REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de Technologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Thème

Valorisation des déchets issus de l'extraction d'huile végétale de *Linumusitatissimum L* dans le domaine génie chimique

Présenté par :

BENKOUAR Abdelmoumene

BENIKHLEF Roufida

Proposé et Dirigé par :

Dr TURKMAN Meriem

Mr ZOUAMBIA Fouad

Promotion 2022

Remerciements

Avant tout, Nous tenons à remercier Allah le tout puissant qui nous a donné la santé, le courage,la volonté et la patience de réaliser ce travail.

Nous adressons nos plus sincères remerciements à **Mme TURKMAN Meriem** qui a dirigée ce mémoire, pour leur encadrement, et leur présence tout au long de ces mois de travail.

Nos remerciements s'adressent également à **Mr ZOUAMBIA Fouad** pour leur aide au niveau du SAIDAL…..

Un grand merci au **Mr TURKMAN Nasser Eddine** pour nous avoir ouvert les portes de sa boutique et nous avoir fourni la matière première nécessaire à notre étude.

Nous remercions aussi pour nous avoir facilité nos travaux et mettre à notre disposition les moyens nécessaires à notre travail, **Mme FERHAT Samira** chef de département de génie des procédés à **l'Université YAHIA FARES DE MEDEA**.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance aux membres du jury qui nous font l'honneur de participer à l'examen de ce travail

Nous remercions tous les enseignants de notre cursus universitaire qui ont contribué
à notre Formation.
À vous tous, un grand Merci.

Dédicace

Nous dédions ce mémoire

À nos chers parents

Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs

Encouragements.

À nos frères.

À nos amis et nos camarades.

À tous les personnels deSaidal, en particulier a la directrice du service contrôle qualité.

Sans oublier tous les professeurs que ce soit du

Primaire, du moyen, du secondaire ou de

L'enseignement supérieur.

ملخص :

الهدف من عملنا هو تقييم النفايات (DHL)المستمدة من استخراج الزيت النباتي لبذور الكتان في مجال الهندسة الكيميائية. المواد المستخدمة (DHL و GL و HVL)تم وصفها بالاختبارات الفيزيائية و الكيميائية و التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء (IR) .القيم المتحصل عليها للمؤشرات النفايات المختلفة (الحمض، التصبن، اليود، بيروكسيد) هي على التوالي mg KOH/g,4.137 mg KOH/g, 168.300 g/100g,128.69 meq O_2/kg,0.160 كعامل DHLتم توضيح استخدام، محفزلتفاعل إنتاج وقود الديزل الحيوي .تمتاز المواد المدروسة بجودة مكروبيولوجية جيدة. تم استخدام نتائج الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمحاكاة تدفق المياه عبر حبيبات DHL

الكلمات المفتاحية:الكتان، نفايات زيت بذور الكتان النباتي التوصيف،الجودة مكروبيولوجية،المحاكاة.

Résumé :

Le but de notre travail est la valorisation des déchets issus de l'extraction d'huile végétale des graines de *Linum usitatissimum L*(DHL) dans le domaine génie chimique. Les matériaux utilisés (DHL, GL et HVL) ont été caractérisés par des tests physico-chimiques et par spectroscopie infrarouge (IR). Les valeurs obtenues pour les différents indices de déchet (DHL) (acide, saponification, iode, peroxyde) sont respectivement de l'ordre de4.137mg KOH/g, 168,300mg KOH/g,128.69 g/100g, 0.160 meq O_2/kg. L'utilisation du DHL comme un catalyseur pour la réaction de production du biodiesel a été montré. Les matériaux étudiés possèdent une bonne qualité microbiologique. Les résultats des caractéristiques physico-chimiques ont été utilisés pour la simulation d'écoulement d'eau à travers le grain de DHL.

Mots clés :*Linum usitatissimum L*, Déchet d'huile végétale de Lin, Caractérisation, Qualité microbiologique, Simulation.

Abstract:

The aim of our work is the valorization of waste derived from the extraction of vegetable oil of*Linum usitatissimum L*seeds (DHL) in the field of chemical engineering. The materials used (DHL, GL and HVL) were characterized by physico-chemical tests and by infrared spectroscopy (IR). The values obtained for the various indices of oil waste (DHL) (acid, saponification, iodine, peroxide) are respectively in the order of 4.137mg KOH/g, 168.300mg KOH/g, 128.69 g/100g, 0.160 meq O_2/kg. The use of DHL as a catalyst for the biodiesel production reaction has been shown. The materials studied have a good microbiological quality. The results of the physico-chemical characteristics were used for the simulation of water flow through the DHL grain.

Keywords: *Linum usitatissimum L*, Linseed vegetable oil waste, Characterization, Microbiological quality, Simulation.

Tables des matières

Remerciement

Dédicace

Résumés (arabe, français, anglais)

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Abréviations

Introduction générale

Introduction générale…….....1

Chapitre I : étude bibliographique

I.1. Les plantes oléagineuses…….....3

I.2. *Linum usitatissimum L*……....4

I.2.1. Classification…….4

I.2.2. Description botanique……..5

I.2.3. Répartition géographique……6

I.2.4. Composition chimiquede grain de lin (GL)…….……6

I.2.4.1. Les glucides et fibres alimentaires……...7

I.2.4.2. Les Protéines…….7

I.2.4.3. Les polyphénols…….8

I.2.4.4. Les minéraux et les vitamines……...9

I.2.5. Toxicité des graines de GL……10

I.2.6. Lin à usage industriel…….11

I.2.7.Les propriétés de GL……12

I.2.8. Les recherches récentes sur GL……...…….13

I.3. Huile végétale de *Linum usitatissimum L*(HVL)……..……13

I.3.1. Les procédés d'extraction d'HVL…….……14

I.3.1.1. Préparation des graines……..14

I.3.1.2. Extraction par pression……...……15

I.3.1.3. Extraction par solvant…….16

I.3.1.4.Méthodes alternatives……17

I.3.2. Composition chimique d'HVL.....……...19

I.3.3. Paramètres physico-chimique d'huile……..21

I.3.4. Utilisation d'HVL…………...21

I.3.5. Les recherches récentes sur HVL…….……22

I.4. Déchet d'huile végétale de*Linumusitatissimum L*(DHL)…….22

I.4.1. Composition chimique de DHL.……23

I.4.2. Utilisation de DHL…….24

I.4.3. Les recherches récentes sur DHL…….……25

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Introduction……...……..27

II.2. Matériels…….……..27

II.2.1 Matériels végétales……..……..27

II.2.1.1. Graines de *Linumusitatissimum L (GL)*…….…….27

II.2.1.2. Huile végétale de *Linumusitatissimum L(HVL)* et son déchet (DHL)……...…….28

II.2.2. Matériel d'analyses…….……..29

II.2.2.1.Appareillages (Annexe AI) ……...……....29

II.2.2.2. Produits chimiques et réactifs…….……..…30

II.3. Caractérisation physico-chimique du DHL et GL……30

II.3.1. Caractéristiques particulaires…….....30

II.3.1.1. Granulométrie…….……..…30

II.3.1.2. Humidité…….31

II.3.1.3. Densité réelle…….31

II.3.1.4. Densité apparente……..32

II.3.1.5.Porosité totale…….32

II.3.1.6. Volume poreux total…….32

II.3.2. Détermination du pH……33

II.3.3. Détermination du pH de point de charge nulle (pH_{pzc})……..……..…….33

II.3.4. Détermination de la matière organique et de la matière minérale……...……34

II.4. Caractérisation physico-chimique HVL……34

II.4.1. La densité relative…….34

II.4.2. Indice de réfraction……...……35

II.5.Détermination des indices « acide, saponification et ester »……...……...……..36

II.5.1. Indice d'acide……36

II.5.2. Indice de saponification……36

II.5.3. Indice d'ester…….38

II.6. Détermination d'indice d'iode……...…….38

II.7. Détermination d'indice de peroxyde…….…….38

II.8. Caractérisation structurale……...……..40

II.9. Pureté microbiologique…….……..40

II.10. Préparation de biodiesel ……...……42

II.11. Simulation d'écoulement d'un fluide à travers le DHL par COMSOL…..…….42

II.11.1. Les différentes étapes du processus de simulation……..43

Chapitre III : résultats et discussion

III.1.Introduction……....46

III.2. Caractéristiques organoleptiques de GL, HVL et DHL…….……46

III.3. Caractérisation physico-chimique du DHL et GL……..……46

III.3.1. Caractéristiques particulaires……47

III.3.2.Détermination du pH……...47

III.3.3. Détermination du point de charge nulle pH_{pzc}……...……..47

III.3.4. Détermination de la matière organique et la matière minérale…….……48

III.4.Caractérisation physico-chimique de l'HVL……..……49

III.4.1.Propriétés physiques d'HVL…….……..…..49

III.5.Détermination des indices……..……50

III.5.1. Indice d'acide……..……51

III.5.2. Indice de saponification……...……...53

III.5.3. Indice d'ester……...……54

III.6. Indice d'iode……...……55

III.7. Indice de peroxyde…….56

III.*8.* Caractérisation par spectroscopie infrarouge……56

III.9. Qualité microbiologique…….... 60

III.10. Préparation du biodiésel…….……64

III.11.Simulation d'écoulement d'un fluide à travers le DHL par COMSOL……. 66

Conclusion générale

Conclusion générale…….……...…….67

Les références bibliographiques

Annexes

Liste des tableaux

Tableau I.1. Les plantes principales oléagineuses……..3

Tableau I.2 Classification botanique de la plante *Linum usitatissimum L*……..4

Tableau I.3 Composition approximative des graines de lin……...7

Tableau I.4 Quantités approximatives des acides aminés dans la protéine de lin……..8

Tableau I.5 Profil minéral et vitamine de lin……10

Tableau I.6 Composition en acides gras de l'huile de lin…….21

Tableau I.7 Composition de déchet d'huile végétale de lin selon Budzaki et al., 2018...……23

Tableau I.8 composition de déchet d'huile végétale de lin selon Cozea et al., 2016…..…….23

Tableau II.1. Produits et réactifs utilisés …….30

Tableau III.1. Caractéristique organoleptique de (HL, GL et DHL)……..….46

Tableau III.2 : Caractéristiques particulaires du DHL et GL……..47

Tableau III.3. Propriétés physiques d'huile végétale de lin(HVL)……..50

Tableau III.4. Les indices des matériaux…….51

Tableau III.5. Composition chimique des nutriments et des composés phytochimiques dans les graines de lin……..52

Tableau III.6. Identification des spectres d'IR…….....59

Tableau III.7. Germes étudiés avec les milieux de culture……..61

Tableau III.8. Critères d'acceptation de la qualité microbiologique des produits non stériles…64

Tableau III.9. Caractéristiques de biodiesel……65

Liste des figures

Figure I.1. *Linum usitatissimum* L……..5

Figure I.2. Structure chimique de la linamarine……6

Figure I.3. classification des polyphénols……...9

Figure I.4. L'huile de graines de lin (*Linum usitatissimum L.*)…….14

Figure I.5. Schéma d'une presse à vis……...15

Figure I.6 : Extraction par solvant en une seule étape utilisée à l'échelle laboratoire……..16

Figure I.7 : Système extraction d'huile végétale par CO2 supercritique……..18

Figure I.8 : Extraction assistée par micro-ondes……...19

Figure I.9 : Composition des corps gras et importance relative des principales classes de composés ……...20

Figure II.1. Schéma représentant (A) Fleur de Linum, (B) Graines de NigellaSativa L, (C)Huile de graines de nigelle (D) Déchet d'huile de nigelle, (E) Déchet d'huile de nigelle après le séchage et le broyage (DHN)…….28

Figure II.2.Détermination du pH…….……33

Figure II.3.Détermination de pH de point de charge nulle (pH_{PZC})…….……..34

Figure II.4. Détermination de la densité relative d'HVL…….35

Figure II.5. Montage utilisé pour la détermination d'indice de saponification……..……..37

Figure II.6. Montage utilisé pour la détermination d'indice de peroxyde……40

Figure II.7. Détermination de la qualité microbiologique……41

Figure II.8.Définition de la géométrie…….43

Figure II.9. Définition du matériau……..44

Figure II.10. Définition des conditions aux limites ……44

Figure II.11. Maillage ……..45

Figure II.12. Simulation……45

Figure III.1. Détermination de point de charge nulle……...48

Figure III.2. Composition en « matière organique (MO), minérale(MM) et humidité (H)» de DHL……...49

Figure III.3. Composition en « matière organique (MO), minérale (MM) et humidité (H) » de GL……..49

Figure III.4. Indice d'acide des trois matériaux (DHL, GL et HVL)……...52

Figure III.5. L'apparition de la couleur rose « indice d'acide »……...53

Figure III.6. Disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale de mélange….53

Figure III.7. Indice de saponification des trois matériaux (DHL, GL et HVL)……...54

Figure III.8. Indice d'ester des trois matériaux (DHL, GL et HVL)……54

Figure III.9. Indice d'iode pour les trois matériaux (DHL, GL et HVL)…….55

Figure III.10. Indice de peroxyde pour les trois matériaux (DHL, GL et HVL)……..56

Figure III.11. Spectre IR de DHL…….57

Figure III.12. Spectre IR de GL……...58

Figure III.13. Spectre IR de HVL…….58

Figure III.14. Dénombrement de cellules et comptage sur boites de pétrie pour DHL et GL….61

Figure III.15. Dénombrement de cellules et comptage sur boites de pétrie pour HVL **(A :** *Salmonella* **, B :**Coliforme**, C :**Moisissures/levures totales**, D :**Germes Aérobies Totaux, **E** : *Staphylococcus* ,**F** *:Pseudomona)*……63

Figure III.16. Schéma de la réaction de transestérification des triglycérides des huiles ou graisses, végétales ou animales, entrant dans la préparation du biodiesel. R', R_1, R_2 et R_3, chaines carbonées (Nikiema et Heitz, 2008)……..65

Figure III.17. Mélange réactionnel finale après la réaction de transestérification……...65

Figure III.18. Etapes nécessaires pour faire la simulation……...66

Listes abréviations et symboles

AGPI : acides gras polyinsaturés.

AGMI: acides gras mono-insaturés.

Bio : biosorban.

°C : Degré Celsius.

cm : centimètre.

cm^3: centimètre cube.

DGAT : dénombrement des germes aérobies totaux.

DMLT : dénombrement des moisissures et levures.

DHLC: Déchet de l'huile végétale de lin calciné.

DHL : déchet d'huile végétale de lin.

d_{app} : Densité apparente.

d_r : Densité réel

d_{20}^{20} : Densité relative à 20°C.

HVP : huile végétale pure.

HVL : huile végétale de lin.

H :humidité.

I_S : Indice de saponification.

I_E : Indice d'ester.

I_R : Indice de réfraction

I_I : Indice d'iode.

I_P: Indice de peroxyde.

IR : infra-rouge

I_A: Indice d'acide.

g : gramme.

GL : grain de lin.

Kg : kilogramme.

L : Litre.

mmol: millimole.

M : masse moléculaire.

m : masse.

Met : méthanol.

ml : millilitre.

m : mètre.

mm : millimètre.

mg : milligramme.

MM : matière minérale.

MO : matière organique.

min : minute.

Mt: million de ton

N : normalité.

pH : Puissance d'hydrogène

Pc : pression critique.

ppm : partie par million.

PUFA : acides gras polyinsaturés.

R : rendement (%).

SEM : scanning électron microscopy

Tc : température critique.

t: temps

UFC : unité formant une colonie.

UFC : unité formant une colonie.

V : volume.

$V_{P.T}$: volume poreux totale.

µm : micromètre.

ρ_r : Masse volumique réel.

ρ_{eau} : Masse volumique de l'eau.

ε: porosité.

Introduction générale

Certaines plantes d'intérêt agronomique sont dites « oléagineuses » sont cultivées pour leurs graines (colza, tournesol, lin) ou leurs fruits (palme, olive, coco) riches en huiles. Elles diffèrent par leur profil en acides gras et sont de ce fait essentiellement exploitées dans l'agroalimentaire. La production mondiale des oléagineux s'élève aujourd'hui à 603,1 millions de tonnes (M_t).L'huile de palme et de soja, représentent à elles seules plus de 60% de la production mondiale (35 et 29 %, respectivement). Cependant, les huiles saturées, comme l'huile de palme, présenteraient un risque pour la santé du consommateur : elles sembleraient être directement impliquées dans l'augmentation du risque cardiovasculaire. C'est pourquoi, les instances gouvernementales ont mis en place des directives européennes visant à augmenter lésineurs en acides gras polyinsaturés (oméga-3 essentiellement) dans les préparations culinaires. Parmi les huiles riches en oméga-3, on trouve l'huile végétale de *linumusitatissimum L*.

L'huile végétale de *linumusitatissimum L,* est utilisée dans l'agroalimentaire et comme agent de polymérisation pour ses propriétés siccatives. Ainsi, elle est également exploitée, modifiée ou non, comme une alternative aux produits pétrosourcés pour la fabrication des biocarburants (Bioéthanol et Biogaz…), tensioactifs et biolubrifiants. Aussi, par l'accroissement de la population mondiale et l'épuisement des ressources fossiles, lavalorisation des déchets issus de l'extraction des huiles végétales des plantes oléagineuses comme le lin, pour la production de biomasses et de composés innovants constituerait un véritable enjeu stratégique pour les industriels. De plus, la confirmation de leur qualité microbiologique est une voie prometteuse pour la mise en marché de biomatériaux à haute valeur ajoutée avec le développement du génie chimique.

Cependant. Actuellement, les recherches préconisent des travaux intégratifs visant à développer des sujets s'intéressant au recyclage dans un contexte de valorisation des déchets et répondant aux exigences de la société. Ainsi, les travaux porteront sur une acquisition de connaissances de manière à proposer des avancées scientifiques nécessaires pour lever certains verrous biologiques et technologiques identifiés lors du développement de la valorisation des déchets oléagineuse. Il s'agira notamment d'optimiser la chaîne entière de production :

production de la biomasse, fractionnement et transformation, puis formulation en produits industriels biosourcés pour des applications en chimie, en alimentations humaine et animale, et autres, avec la nécessité du contrôle de la qualité par des tests de caractérisation durant le processus de fabrication.

C'est dans ce contexte que s'inscrit notre recherche. Ainsi, l'objectif essentiel de cette présente étude consiste à la valorisation des déchets issus de l'extraction d'huile végétale de *Linum usitatissimum L* dans le domaine génie chimique avec une étude comparative entre les biomatériaux « l'huile végétale de lin, le déchet de l'huile végétale de lin » et les graines de lin. Par conséquent ce travail s'articule autour de trois chapitres :

- ❖ Chapitre I : Une étude bibliographique sur :
- Les graines de *Linum usitatissimum L* (GL).
- L'huile végétale de *Linum usitatissimum L* (HVL).
- Le déchet d'huile végétale de *Linum usitatissimum L*(DHL).
- ❖ Chapitre II : Une partie qui englobe les protocoles et les méthodes employées pour :
- La préparation et caractérisation physico-chimique de GL, HVL et DHL.
- La caractérisation structurale et l'étude de la qualité microbiologique.
- L'utilisation de DHL dans le domaine génie chimique « préparation du biodiesel »
- Une dernière partie a été consacrée à l'étude de la simulation d'écoulement d'eau à travers un grain de déchet de l'huile végétale de lin.
- ❖ Chapitre III : Dans ce chapitre, sont rassemblés tous les résultats expérimentaux et les résultats de la simulation.

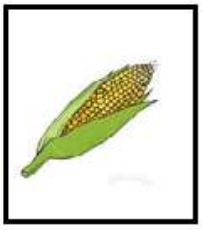
On termine ce travail par une conclusion générale qui englobe les résultats obtenus et les perspectives.

Chapitre I : étude bibliographique

I.1. Les plantes oléagineuses

La production mondiale des oléagineux s'élève aujourd'hui à 603,1 million de tonnes(Mt), avec également 204,4 Mt d'huiles végétales produites par an (Degournay., 2018).Quelques plantes oléagineuses sont indiquées dans le tableau suivant (Tableau I.1) :

Tableau I.1. Les plantes principales oléagineuses

			
Sésame	Olive	Lin	Tournesol
			
Soja	Arachide	Noix	Argan
			
Palmier	Castor bean	Cameline	Maïs
			
Colza	Cannabis	Moutarde	Avocat

On peut distinguer les graines oléagineuses produites par des plantes (les graines de lin, de tournesol ou de colza) et les fruits oléagineux plutôt produits par des arbres (la palme ou l'olive) (Degournay, 2018).

En effet, ces derniers contiennent des lipides de réserve pour la germination, dans la graine ou dans le noyau du fruit, ou bien constitutifs de la chair du fruit. Ces lipides, constitués essentiellement par des triesters d'acides gras et de glycérol ou triglycérides sont susceptibles de se dégrader suivant deux phénomènes distincts qui sont l'hydrolyse et l'oxydation. Dans le fruit humide et fermentescible, la matière grasse est mal protégée de ces phénomènes. Par contre, dans les graines oléagineuses, l'huile est mieux protégée ; elle est stockée à l'intérieur des cellules aux parois rigides ; elle est en outre entourée d'une coque et son humidité est beaucoup plus faible (de l'ordre de 10 %) (Pagès, 2008).

I.2. *Linum usitatissimum L*

Le lin est l'une des plus anciennes plantes cultivées. Tout est valorisé dans le lin, d'où son nom, *Linum usitatissimum* qui signifie étymologiquement que tout est utile dans le lin (Dreno, 2017).

I.2.1. Classification

La classification botanique du *Linum usitatissimum L*. est indiquée dans le tableau suivant (Tableau I.2).

Tableau I.2. Classification botanique de la plante *Linum usitatissimum L.* (Talbi et Recioui., 2020)

Super division	*Spermatophyta (graines)*
Division	*Magnoliophyta (Fleurs)*
Classe	*Magnoliopsida (Dicotylidonnes)*
Sous classe	*Rosidae*
Ordre	*Linales*
Famille	*Linaceae*
Genre	*Linum L.*

Espèce	*Linum usitatissimum L.*

I.2.2. Description botanique



Figure I.1.*Linum usitatissimum L.*

(http://www.fungoceva.it/erbe_ceb/centaurium_erythraea.htm).

- **Plante** : C'est une plante herbacée annuelle dressée, d'environ 0,6 à 1,2 m de haut (Umer et al., 2017).
- **Tige** : Solitaire ou peu nombreuse, ramifiée en corymbe. Les branches sont ascendantes vers le sommet. La tige peut être non ramifiée, dressée ou aux courbes ascendantes (Umer et al., 2017).
- **Feuilles** : Jusqu'à 3,8 cm de long, linéaires, lancéolées, ovées. Il est atténué aux deux extrémités aiguës à l'apex. Il a un bord lisse de couleur gris vert (Umer et al., 2017).
- **Fleurs**: Il est généralement de couleur bleue, peut être violet bleuâtre ou blanc (Umer et al., 2017).
- **Fruits** : Le fruit est une capsule de forme presque globulaire de 6 à 8 mm de long sur une tige dressée ou légèrement courbée. Ils ont 5 cellules contenant chacune 2 graines(Umer et al., 2017).
- **Graines** : Les graines sont comprimées, brun foncé. Il est de forme ovale lenticulaire de 4 à 6 mm. La surface est brillante et lisse. Ils sont légèrement aplatis latéralement et ont un bord plus aigu que l'autre. Le hile se trouve dans une dépression proche du bord le plus aigu de la graine. Le raphé s'étendant du hile à l'extrémité la plus large de la graine se présente sous la forme d'une ligne jaunâtre le long du bord aigu. Les graines ont un

goût très mucilagineux mais sont totalement dépourvues de toute odeur (Umer et al., 2017).

- **Racines** : La racine est courte, fusiforme et de couleur jaune clair (Umer et al., 2017).

I.2.3. Répartition géographique

Les histoires les plus anciennes de *Linum usitatissimum L.* ou également connu sous le nom de graines de lin datent de 5000 ans avant Jésus-Christ, en Mésopotamie. Même s'il est originaire d'Asie, ses bienfaits sont répartis dans le monde entier, sa consommation étant très courante en Amérique du Nord et dans les pays européens. Actuellement le plus grand producteur de graines de lin mondial est le Canada, suivi de la Chine, des États-Unis et de l'Inde. En Amérique du Sud, la plus grande production a lieu en Argentine et non au Brésil.L'Inde contribue à près de 20 pour cent de la production mondiale totale de graines de lin et régit également la production de graines de lin parmi les pays asiatiques (Sharma, 2014). *Linum usitatissimum L.*est probablement issue du bassin méditerranéen, elle est aujourd'hui cultivée un peu partout sous les climats tempérés et tropicaux, elle préfère un sol sablonneux et argileux, voire limoneux, profond et bien irrigué (Talbi et Recioui, 2020).

I.2.4.Composition chimique de grain de lin (GL)

La graine de lin est riche en matières grasses, en protéines et en fibres alimentaires. Ils renferment environ 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 % les cendres (Tableau I.3).

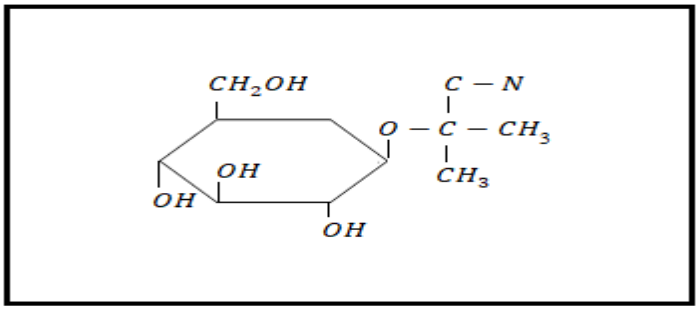


Figure I.2. Structure chimique de la linamarine

Le lin cultivé contient des mucilages, les graines constituent une source d'acide alpha-linoléique, d'acides gras oméga-3(linolénique), de la pectine, de différents acides organiques,

ainsi qu'un glucoside cyanogénétique, la linamarine et la linamarase (Figure I.2). Il comprend des variétés dont le produit principal est la fibre et d'autres dites « oléagineuses » utilisées pour la production d'huile et d'aliments (Bentahar, 2018).

Tableau I.3. Composition approximative des graines de lin (Madhusudhan., 2009).

Les composants	Quantité(g/100 g)
L'humidité	08
Les protéines	20
Graisse totale	41
Acides gras saturés	09
ω-3 Les acidesgras	16
Fibrediététique total	27
Minéral	4.0
L'énergie(kcal)	530.0

I.2.4.1. Les glucides et fibres alimentaires

Les graines du lin contiennent une très faible teneur en glucides (1 g/100 g) et contribuent ainsitrès moins dans l'apport total en glucides. Les graines du lin contiennent une grande quantité de fibres alimentaires, à la fois solubles (9%) et insolubles (20%) dont les proportions varient entre (20-80) et (40-60).

La cellulose et la lignine forment la fraction insoluble, tandis que les gommes de mucilage forment la partie de la fraction soluble des fibres alimentaires de graines de lin.

Laportion de fibres solubles est majoritairement présente dans le tégument (Paynel et al., 2013). Les fibres solubles peuvent être facilement extraites à l'eau chaude. Les polysaccharides acides (L-rhamnose, L-galactose, L-fructose et D-xylose) et les polysaccharides neutres (L-arabinose et D-xylose/D-galactose) sont lesprincipaux composants des fibres solubles. Les fibres insolubles contiennent de la cellulose, de la lignine et des fibres détergentes acides, tandis que les mucilages arabinogalactanes sont associés à des protéines (Ray et al., 2013).Les fibres insolubles agissent comme laxatif et aident à réduire la constipation, tandis que les fibres solubles aident à maintenir la glycémie et le taux de cholestérol sanguin (Ganguly et al., 2021)

I.2.4.2. Les Protéines

La teneur en protéines des graines du lin varie entre 20 % et 30 %, dont la majorité (56 à 70 %) se trouve dans les cotylédons, tandis que le tégument et l'endosperme contiennent les 30 % restants(Ganguly et al., 2021). Les globulines (80%) contenant des fractions de linine et de conlinine, qui sont les principales protéines de graine de lin. La protéine du lin est riche en acides aminés tels que l'arginine, l'acide aspartique et l'acide glutamique, tandis que l'acide aminé limitant est la lysine (Tableau I.4)(Singh et al., 2011).

TableauI.4. Quantitésapproximatives des acides aminés dans la protéine de lin(Shim et al.,2014)

Nom d'acide aminé	Quantité(g/100 g protéine)
L'alanine	4.4
L'arginine	9.2
Acide aspartique	9.3
Cystine	1.1
Acide glutamique	19.6
La glycérine	5.8
Histidine	2.2
Isoleucine	4.0
Lysine	4.0
Laméthionine	1.5
Phénylalanine	4.6
Proline	3.5
Sérine	4.5
Thréonine	3.6
Tryptophan	1.8
Tyrosine	2.3
Valine	4.6

I.2.4.3. Les polyphénols

❖ **Classification des polyphénols**

On peut distinguer les différentes classes des polyphénols en se basant d'une part, sur le nombre d'atomes constitutifs et d'autre part, sur la structure de squelette de base. On peut distinguer les classes suivantes :

- ✓ Les acides phénoliques (acides hydroxybenzoïques, acides hydroxycinnamiques).
- ✓ Les flavonoïdes.
- ✓ Les tanins et lignines.

- ✓ Plus rares, les coumarines, les stilbènes (Bouras., 2018).

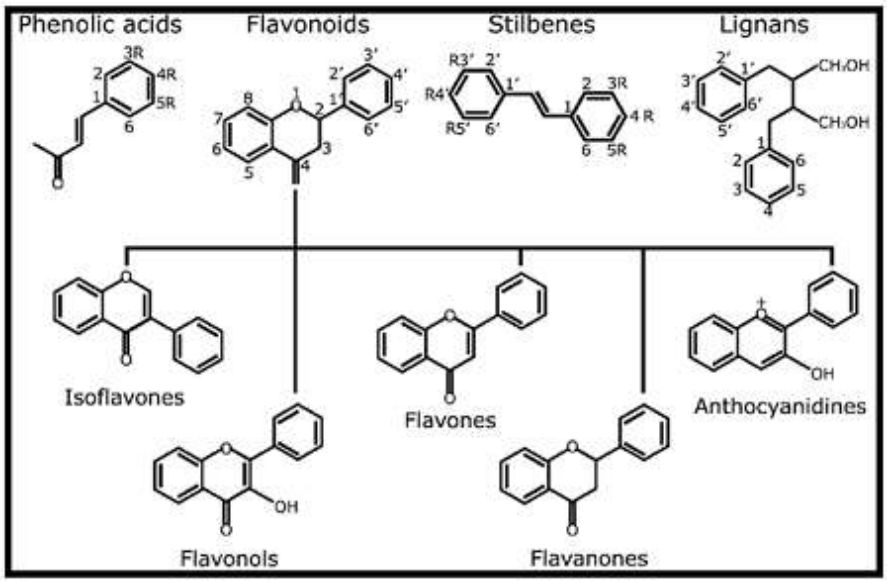


Figure I.3. Classification des polyphénols (Bentham., 2015).

Les acides phénoliques, les flavonoïdes et les lignanes sont les trois principaux composés phénoliques groupes présents dans les graines de lin. L'acide férulique, l'acide chlorogénique et l'acide gallique sont les principaux les acides phénoliques présents dans les graines de lin dégraissées, tandis que les glucosides d'acide p-coumarique, les glucosides d'acide hydroxycinnamique et l'acide 4-hydroxybenzoïque sont présents en quantités minimales (Beejmohun et al., 2007).

Les graines de lin, en particulier les coques de graines de lin, représenteparticulièrement une source riche en composés phénoliques.De plus, les graines de lin contiennent des quantités substantielles des acides phénoliques (principalement p-coumarique, vanillique, sinapique et férulique) qui sont présentsous forme de glycosides avec des liaisons ester et éther) flavonoïdes (C- et O-glycosides desflavones) et des tanins(Seczyk et al., 2017).

I.2.4.4. Les minéraux et les vitamines

Selon Ganguly et al.,les graines de lin sont riches en minéraux, notamment du phosphore, du magnésium et du calcium (Tableau.I.5).Ils contiennentde grandes quantités de potassium comme la banane. Cependant, il contient de très faibles quantités de sodium.

Tableau I.5. Profil minéral et vitamine de lin (Ganguly et al., 2021).

En micronutriments	Quantité (mg/100 g)
Potassium	831
Calcium	236
Phosphore	622
Le fer	2.7
Le cuivre	1
Magnésium	431
Manganese	3
Sodium	27
Zinc	4
Acide ascorbique	0.50
Thiamine	0.53
Riboflavin	0.23
La niacin	3.21
Pyridoxine	0.61
Acide pantothénique	0.57
Acide folique	112
La biotine	6
α-Tocophérol	7

I.2.5. Toxicité des graines de GL

Les graines de lin, bien qu'elles contiennent plusieurs ingrédients fonctionnels, contiennent certains facteurs antinutritionnels qui ont une influence néfaste sur l'absorption nutritionnelle chez l'homme. Les principaux composés antinutritionnels présents dans les graines de lin sont les glycosides cyanogènes (250–550 mg/100 g) dans lesquels la linustatine et la néolinistatine sont les principales fractions, tandis que la linamarine est en quantités minimale (Kajla et al., 2015). Dans l'intestin, les glycosides cyanogènes libèrent du cyanure d'hydrogène toxique, un inhibiteur respiratoire potentiel. Le cyanure d'hydrogène peut être converti en thiocyanates par la β-glycosides intestinale qui peut interférer avec l'absorption d'iode et, dans les cas chroniques, peut entraîner des troubles liés à une carence en iode, un goitre et, Plusieurs techniques de traitement thermiques et non thermiques telles que l'autoclavage, la torréfaction aux micro-ondes, la granulation et le trempage dans de l'eau saline et les traitements enzymatiques par des enzymes détoxifiantes telles que les β-glycosidases peuvent détruire les glycosides cyanogènes (Tanwar et al., 2018). Un autre anti nutriment important présent dans les graines de lin est l'acide phytique

(23–33 g/ kg de farine de graines de lin). L'acide phytique, un puissant chélateur, réduit la biodisponibilité des minéraux et interfère avec l'absorption de plusieurs minéraux importants. Les antinutriments des graines de lin ont moins d'impact sur la santé humaine que ceux du soja et du canola. Les graines de lin contiennent de la linatine (facteur antipyrodoxidine) (10 mg/100 g) et peuvent induire une carence en vitamine B6. Les graines de lin contiennent également des inhibiteurs de la trypsine, mais leur activité s'est avérée non significative (Ganguly et al.,2021).

L'huile s'oxyde rapidement et a été longtemps interdite pour cette raison ; autorisée à nouveau à la consommation depuis 2010. Elle est très riche en oméga-3 et oméga-6. Il faut éviter d'avaler les graines au risque d'une occlusion intestinale. Les graines de lin sont déconseillées en cas d'hypothyroïdie (Debuigne et Couplan.,2013).

I.2.6. GL à usage industriel

Chaque partie de la plante de lin est utilisée commercialement, directement ou après traitement. La graine fournit une huile riche en acide alpha linolénique, protéines digestibles et lignanes. Il est également utilisé pour fabriquer des peintures, des vernis, encres d'imprimerie, savons et de nombreux autres produits (Halligudi., 2012).

La graine de lin joue un rôle majeur dans le domaine de la recherche sur l'alimentation et les maladies en raison de ses bienfaits pour la santé associée à une teneur élevée en acide α-linolénique et en lignane majeure, à savoir le secoisolariciresinol diglucoside (SDG) (Goyal et al., 2014). L'usage industriel est très diversifié, peuvent être utilisé dans : l'industrie de transformation alimentaire comme ingrédient, l'industrie pharmaceutique, l'alimentation animale…etc.

Les semences de Lin, très mucilagineuses, ont été prescrites en adjuvant dans la plupart des états inflammatoires et d'abord contre ceux des voies digestives et urinaires : gastrite, dysenterie, entérite, cystite, blennorragie, strangurie, coliques, d'autre part, contre ceux de l'appareil respiratoire ; pneumonie, pleurésie, toux. En effet, la farine de Lin sert à préparer des cataplasmes émollients dont l'effet salutaire sur les inflammations, les dermatoses douloureuses, les contusions, les ulcères, les plaies enflammées, les douleurs intestinales, bronchiques, L. usitatissimum a un effet antiulcéreux, cicatrisant, anti-inflammatoire (Bentahar., 2018). Les graines de Lin accélèrent le transit intestinal (Lucienne., 2013).

I.2.7.Les propriétés de GL

- **Propriétés chimiques**

- ✓ Action de blanchiment : Il est difficile de blanchir le lin (lin) par rapport au coton, qui contient une énorme quantité d'impuretés, telles que la pectine et la gomme.
- ✓ Effet des acides :Le lin n'est pas affecté par les acides faibles.
- ✓ Effet des solvants organiques :Le lin il a une haute résistance.
- ✓ Effet des insectes :Le lin n'est pas attaqué par la teigne, les vers ni les scarabées.
- ✓ Effet des micro-orgasmes :attaqué par des champignons et des bactéries, une rosée douce se nourrit sur les tissus de lin.
- ✓ Durabilité : Pas une bonne affinité pour les colorants. Les colorants directs et de cuve conviennent à la fibre de lin. (Berkous, et Soufi., 2019)

- **Propriétés physiques**

- ✓ Bonne résistance mécanique en raison d'une plus grande cristallinité des fibres et la disposition des micros fibrilles dans l'axe de la fibre.
- ✓ Fibre lourde qui donne du tombant au tissu. - Faible élasticité -Grande finesse : se froisse facilement.
- ✓ Mauvais pouvoir adiathermique, moins bon que le coton. (Les rayons lumineux pénètrent facilement la matière)
- ✓ Reprise en eau de 12 à 20 %
- ✓ Bon pouvoir absorbant.
- ✓ Jaunit à la lumière.
- ✓ Attaqué par les moisissures.

Il s'agit d'une graine végétale issue d'une culture demandant peu d'engrais et de pesticides.

- **Propriétés thérapeutique**

Les grains grâce au mucilage qu'elles contiennent, mais aussi à leurs autres éléments constitutifs, sont émollientes et adoucissantes, diurétiques et apéritives. Leur infusion agit efficacement dans toute l'inflammation des muqueuses et danspresque toutes les maladies inflammatoires, et tout spécialement celles des voies urinaires(Bouraset al., 2018)**.**

I.2.8. Les recherches récentes sur GL

Ces dernières années, les hydrocolloïdes alimentaires, en particulier lespolysaccharides des plantes et des sources microbiennes ont retenu l'attention desscientifiques de l'industrie alimentaire et pharmaceutique. Parmi les sources végétales, le lin(*Linum usitatissimum L*.) contient du polysaccharide et d'autres composés phytochimiques qui possèdent un effet bénéfique sur la santé. En plus dans le domaine environnemental, donc les graines de lin représentent un ingrédient précieux(Ferhat et al., 2019).

Une étude réalisée par Trabelsi et al., (2020), consiste à évaluer la performance de cicatrisation in vivo sur brulure fractionnée au laser CO_2 dans un modèle de rat. L'application d'un roman polysaccharide extrait de graines de*Linum usitatissimum L.*a considérablement accéléré la régénération épithéliale, amélioré la contraction de la plaie etpermis une restitution complète du tissu cutané. Cette étude a démontré que le roman polysaccharide devrait être un excellent candidat pour un traitement réussi des brûlures et peutêtre utilisé dans les industries pharmaceutiques pour modérer la guérison des brûlures.

Des expériences de biosorptioncompétitiveet non compétitivedes ions métalliquesZn^{2+}, Cu^{2+} et Pb^{2+}par les fibres de lin ont été réalisés par Kajeiou et al., 2020. L'efficacité de la biosorption dépendait du temps de contact, du pH et de la concentration en biosorbant. Les résultats obtenus dans des conditions concurrentielles étaient différents de ceux obtenus sous forme non concurrentielle. Une affinité élevée du plomb, avec une séquence de sélectivité en général de Pb > Cu > Zn a été observée. Les données de biosorption correspondaient très bien au modèle de Langmuir pour le plomb et le cuivre sous la forme monumentale. L'ajustement avec le modèle Freundlich n'a pas été aussi réussi, à l'exception du cuivre dans le système ternaire. Les capacités d'adsorption maximales (mmol. kg^{-1}) étaient respectivement de 112, 122 et 71, pour le Pb, le Cu et le Zn dans la solution d'ions métalliques mono-composant et de 82, 57 et 8 seulement dans le cas ternaire (Kajeiou et al 2020).

I.3. Huile végétale de *Linum usitatissimum L* (HVL).

L'huile de graines de lin (*Linum usitatissimum L.*) est une excellente huile fonctionnelle contenant divers acides gras insaturés, principalement composés d'acide linolénique, qui est censé avoir une variété de propriétés physiologiques et fonctionnelles bénéfiques,cependant,l'efficacité de conversion de l'acide linolénique dans le corps humain est faible et la recherche sur l'huile de lin manque d'un examen et d'une évaluation systématiques(Jingyanget al., 2021).



Figure I.4. L'huile de graines de lin (*Linum usitatissimum L.*)

(https://aromatica.tn/99-tm_thickbox_default/huile-vegetale-lin-10-ml.jpg)

I.3.1. Les procédés d'extraction d'huile végétale de lin

A l'échelle industrielle, trois principaux types de procédés existent pour l'extraction des huiles à partir des graines oléagineuses : l'extraction par pression, l'extraction par solvant ou l'extraction mixte, incluant une étape d'extraction par solvant de l'huile résiduelle du tourteau. Des procédés alternatifs, mettant en jeu des solvants aux impacts sanitaire et environnemental plusréduits, ont été développés mais restent actuellement non compétitifs en termes de coût poudres productions à grande échelle(Delvar.,2019).

I.3.1.1. Préparation des graines

Avant l'extraction, les graines peuvent être soumises à différents prétraitements visant à favoriser l'extraction de l'huile. Ces étapes peuvent être physiques, telles que le nettoyage, le décorticage et l'aplatissage des graines, ou thermiques, comme le séchage ou la cuisson (Delvar., 2019).

Une première étape de nettoyage peut être nécessaire afin d'éliminer les matériaux étrangers mêlés aux graines. Les poudres sont aspirées, tandis que les particules trop petites ou trop grandes sont éliminées par tamisage. Afin d'améliorer le pressage ou la qualité nutritionnelle de l'huile et du tourteau, certaines graines, comme le tournesol, peuvent subir un décorticage (Matthäus.,2012). Le séchage permet de maîtriser le taux d'humidité et donc la dureté des graines, paramètre important pour l'extraction parpression. Enfin, la cuisson améliore l'extraction de l'huile en diminuant sa viscosité et en favorisant la coalescence des gouttelettes lipidiques dans la graine (Guillemin., 2006).

I.3.1.2. Extraction par pression

L'extraction par pression est la méthode principalement utilisée en industrie pour les graines oléagineuses contenant plus de 20 % d'huile (lin, tournesol, colza).

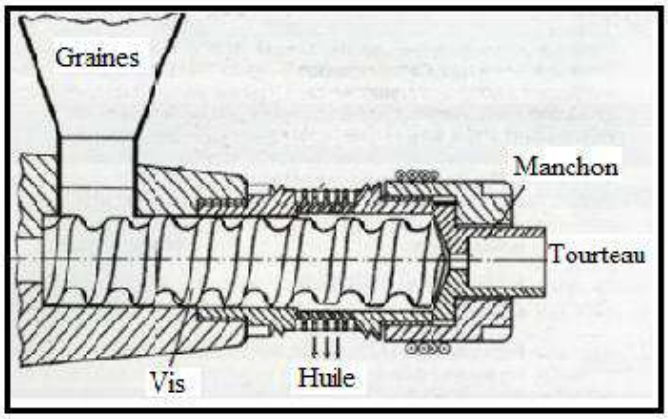


Figure I.5. Schéma d'une presse à vis (Delvar., 2019).

Le pressage est un procédé physique de séparation solide-liquide dans lequel l'huile est exsudée sous l'effet d'une force de compression. Les premiers équipements de pressage étaient des presses hydrauliques. Les presses à vis (Figure I.5) permettent une extraction en continu et l'obtention de meilleurs rendements grâce à l'association d'une pression mécanique et de forces de cisaillement. Le pressage hydraulique est donc aujourd'hui réservé à certaines matières premières telles que le cacao ou les olives (Rombaut., 2013).

L'extrémité du fourreau comporte une ouverture de diamètre connu permettant l'expulsion du tourteau. L'accumulation de matière à l'intérieur du fourreau permet de générer une force de pression suffisante pour libérer l'huile enfermée dans les cellules. Les perforations du fourreau permettent la récupération de l'huile. Le procédé peut être effectué à froid (c'est-à-dire sans apport extérieur de chaleur) ou avec chauffage du fourreau. Les forces de friction engendrent toutefois une élévation de la température pouvant atteindre plusieurs dizaines de degrés, même dans le cas d'une extraction à froid (Pagès, 2008).

I.3.1.3. Extraction par solvant

L'extraction par solvant était autrefois réservée aux graines à faible teneur en huile. Cependant depuis ces cinquante dernières années, le procédé industriel classique d'extraction d'huile combine l'extraction par pression et par solvant, même dans le cas de graines riches en huile (Delvar., 2019).L'addition d'une étape d'extraction du tourteau par solvant permet en effet d'atteindre un rendement de 97%, contre 89% pour un procédé de simple trituration (Finel et al., 2013).L'extraction par solvant consiste à faire séparer, par solubilisation, la substance àextraire dans un solvant(Talbi et Recioui., 2020). Le solvant utilisé préférentiellement est l'hexane, grâce à ses propriétés apolaires permettant une forte solubilité avec l'huile et une faible solubilité avec l'eau.L'extraction par solvant peut être utilisée pour extraire des huiles essentiellesthermiquement labiles (par exemple, à partir de fleurs). Au cours de cette méthode, ont placée matériel végétal dans un bain de solvant qui va le dissoudre (stratakos., 2016).

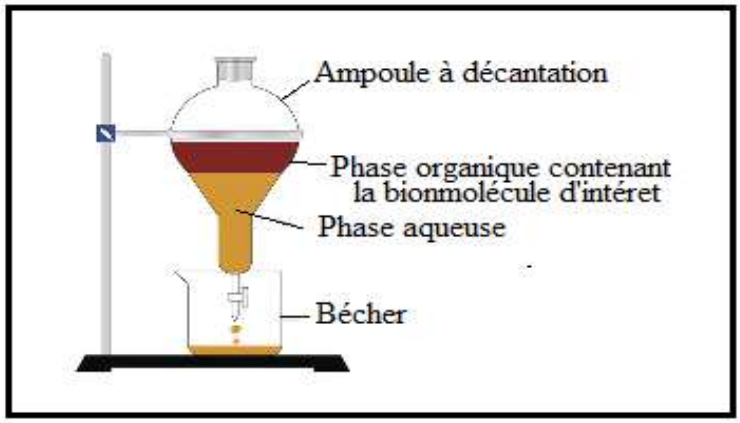


Figure I.6. Extraction par solvant en une seule étape utilisée à l'échelle laboratoire.

(https://monde.ccdmd.qc.ca/ressource/?id=116363&demande=desc)

I.3.1.4.Méthodes alternatives

Les études concernant l'extraction des huiles végétales se concentrent maintenant sur ledéveloppement des procédés alternatifs aux procédés classiques d'extraction par solvant.

L'utilisation des ultrasons ou des microondes permet ainsi d'améliorer les performances desextractions traditionnelles. Mais l'un des axes de recherche majeur de ces dernières annéesrepose sur l'emploi des fluides supercritiques(Delvar., 2019).

a. Extraction d'huile végétale par CO_2 supercritique

La recherche sur l'extraction d'huile, notamment pour l'agroalimentaire, se concentre sur l'obtention d'huile végétale de haute qualité ne présentant aucun risque pour la santé desconsommateurs, à l'aide de procédés respectueux de l'environnement(Delvar., 2019).

De manière générale, il est possible d'extraire par CO_2 supercritique les huilescontenues dans les graines de soja, tournesol, d'olive, d'avocat, et ce à l'échelle industrielle (Figure I.7). En particulier le CO_2 supercritique est utilisé pour remplacer l'hexane dansl'industrie de l'huile d'olive et répond à la demande croissante des consommateurs d'avoir accès à des produits naturels(Talbi et Recioui., 2020).

L'extraction par fluide supercritique est une méthode relativement nouvelle et la plus utiliséeces derniers temps pour obtenir les huiles végétales à partir du matériel agricole(Alongeet Jackson., 2018). Le fluide supercritique idéal le plus utilisé est le dioxyde de carbone (CO_2), étant non explosif, non toxique, facilement disponible et facilement éliminé de produits extraits (Yousefi et al., 2019).

De plus, du fait de ses conditions critiques modérées (T_c = 31 °C, P_c = 73,8 bar), le CO_2 supercritique est très rapidement apparu comme un candidatparticulièrement approprié à l'extraction végétale.Le principe de l'extraction d'huile végétale utilisant le dioxyde de carbone supercritique repose sur la forte variation du pouvoir solvant du CO_2 en fonction des conditions opératoires (température et pression), ce qui permet d'extraire sélectivement les molécules selon leur nature chimique. Très faiblement polaire, le CO_2 se révèle être un excellent solvant des molécules apolaires ou peu polaires dans les conditions supercritiques.Le réglage des paramètres influençant à l'extraction des huiles tels que la température, la pressionet la durée de l'extraction, permet d'atteindre des rendements élevés (Zahedi et Azarpour., 2011).

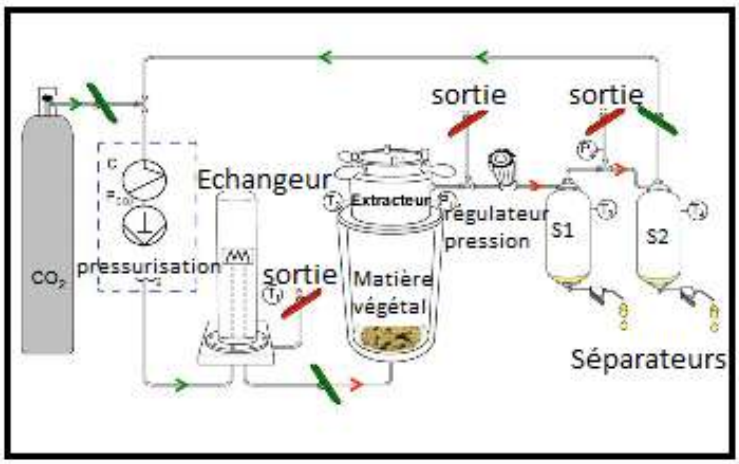


Figure I.7. Système extraction d'huile végétale par CO_2 supercritique.
(http://tai-team.fr/photos/800x500-ba501b3012f0cac04176ab854cefde2c.jpg)

Partant de ce principe, une fois le composé désiré dissous dans le milieu CO_2 supercritique, il sera aisé d'obtenir l'extrait pur par une simple dépressurisation qui entraîne alors la séparation du CO_2, redevenu gazeux, et de l'extrait, récupéré sous forme liquide ou solide (Benaissi, 2013).L'extraction des triglycérides nécessite en effet une pression suffisamment élevée pour permettre leur solubilisation dans le CO_2 supercritique (Rombaut., 2013). Les acides gras libres et les phospholipides nesont que faiblement extraits, produisant ainsi des huiles végétales de grande qualité ne nécessitant pas ou peu d'étapes de raffinage (Temelli., 2009).Cette technologie a été étudiée pour l'obtention d'huile à partir de graines de fruits de la passion.Les rendements en huile atteignant 26 % sont équivalents aux rendements d'extractionclassiques à l'hexane(Delvar., 2019).

b. Extraction assistée par micro-ondes

C'est une technique récente développée dans le but d'extraire des produits naturels comparables aux huiles essentielles et aux extraits aromatiques. Dans cette méthode, la plante est chauffée par un rayonnement micro-ondes dans une enceinte dont la pression est réduite de façon Séquentielle : les molécules volatiles sont entrainées dans le mélange azéotropique formé avec la vapeur d'eau propre à la plante traitée (Belazizia et Bettiche., 2019). (Figure I.8).

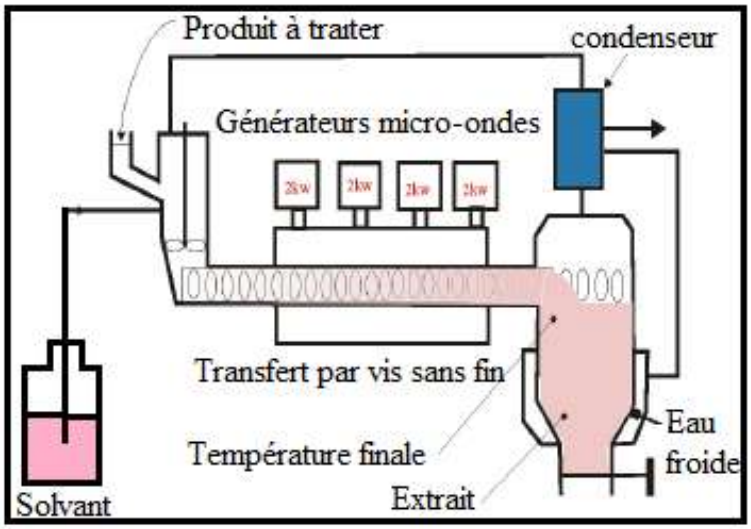


Figure I.8. Extraction assistée par micro-ondes.
(https://www.researchgate.net/figure/Schema-dextraction-par-solvant-assistee-par-micro-ondes-MAE-Microwave-Assisted_fig2_281914219)

Les auteurs de ce procédé lui attribuent certains avantages tels que le temps d'extraction (dix À trente fois plus rapide), l'économie d'énergie et une dégradation thermique réduite (AL-Bandak et Oreopoulou., 2007).

I.3.2. Composition chimique HVL

Un corps gras (huile ou graisse) est composé d'une grande variété de constituants que la Figure I.9., présente de façon panoramique ; les triglycérides sont très largement majoritaires (95-99 %) : ils sont composés de glycérol (3-5 %) et d'acides gras (90-95%). D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité : des lipides à caractère polaire tels que les phospholipides (0,1-0,2 %) et des composés dits insaponifiables appartenant à une fraction non glycéridique (0,1 à 3 %) principalement représentés par les stérols et les tocophérols &-tocotriénols mais contenant également des caroténoïdes, des alcools terpéniques, du squalène, des composés phénoliques, etc... (Morin et al., 2012).

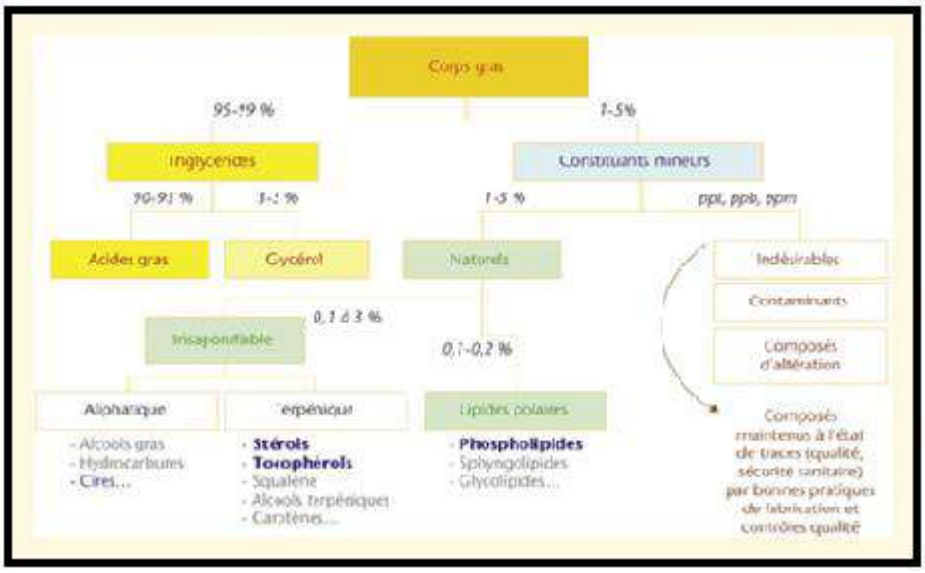


Figure I.9. Composition des corps gras et importance relative des principales classes de composés(Morin et al., 2012).

L'huile delin est unique dont sa composition est de 73% d'acides gras polyinsaturés(AGPI), 18% acides gras mono-insaturés (AGMI) et 9% d'acides gras saturés, ce qui en faitun aliment à faible teneur en graisses saturées. L'huile est la source la plus riche connue enacide gras oméga 3 (n-3), ALA, qui représente environ 55% des acides gras totaux (Le Anne et al., 2004).

L'huile de lin a des niveaux élevés de bêta-tocophérol (200 ppm) que d'alpha (15–20 ppm) et de gamma-tocophérol (5–7 ppm). Des niveaux plus élevés d'instauration et des niveaux plus faibles d'alpha et de gamma-tocophérols indiquent que l'huile de lin est très instable avec une durée de conservation limitée et une mauvaise qualité de friture. L'huile de lin contient environ 23 à 27 ppm de campe stérol et contient environ 70 ppm d'autres phytostérols (Ganguly et al., 2021).Les graines de lin sont majoritairement composées d'huile (30 à 45 %) dont unepartie se trouve dans les téguments (10 %) et au niveau des cotylédons (12 %). Le plus grand pourcentage d'huile (78 %) est localisé au niveau des cellules de l'embryon. En effet, l'huile de lin est composée majoritairement de cinqacides gras (Tableau I.6), l'acide palmitique (4à 6%), l'acide stéarique (2 à 3%), l'acide oléique (10 à 22%), l'acide linoléique (12 à 18 %)et l'acide linolénique (50 à 62%). La composition chimique de l'huile de lin peut varier selonles lieux de culture et les variétés (Lafond et al.,2008).

Tableau I.6. Composition en acides gras de l'huile de lin(Gutiérrez et al., 2010)

Nom de l'acide gras	Nomenclature biochimique	Répartition (%)	% insaturés et saturés
Acide palmitique	C16:0	4-6	5-15 % d'acides gras saturés
Acide stéarique	C18:0	2-6	
Acide oléique	C18:1ω9	10-22	75-95 % d'acides gras insaturés
Acide linoléique	C18:1ω6	12-18	
Acide α −linolénique	C18:1ω3	50-62	

I.3.3. Paramètres physico-chimique d'huile

Les principales caractéristiques physico-chimiques des huiles végétales sont la masse volumique (ou densité spécifique), la viscosité cinématique (généralement déterminée à 40°C), pouvoir calorifique, l'indice d'acide (IA), l'indice de saponification (IS), l'indice de réfraction (IR)(Barkat et Sebrani., 2020).

I.3.4. Utilisation d'HVL

L'utilisation des huiles végétales se développe dans le secteur non alimentaire ; cela résulte de leurs caractéristiques, de leur origine renouvelable et de leur caractère biodégradable. La formule maintenant usitée « de l'or noir à l'or vert » illustre ce nouvel engouement pour une chimie basée sur les agroressources de notre planète. Le développement des biocarburants (esters d'huiles végétales)(Pagés., 2008).

Parmi les biocarburants, on trouve le biodiesel. Ce dernier est élaboré à partir de substrats riches en matières grasses tels que les huiles végétales, les huiles de cuisson usées et le gras

animal. Les huiles végétales utilisées sont extraites de plantes oléagineuses cultivées spécifiquement pour leurs grains ou pour leurs fruits riches en matière grasse comme le lin (www.craaq.qc.ca).

L'huile végétale de lin peut également être utilisée directement dans les moteurs diesel comme substitut au pétrodiesel. Alors que le biodiesel résulte d'un procédé de transestérification de la matière grasse, « l'huile végétale-carburant » est utilisée à l'état brut et provient simplement d'un procédé de filtration et de décantation permettant d'obtenir de l'huile végétale pure (HVP) (www.craaq.qc.ca).

L'huile de lin, riche enacides gras polyinsaturé (PUFA)quipossède un impact positif sur la santé humaine, aide à la prévention des maladies cardiovasculaires. Les avantages pour la santé des PUFA n-3 sont liés à l'incorporation d'acides gras dans les phospholipides membranaires, à l'altération de l'expression des gènes ou à la production d'eicosanoïdes (Bhavsar et al 2020).

L'huile de graine de lin a un grand potentiel contre les cancers colorectaux (Bommareddy et al., 2009). Sont largement utilisées en médecine en tant qu'agent enveloppant et cicatrisant dans le traitementdes maladies gastro-intestinales (Ivanov et al., 2011)

I.3.5. Les recherches récentes sur HVL

Une récente étude (Zhou et al., 2020) a été faite pour étudier l'effet d'huile de lin surla colite ulcéreuse. Ils ont démontré que l'huile de lin atténue le développement de la colite induite par le dextran sulfate sodium chez le rat. L'effet bénéfique a été peut-être attribuable à la régulation de l'activité antioxydante, aux facteurs inflammatoires et à la récupération partielle de la flore intestinale. L'huile de lin est un type de bonne composante alimentaire qui peut être utilisée comme transporteur des médicaments dans la protection de la colite ulcéreuse à l'avenir.

Des études récentes indiquent que les huiles qui sont riches en oméga-3 ont une action anticancéreuse Elles protègent en outre le cœur et régularisent les battements cardiaques. Un cataplasme de graines concassées ou de fane de lin l'appliqué sur les furoncles et les anthrax calme les ulcérations et draine le pus (Bouras., 2018).

I.4. Déchet d'huile végétale de *Linum usitatissimum L*(DHL)

Le déchet d'huile végétale de lin (DHL) se présente comme un sous-produit à la fin de pressage. Cependant, il est riche en acides gras oméga-3, protéines, fibres solubles et insolubles, lignanes, phytoestrogéniques, différents types de composés antioxydants, vitamines (A, C, D et E) et des minéraux (Mg, K, Na, Fe, Cu, Mn, et Zn). Il est considéré comme un super aliment (Budžakiet al., 2018).

I.4.1. Composition chimique de DHL

Le tourteau ou bien le déchet de graines de lin (*Linum usitatissimumL.*) (Avant dégraissage) présentait 21,78% de matières grasses et 27,78% de protéines. Les valeurs rapportées dans la littérature concernant la composition des graines de lin sont différentes comme indique les tableaux (Tableau I.7 et Tableau I.8) (Budzaki et al.,2018, Cozea et al., 2016).

Tableau I.7. Composition de déchet d'huile végétale de lin selonBudzaki et al., 2018

Paramètres d'analyse	DHL
Teneur en cendres, [%]	5.30 ± 0.00^{c}
Protéines totales, [%]	32.83 ± 1.09^{c}
Carbone organique total, [%]	67.51 ± 0.86^{b}
Extraits d'éther Glucides solubles, [%]	2.20 ± 0.36^{b}
Extraits d'éther, [%]	21.40 ± 0.38^{c}
Fibre détergente neutre, [%]	18.83 ± 1.87^{c}
Fibre détergente acide, [%]	14.22 ± 0.30^{c}
Détergent acide lignine, [%]	6.02 ± 0.35^{c}

Tableau I.8. Composition de déchet d'huile végétale de lin selonCozea et al., 2016

Corps gras [%]	Acide polyphénolique [%]	Flavones [%]	Protéines [%]	Glucides totaux [%]
6.83	0.26	0.12	14.40	16.26

I.4.2. Utilisation de DHL

Les données obtenues sont remarquables pour la teneur élevée en protéines des déchets de lin (DHL) analysés entre (14-30%), ce qui rend ces sous-produits comestibles et qui permettent diverses combinaisons et associations pour l'industrie alimentaire. En combinaison avec différents extraits de plantes médicinales et aromatiques, les déchets de lin peuvent être utilisés pour obtenir de nouveaux suppléments naturels dotés de certaines propriétés phytothérapeutiques. De telles combinaisons peuvent diversifier les types de protéines et d'acides aminés de l'alimentation, aidant à stimuler et à soutenir les processus de biosynthèse dans les cellules hépatiques et donc le processus de régénération cellulaire (Cozea et al., 2016).

Bien que le déchet d'huilede lin n'ait pas une grande importance commerciale, en raison de la haute valeur nutritionnelle, il a d'immenses possibilités d'utilisation dans la production alimentaire ou dans une variété de procédés biotechnologiques. Il existe deux types de tourteaux, non comestibles et comestibles. Les tourteaux d'huile non comestibles sont couramment utilisés comme engrais organiques en raison des teneurs élevées en N, P et K. Les tourteaux d'huile comestible ont une valeur nutritive plus élevée (teneur en protéines de 15 à 50%) et sont préférables pour une utilisation comme suppléments protéiques et comme farine. Ils peuvent également être utilisés dans l'alimentation humaine lorsqu'ils sont combinés avec du blé ou d'autres farines. La farine à base de tourteaux d'huile comestible peut être utilisée pour la production de produits sans gluten, connus pour leur faible teneur en protéines, vitamines et minéraux, afin d'améliorer leur valeur nutritionnelle(Budzaki et al., 2018).

Généralement, les tourteaux sont utilisés comme compléments alimentaires. Il est rapporté qu'ils ont un effet positif sur la santé et sont également connus pour réduire le risque de certaines maladies. En plus d'être utilisés comme compléments alimentaires, les tourteaux peuvent être utilisés comme substrats pour la production d'enzymes telles que la lipase et la cellulase ou dans la production d'antibiotiques, de champignons, de vitamines, d'antioxydants, d'acides aminés, d'acides organiques, de protéines unicellulaires et de métabolites secondaires biologiquement actifs. Leur utilisation possible pour la production de bioproduits industriels, y compris le biogaz et la bio-huile (Budzakiet al., 2018).

I.4.3. Les recherches récentes sur DHL

Selon l'étude réalisé par Stodolak et al.,2013, le déchet d'huile végétale de lin obtenu par pressage est riche en nutriments et en composés bioactifs. L'objectif de l'étude était d'examiner dans quelle mesure l'inclusion de ce sous-produit en tant que co-substrat de fermentation peut influencer la valeur nutritionnelle du tempeh obtenu à partir de graines de pois de graminées. L'introduction du tourteau d'huile de lin dans les graines de pois (5 à 35% p/p) a entraîné à la fois une augmentation de la teneur en matières grasses des produits tempeh, de 50 à 190%, et une modification du profil des acides gras. Acide linolénique n-3 partager dans le total des acides gras était de 3,6 à plus de 10 fois plus élevé dans le tempeh avec l'ajout de tourteau d'huile, en fonction de la dose. De plus, ces produits présentaient un rapport acides gras n-6/ n-3 plus avantageux (2,5/1 à 0,5/1) que le tempeh de pois verts (11/1). Le tempeh de pois verts contenait environ 300 g/kg de protéines, dont près de 70% étaient disponibles in vitro. L'introduction du tourteau dans le substrat de fermentation n'a ni diminué le taux de protéines dans le tempeh, ni réduit sa disponibilité in vitro. Les protéines des produits enrichis en tourteau d'huile avaient une teneur en Lys inférieure de 6 à 12% mais une teneur en acides aminés soufrés supérieure de 10 à 46% à celle du tempeh de pois verts.

Les travaux de Fruehwirth et al., 2020 montrent que l'huile de lin pressée à froid est riche en acide gras oméga-3 mais également très vulnérable à l'oxydation des lipides. Les polyphénols pourraient améliorer la stabilité oxydative des huiles. Comme les procédés de pressage courants ne sont pas suffisants pour transférer les polyphénols des graines à l'huile, une extrudeuse à vis personnalisée a été développée. De plus, une extraction assistée des polyphénols de déchet d'huile de lin a été appliquée. Les effets d'un processus ouvert ont été comparés à un processus rincé à l'azote et scellé concernant les polyphénols, les peroxydes et les tocophérols dans l'huile. La plupart des polyphénols (492 ± 49,6 mg GAE/100 g de graines) sont restés dans le gâteau et seule une petite quantité a été transférée dans l'huile (0,27 ± 0,11 mg GAE/100 g de graines) dans le processus ouvert. Pour améliorer la teneur en polyphénols de l'huile de lin, une méthode optimisée utilisant l'huile comme solvant d'extraction des polyphénols du gâteau de presse a été développée en tenant compte du rapport déchet/huile, du nombre d'extractions et du temps d'extraction. Les résultats ont montré qu'une triple extraction pendant 30 min et un rapport tourteau/huile de 1 :2 ont conduit à une augmentation de 12 fois (1109%) de la concentration en polyphénols dans l'huile, la résistance à l'oxydation des lipides augmentant de 38%. Les résultats

représentent une méthode rentable pour améliorer la stabilité oxydative des huiles pressées à froid(Fruehwirth et al., 2020)**.**

L'extrait de tourteau d'huile de lin (résiduel de la production d'huile pressée à froid et riche en protéines et polysaccharides) a été évalué comme substrat potentiel pour la préparation de poudres séchées par pulvérisation à activité émulsifiante. Trois variantes de poudres ont été obtenues en utilisant différentes températures d'entrée du processus de séchage par atomisation : 160^0 C, 180^0C et 200^0 C. L'influence de la température sur les caractéristiques physico-chimiques (capacité de rétention d'eau, capacité de liaison à l'huile, activité de l'eau, solubilité, couleur, composition chimique, activité antioxydante et morphologie de surface) des poudres a été estimée. De plus, l'activité émulsifiante des poudres et la stabilité des émulsions huile-dans-eau préparées avec leurs différentes teneurs (0,5%, 1% et 3%) ont été déterminées. Les résultats ont montré que la température d'entrée avait une influence significative sur toutes les propriétés physico-chimiques et fonctionnelles des poudres. L'augmentation de la température d'entrée a diminué la solubilité et l'activité antioxydante, mais a augmenté la capacité de rétention d'eau, la capacité de liaison à l'huile et l'activité émulsifiante. Les émulsions préparées avec la poudre obtenue à 200 °C ont montré la plus grande stabilité. Les images SEM ont montré la production de particules relativement sphériques qui étaient pliées ou froissées avec beaucoup de prothèses dentaires. Cette étude pourrait ouvrir une voie prometteuse pour la production de poudres naturelles et végétales séchées par pulvérisation pour des applications alimentaires en tant que stabilisants d'émulsion (Drozłowskaet al., 2020).

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif de présenter d'une part, les matériaux utilisés dans cette étude, et la description de l'ensemble des expériences effectuées.

La partie expérimentale a été réalisée au sein du laboratoire de Chimie 01du Hall Technologie, et au niveau des laboratoires de physico-chimie et de microbiologie du complexe SAIDAL de Médéa

Elle comporte trois parties :

- **1ère partie :** Caractérisation physico-chimique des graines de *Linumusitatissimum L*(GL), huile végétale de *Linumusitatissimum L (HVL)* et ledéchet d'huile végétale de *Linumusitatissimum L*(DHL)
- **2ème partie :** Caractérisation structurale et étudede laqualité microbiologique.
- **3éme partie :** Utilisation de déchet d'huile végétale de lin dans le domaine génie chimique « préparation du biodiesel ».

Une dernière partie a été consacrée à l'étude de la simulation d'écoulement des fluides à travers le grain de déchet de l'huile végétale de lin

II.2. Matériels

II.2.1. Matériels végétales

II.2.1.1. Graines de *Linumusitatissimum L (GL)*

La matière végétale utilisée dans notre étude est constituée de la plante : *LinumusitatissimumL*, elle est récoltée dans la région d'Inde. Seules les graines commercialisées sont utilisées pour l'obtention d'huile végétale. Les graines du lin sont broyées et tamisées.

Le produit obtenu est noté GL et il est conservé dans des flacons en verres jusqu'à utilisation.

II.2.1.2. Huile végétale de *Linumusitatissimum L(HVL)* et son déchet (DHL)

L'huile végétale de *Linumusitatissimum L* est obtenue par pressage mécanique assisté à chaud fait par l'herboriste Mr TURKMAN Nasser Eddine.

Le processus implique la séparation d'huile végétale de lin sous l'action des forces de compression produites par des machines spéciales appelées presses. L'équipement de presse produit deux flux principaux de l'alimentation : le flux d'huile (HL) et le déchet (DHL).

Le déchet d'huile végétale de *Linumusitatissimum L* est broyé et tamisé. Le produit obtenu est noté DHL et il est conservé dans des flacons en verres jusqu'à utilisation (Figure II.1).

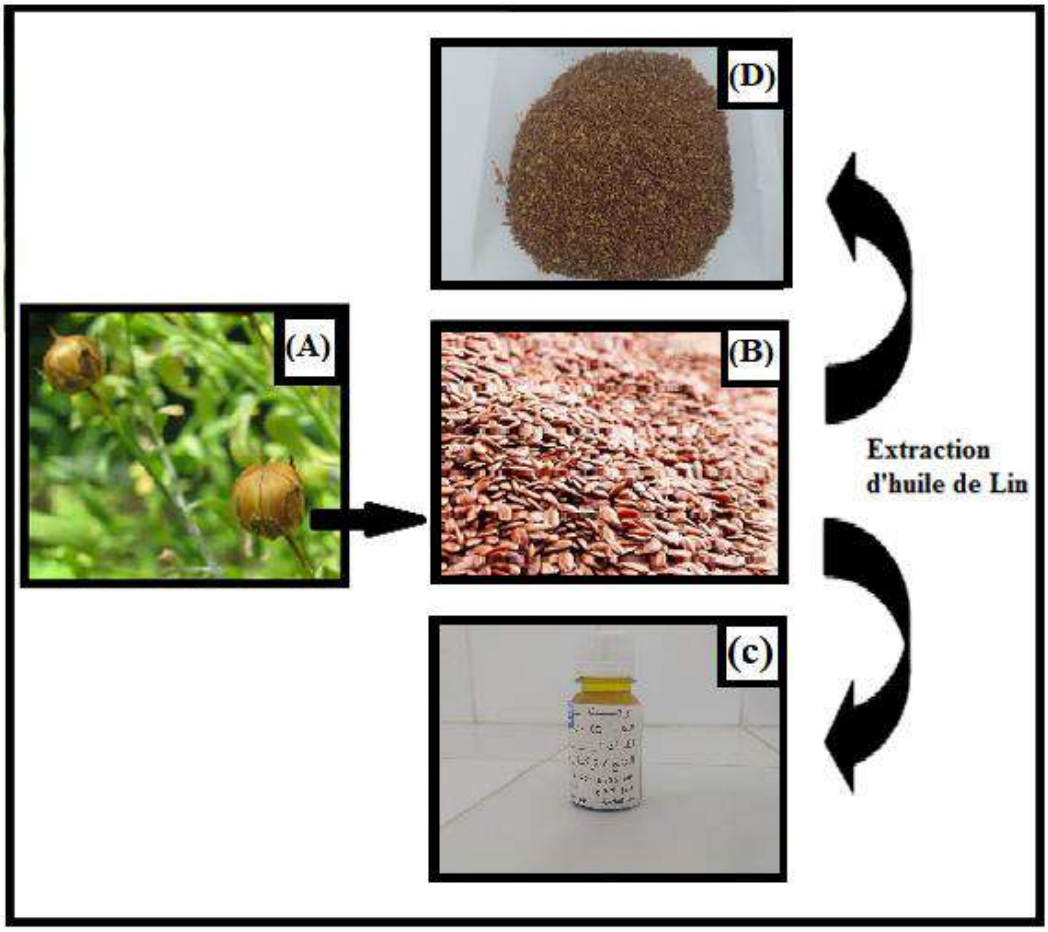


Figure II.1. Schéma représentant (A) Fleur de Linum, (B) Graines de linum, (C)Huile de graines de linum (D) Déchet d'huile de linum.

II.2.2. Matériel d'analyses

II.2.2.1.Appareillages (Annexe AI)

- Tamiseur de différents diamètres(Retsch).
- Agitateur magnétique(Stuart).
- Agitateur multipostions(OVAN).
- Agitateur plaque chauffante (Heidolph MR Hei-Standard).
- Etuve (memmert).
- Balance électronique (DENVER INSTRUMENT).
- pH mètre (STARTER 3100).
- Broyeur électrique(Seifona).
- Four (Linn ELEKTRO THERM).
- Les verreries.
- Bain marie (memmert).
- Refractomètre.
- U-V visible (UV mini-1240).
- Centrifugeuse(Hettichzentrifugen).
- Réfrigérateur.
- Pycnomètre.
- spectrophotomètre IR
- Titreur à potentiomètre (Titroline 7000-Xylem)

II.2.2.2. Produits chimiques et réactifs

Les produits chimiques utilisés ainsi les réactifs sont regroupés dans le tableau II.1.

Tableau II.1. Produits et réactifs utilisés

Produits	Propriétés
Méthanol (CH3-OH).	*M=32.04 g/mol*.
Ethanol (C2 H6 O).	*M= 46 g/mol*.
Chlorure de sodium (NaCl).	*M=58,443 g/mol*.
Eau distillé.	*M = 18 g/mol*.
Hydroxyde de sodium (NaOH).	*M = 40 g/mol*.
Acide chlorhydrique (HCl).	*M = 36.453 g/mol*.
Hydroxyde de potassium (KOH).	*M = 36 g/ mol*.
Acide sulfurique(H2SO4).	*M = 98.065 g/mol*.
Phénolphtaléine (C20H14O4).	ρ*= 1.25 g/cm*^{3}.
Amidon.	M=109 g/mol
Bleu de méthylène.	*M =319.85 g/mol*.
Iode.	*M =126.904 g/mol*.
Polysorbate 80.	*M =1310 g/mol*.
Ether.	*M =74.12 g/mol*.
Chloroforme.	*M =119.38g/mol*.
Acide acétique.	*M =60.052g/mol*.
Myristate d'isopropyle.	*M =270.451g/mol*.
Thiosulfate sodium.	*M =158.11g/mol*.
Peptones de caséine et de soja	-

II.3. Caractérisation physico-chimique du DHL et GL

II.3.1. Caractéristiques particulaires

II.3.1.1. Granulométrie

Les granulométries sont obtenues par tamisage. A la fin du tamisage la classe granulométrique 500µm a été choisi.

II.3.1.2. Humidité

C'est le rapport exprimé en pourcentage, du poids de l'eau contenu dans un matériau, au poids du solide humide. Le DHL de masse (m_0)est séché dans l'étuve à une température de 110°C jusqu'à une masse constante (m_1). La relation suivante permet d'obtenir le taux d'humidité (H)(Tassist, 2003).

$$H(\%) = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} * 100 \qquad (II.1)$$

Où m_o est la masse du matériau avant séchage(g), m_1 est la masse du matériau après séchage(g).

II.3.1.3. Densité réelle

La densitéréelle est le rapport de la masse volumique réelle du solide sur la masse volumique de l'eau :

$$d_r = \frac{\rho_r}{\rho_{eau}} \qquad (II.2)$$

La masse volumique dite réelle est le rapport de matériau sur son volume réel en éliminant le volume entre les particules. Expérimentalement, la densité réelle est déterminée en mettant le DHL dans une étuve à 110° pour le déshydrater. Une quantité de ce DHL sec est pesée dans un pycnomètre taré. Ce dernier est rempli de méthanol puis pesé une seconde fois. Le volume réel du DHL correspond au volume du méthanol déplacé par le DHL. Ce dernier constitue le rapport de la masse du méthanol déplacé (déterminée expérimentalement) et la masse volumique du méthanol, selon la relation suivante :

$$d_r = \frac{m_{bio}\rho_m}{[m_{met} - (m_{(met+bio)} - m_{bio})]\rho_{eau}} \qquad (II.3)$$

Où d_r est la densité réelle, m_{bio}est la masse du DHL additionné de méthanol jusqu'à remplissage du pycnomètre (g), ($m_{(met+bio)}$ -$m_{(bio)}$) est la masse du méthanol nécessaire pour remplir le pycnomètre en présence du DHL(g), $m_{(met)}$ est la masse du méthanol seul remplissant un pycnomètre de 10mL, [$m_{(met)}$-($m_{(met+bio)} - m_{(bio)}$] est la masse du méthanol déplacé par la biomasse(g), ρ_m est la masse volumique du méthanol =0,792 g/cm^3, ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau = 1 g/cm^3(Tassist, 2003).

II.3.1.4. Densité apparente

La densité apparente correspond à la masse volumique apparente du solide sur la masse volumique de l'eau.

$$d_{app} = \frac{\rho_{app}}{\rho_{eau}} \qquad (II.4)$$

La masse volumique apparente est le rapport de la masse du DHL sur son volume apparent (volume réel + volume inter-particulaire). La méthode consiste à mettre une quantité de DHL correspondant à un volume V(V_{app}) dans une éprouvette préalablement lavée et séchée. Il est nécessaire de bien secouer l'ensemble pour avoir un bon tassement des grains et éviter l'adhésion des particules sur les parois de l'éprouvette. A partir de la relation (IV.4), nous avons :

$$d_{app} = \frac{m_{bio}}{v * \rho_{eau}} \qquad (II.5)$$

Où d_{app} est la densité apparente, m est la masse de l'échantillon (g), ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau (1 g/cm^3)(Tassist, 2003).

II.3.1.5.Porosité totale

La porosité totale est définie comme étant le rapport du volume du vide (V_v) sur le volume apparent du DHL (V_{app}). Pour la mesure de la porosité (ε), nous utilisons une éprouvette de 10 ml que nous remplissons jusqu'à un volume de 2 ml (V_1) soit alors une masse totale m1, nous ajoutons du méthanol jusqu'à un volume V_t de 4 ml soit alors la masse m_2(Tassist, 2003).

La porosité se calcule par la relation suivante :

$$\varepsilon = \frac{V_V}{V_{app}} = \frac{\left[\frac{m_2 - m_1}{\rho_{met}}\right] - V_2}{V_1} \qquad (II.6)$$

II.3.1.6. Volume poreux total

Le volume poreux total $V_{P.T}$ est déterminéà partir de la densité apparente d_{app} du solide DHL et de la densité réelle d_r par la relation :

$$V_{P.T} = \left[\frac{1}{d_{app}} - \frac{1}{d_r}\right]\frac{1}{\rho_{eau}} \qquad (II.7)$$

Oùd$_{app}$ est la densité apparente, d_r est la densité réelle, ρ_{eau} est la masse volumique de l'eau (Tassist, 2003).

II.3.2. Détermination du pH

Le pH des échantillons a été déterminé en pesant 1 g de DHL, bouilli dans un bécher contenant 100 cm^3 d'eau distillée pendant 5 minutes. La solution a été diluée à 200 cm^3 avec de l'eau distillée et refroidie à température ambiante, le pH de chacun a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre et les lectures ont été enregistrées (Dada et al.,2012).



Figure II.2.Détermination du pH

II.3.3. Détermination du pH de point de charge nulle (pH_{pzc})

La détermination de pH_{pzc}des échantillons a été effectuée en utilisant une procédure similaire à celle utilisée par Khormaei et Nasernejad (2007). Des volumes de 50 ml de la solution de NaCl 0.01 M ont été placés dans des flacons fermés. Le pH de chaque solution dans chaque flacon a été ajusté à des valeurs allant de 2 à 12 en ajoutant des solutions HCl 0.1 M ou NaOH 0.1 M. Ensuite, 0.15 g de DHL a été ajouté et le pH final a été mesuré après 48 h sous agitation à température ambiante. Le pH_{pzc} est le point où la courbe pH_{final}en fonction de$pH_{initial}$ intercepte la ligne pH_{final}égale à $pH_{initial}$(Larous et Meniai, 2016).



Figure II.3.Détermination de pH de point de charge nulle (pH_{pzc})

II.3.4. Détermination de la matière organique et de la matière minérale

Pour déterminer les proportions que représentent la matière organique et la matière minérale, on a appliqué la méthode suivante :

On pèse une quantité M_0 de DHL et on la laisse sécher dans une capsule en porcelaine dans l'étuve à 110°C jusqu'à obtention d'une masse M_1 constante. Par la suite, la masse M_1 subit une calcination pendant 2 h dans un four à 600°C, la masse obtenue représente la matière minérale (MM). A partir de M_1 et MM, on déduit la matière organique (MO)(Tassist, 2003) :

$$MO = M_1 - MM \qquad (II.8)$$

II.4. Caractérisation physico-chimique HVL

II.4.1. La densité relative

Mode opératoire

- Nettoyer soigneusement le pycnomètre et le sécher.
- Déterminer la masse m_0 du pycnomètre vide.
- Remplir le pycnomètre avec de l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge et laisser 30 min dans un bain marie à 20 m_1°C.
- Déterminer la masse de pycnomètre rempli d'eau distillée.
- Nettoyer et sécher le pycnomètre.

- Remplir le pycnomètre avec de l'huile jusqu'à le trait de jauge.
- Déterminer la masse $m_2$de pycnomètre contenant l'huile**.**

La densité relative est donnée par la formule ci-dessous(Tassist, 2003).

$$d_{20}^{20} = (m_2 - m_0)/(m_1 - m_0) \qquad (II.9)$$

Où :

m_0 : Masse (g) du pycnomètre vide.

m_1 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'eau.

m_2 : Masse (g) du pycnomètre rempli d'huile de lin.

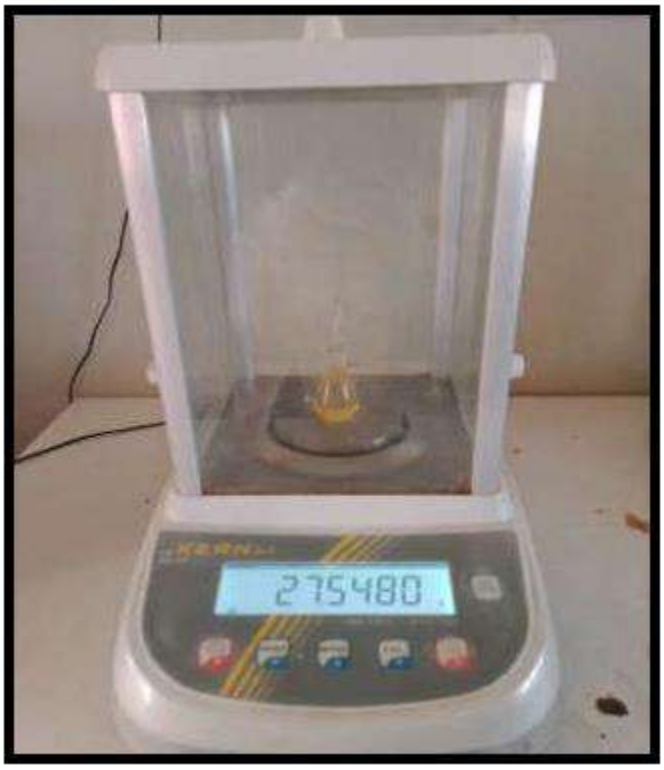


Figure II.4. Détermination de la densité relative d'HVL

II.4.2. Indice de réfraction

Mode opératoire

Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.

- Étalonner l'appareil par l'eau distillée dont l'indice de réfraction est égal à 1,33. - Nettoyer la lame du réfractomètre en utilisant du papier absorbant.

- Déposer quelques gouttes d'huile à analyser dans la lame de réfractomètre et régler le cercle de chambre sombre et claire dans la moitié,

Effectuer la lecture des résultats en prenant compte de la température (Bourachouche et Boudei, 2016).

II.5.Détermination des indices « acide, saponification et ester »

II.5.1. Indice d'acide

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse, elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Il nous renseigne sur le degré d'hydrolyse. Dans un Erlenmeyer, on pèse 10g du matériau à analyser puis on rajoute 75 ml de solution d'alcool neutralisée (éthanol) en ajoute quelques gouttes d'un indicateur coloré phénolphtaléine qui est. On titre la solution avec le KOH à 0.1N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (10 secondes) et noter le volumeKOH pour neutralisation(Bourachouche et Boudei, 2016).

- ✓ **Expression de calcul**

$$I_A = M_1 * V * N/P \quad (II.10)$$

$$\text{Acidité } \% = \frac{(M * N * V)}{(p * 10)} \quad (II.11)$$

$$\text{Acidité } \% = I_A/2 \quad (II.12)$$

Ou :

M_1 : Masse molaire de KOH =56,1 g/mol.

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

N : Normalité de KOH à 0.1N.

V : Volume de KOH nécessaire au titrage.

P : Poids de la prise d'essai.

I_A : Indice d'acide.

II.5.2. Indice de saponification

L'indice de saponification correspond au nombre de milligrammes de potasse nécessaires pour saponifier les acides gras contenus dans un gramme de matière grasse. Expérimentalement, On Peser 2g du matériau à analyser que l'on introduit dans un ballon à fond rond puis en ajoute

25 ml de solution KOH dans l'éthanol à 0.5 N avec trois pierre pence, on porte lemélange à l'ébullition dans un chauffe ballon surmonté d'un réfrigérant à reflux pendant uneheure. Après refroidissement on récupère le mélange sans les pierres ponce dans un bécher, avecajoute quelque goutes de l'indicateur coloré (phénolphtaléine) on titrer la solution avec l'acidechlorhydrique HCl à 0.5 N jusqu'à la disparition de la couleur rose et réapparition de lacouleur initiale du mélange (transparente), on noter la chute de volume de HCl(Bourachouche et Boudei, 2016).



Figure II.5. Montage utilisé pour la détermination d'indice de saponification.

✓ **Expression de calcul**

L'indice de saponification est donné par la formule établie ci-dessous :

$$I_S = ((V_0 - V) * N * M)/P \qquad (II.13)$$

Ou :

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

V : Volume en ml de HCl utilisé pour l'échantillon à analyser.

P : Prise d'essai en grammes.

N : La normalité de l'acide chlorhydrique HCl 0.5N

II.5.3. Indice d'ester

Indice d'ester d'un corps gras est la masse d'hydroxyde de potassium (KOH), exprimée en milligramme, nécessaire pour saponifier des acides gras estérifiés dans un gramme de corps gras. Il permet aussi de déterminer la masse molaire (donc la structure) des glycérides, cet indice n'est pas mesuré(Bourachouche et Boudei, 2016).

- ✓ **Expression de calcul**

L'indice d'ester est donné par la relation suivante

$$I_E = I_S - I_A \qquad (II.14)$$

Ou :

I_E :Indice d'ester.

I_S: Indice de saponification.

I_A: Indice d'acide.

II.5.4. Taux d'impuretés

L'altération des corps gras peut être estimée par le calcul du pourcentage d'impuretés (Bourachouche et Boudei, 2016).

.

- ❖ Le taux d'impuretés est donné par la relation suivante :

$$\%d'impuretés = \left(\frac{I_A}{I_S}\right) * 100 \qquad (II.15)$$

Où :

I_A : Indice d'acide.

I_S : Indice de saponification.

II.6. Détermination d'indice d'iode

L'indice d'iode I_I est le nombre qui exprime en grammes la quantité d'halogène, calculée en iode, susceptible d'être fixée, dans les conditions précisées, par 100g de substance.Dans un récipient de 250 ml muni d'un bouchon rodé, sec ou rincé avec l'acide acétique glacial, introduisez la prise d'essai (mg) et dissolvez-la dans 15 ml de chloroforme sauf indication contraire. Ajoutez très lentement 25 ml de solution de bromure d'iode. Bouchez le récipient et

placez-le à l'obscurité pendant 30min, sauf indication contraire, en agitant fréquemment. Après addition de 10ml d'une solution d'iodure de potassium à 100g/l et de 10ml d'eau, titrez par le thiosulfate de sodium 0.1 M en agitant énergiquement jusqu'à ce que la coloration jaune ait presque disparu. Ajoutez 5ml de solution d'amidon et continuez le titrage en agitant énergiquement et en ajoutant, goutte à goutte, le thiosulfate de sodium 0.1M jusqu'à disparition de la coloration (V_1ml de thiosulfate de sodium 0.1M) (Pharmacopée Européenne).

$$I_I = \frac{1.269(V_2 - V_1)}{m} \qquad \text{(II. 16)}$$

✓ **Expression de calcul**

Ou :

V_1: volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml.

V_2: Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

1.269 : masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

II.7. Détermination d'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde $I_P$est le nombre qui exprime en milliéquivalents d'oxygène actif la quantité de peroxyde contenue dans 1000g de substance, déterminé par les méthodes prescrites ci-après. Dans un récipient de 250 ml muni d'un bouchon rodé, introduisez 5 g de la substance à examiner (mg). Ajoutez 30 ml d'un mélange de 2 volumes de chloroforme R et de 3 volumes d'acide acétique glacial R. Agitez jusqu'à dissolution de l'échantillon et ajoutez 0,5 ml de solution saturée d'iodure de potassium R. Agitez pendant exactement 1 min, puis ajoutez 30 ml d'eau R. Titrez par le thiosulfate sodium 0,01 M ajouté lentement, sans cesser d'agiter énergiquement, jusqu'à ce que la coloration jaune ait presque disparu. Ajoutez 5ml de solution d'amidon R. Continuez le titrage en agitant énergiquement jusqu'à disparition de la coloration (V_1ml de thiosulfate de sodium 0.01M).Effectuez un essai à blanc dans les mêmes conditions (V_2 ml de thiosulfate de sodium 0.01M). Le titrage de l'essai à blanc ne doit pas consommer plus de 0.1 ml de thiosulfate de sodium 0.01M (Pharmacopée Européenne).

- ✓ **Expression de calcul**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$I_P = \frac{10 * (V_2 - V_1)}{m} \qquad (II.17)$$

Ou :

V_1: volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V_2: Volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

I_P: Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse.



Figure II.6. Montage utilisé pour la détermination d'indice de peroxyde

II.8. Caractérisation structurale

L'analyse par spectroscopie infra-rouge du DHL et GL est effectuée en déposant ce dernier sur une plaque de base d'un spectrophotomètre IR (BrukerTensor II) doté d'un dispositif ATR Platinium (diamant mono-réflexion). Le spectre IR est enregistré dans la gamme de nombres d'onde comprise entre 400 et 4000cm^{-1} (Turkman., 2019).

II.9. Pureté microbiologique

Le principe est de concentrer les microorganismes potentiellement présents dans un produit filtrable sur une membrane de porosité de 0,45 µm qui est ensuite rincée avec un diluant, avant

d'être mise en contact avec un milieu nutritif gélosé approprié permettant ainsi la croissance microbienne en colonie visible à l'œil nu après une incubation à 30-35°C pendant5 jours (minimum). Le nombre d'UFC (unité formant une colonie) est ensuite compté à la surface de chaque boîte (Annexe AII).

-Filtrer 10ml de la solution A (Annexe AII) en deux fois à travers deux filtres membranes de porosité 0.45 µm stériles, pour les flacons vides, filtrer 100ml de la solution A.

-Rincer chaque filtre avec 100ml de solution tampon peptone au chlorure de sodium pH7.

-Mettre un filtre dans une boite Pétri contenant du milieu gélosé aux peptones de caséine et de soja (DGAT).

-Mettre le deuxième filtre dans une boite contenant du milieu Sabouraud dextrose gélosé (DMLT).

-Incuber la première boite à une température entre (30-35℃) pendant (3-5) jours et la deuxième à

-Calculer le nombre d'UFC par millilitre ou par gramme de produit (Pharmacopée Européenne).

(20-25℃) pendant (5-7) jours.



Figure II.7. Détermination de la qualité microbiologique

II.10. Préparation de biodiesel

La transestérification est réalisé dans un ballon bi-colle en verre de 250ml équipée d'un réfrigérant relier à un système de refroidissement. On verse 50g de l'huile dans le ballon et on chauffe à l'aide d'une plaque chauffante agitée jusqu'à ce que la température atteigne 65°Càce moment on ajoute le catalyseur solubilisé dans 20g de méthanol absolu. La durée de la réaction est de 3 heures. A la fin de l'expérience on élimine le catalyseur à 2500 t/min pendant 20 min. en suite le mélange réactionnel est mis dans une ampoule adécanté à fin de séparer le biodiesel des autres composés. Après décantation le biodiesel récupéré est chauffé dans l'étuve à 100℃ afin d'éliminer les traces de méthanol et de l'eau, ensuite on pèse la masse du biodiesel et on calcule son rendement selon la formule suivante (Abdelouahed et Boulghiti, 2016) :

$$R=\frac{M_B}{M_H} * 100 \qquad (II.18)$$

Où :

R : le rendement.

M_B: Masse du biodiesel obtenu.

M_H : Masse d'huile utilisée.

II.11. Simulation d'écoulement d'un fluide à travers le DHL par COMSOL Multiphysics 4.3a

Le logiciel COMSOL Multiphysics est un logiciel de simulation numérique par éléments finis conçu par l'entreprise du même nom. Il permet le couplage de plusieurs physiques entre elles (fluide, thermique, ...etc) et permet une grande personnalisation des modèles que l'on simule (Pauline, 2020).Ce logiciel est basé sur la méthode des éléments finis.

La simulation de la dynamique des fluides par Comsol peut offrir des avantages de coûts significatifs pour l'évaluation et l'optimisation des solutions de conception technique liées aux préoccupations environnementales et semble attrayante comme un outil alternatif potentiel (Saddok, 2017).

II.11.1. Les différentes étapes du processus de simulation

Pour cette application, on a choisis le module **fluid flow /laminarflow** aprèson a suivi les étapes suivants **(https://www.comsol.com/)**:

A. Définition de la géométrie

Au cours de notre travail, nous allons partir du modèle le plus simple possible : cylindre pour le tube, et sphère pour le grain de DHL (3D).

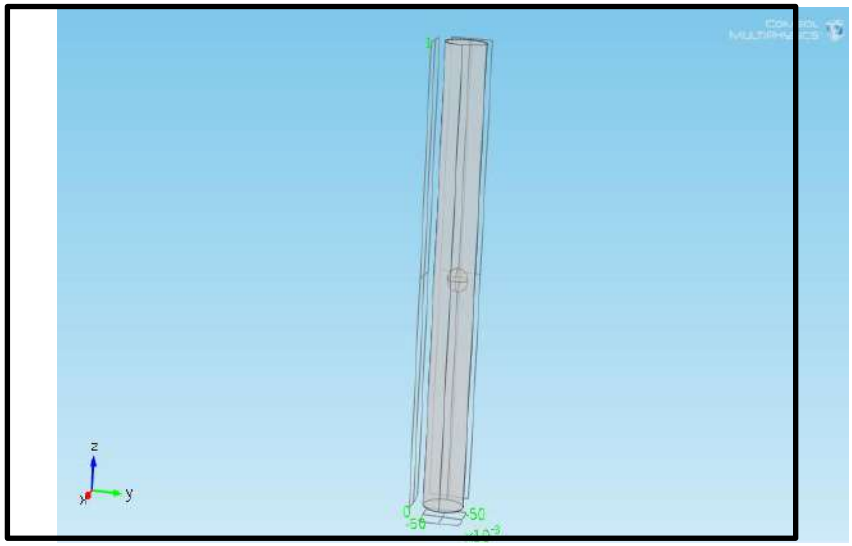


Figure II.8.Définition de la géométrie

B. Physique du modèle

B.1. Définition du matériau

On définit pour chaque volume le matériau utilisé. On utilise une bibliothèque permettant de fixer simplement toutes les propriétés physiques du matériau « DHL » et on ajoute pour chaque paramètre la valeur expérimentale trouvé. On choisira aussi comme fluide l'eau.

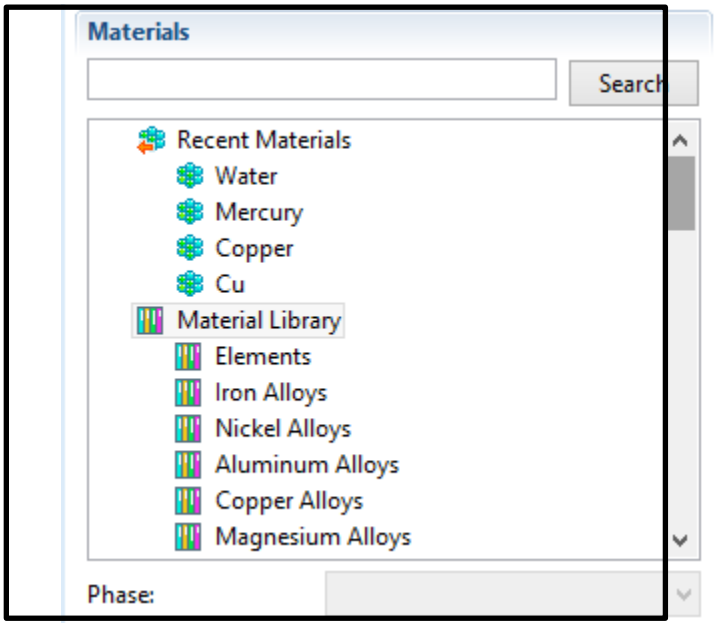


Figure II.9. Définition du matériau

B.2. Définition des conditions aux limites

Cette étape importante permet de signaler aisément les valeurs connues de certaines variables du système en des endroits précis.

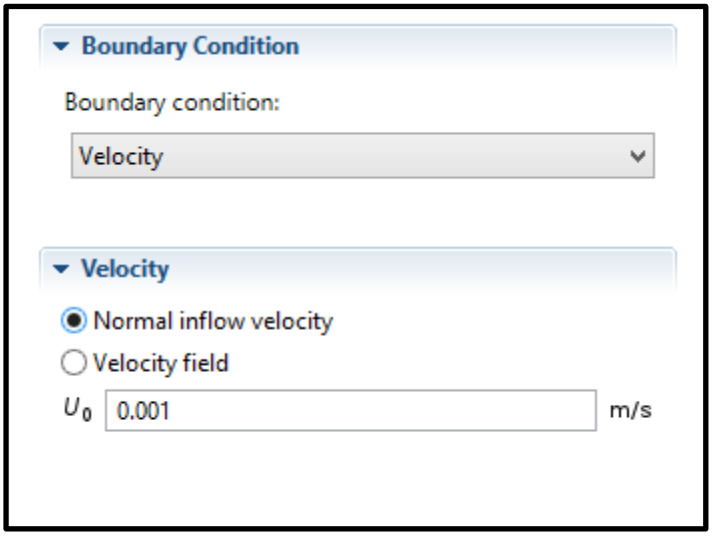


Figure II.10. Définition des conditions aux limites

C. Maillage

Cette étape sert à définir les volumes élémentaires pour permette la discrétisation du système continu.

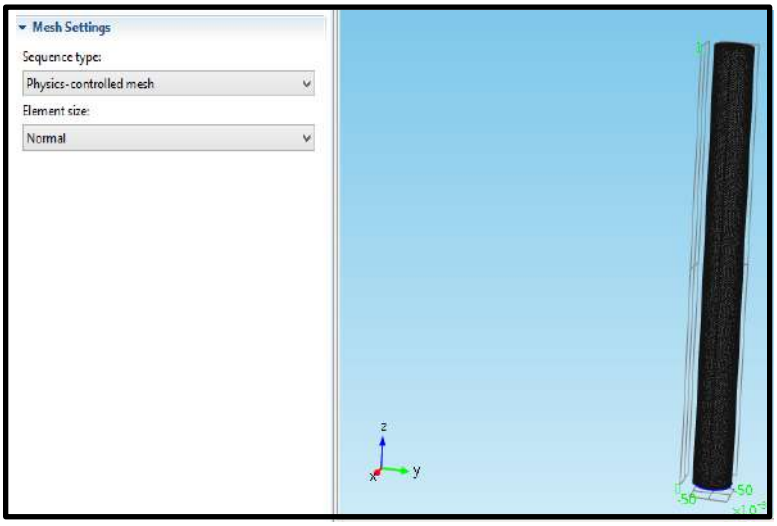


Figure II.11. Maillage

D. Simulation

On lance la simulation correspondant au modèle sélectionné

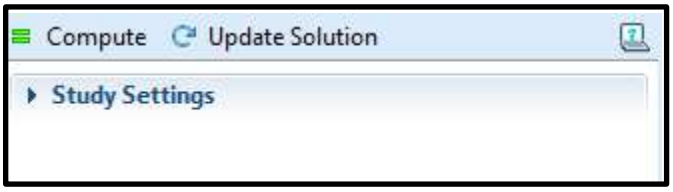


Figure II.12. Simulation

E. Visualisation des résultats

COMSOL permet tout un ensemble de représentation des variables sous forme de couleur, de courbe…

Chapitre III : résultats et discussion

III.1. Introduction

Dans ce chapitre, tous les résultats expérimentaux obtenus sont présentés et discutés. En effet, une caractérisation physico chimique et structurale des matériaux utilisés : graines de lin (GL), huile végétale de lin (HVL) et son déchet (DHL) utilisées a été effectuée. Aussi, une étude de la qualité microbiologique a été réalisée.

Pour évaluer l'efficacité des déchets d'huile végétale de lin dans le domaine génie chimique une dernière partie a été consacrée à la préparation du biodiesel, et la simulation d'écoulement d'un fluide à travers un grain de déchet de l'huile végétale de lin.

III.2. Caractéristiques organoleptiques de GL, HVL et DHL

L'huile végétale de lin cultivée (HVL) est obtenue par pressage mécanique assisté à chaud des graines de lin (GL), le liquide obtenu est de nature visqueuse et de couleur jaune paille. Les caractéristiques organoleptiques de (HL, GL et DHL) sont résumées dans le tableau III.1.

Tableau III.1. Caractéristique organoleptique de (HL, GL et DHL)

	HVL	GL	DHL
Aspect	Solution limpide huileuse	Des grains.	Des épluches
Couleur	Jaune paille	Jaune à brun.	Jaune à brun.
Odeur	Discrète, rappelant celle des céréales	A une odeur forte caractéristique de *linumusitatisium* L.	A une odeur fortecaractéristique de *linumusitatisium*L.
Goût	Amer, fort	Amer	Amer

III.3. Caractérisation physico-chimique du DHL et GL

Les propriétés physico-chimiques constituent un moyen de vérification et de contrôle des matériaux étudiées.

III.3.1. Caractéristiques particulaires

Les résultats des caractéristiques particulaires du DHL et GL pour la classe granulométrique 500µm sont récapitulés dans le Tableau III.2.

Tableau III.2. Caractéristiques particulaires du DHL et GL

Matériaux	GL	DHL
Humidité(%)	6.20	6.75
Densité réelle	1.00	1.00
Densité apparente	0.57	0.51
Porosité totale(%)	58.40	58.50
Volume poreux totale(cm^3/g)	0.73	0.96

Les résultats obtenus montrent que :

- L'humidité est nécessaire pour optimiser le processus de production et atteindre la qualité souhaitée du produit fini. Les matériaux utilisés sont faiblement hygroscopiques.
- Les densités apparentes sont de l'ordre de 0.57 et 0.51pour GL et DHL, respectivement. Le déchet (DHL) est plus dense que les grains de lin (GL). Alors après l'extraction de l'huile végétale de lin, le déchet est plus compact ce qui rend le méthanol inaccessible pour les pores et implique la diminution du volume poreux (Tassist, 2003).
- Le déchet de l'huile végétale de lin (DHL) est plus poreux que les graines de lin.

III.3.2.Détermination du pH

Les valeurs de pH des matériaux sont de l'ordre de 6.84 et 6.18 pour DHL et GL, respectivement. Ces résultats confirment leur caractère acide.

III.3.3. Détermination du point de charge nulle pH_{pzc}

Le pH_{pzc}ou pH du point de charge zéro ou nulle, correspond à la valeur de pH pour laquelle, la charge nette de la surface des adsorbants est nulle. Ce paramètre est très important dans les

phénomènes d'adsorption, surtout quand des forces électrostatiques sont impliquées dans les mécanismes (Khoualdi et Medjani., 2017).

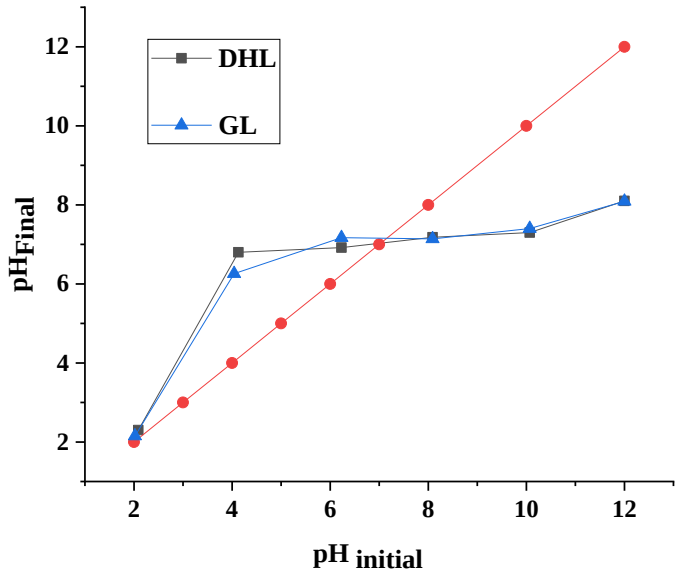


Figure III.1. Détermination de point de charge nulle

Les valeurs de pH_{pzc} de DHL et GL, sont de l'ordre 6.9 et 7.1 respectivement (Figure III.1).Les mêmes observations ont été trouvées pour le déchet d'huile végétale de *Nigellasativa L*. Alors l'extraction d'huile végétale entraine la dimunition de la valeur de la charge nulle (Djellal., 2021).

Cela signifie que pour des valeurs de pH >pH_{pzc} la surface de matériau est chargée négativement et pour des valeurs de pH <pH_{pzc}la surface est chargée positivement (Belaid etKasmi., 2017).

III.3.4. *Détermination de la matière organique et la matière minérale*

La matière organique est un réservoir de nutriments lentement assimilables.Ainsi *elle joue un rôle important dans la fertilité du sol.*

Les résultats montrent que la matière organique représente la proportion la plus importante pour les deux matériaux (Figure III.2, Figure III.3).

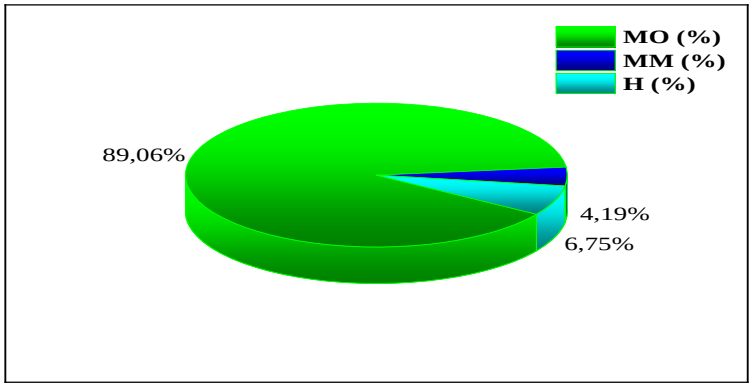


Figure III.2. Composition en « matière organique (MO), minérale(MM) et humidité (H)» de DHL

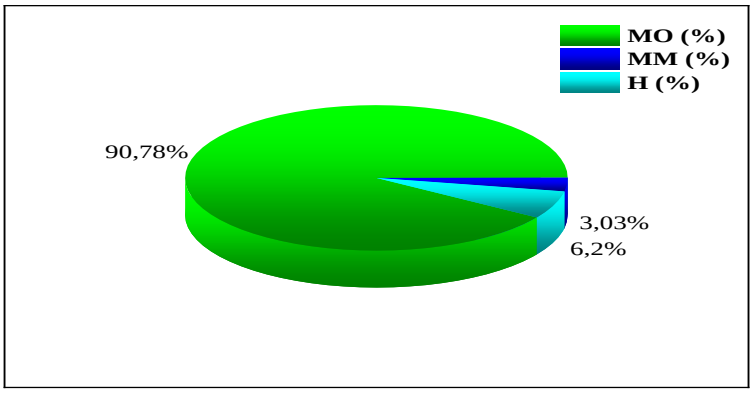


Figure III.3. Composition en « matière organique (MO), minérale (MM) et humidité (H)» de GL

III.4.Caractérisation physico-chimique de l'HVL

III.4.1.Propriétés physiques de HVL

La densité relative est le rapport de la masse d'un certain volume de substance à 20°C, et la masse d'un volume égale d'eau distillée à la même température. On la mesure à l'aide d'une balance analytique (Boukelkal et Amari., 2019).

L'indice de réfraction d'un milieu homogène, transparent, isotrope peut être défini comme étant 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 passent de l'air dans l'HV maintenue à température constante. Conventionnement les indices de réfraction sont mesurés à 20°C, à l'aide d'un réfractomètre (Boukelkal et Amari., 2019). Les résultats de la densité relative et de l'indice de réfraction sont récapitulés dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Propriétés physiques d'huile végétale de lin(HVL)

Huile végétale	HVL (cette étude)	HVL (EM) (Bhavsar, 2019)	HVL (ES) (Bhavsar, 2019)	Norme	Référence
Densité relative (20^0C)	0.927	0.926	0.925	0.925-0.935	CODEX STAN 210-1999
Indice de réfraction	1.479	1.474	1.473	1.472-1.487	CODEX STAN 210-1999

La densité relative et l'indice de réfraction de l'huile végétale de lin sont de l'ordre de 0.927 et 1.479, respectivement. Les mêmes résultats ont été rapportés dans les travaux de Bhavsaret al.,2019, pour l'huile végétale de lin extraite par deux méthodes : mécanique et par solvants.

Selon Bhavsar et al.,2019, il y a une différence négligeable concernant les densités et les indices de réfraction entre les résultats obtenues pour les deux modes d'extraction d'huile végétale de lin (mécanique et par solvant).Les valeurs des indices trouvées sont en conformité avec les normes du «CODEX STAN 210-1999».

III.5.Détermination des indices

L'indiced'acide, saponification et d'ester, ainsi le pourcentage d'acidité et le taux d'impureté sont groupés dans le tableau III.4.

Tableau III.4. Les indices des matériaux.

Matériaux	HVL	GL	DHL	Normes	Références
Indice d'acide (mg KOH/g)	3.842	3.546	4.137	4	CODEX STAN 210-1999
Acidité (%)	1.921	1.773	2.068	2	CODEX STAN 210-1999
Indice de saponification (mg KOH/ g)	196,350	187.935	168,300	185-197	CODEX STAN 210-1999
Indice d'ester (mg KOH/g)	192,508	184,389	164,163	181-193	CODEX STAN 210-1999
Taux d'impuretés	1.957	1.887	2.45	2.03-2.16	CODEX STAN 210-1999

III.5.1. Indice d'acide

Selon Goyal et al, 2014, les acides représente la proportion la plus importante pour la composition des graines de lin avec une quantité égale à 41g/100g des graines (Tableau III.5).

L'indice d'acide I_A est nécessaire pour neutraliser l'acidité libre contenue dans un corps gras.Lesindices d'acide sont de l'ordre de 3,842, 3,546 et 4,137 mg KOH/g pour HVL, GL et DHL, respectivement (Figure III.4). Ces résultats indiquent que le processus d'extraction permet d'extraire mieux les acides trouvés dans les graines de lin.

L'indice d'acidité trouvé pour HVL (3.842 mg KOH /g) presque similaire à celui trouvé par Bhavsar et al., 2019 (3,580mg KOH/g) et elle est en conformité avec les normes du « CODEX STAN 210-1999 ».

Tableau III.5. Composition chimique des nutriments et des composés phytochimiques dans les graines de lin (Goyal et al, 2014).

Nutriment / Composésbioactifs	**Quantité / 100 g de graines**	**Nutriment / Composésbioactifs**	**Quantité / 100 g de graines**
Lesglucides[a]	29.0 g	Biotine	6 mg
Protéine	20.0 g	α – Tocopherol[b]	7 mg
Graissestotales	41.0 g	δ – Tocopherol[b]	10 mg
Acidelinolénique	23.0 g	γ – Tocopherol[b]	552 mg
Fibrealimentaire	28.0 g	Calcium	236 mg
Lignanes	10-2.60 mg	Cuivre	1 mg
Acideascorbique	0.50 mg	Magnésium	431 mg
Thiamine	0.53 mg	Manganèse	3 mg
Riboflavine	0.23 mg	Phosphore	622 mg
Niacine	3.21 mg	Potassium	831 mg
Pyridoxine	0.61 mg	Sodium	27 mg
Acidepantothénique	0.57 mg	Zinc	4 mg
Acidefolique	112 mg	-	-

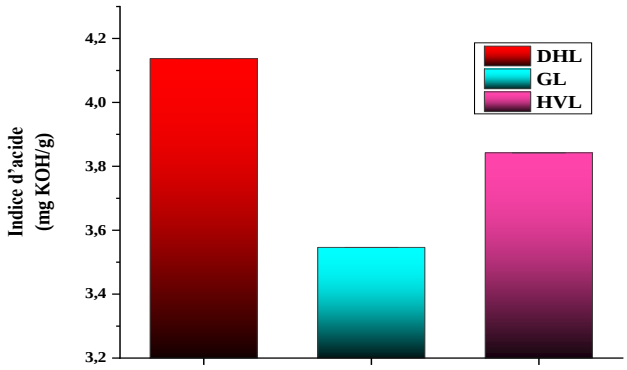


Figure III.4. Indice d'acide des trois matériaux (DHL, GL et HVL).

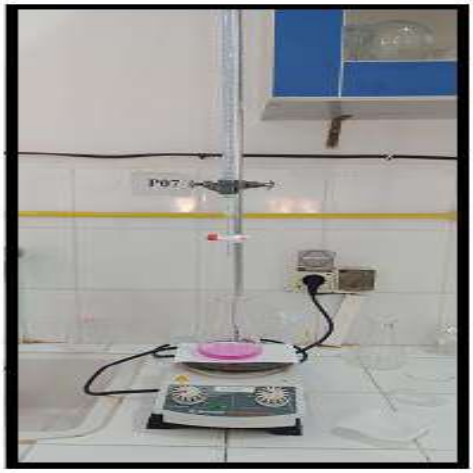


Figure III.5. L'apparition de la couleur rose « indice d'acide ».

Les principaux acides constituant l'huile végétale de lin sont : L'acide palmitique, acide stéarique, l'acide oléique, l'acide linoléiqueet α-acide linoléique. La composition exacte en acides gras de l'huile végétale de lin est illustrée dans l'annexe AIII.

III.5.2. Indice de saponification

L'indice de saponification I_s est nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les acides gras estérifiés contenus dans matière grasse (Figure III.6). Les indices de saponification de HVL, GL et DHL sont de l'ordre de 196.350, 187,935 et 168,300 mgKOH/g, respectivement. Les résultats trouvés sont en accordance avec les résultats trouvés parBhavsar et al., 2019.



Figure III.6. Disparition de la couleur rose et réapparition de la couleur initiale de mélange

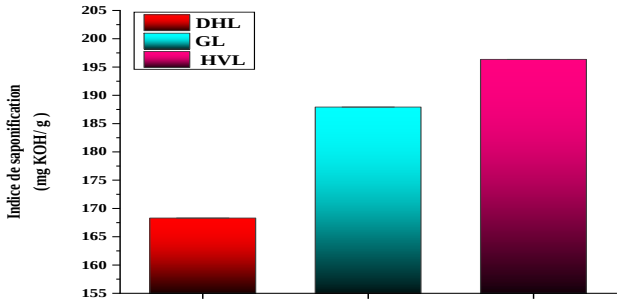


Figure III.7. Indice de saponification des trois matériaux (DHL, GL et HVL).

En effet, l'indice de saponification est en relation avec la longueur des acides gras constituants de l'huile. Il permet de calculer le poids moléculaire (PM) des acides gras de l'huile selon la formule suivante (Abdelouahed et Boulghiti., 2016).

$$PM = \frac{1000 * \left(1 - \frac{I_A}{I_S}\right) * 56 * 3}{I_S - I_A} \text{(III. 1)}$$

Le poids moléculaire de l'huile végétale de lin (HVL) est de l'ordre de 855.614 g/mol.

III.5.3. Indice d'ester

L'indice d'ester est nécessaire pour saponifier les acides gras estérifiés contenus dans corps gras. Les indices d'ester sont de l'ordre de192, 508, 184,389 et 164,163 (mg KOH/g)pour HVL, GL, DHL successivement. L'indice d'ester trouvé pour HVL est en en conformité avec les normes du « CODEX STAN 210-1999 »

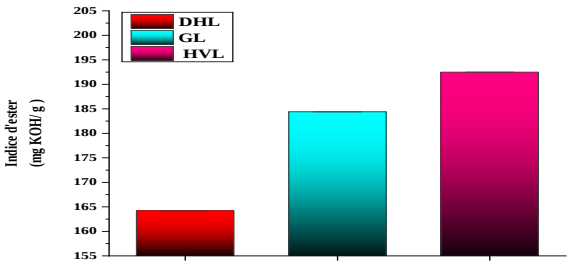


Figure III.8. Indiced'ester des trois matériaux (DHL, GL et HVL).

III.6. Indice d'iode

Dans toute l'analyse des graisses, c'est l'indice d'iode qui représente la constante la plus utile. C'est sur sa valeur que repose l'importante division des huiles végétales en huiles siccatives, mi-siccatives et non-siccatives. On classe comme siccatives les huiles dont l'indice d'iode est compris entre(200 et 130). Les représentants principaux de ce groupe sont les huiles de lin, de pavot et de bois. L'indice d'iode des huiles mi-siccatives est compris entre 130 et 95. Les principales de ces huiles sont celles de sésame, de coton et de colza. Les huiles dont l'indice est inférieur à 95 sont dites non siccatives ; à ce groupe appartiennent notamment les huiles d'olive et d'arachide(Marcusson., 1929).

L'indice d'iode est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de corps gras. Il nous renseigne sur le degré d'instauration des chaines carbonées des acides gras constitutifs des matières grasses.

Les indices d'iode pour HVL, DHL et GL sont de l'ordre de 186.543, 128.69, 151.011g/100g. Cela indique qu'on peut classer l'huile de lin obtenue par pressage à chaud comme huile siccative.

Ces résultats sont en conformité avec les normes du «CODEX STAN 210-1999 » en accord avec ceux rapportés par Bhavsar et al., 2019.

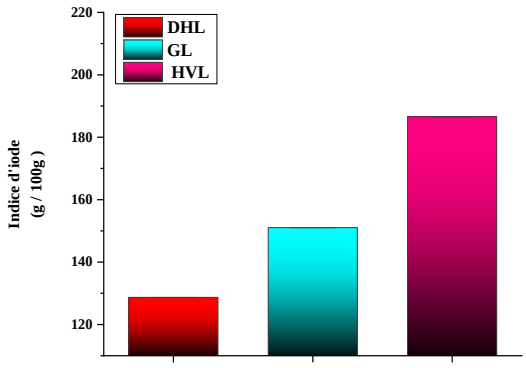


Figure III.9. Indiced'iodepourles trois matériaux (DHL, GL et HVL).

III.7. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde représente la quantité de substances de l'échantillon, exprimée en termes d'oxygène actif, qui oxydent l'iodure de potassium.

Cet indice nous renseigne sur le degré d'oxydation et d'altération des matières grasses (Bourachouche et Boudei., 2017).

Les indices de peroxyde sont de l'ordre de 3.158, 0.980 et 0.160 meq O_2/kg pour HVL, GL et DHL respectivement. On remarque que la moyenne de IP de l'huile végétale de lin (3.158 meqO_2 /Kg) est légèrement élevée par rapport au déchet de l'huile végétale de lin (0.16meqO_2 /Kg).

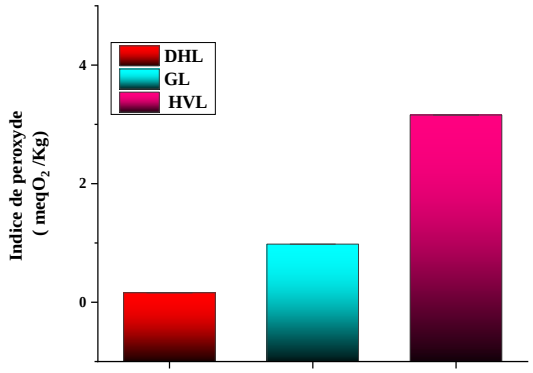


Figure III.10. Indice de peroxydepourles trois matériaux (DHL, GL et HVL).

Donc, on peut déduire que l'huile de lin(HVL) est oxydée par rapport au déchet (DHL), ceci est dû aux conditions de fabrication, la durée de conservation et la nature des acides gras constitutifs.

L'indice de peroxyde de l'huile végétale de lin (3.158 meq O_2 /Kg) est proche à celle trouvé par Bhavsar et al., 2019 (4.280 meq O_2 /Kg). La petite différence est due au processus d'extraction et l'origine de lin.

III.8. Caractérisation par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie infrarouge joue un rôle très important dans la caractérisation et l'identification des regroupements fonctionnels des composésdesmatériaux.

Les spectres IR obtenu sont représentés dans lesFigures.III.11, III.12 et III.13.

Selon le tableau III.6, qui regroupe les principaux pics caractéristiques des trois matériaux : GL, DHL et HVL, on peut constater que les groupements constituant les matériaux sont principalement des groupements organiques. Ces résultats sont en concordance avec les résultats de la composition en matière organique.

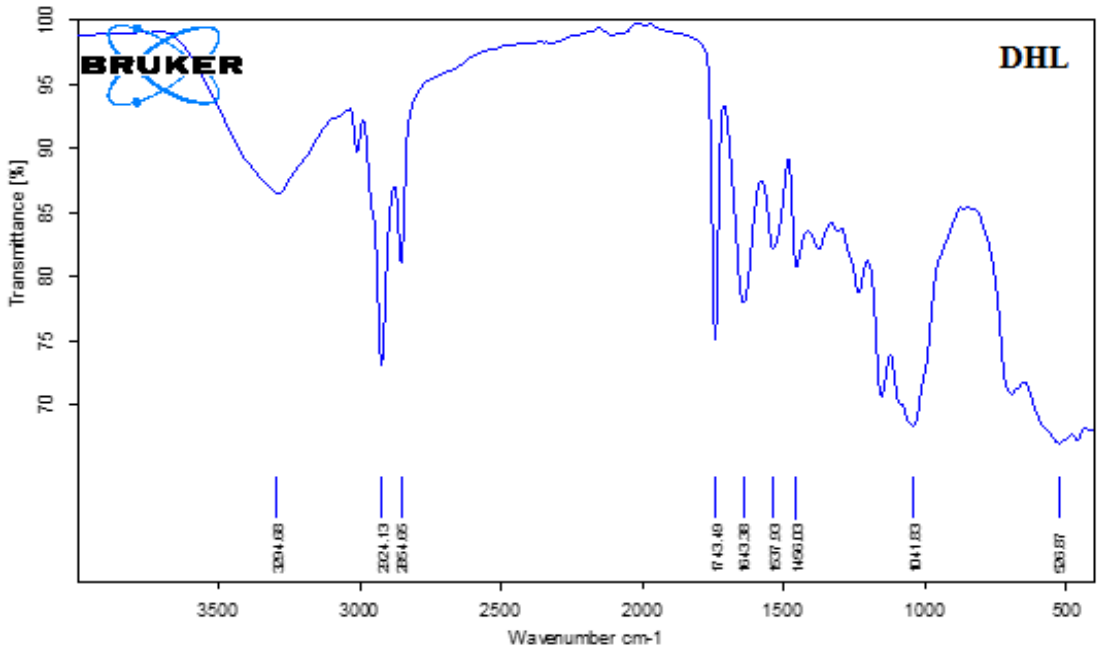


Figure III.11. Spectre IR de DHL

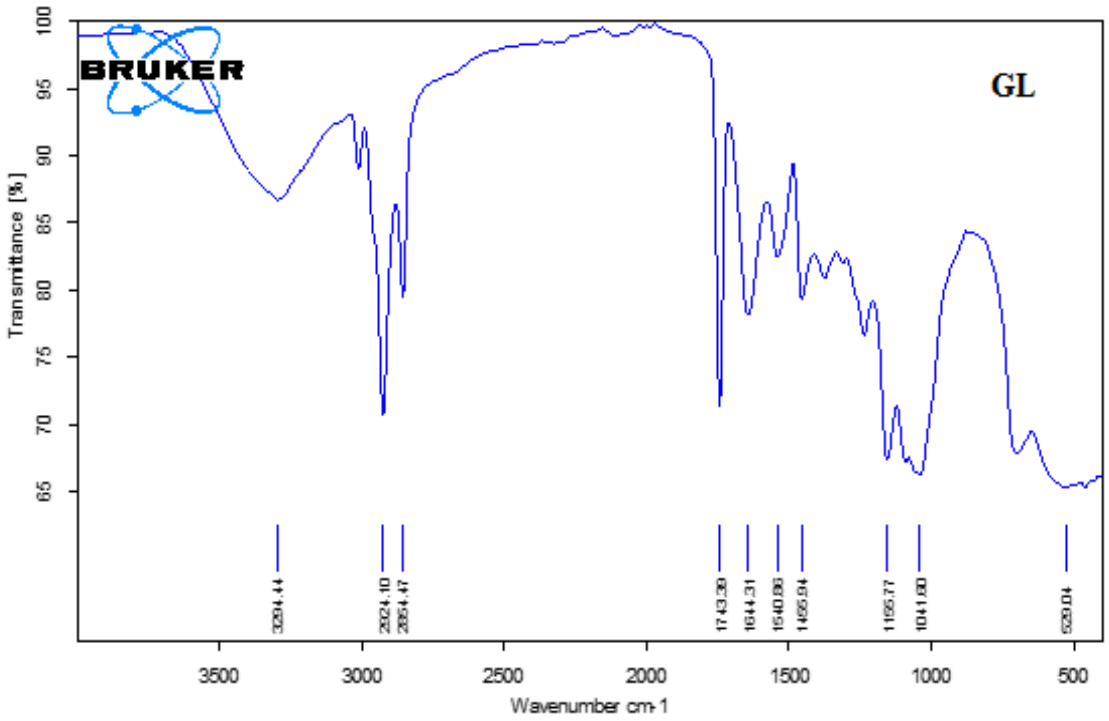


Figure III.12. Spectre IR de GL

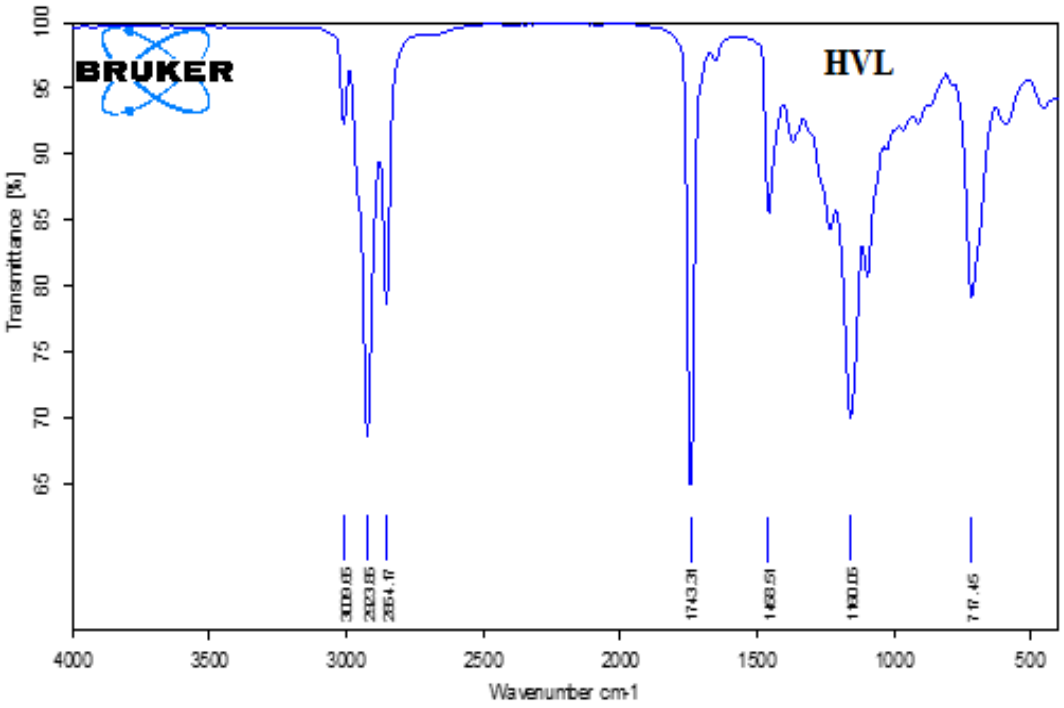


Figure III.13. Spectre IR de HVL

On comparant les spectres de DHL, GL et HVL on peut conclure que (Beć et al., 2020):

- L'apparition nette des groupements hydroxyles au niveau des trois matériaux (DHL,GL, HVL).
- Présence d'acide carboxylique en HVL (δ=3009 cm^{-1})
- Apparition de la liaison C-H aromatique tri substitué symétrique au niveau de HVL et disparition au niveau de GL et DHL
- Disparition de la liaison $C-N$ au niveau de DHL qui correspond au groupement amines aliphatiques.

Donc le processus d'extraction de l'huile végétale de lin permet d'extraire des composés qui passent à l'huile végétale de lin ou bien au déchet de l'huile végétale de lin ou bien les deux DHL et HVL.

Donc le processus d'extraction de l'huile végétale de lin permet d'extraire des composés qui passent à l'huile végétale de lin ou bien au déchet de l'huile végétale de lin ou bien les deux DHL et HVL.

Tableau III.6. Identification des spectres d'IR

Domaine spectral en cm^{-1}	Nombre d'ondes (δ) en cm^{-1}			Liaison
	δ de DHL (cm^{-1})	δ de GL (cm^{-1})	δ de HVL (cm^{-1})	
[2900 - 3300]	3294.68	3294.44	-	Liaison $O-H$ liée (liaison hydrogène)
[2980 - 3030]	-	-	3009.65	Liaison $\begin{vmatrix}\\ C-H\\ \end{vmatrix}$
[2800 - 3010]	2924.13	2924.10	2923.85	Liaison $\begin{vmatrix}\\ -C-H\\ \end{vmatrix}$
[2700 -2900]	2854.65	2854.47	2854.17	Liaison $C-H$ des CHO

[1700 - 1750]	1743.49	1743.39	-	Liaison $C = O$ des esters
[1650 - 1740]	-	-	1743.31	Liaison $C = O$ des cétones aliphatiques
[1550 - 1650]	1643.38	1644.31	-	Liaison $N - H$ des amines secondaires
[1350 - 1450]	1456.03	1455..94	1447.15	Liaison $O - H$ des acides carboxylique
[1210 - 1260]	-	-	1234.51	Liaison $C - O$ des esters
[1020 - 1220]	-	1155.77	1160.05	Liaison $C - N$
[1000 - 1080]	1041.83	1041.60	1091.55	Liaison $C - OH$ alcool primaire
[670 - 730]	-	-	717.45	Liaison $C - H$ aromatique tri substitué symétrique

III.9. Qualité microbiologique

Une colonie est l'amas, visible à l'œil nu, constitué par des milliards de descendants d'une seule cellule bactérienne vivant à la surface ou à l'intérieur d'un milieu de culture solide et dont la taille , la forme , la couleur , la consistance sont caractéristiques de chaque espèce .

Il faut noter que les chainettes, les amas ou les agglomérats microbiens, ne donnent qu'une seule colonie. C'est pourquoi on doit exprimer les résultats non pas en nombre de cellules mais en unités formant une colonie ou UFC.Les résultats de la qualité microbiologique sont indiqués sur la figure III.14.



Figure III.14. Dénombrement de cellules et comptage sur boites de pétrie pour DHL et GL

Selon les résultats indiqués sur la figure III.14, on remarque un faible nombre de cellules statistiquement non significatif pour DHL et GL donc absence des Germes pathogènes Alors ils possèdent une bonne qualité microbiologique.

Pour l'huile végétale de lin, nous avons spécifiés les germes à étudiés selon le tableau III.7.

Tableau III.7. Germes étudiés avec les milieux de culture

Germes	Milieu de culture
Germes Aérobies Totaux (DGAT)	Soja agar
Moisissures/levures totales (DMLT)	Sabouraud
Salmonella	Xylose-Lysine-Désoxycholate (XLD)
Coliforme	Violet-Red-Bile-Glucose (VRBG)
Staphylococcus	Chapman
Pseudomonas	Cetrimide

Les résultats de test de la qualité microbiologique doivent être conformes aux exigences fixées par la pharmacopée, afin que le produit puisse être libéré. En effet, la présence de germes dans le produit peut diminuer son activité et peut présenter un risque important pour la santé du patient. Les industries pharmaceutiques sont donc tenues de s'assurer que la biocharge au sein du médicament ou bien produit soit faible, en respectant les BPF tout au long du processus de fabrication, de la conservation, et de la distribution du produit (Tordjman-Valency, 2016).

Les résultats de la qualité microbiologique de l'huile végétale de lin sont présentés sur la figure III.15. A partir de ces résultats, on peut constater que le nombre d'UFC pour les germes aérobies totaux est de l'ordre de 09 UFC/ml, tandis que pour les levures et moisissure est de l'ordre de 01 UFC/ml. Ces résultats sont en conformité avec les normes de la pharmacopée européenne (Tableau III.8).Donc l'huile végétale de lin possède une bonne qualité microbiologique.

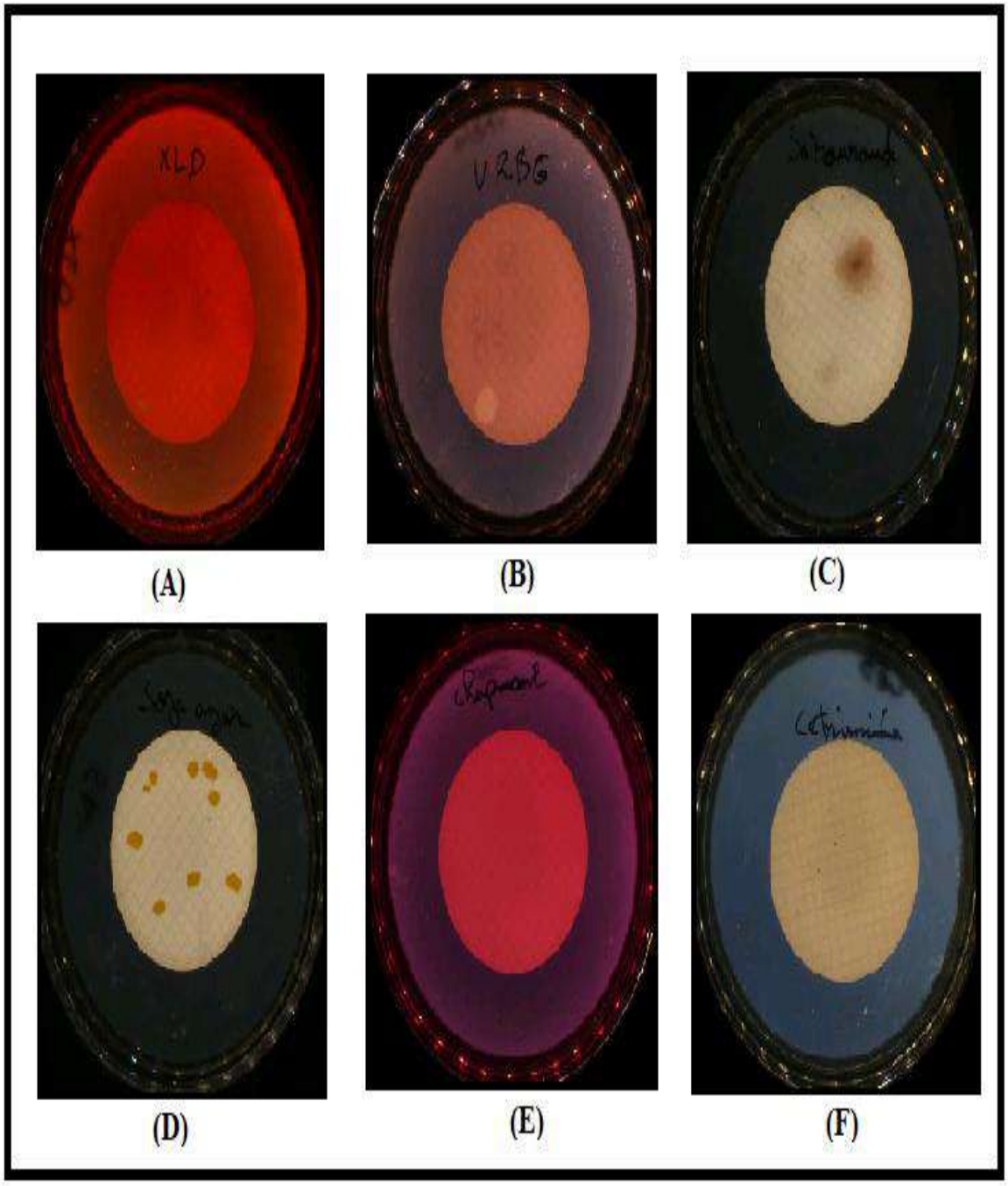


Figure III.15.Dénombrement de cellules et comptage sur boites de pétrie pour HVL

(A :*Salmonella* **, B :**Coliforme**, C :** Moisissures/levures totales**, D :** Germes Aérobies Totaux,

E : *Staphylococcus* ,**F** *:Pseudomona)*

Tableau III.8. Critères d'acceptation de la qualité microbiologique des produits non stériles (Tordjman-Valency, 2016)

Voie d'administration	**DGAT (UFC/g ou UFC/ml)**	**DMLT (UFC/g ou UFC/ml)**	**Microorganismes spécifies**
Voie orale préparerions non aqueuses	10^2	10^2	Absence d'Escherichia coli (1g ou 1ml)
Voie orale préparerions aqueuses	10^2	10^2	Absence d'Escherichia coli (1g ou 1ml)
Voie rectale	10^2	10^2	
Voie buccale Voie gingivale Voie cutanée Voie nasale Voie auriculaire	10^2	10^2	Absence de staphylococcus aureus (1g ou 1ml) Absence de Pseudomonas aeroginose (1g ou 1ml)
Voie vaginale	10^2	10^2	Absence de Pseudomonas aeroginose (1g ou 1ml) Absence de staphylococcus aureus (1g ou 1ml) Absence de condida albicans (1g ou 1ml)
Voie transdermique (limite pour un dispositif transdermique, film protecteur et support compris)	10^2	10^2	Absence de staphylococcus aureus (1g ou 1ml) Absence de Pseudomonas aeroginose (1g ou 1ml)
Inhalation (des exigences spécifiques s'appliquent aux préparations liquides dispensées au moyen de nébuliseurs)	10^2	10^2	Absence de staphylococcus aureus (1g ou 1ml) Absence de Pseudomonas aeroginose (1g ou 1ml) Absence de bactéries gram-négatives résistantes aux sels biliaires (1g ou 1ml)
Disposition spéciale de	10^2	10^2	Au maximum 10^2UFC

la Ph EUR pour les préparations sont administration par voie orale contenant des matières première d'origine naturelle (animale, végétale ou minérale) Lorsqu'un prétraitement antimicrobien est impossible et que l'autorité compétente admet une DGAT des matières premières supérieure à 10^3 (UFC/g ou UFC/ml)			de bactéries gram-négatives Résistantes aux sels biliaires (1g ou 1ml) Absence de salmonelles (10g ou 10ml) Absence d'Escherichia coli (1g ou 1ml) Absence de staphylococcus aureus (1g ou 1ml)

DGAT :Dénombrement des Germes Aérobies Totaux

DMLT : Dénombrement des Moisissures et Levures

III.10. Préparation du biodiésel

Après la réaction de transestérification (Figure III.16) le mélange final obtenu est composé de biodiésel, glycérol et le catalyseur Déchet de l'huile végétale de lin calciné « DHLC » comme indiqué sur la figure III.17.

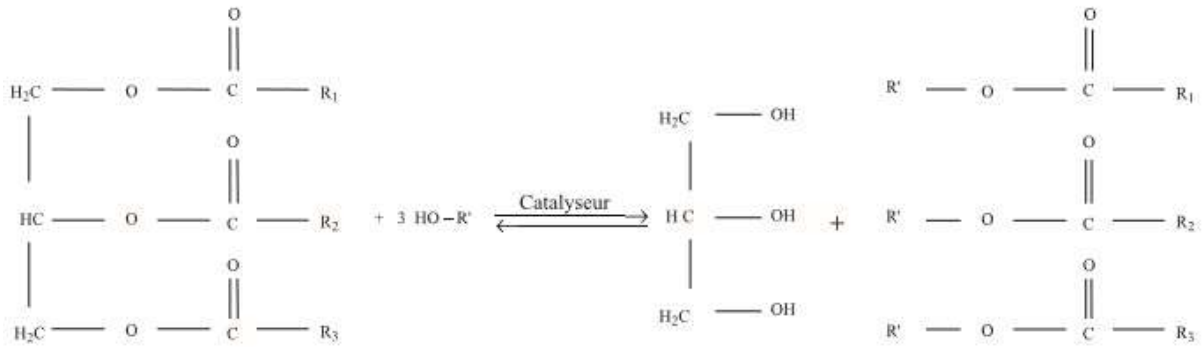


Figure III.16. Schéma de la réaction de transestérification des triglycérides des huiles ou graisses, végétales ou animales, entrant dans la préparation du biodiesel. R', R_1, R_2 et R_3, chaines carbonées (Nikiema et Heitz, 2008)

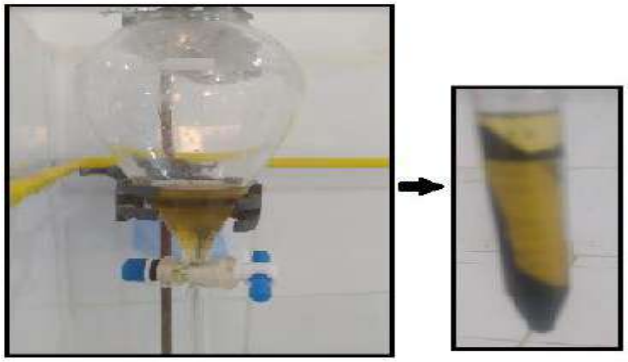


Figure III.17. Mélange réactionnel finale après la réaction de transestérification

Les caractéristiques ainsi le rendement du biodiesel obtenu sont récapitulés dans le tableau III.9.

Tableau III.9. Caractéristiques de biodiesel

	Biodiésel	Huile usagée	Norme de biodiésel	Référence
Rendement (%)	18.69	-	-	-
Densité	0.932	0.974	0.860-0.9	(Allain, 2014)
Indice de réfraction	1.4715	1.5623	1.461	(Abdelouahed et Boulghiti, 2016)

Les résultats obtenus sont en accordance avec les résultats trouvés par Allain, 2014 et par Abdelouahed et Boulghiti, 2016.

III.11.Simulation d'écoulement d'un fluide à travers le DHL par COMSOL (Multiphysics 4.3a)

Les résultats de la simulation d'un fluide « eau » à travers le grain de déchet de l'huile végétale de lin par COMSOL Multiphysics 4.3a selon les étapes englobés sur la figure III.18, sont présentés sur les figures III.18.

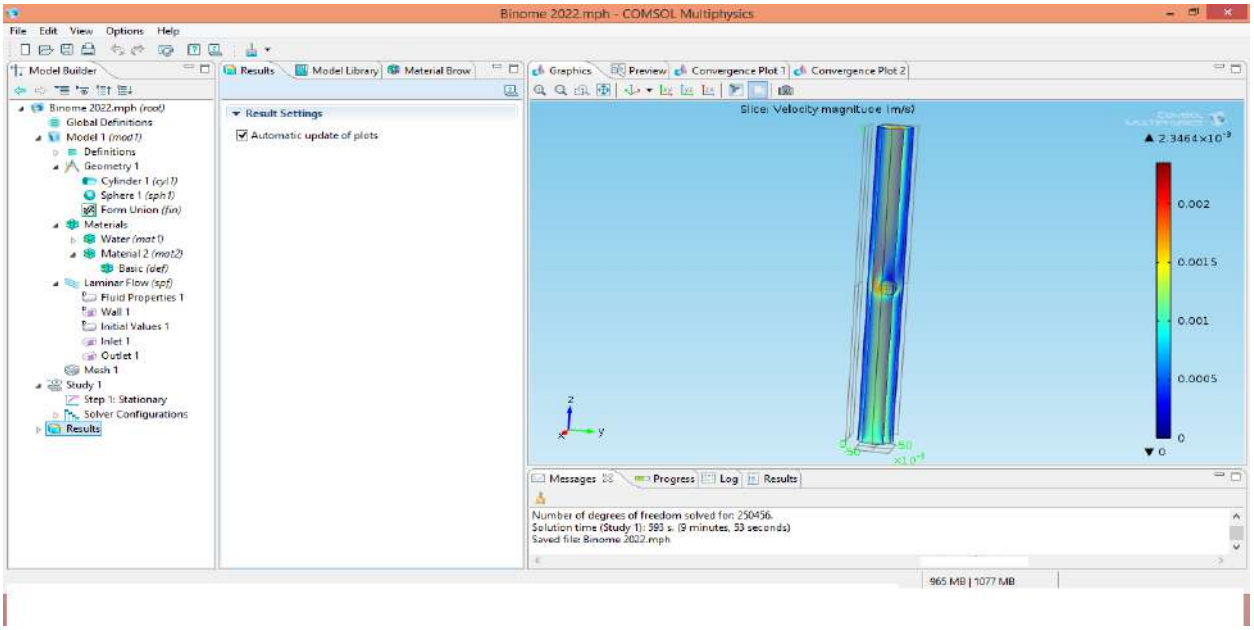


Figure III.18. Etapes nécessaires pour faire la simulation

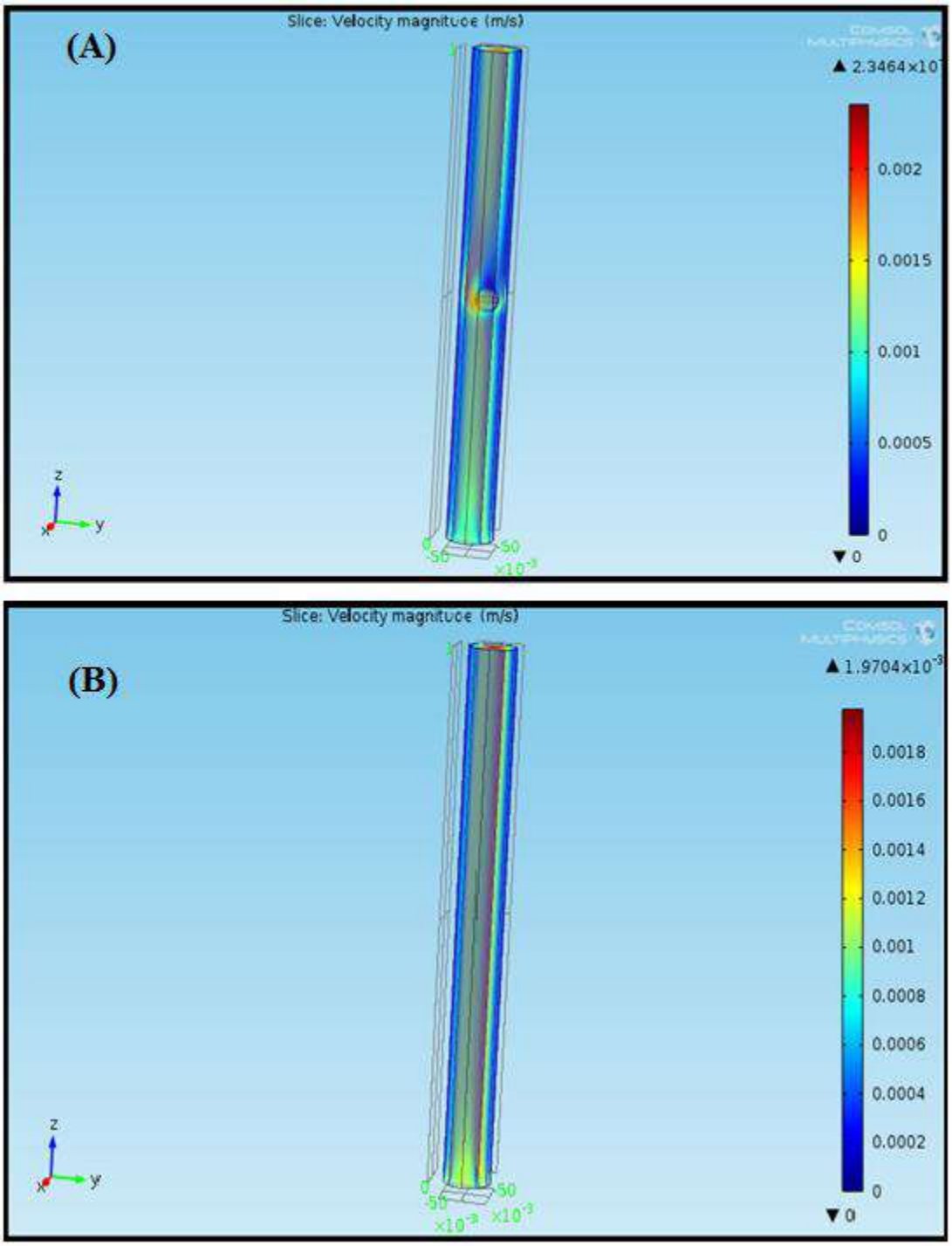


Figure III.19. Variation de la vélocité ((A) : Présence du grain de déchet sous forme de sphère ,(B) Absence du grain de déchet)

On voitclairement dans la figure III.19l'évolution d'un écoulement laminaire au sein d'uneconduite (tube) où il entre d'une vitesse uniforme et en suite la création de la couche aux limites se développe le long de la conduite à cause au frottement de l'écoulement aux parois

montré par la dégradation de la vitesse vers les frontières supérieures avec la modification de la structure de l'écoulement généré par la présence du grain de déchet (Figure III.19.b) , à cause du blocage créé à ce niveau.

Conclusion général

Les ressources végétales occupent une grande place dans la vie de l'homme.Les objectifs recherchés dans le cadre de cette étude étaient de quatre :

- Le premier a trait à la caractérisation physico-chimique des graines de *Linumusitatissimum L*(GL)de l'huile végétale de lin (HVL) et le déchet de l'huile végétale de lin (DHL) et la comparaison avec les normes internationaux.
- Le second objectif a été la caractérisation structurale et la détermination de la qualité microbiologique des biomatériaux.
- Le troisième objectif a été l'utilisation de déchet d'huile végétale de lin comme un biocatalyseur pour la préparation du biodiesel.
- Le dernier objectif a été l'étude de la simulation d'écoulement d'un fluide à travers le déchet d'huile végétale de lin.

Il ressort des différentes investigations faites que :

- L'évaluation du caractère physico-chimique de déchet étudié et de graines de lin montre que le DHL et plus poreux que GL.
- Les analyses des indices de qualités (indice d'acide, indice de peroxyde, indice de saponification, indice d'ester et indice de réfraction) présentent des résultats qui répondent aux normes exigées par '' CODEX STAN 210-1999 ''pour les huiles.
- La densité relative ainsi que le taux d'impureté nous renseignent sur la pureté d'huile étudiée. En effet, les résultats obtenus montrent que les moyennes des valeurs trouvées pour ces deux paramètres de qualité sont conformes aux normes exigées.
- L'analyse spectroscopie infrarouge de GL et DHL a permis d'identifier des groupements fonctionnels principalement organiques constituant la matière organique.
- Les résultats de la qualité microbiologique confirmentla bonne qualité microbiologique des biomatériaux étudiés selon les normes de la pharmacopée européenne.
- Le rendement en biodiesel produit à partir d'huile usagée est obtenu pour une température de calcination égale à $500^0 C$pandant une heure de l'ordre de 18,69%, on

peut augmenter ce rendement par l'optimisation des différentes paramètres comme le temps de processus , le temps de calcination de déchet…..etc .

Les résultats auxquels on a abouti sont très encourageants et prometteurs. Ils auraient été meilleurs si tous les moyens nécessaires étaient disponibles.

Comme perspectives : nous pensons surtout à la multiplication des manipulations (pour l'étude d'ANOVA), aux analyses chromatographiques quantitative et qualitatives de l'huile végétale de lin , à l'optimisation des paramètres de préparation et de purification de biodiesel obtenu pour augmenter le rendement , à la modélisation avec la validation du modèle d'écoulement des fluides à travers le déchet de l'huile végétale de lin et en fin à l'exploitation industrielle de ces biodéchets dans le domaine chimique

Références Bibliographiques

Abdelouahed, S, Boulghiti, H., Préparation du biodiesel à partir d'une huile végétale en utilisant un catalyseur hétérogène, mémoire de master Université d'Adrar, Algérie (2016).

AL-Bandak, G, Oreopoulou, V., Antioxidant properties and composition of Majoranasyriaca extracts, European Journal of Lipid science and technology, 109/3(2007) 247- 255.

Allain, F., Etude expérimentale et théorique de la transestérification des huiles végétales par catalyse hétérogène : approche muti-étagée du procédé de synthèse du biodiesel, Hal open science, (2014).

Alonge, A.F., Jackson, N.I., Extraction of Vegetable Oils from Agricultural Materials: A Review, Proceedings of the 12th CIGR Section VI International Symposium, held at the International Institute of Tropical Agriculture, Nigeria, (2018) 22–25.

Barkat, N., Sebrani, M., Production Du Biodiesel A Partir De La Plante Balanites Aegyptiaca, Mémoire de Master, Université Ahmed Draïad'Adrar, Algérie (2020).

Beć, K.B., Grabska, J., Huck, C.W.,Biomolecular and bioanalytical application of infrared spectroscopy, Journal Pre- proof, 80/82 (2020) 6020.

Beejmohun, V., Fliniaux, O., Grand, E., Lamblin, F., Bensaddek, L., Christen, P., Kovensky, J., Fliniaux, M.A., Mesnard, F., Microwave-assisted extraction of the main phenolic compounds in flaxseed. Phytochem Anal 18 (2007) 275–282.

Belaid, D., Kasmi, S., Préparation des matériaux biosorbants, caroube cultivée et sauvage. Application dans le traitement d'une solution aqueuse d'un colorant textile BC, Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, Algérie (2017).

Belazizia, S., Bettiche, H et Bouchemma, A.,. Extraction et caractérisation de la substance active de curcumine,Mémoire de Master, Université Larbi Ben M'Hidi D'Oum El Bouaghi, Algerie(2019).

Benaissi, K., Le CO_2 supercritique appliqué à l'extraction végétale, Techniques de l'ingénieur, 4015 (2013).

Bentahar, A., L'ulcère gastroduodénal à *Helicobacter pylori* : Aspects épiémiologique et phytothérapeutique traditionnel en Nord-Est Algérien, Thèse Doctorat, Université Ferhat Abbas Sétif, Algérie(2018).

Bentham, B., Application Of NMR Spectroscopy,Chapter 1-, In Plant Polyphones Associated With Human Health,, 2 (2015) 3-92.

Berkous, R, Soufi, S., Elaboration et Caractérisation d'un Bio-composite à Base de PEHD Recyclé et de la Fibre de Lin, Mémoire de Master, Université 8mai 1945 Guelma, Algérie (2019).

Bhavsar, G.J., Andhale, R.R., Dagadkhair, A.C et Syed, H.M.,Physicochemical And Nutritional Characterization Of Linseed (*Linum Usitatissimum L*.) Oil By Different Methods, International Journal Of Advanced Biological Research, 9/3 (2020) 209-213.

Bommareddy, A., Zhang, X., Schrader, D., Zeman, D., Matthees, D. P , Dwivedi, C., Effects of Dietary Flaxseed on Intestinal Tumorigenesis in ApcMin Mouse. Nutrition and Cancer, 61 (2009) 276–283.

Boukelkal, N ., Amari, I., Caractérisation physico-chimique et évaluation biologique de l'huile de *Nigella sativa L*, Thème De Master, Université Yahia Fares De Médéa, Algérie (2019).

Bourachouche, K ., Boudei, A., Caractérisation physico-chimique des huiles végétales alimentaires, Mémoire de Master, Université A. Mira-Bejaia, Algérie (2017).

Bouras, S., Briki, S , Roubache, I., Evaluation Des Effets Biologique Des Plantes *Salviab Officinalis* et *LinumUsitatissimum L.*, Mémoire de Master, Université Mohamed Boudiaf de M'sila, Algérie (2018).

Budžaki, S., Strelec, I., Krnić, M., Alilović, K., Tišma, M., Zelić, B., Proximate analysis of cold- press oil cakes after biological treatment with Trametes versicolor and Humicolagrisea. Engineering in Life Sciences, 18/12 (2018) 924-931.

CODEX ALIMENTAIRIUS, International Food STANDARD, STANDARDFOR NAMED VEGETABLE OILS CXS 210-1999, 2021.

Cozea, A., Ionescu, N., Popescu, M., Neagu, M., Gruia, R. Comparative study concerning the composition of certain oil cakes with phytotherapeutical potential. *Rev. Chim*, 67(2016)422-425.

Dada, A.O., Olalekan, A.P., Olatunya, A.M., Dada, O., Langmuir, Freundlich, Temkin and Dubinin-Radushkevich isotherms studies of equilibrium sorption of Zn^{2+} unto phosphoric acid modified rice husk, Journal of Applied Chemistry, 3/1 (2012) 38-45.

Debuigne, G., Couplan, F., Le petit Larousse des plantes qui guérissent, Editions Larousse, 2013.

Degournay, A., Comprehension du Metabolisme central et lipidique chez les plantes et les levures oleagineuses – Approche fluxomique, Thèse Doctorat, Université De Technologie De Compiegne, France (2018).

Delvar, A., Valorisation Par Bioraffinage Des Coproduits Des Fruits De La Passion Et De Goyavier Pour La Mise En Œuvre De Peintures Ecoconçues, Thèse Doctorat Université De Toulouse, France (2019).

Djellal, I., Bouzouidja, N., Caractirésations des déchets issus de l'extraction d'huile végétale de *Nigella Sativa L,* Mémoire de Master, Université de Yahia Fares de Médéa, Algérie(2021).

Dreno, C., L'enrichissement alimentaire avec la graine de lin : une solution nutritionnelle pour rééquilibrer le rapport Oméga 6/ Oméga 3, Thèse Doctorat, Université de Nantes, France (2017).

Drozłowska, E., Łopusiewicz, Ł., Mężyńska, M ., Bartkowiak, A. Valorization of flaxseed oil cake residual from cold-press oil production as a material for preparation of spray-dried functional powders for food applications as emulsion stabilizers, Biomolecules, 10/1 (2020) 153.

Farhat R, Zaheer A, Sarfraz, H. *Linum Usitatissimum L*. seeds: Flax gum extraction, physicochemical and functional characterization. *Carbohydrate polymers*, 215 (2019) 29-38.

Finel F., Abert Vian M., Fabiano Tixier A.S., Carre P., Pagès X et Chemat F., Les agrosolvants pour l'extraction des huiles végétales issues de graines oléagineuses, *Oilseedsand Fats, Crops and Lipids*, (2013) 20.

Fruehwirth, S., Steinschaden, R., Woschitz, L., Richter, P., Schreiner, M., Hoffmann, Bet Pignitter, M., Oil-assisted extraction of polyphenols from press cake to enhance oxidative stability of flaxseed oil, Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie, 133 (2020)110006.

Ganguly, S.., Narender, R.P et Rakesh, K.R., Flaxseed (*Linum usitatissimum L.*). In: Oilseeds: Health Attributes and Food Applications, Chapter 10, (2021) 253-283.https://doi.org/10.1007/978-981-15-4194-0_10

Goyal, A., Sharma, V., Upadhyay, N., Flax and flaxseed oil : an ancient medicine & modern functional food, Association of Food Scientists & Technologists, 51/9 (2014) 1633-1653.

Guezlane-Tebibel, N.,Kahlouche, B.,Athmani-Guermouri S.,Microbiologie (travaux pratiques),office des publications universitaires, 2008.

Guillemin, S., Extraction aqueuse d'huile de colza assistée par hydrolyse enzymatique : optimisation de la réaction, caractérisation de l'émulsion et étude de procédés de déstabilisation, Procédés biotechnologiques et alimentaires, Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, France (2006).

Gutiérrez, C., Rubilar, M., Jara, C., Verdugo, M., Sineiro, J et Shene, C., Flaxseed and flaxseed cake as a source of compounds for food industry, Journal of Soil Science and Plant Nutrition , 10(2010)454.

Halligudi, N., Pharmacological properties of flax seed: Review Hygeia, Journal for drugs and medicines, 4 /2 (2012) 70-77.

http://tai-team.fr/photos/800x500-ba501b3012f0cac04176ab854cefde2c.jpg

http://www.fungoceva.it/erbe_ceb/centaurium_erythraea.htm

https://aromatica.tn/99-tm_thickbox_default/huile-vegetale-lin-10-ml.jpg

https://monde.ccdmd.qc.ca/ressource/?id=116363&demande=desc

https://www.comsol.com/

https://www.researchgate.net/figure/Schema-dextraction-par-solvant-assistee-par-micro-ondes-MAE-Microwave-Assisted_fig2_281914219

Ivanov, S., Rashevskaya, T, Makhonina, M., Flaxseed additive application in dairy products production. Procedia Food Science, 1 (2011) 275-280.

Jingyang, A., Chaotingwen, A., Yuqingduan, A.C., Qianchundeng, A., Dengfengpeng, B., Haihuizhang, A et Hailema, A.C., The composition, extraction, analysis, bioactivities, bioavailability and applications in food system of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil ,Trends in Food Science & Technology, 118 (2021) 252-260.

Kajeiou, M., Alem, A., Mezghich, S., Ahfir, N.-D., Mignot, M., Devouge- Boyer, C , Pantet, A., Competitive and non-competitive zinc, copper and lead biosorption from aqueous solutions onto flax fibers, Chemosphere, 260(2020)127505.

Kajla, P., Sharma, A, Sood, D.R., Flaxseed—a potential functional food source. Journal of Food Science and Technology, 52/4(2015)1857–1871.

Khormaei ,M., Nasernejad , B., Edrisi , M., Eslamzadeh, T., Copper biosorption from aqueous solutions by sour orange residue, Journal of Hazardous Materials, 149 (2007) 269–274.

Khoualdi, A Medjani, A., Adsorption du bleu de méthylène par le charbon actif et l'argile, Mémoire de Master, Université Larbi ben M'hidi de Oum EL Bouaghi, Algérie (2017).

Lafond, G. P., Irvine, B., Johnston, A. M., May, W. E., Mcandrew, D. W., Shirtliffe, S. J ., Stevenson, F. C., Impact of agronomic factors on seed yield formation and quality in flax, Canadian Journal of Plant Science , 88/3(2008) 485-500.

Larous, S , Meniai, A-H., Adsorption of diclofenac from aqueous solution using activated carbon prepared from olive stones, International journal of hydrogen energy, 41 (2016) 10380-10390.

Le Anne, T., Bloedon, M. S., R.D., Philippe, O et Szapary, M. D., Flaxseed and Cardiovascular Risk, Nutrition Reviews, 62/1 (2004) 18-27.

Lucienne, A.D., Les plantes médicinales d'Algérie, *Alger*, (2013) 158-159.

Madhusudhan, B., Potential benefits of flaxseed in health and disease-a perspective, Agricultural Conspectus Scientificus, 74/2 (2009) 67–72.

Marcusson, J., Manuel de laboratoire pour l'industrie des huile et graisses, deuxième édition (1929).

Matthäus, B., Oil technology, In Technological Innovations in Major World Oil Crops, Springer, New York, NY.*2* (2012) 23-92.

Morin, O., Pagès X., Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel, Oilseeds and fats Crops and Lipids, 19/2(2012) 63-75.

Nikiema , J ., Heitz, M., Le biodiesel. II. Production, le site web des presses scientifiques du CNRC, 35 (2008) 107-117.

Pagès, X., Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales), Techniques de l'ingénieur, 1(2008) F6070.

Pauline, R., simulation de la réplication de Microstructures en Polymère par Moulage à Injection, Université de Québec à Chicoutimi, Mémoire de Master, Canada (2020).

Paynel, F., Pavlov, A., Ancelin, G., Rihouey, C., Picton, L., Lebrun, L, Morvan, C., Polysaccharide hydrolases are released with mucilages after water hydration of flax seeds, Plant Physiol Biochem , 62 (2013) 54–62.

Pharmacopée Européenne 5éme Edition

Ray, S., Paynel, F., Morvan, C., Lerouge, P., Driouich, A et Ray, B., Characterization of mucilage polysaccharides, arabinogalactanproteins and cell-wall hemicellulosic polysaccharides isolated from flax seed meal: a wealth of structural moieties, Carbohydrate Polymers, 93 (2013)651–660.

Rombaut, N., Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin, Génie des Procédés Industriels et développement durable, Thèse Doctorat, Université de Technologie de Compiègne, (2013).

Saddok, H., Belarbi, R., Zemmouri , N., A CFD Comsol model for simulating comlexurban flow, International Conference On Materials and Energy (ICOME), 139(2017)373-378.

Sęczyk, Ł., Świeca, M., Gawlik, D., USoymilk enriched with green coffee phenolics–Antioxidant and nutritional properties in the light of phenolics-food matrix interactions. *Food Chemistry*, *223* (2017) 1-7.

Sharma, S., Prasad, K., Comparative Physical Characteristics of Linseed (*Linum Usitatissimum L.*) Kernels, International Journal of Agriculture and Food Science Technology, 4 (2013) 671-678.

Shim, Y.Y., Gui, B., Arnison, P.G., Wang, Y., Martin, J.T.R., Flaxseed (Linum usitatissimum L.)bioactive compounds and peptide nomenclature: a review, Trends Food Sci Technol, 38/1(2014)5–20.

Singh, K.K., Mridula, D., Rehal, J., Barnwal, P., Flaxseed- a potential source of food, feed and fiber, Critical Reviews in Food Science and Nutrition , 51(2011) 210–222.

Stodolak, B., Starzyńska-Janiszewska, A., Mickowska, B., Effect of flaxseed oil-cake addition on the nutritional value of grass pea tempeh. *Food Science and Technology Research*, 19/6 (2013) 1107-1114.

Stratakos, A.C, Koidis, A., Methods for extracting essential oils, Essential oils in food preservation , Flavor and safety,(2016) 31-38.

Talbi, S., Recioui, D., Valorisation thérapeutique de l'huile végétale et les extrais abase de grains de Lin, Mémoire de Master, Université Yahia Farés de Médéa, Algérie (2020).

Tanwar, B., Modgil, R et Goyal, A., Antinutritional factors and hypocholesterolemic effect of wild apricot kernel (*Prunusarmeniaca L.)* as affected by detoxification. Food and Function, 9/4 (2018)2121–213.

Tassist, A., Valorisation d'une biomasse mycélienne dans le traitement des eaux charges en métaux lourds, Mémoire de Magister, Ecole nationale polytechnique, Algérie (2003).

Temelli, F., Perspectives on supercritical fluid processing of fats and oils, Journal of Supercritical Fluids, 47(2009)583-590.

Tordjman-Valency, L., Défi dénombrement microbien dans l'industrie pharmaceutique : les nouvelles méthodes alternatives sont-elles appliquées, Thèse Doctorat, Université de Grenoble France (2016).

Trabelsi, I., Ben Slima, S., Ktari, N., Bardaa, S., Elkaroui, K., Abdeslam, A , Ben Salah, R., (Purification, composition and biological activities of a novel heteropolysaccharide extracted from *Linum usitatissimum L*. seeds on laser burn wound, International Journal of Biological Macromolecules, 10/077 (2019)1-20.

Turkman, M., Valorisation d'une biomasse végétale dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds, Thèse Doctorat, Université de Yahia Fares de Médéa, Algérie(2019).

Umer, K.H., Zeenat, F., Ahmad, W., Ahmad, I., Khan, A., Therapeutics, phytochemistry and pharmacology of Alsi (*Linum usitatissimumL*.): An important Unani Drug, Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry, 6/5 (2017) 377-383.

www.craaq.qc.ca .

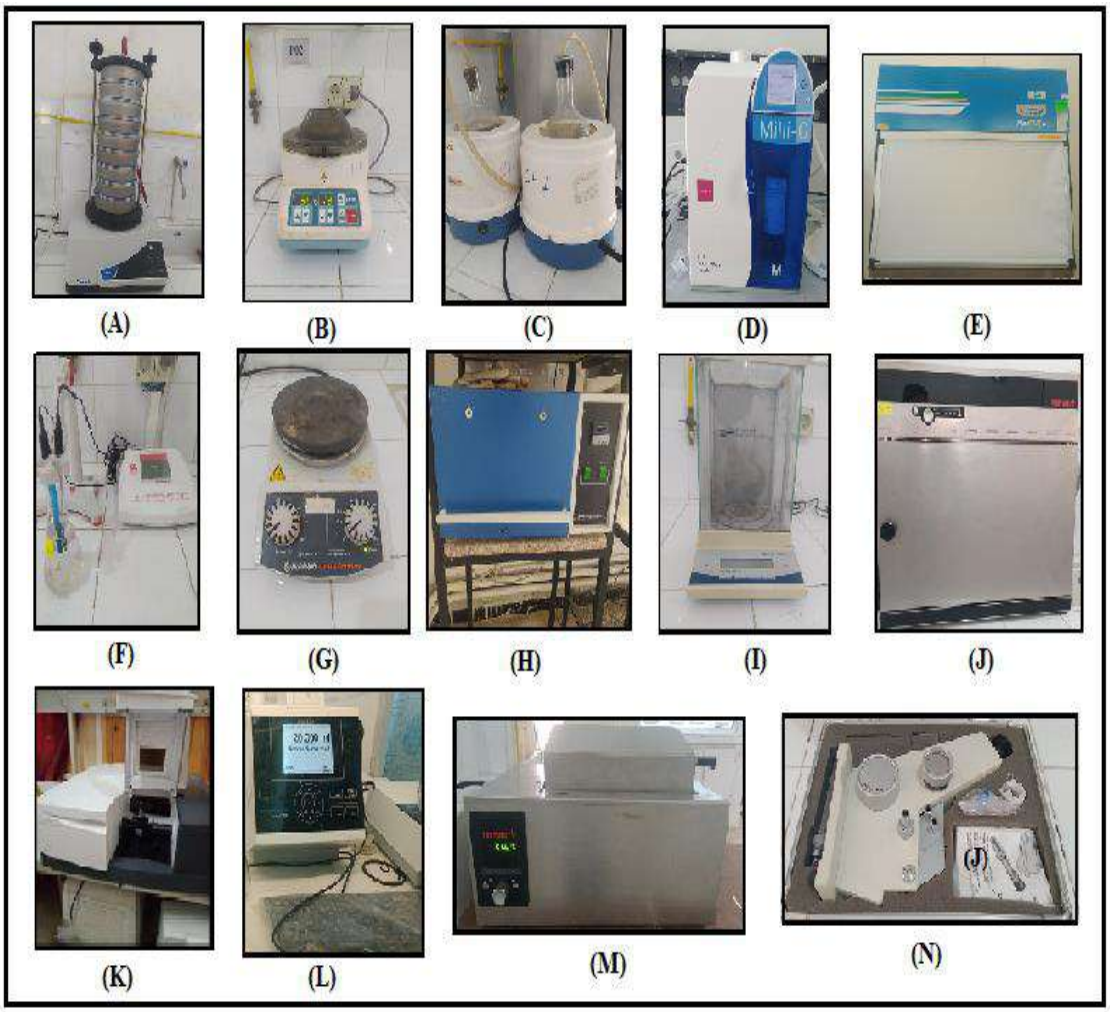
Yousefi, M., Rahimi-Nasrabadi M., Pourmortazavi, S.M.,Wysokowski,M., Jesionowski,T., Ehrlich, H., Mirsadeghi, S., Supercritical fluid extraction of essential oils, Trends in Analytical Chemistry, 118 (2019) 182-193.

Zahedi, G., Azarpour, A., Optimization of carbon dioxide extraction of *Passiflora* seed oil, Journal of supercritical fluids, 58 (2011)40-48.

Zhou, Q., Maa, L., Zhaoa W., Hana, X., Niua, J., Lia, R ., Zhao, C., Flaxseed oil alleviates dextran sulphate sodium-induced ulcerative colitis in rats, Journal of Functional Foods, 64 (2020) 1-20.

Les annexes

Annexe AI



(A) Tamiseur de différents diamètres(Retsch), **(B)** Centrifugeuse(Hettichzentrifugen), **(C)**chauffe-ballon,**(D)** Système de purifocation de l'eau (MILLI Q),**(E)**poste a flux laminaire horizontale (FlowFast H),**(F)** pH mètre (STARTER 3100), **(G)** Agitateur plaque chauffante (Heidolph MR Hei-Standard),**(H)**Four (Linn ELEKTRO THERM),**(I)**Balance électronique (DENVER INSTRUMENT), **(J)**Etuve (memmert), **(K)** U-V visible (UV mini-1240),**(L)** Titrateur a potentiometre(Titroline 7000-Xylem),**(M)**Bain marie (memmert),**(N)** Refractomètre.

Annexe AII

Nature du produit	Dilution	Diluant	Traitement	Observation
Produit de nature non lipidique insolubles dans l'eau (comprimés, Gélules , poudres) (DHL)	10g/100ml Ou 10ml/100ml	Solution tampon peptonée au chlorure de sodium pH 7 ou du milieu liquide aux peptones de caséine et de soja avec polysorbate 80à 1 g/l	Ajuster le pH si nécessaire entre 6-8	Solution A
Produits de nature lipidique (pommade, crème, gel) (HVL)	10g/100	Myristate d'isopropyle stérilisé par filtration et additionné de 1g/l de Polysorbate 80.	Chauffez si nécessaire à une température ne dépassant pas 40℃	Solution B

Annexe AIII

Tableau I. La composition exacte en acides gras de l'huile végétale de lin (CODEX STAN 210-1999)

Acide gras	Graines de lin / huile de lin
C6:0	ND
C8:0	ND
C10:0	ND
C12:0	ND-0.3
C14:0	ND-0.2
C16:0	4.0-11.3
C16:1	ND-0.5
C17:0	ND-0.1
C17:1	ND-0.1
C18:0	2.0-8.0
C18:1	9.8-36.0
C18: 2	8.3.30.0
C18:3	43.8-70.0
C20: 0	ND-1.0
C20: 1	ND-1.2
C20: 2	ND
C22: 0	ND-0.5
C22: 1	ND-1.2
C22: 2	ND
C24: 0	ND-0.5
C24: 1	ND

ND : non détectable, défini comme ≤ 0,05 %

Annexe A IV



Date

9 juin 2022 12:51:04

Contents

1. Model 1 (mod1) 14
1.1. Definitions 14
1.2. Geometry 1 14
1.3. Materials 15
1.4. Laminar Flow (spf) 16
1.5. Mesh 1 17
2. Study 1 18
2.1. Stationary 18
3. Results 19
3.1. Data Sets 19
3.2. Plot Groups 20

1 Model 1 (mod1)

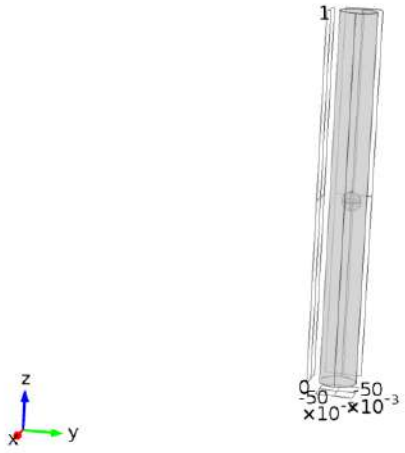
1.1 Definitions

1.1.1 Coordinate Systems

Boundary System 1

Coordinate system type	Boundary system
Identifier	sys1

1.2 Geometry 1



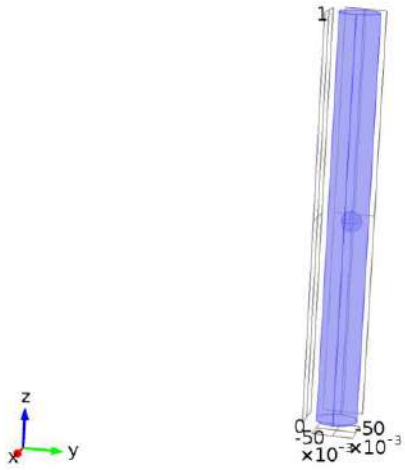
Geometry 1

units

Length unit	m
Angular unit	deg

1.3 Materials

1.3.1 Water

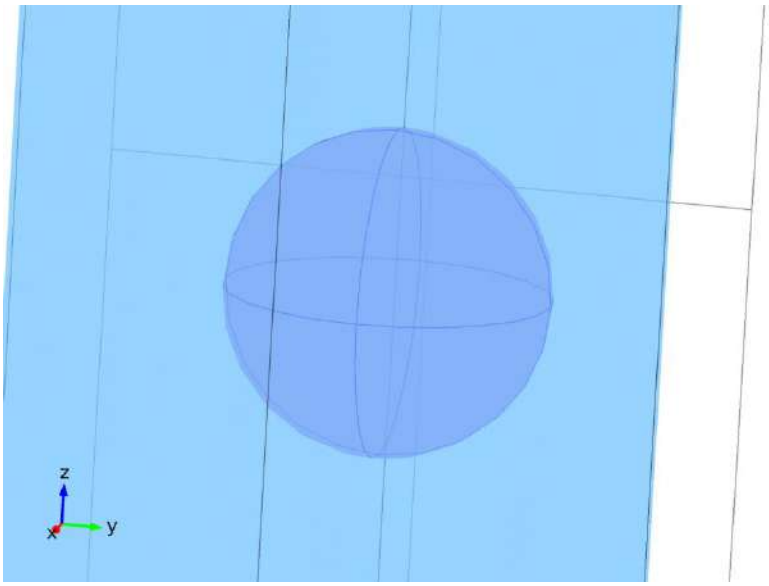


Water

Selection

Geometric entity level	Domain
Selection	Domain 1

1.3.2 Material 2

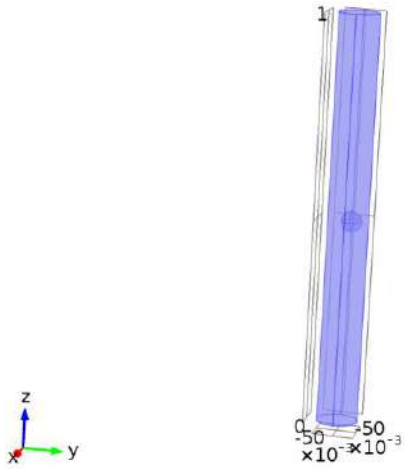


Material 2

Selection

Geometric entity level	Domain
Selection	Domain 2

1.4 Laminar Flow (spf)

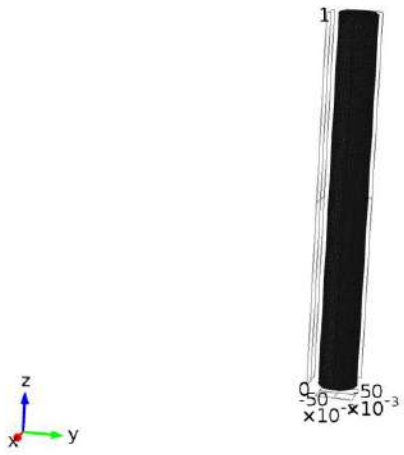


Laminar Flow

Features

Fluid Properties 1
Wall 1
Initial Values 1
Inlet 1
Outlet 1

1.5 Mesh 1



Mesh 1

2 Study 1

2.1 Stationary

Mesh selection

Geometry	Mesh
Geometry 1 (geom1)	mesh1

Physics selection

Physics	Discretization
Laminar Flow (spf)	physics

3 Results

3.1 Data Sets

3.1.1 Solution 1

Selection

Geometric entity level	Domain
Selection	Geometry geom1

Solution

Name	Value
Solution	Solver 1
Model	Save Point Geometry 1

3.1.2 Surface 1

Selection

Geometric entity level	Boundary
Selection	Boundaries 1–2, 5–14

Data

Name	Value
Data set	Solution 1

3.1.3 Surface 2

Selection

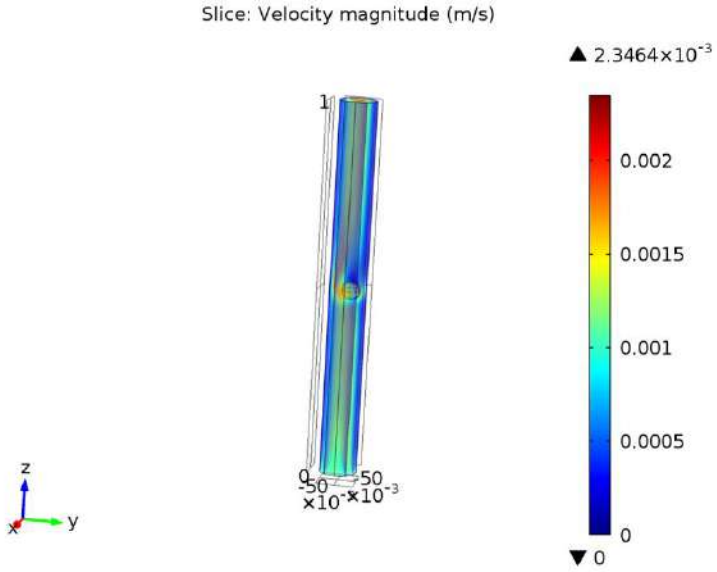
Geometric entity level	Boundary
Selection	Boundaries 1–2, 5–14

Data

Name	Value
Data set	Solution 1

3.2 Plot Groups

3.2.1 Velocity (spf)



Slice: Velocity magnitude (m/s)