. El-Sadik, A.A. El-Dakhakhny, HA. Osman, (1975). Dust exposure in manual flax processing in Egypt. Br J Ind Med; 32:147–54

[24] E. Rajka, 1950, Occupational dermatitis caused by sunflower seeds and linseeds. Int Arch Allergy Appl Immunol;1:161–70.

- [25] J. Charpin, J. Aubert, 1992, Allergènes végétaux non polliniques. In: Charpin J, Vervloet D, editors. Allergologie. 3e ed Médecine-Sciences Flammarion, p. 320–5.
- [26] L.Françoise, L. Nathalie, W. Dominique, S. Eva, 2011, La filière lin oléagineux française : panorama et perspectives, 18(3), 113-122.
- [27] A.Bensedik, 2011, Modélisation et simulation du séchage de la figue par des séchoirs solaires indirects fonctionnant en convection forcée. Mémoire de magister. Université Abou-Bekr Belkaid-Tlemcen.
- [28] Souheyla Khaldi, 2018, Etude numérique du comportement thermique d'un séchoir solaire utilisant un lit thermique pour le stockage d'énergie; thèse de doctorat Université Abou Bekr Belkaid (Tlemcen, Algérie).
- [29] Nguyen, 2016, Étude expérimentale et modélisation du procédé de séchage des végétaux.
- [30] A.S. Mujumdar, 2000, *Guide pratique du séchage industriel Application, principes, équipements et nouveau développement*. Sakamon Devahastin, Montréal Exegex Corporation, Quebec.
- [31] S. Rahmani bouzina, 2012, Etude numérique de l'écoulement dans la chambre d'espace d'un lit fluidise tourbillonnant. Magister en physique énergétique et environnement. université des sciences et de la technologie mohammedboudiaf Oran.
- [32] Vasseur, 2009, "Séchage: principes et calcul d'appareils-Séchage convectif par air chaud (partie 1).".
- [33] S.R. Chandrasekaran, 2013, Microwave food processing. Food Research International, 52(1), 243-261.
- [34] R.P.H.D. Singh, (2001), Introduction to Food Engineering. 4^{ème} Ed, China.
- [35] M.E. Lucchesi, 2005, « Extraction sans solvant assistée par micro-ondes conception et application à l'extraction des huiles essentielles ».
- [36] I. Alibas, (2007), Microwave air and combined microwave–air-drying parameters of pumpkin slices. LWT-food science and technology, 40(8), 1445-1451.
- [37] M. McSweeney, K. Seetharaman, 2015, State of polyphenols in the drying process of fruits and vegetables. Critical reviews in food science and nutrition, 55(5), 660-669.

[38] L. Bennamoun, (2006), Contribution a l'étude des transferts couples avec changement de phase dans un milieu poreux. Influence des conditions d'air variables sur les cinétiques de séchage et le comportement global d'un séchoir solaire. Doctora en Génie Climatique, Université Mentouri Constantine.

[39] W. Abdesselem, M. Hemis, V. Raghavan, (2022), Experimental study of drying garlic slices (*Allium sativum* L.) using a fluidized-bed dryer. *Heat and Mass Transfer*, 1-9.

[40] Y. Nazia, M. Huma, A. Farheen, (2021), Antioxidant Potential and Phenolic Contents of Various Flaxseed Cultivars from Different Agro-Industrial Regions (30), 4325-4330.

[41] M. Mahta, (2019), Isolement de métabolites secondaires & caractérisation de composés bioactifs issus de matrice végétale, Thèse de Doctorat, UNIVERSITE DE LORRAINE – METZ, Discipline Chimie Organique, Spécialité Phytochimie, France.

[42] S. Acket, 2015, Implication du métabolisme carbone pour une production différentielle d'huile chez les plantes oléagineuse-Lin : modalisation des systèmes Thèse de Doctorat, UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE COMPIEGNE, Biotechnologie.

[43] L.M Hall, B. Helen, R.M.P. Siloto, (2016), Industrial Oil Crops, Flax (*Linum usitatissimum* L.), 1ère Edition, 157-194.

[44] S. Ghosh, D.K. Bhattacharyya, M. Ghosh, (2019), Comparative Study of Chemical Characteristics, Phytochemical Contents and Antioxidant Activity of Polar and Non-polar Solvent Extracted Flaxseed Oil (57), 65-74.

[45] V. Heli Jroy, M.S. Shanna Lundy, B.A. Chad Eriksen et K. Beth, 2007, Flaxseed: A Review of Health Benefits, Pennington Nutrition N°5, pp 4.

[46] V. Popa, A. Gruia, (2012), Fatty acids composition and oil characteristics of linseed (L.) from Romania 18(2), 136-140.

[47] H.Z. Levinson, (1976), The defensive role of alkaloids in insects and plants, *Experientia*. 32 408-411.

[48] B. Heras, B. Rodríguez, L. Boscá, A. M Villar (2003), Terpenoids: Sources, Structure Elucidation and Therapeutic Potential in Inflammation, *Current Topics in Medicinal Chemistry*, 3 171-185.

- [49] N. Boizot, J-p. Charpentier, 2006, Méthode rapide d'évaluation du contenu en composés phénoliques des organes d'un arbre forestier. Le Cahier des Techniques d'INRA. 79-82.
- [50] A. Lugasi, J. Hovari, L. Biro, The role of antioxidant phytonutrients in the prevention of diseases. *J.Acta.biologica. szegediensis*47 (1-4), 119-125.
- [51] D. Kasote, M. Hegde, K. Deshmukh, 2011, Antioxidant activity of phenolic components from n- butanol fraction (PC-BF) of defatted flaxseed meal. *Am J Food Tech* 6(7),604- 612.
- [52] J. Amaral, P. Valentão, P.B. Andrade, R.C. Martins, R.M. Seabra, 2010, Phenolic composition of hazelnut leaves: Influence of cultivar, geographical origin and ripening stage. *Scientiahorticulturae* 126(2), 306-313.
- [53] J. Bruneton, 1999, Pharmacognosie (photochimie, plante médicinales),médicinales internationales, Paris, p. 233-783 1120.
- [54] D.M Kasote, (2013), Flaxseed phenolics as natural antioxidants, *International Food Research Journal* 20 (1) 27-34.
- [55] M. Zuk,A. Kulma A., Dymińska M., Szoltysek K., Prescha A., Hanuza J. & Szopa J. (2011). Flavonoid engineering of flax potentiate its biotechnological application. *BMC Biotechnology* 11 (10), 1-19.
- [56] B. Oomah, G. Mazza, E. Kenaschuk, (1996), Flavonoid content of the flaxseed, influence of cultivar and environment. *Euphytica*90, 163-167.
- [57] A. Alkurd, T. Hamed, T, H. Al-Sayyed, (2008), Tannin Contents of selected plants used in Jordan. *Jordan. J. Agric. Sc* , 4, 265 – 274.
- [58] K. Beroual, (2014), Impact de *Linum usitatissimum* sur la régénération épithéliale et sur la pousse de poils. Thèse de Doctorat, Université Constantine1-Constantine (Algérie). Pp : 42-45.
- [59] Y. Dacosta, 2003, Les phytonutriments bioactifs. Yves Dacosta (Ed). Paris, pp 317.
- [60] G.P. Novelli, 1997, Role of free radicals in septic shock. *Journal of Physiol Pharmacol.* (48), 517-527.

- [61] J. Asgarpanah, N. Kazemivash, (2012), Phytochemistry, pharmacology and medicinal properties of *Coriandrum sativum* L. *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 6 (31), 2340-2345.
- [62] J. Goudable, A. Favier, (1997), Radicaux libres oxygénés et antioxydants. *Nutrition clinique et métabolisme*, 11 (2), 115-120.
- [63] Y. Zhao, J. Dou, T. Wu, H. Aisa, (2013), Investigating the antioxidant and acetylcholinesterase inhibition activities of *Gossypium herbaceum*. *Molecules*, 18 (1), 951-962.
- [64] N. Halligudi, 2012, Pharmacological properties of flax seed: Review *Hygeia: journal for drugs and medicines* vol 4 (2): 70-77.
- [65] S. Boughal, 2010, «Etude et optimisation du séchage solaire des produits agroalimentaires dans les zones arides et désertiques». Doctorat en sciences en génie mécanique. L'Université de Batna. PP : 28.
- [66] K. Zaghdoudi, 2015, Optimisation de l'extraction des caroténoïdes à partir du persimmon (*Diospyros kaki* L.), de l'abricot (*Prunus armeniaca* L.) et de la pêche (*Prunus persica* L.). Etude photophysique en vue d'une application en thérapie photodynamique (PDT). Université de Lorraine, Doctorat en Génie des procédés et des produits. France.
- [67] AFNOR, 2000, «Huiles essentielles échantillonnage et méthodes d'analyse monographie relatives aux huiles essentielles».
- [68] F. Rouessac, A. Rouessac, 2004, «Analyse chimique méthode et technique instrumentales modernes». 6^{ème} ED, paris.
- [69] J.L. Perrin, 1992, Manuel des Corps Gras, tome 2^{ème} Ed. Technique et documentation. Lavoisier, Paris.
- [70] AFNOR Association Française de Normalisation, norme NF EN ISO 3657, 2013, Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de saponification.
- [71] AFNOR Association Française de Normalisation, norme NF EN ISO 3657, (1968), Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de l'indice de saponification.

[72] G. Ribereau, (1968), Notions générales sur les composés phénoliques. In « Les composés phénoliques des végétaux ». Ed Dunod, 1-27.

[73] S. Belviso, (2013), phénolique composition, antioxydant capacity and volatile compounds of licuri, (*syagrus coronata* (Martius) beccari) fruits as affecteb by the traditional roasting process, Food kesharch International (51) (39-45).

[74] V.L. Singleton, R. Orthofer, R.M. Lamuela-Raventós, (1999), Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of folin-ciocalteu reagent, in: Methods in Enzymology. Elsevier, pp: 152–178.

[75] S. Peronny, 2005, La perception gustative et la consommation des tannins chez le MAKI (Lemur Catta).Thèse de Doctorat du Muséum national d'histoire naturelle .Discipline Eco-Ethologie, pp 151.

[76] J.K. Moon, Shibamoto T. (2009).Antioxidant assays for plant and food components. J. Agric. Food Chem., 57(5), 1655-1666.

[77] T. Endo, T. Fukunaga, T. Yoshimura, K. Esumi, Scavenging DPPH radicals catalysed by binary noble metal-denderimernanocomposites. Journal colloid interf.Science 302, 516-21, (2006).

[78] J. Du, J.J. Cullen, G.R. Buettner, (2012), Ascorbic acid: chemistry, biology and the Treatment of cancer. Biochimica et Biophysica Acta (BBA)-Reviews on Cancer, 1826 (2), 443-457.

[79] M. da Conceição da Costa Valente, R. Alves do Nascimento, E. Brandão Santana², L. José Guerreiro de Faria, C. M. Leal Costa, (2020), Desorption isotherms of flaxseeds (*Linum usitatissimum* L.) and thermodynamic parameters of the process.

Annexes

Annexes

Annexe 1

Matériels et appareillages

Liste de matériels et appareillages

Matériels	Appareillages
Soxhlet de 250 ml.	Spectrophotomètre UV-VIS.
Réfrigérant à boule.	Micro-ondes
Cartouche.	Lit fluidisé
Burette de 100 ml avec son support.	Agitateur-magnétique
Bécher (5-1000) ml.	Une chauffe ballon.
Verre de montre.	Etuve de séchage
Entonnoir.	Rota vapeur.
Eprouvette graduée de (10 – 100) ml.	Plaque chauffante
Fiole jaugé de (100 –250 ml).	Thermomètre.
Pissette	Balance-électronique.
Tubes à essais.	Moulin électrique.
Spatule.	

Papier PH	
Erlenmeyer	
Boites pétries	

Réactifs chimique nécessaires

Propriétés et Caractéristique des produits utilisés.

N°	Désignation	Formule chimique	Etat physique
1	n-Hexane	C ₆ H ₁₂	Liquide
2	Hydroxyde potassium	KOH	Solide
3	Ethanol (95 %)	C ₂ H ₅ OH	Liquide
4	Acide chlorhydrique (36%)	HCL	Liquide
5	Phénolphtaléine	PPHP	Liquide
6	Soude	NaOH	Liquide
7	Folin	Sans objet.	Liquide
8	Carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃	Solide
9	Chlorure de l'aluminium	AlCl ₃ , 6H ₂ O	Liquide
10	Valine	Sans objet.	Liquide

Annexe 2

Caractéristiques techniques de microonde (SAMSUNG)

Source d'alimentation	CA 230V ~ 50Hz
Puissance maximale	2700W
Puissance de sortie	100W/ 900W- 6niveaux (IEC-705)
Fréquence de fonctionnement	2450MHz
Dimensions (L×P×H) Extérieures Cavité du four	517×460×310 mm 358×327×231.5 mm
Capacité	28l
Poids	18kg env.

Annexes 3

Détermination d'indice de réfraction

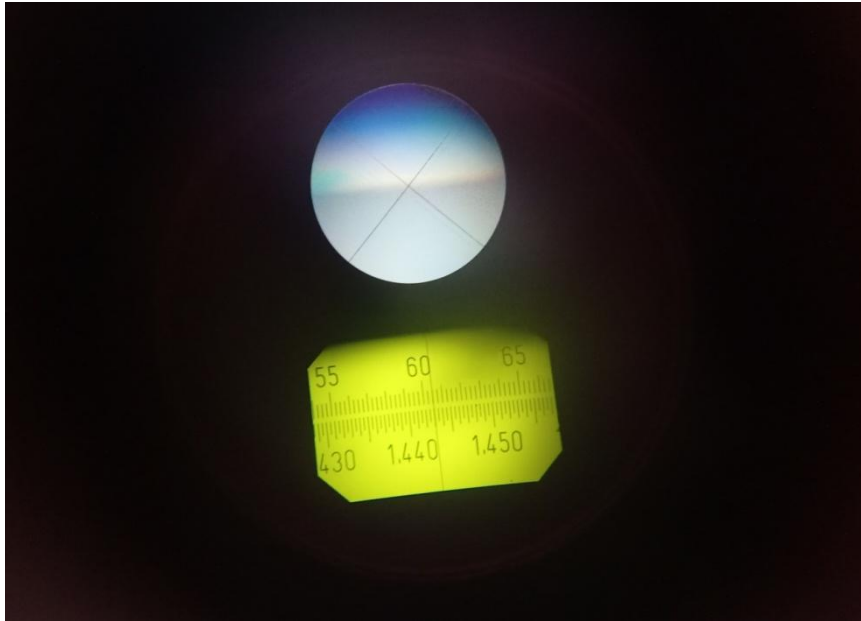


Figure A.3.1 Visualisation la valeur de l'indice de réfraction.

Détermination de pH

On met des gouttes de l'huile de lin sur le papier de ph. 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 Papier de pH

Annexes 4

Tableau d'étalonnage de l'acide gallique 1mg/1ml.

C(mg /l)	0.02	0.04	0.06	0.08	0.1	0.12
Abs	0.053 6	0.1932	0.3328	0.472 4	0.612 0	0.751 6

Tableau d'étalonnage de l'acide quercétine 1mg/1ml.

C(mg /l)	0.030	0.060	0.09	0.12	0.18	0.21
Abs	0.083 7	0.1424	0.2598	0.318 5	0.377 2	0.435 9

Tableau d'étalonnage de l'acide catéchine 1mg/1ml.

C(mg /l)	0	50	100	200	
Abs	0.099	0.2765	0.454	0.809	1.164

Annexes 6

Diagramme de l'air humide

