

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA**  
**RECHERCHESCIENTIFIQUE**

**UNIVERCITE SAAD DAHLEB - BLIDA -**  
**FACULTE DES SCIENCES AGROVETERINAIRES**  
**DEPARTEMENT DES SCIENCES AGRONOMIQUES**

# **Projet de fin d'étude**

*EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME D'INGÉNIEUR D'ETAT EN AGRONOMIE*

**SPÉCIALITÉ : SCIENCES ALIMENTAIRES**

## **Thème**

**« Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile de pépins de raisin »**

**Présenté par: - M<sup>elle</sup> OUBELLIL Yasmine Anissa.**

**Soutenu devant le jury composé de :**

Mr. KADRI.	MAA USDB	President
MME. ACHEHEB H.	MCB USDB	Promotrice
Mr. BOUSBIA.N	MCB USDB	Examinateur
Mr. BENDALI.A	MAA USDB	Examinateur
Mr. HARRFOUF	MCB USDB	Examinateur

Année universitaire 2012-2013

## **Remerciements**

*Je remerciema directrice de mémoire, madame H.Acheheb pour son engagement, sa disponibilité, son esprit scientifique et ses conseils judicieux.*

*Mes remerciements vont aux membres de jury qui ont bien voulu juger ce travail :*

*Mr kadri qui m'a fait l'honneur de présider ce jury,  
Mr Bousbia, Mr Bendali qui ont bien voulu examiner ce travail,*

*Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et ma gratitude à Monsieur le chef du laboratoire central de l'intendance militaire de Beaulieu EL Harrach, d'avoir accepté de m'accueillir au sein deson organisme.*

*Mes vifs remerciements s'adressent aux chefs des services du laboratoire central de l'intendance militaire, ainsi que leurs ingénieurs, techniciens, pour leurs conseils et leur aide technique.*

*Je tiens à remercier plus particulièrementle personnel du service de toxicité environnement du laboratoire central de l'intendance militaire pour leur précieuse aide,*

*Un grand merci à madame Zibouche, Monsieur Irekti Hocine et madame Irekti Hamida, pour leur aide et leur contribution à la réalisation de ce mémoire.*

# **Dédicaces**

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes très chers parents pour leur amour et leurs sacrifices.*

*A la mémoire de ma grand-mère.*

*A mon frère, ma sœur, mon beau-frère, ma petite nièce Nada.*

*A maman zohra et Ammou Ahmed.*

*A Zahia et Chafika et lamia pour leur aide.*

*A tous les membres des familles Oubellil, Bouyaiche, Irekti,*

*Mes meilleures amies d'enfance : Rania, Karima*

*Tous mes amis en particulier: Hachem, Amina, Wafia, Sihem, Hayet, Wafa, Zouba, Nesrine, djallel, Asma, Mounir, Imad, Riad, Nacera, Karima, Yacine, Sarah, Mohamed, Amine, Djaber,...*

## Sommaire

<b>Introduction</b> .....	01
<b>Partie I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
1. Filière viticole.....	03
2. Aspect botanique du raisin.....	15
3. Huile de pépins de raisin.....	25
4. Technologie de transformation du raisin de raisin.....	33
<b>Partie II : ETUDES EXPERIMENTALE</b>	
<b>Chapitre 2 : Matériel et méthodes</b>	
2.1. Matériel végétal.....	44
2.2. Méthode d'analyse.....	80
<b>Chapitre 3 : Résultats et discussion</b>	
3.1. Résultats des analyses biochimiques des pépins de raisin.....	80
3.2. Résultats des paramètres influençant le rendement en huile des graines de raisin.....	82
3.3. Rendement d'extraction et caractéristiques physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin en huile de pépins de raisin.....	86
3.4. Résultats de la détermination du profil en acides gras de l'huile de pépins de raisin.....	91
Conclusion.....	95

## Liste des abréviations

A: absorbance

AGL: les acides gras libres

AGS : les acides gras saturés

AGMI : les acides gras monoinsaturés

AGPI : les acides gras polyinsaturés

BPF : bonnes pratiques du fabricant

Ca: calcium

Cu: cuivre

Fe: Fer

Ha: hectare

Hbt: habitant

H.O.V: huile d'olive vierge

HP: l'huile produite

H.R.B: huile de raisin brute

I.A: indice d'acide

I.I: indice d'iode

I.P: indice de peroxyde

I.R: indice de réfraction

I.S: indice de saponification

K: Potassium

LLL: Trioléine

M ha: million d'hectare

Mhl: million hectolitre

Mg: magnésium

Mqx: million quintaux

Mql :milliers de quintaux

MS: matière sèche

OIV: Office International de la Vigne et de vin

OMC : organisation mondiale du commerce

OLL: Oléodilinoléine

O.N.C.V: Office National de Commercialisation de Vin

O.P.C: Oligomère procyanidoliques

PLL: Palmitosilinoléine

PNDAR: Programme Nationale de Développement Agricole et Rural

P: phosphore

qx: quintaux

REA: Renouveau de l'Economie Agricole

RR: le Renouveau Rural.

SAU : Surface agricole utilisée

SIS : monoinsaturés

SSS : trisaturés

UE: union européen

USA: United States of America

Zn: zinc

## Liste des figures

<b>Figure N°</b>	<b>Page</b>
<b>Figure N°1:</b> Répartition géographique des zones potentielles de productions viticole en Algérie.....	09
<b>Figure N°2:</b> Evolution de la production de raisin en Algérie.....	11
<b>Figure N°3:</b> Evolution de la quantité de raisins de cuve transformée/produite de 2004 à 2010.....	13
<b>Figure N°4:</b> Evolution de la consommation nationale de Raisins table.....	14
<b>Figure N°5:</b> Schéma représentatif d'une vigne.....	15
<b>Figure N°6:</b> cycle végétatif et reproducteur de la vigne.....	17
<b>Figure N°7:</b> Schéma représentant la systématique de la vigne.....	19
<b>Figure N°8:</b> Schéma représentatif d'une grappe de raisin .....	21
<b>Figure N°9:</b> Section schématique d'une baie de raisin.....	22
<b>Figure N°10:</b> Morphologie d'une graine de raisin.....	24
<b>Figure N°11:</b> Coupe longitudinale dans une graine de raisin.....	25
<b>Figure N°12:</b> Schéma de transformation du raisin .....	34
<b>Figure N°13:</b> Les sous produits de raisin.....	37
<b>Figure n°14 :</b> valorisation des sous-produits du raisin.....	38
<b>Figure N°15 :</b> diagramme représentatif des différentes composantes du laboratoire central de l'intendance.....	44
<b>Figure N°16:</b> Mode d'obtention de la matière première.....	46
<b>Figure N°17:</b> Mode d'obtention de l'huile des pépins de raisins.....	47
<b>Figure N°18:</b> diagramme de préparation de l'échantillon.....	48

<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure N°19:</b> Extracteur Soxhlet.....	49
<b>Figure N°20:</b> Évaporateur rotatif .....	49
<b>Figure N°21:</b> gaines torréfiées.....	50
<b>Figure N°22:</b> Huile brute de pépins de raisin filtrée.....	51
<b>Figure N°23:</b> Huile de pépins de raisin brute.....	52
<b>Figure N°24:</b> Viscosimètre Thermo HAAKE VT 550 .....	72
<b>Figure N°25 :</b> L'acide gallique (Acide 3,4,5-trihydroxybenzoïque).....	73
<b>Figure N° 26 :</b> chromatographie phase gazeuse.....	78
<b>Figure N°27 :</b> composition biochimiques des pépins de raisins (%)......	81
<b>Figure N°28 :</b> variation du rendement en huile de pépins de raisins en fonction de la nature du solvant. ....	83
<b>Figure N°29:</b> variation du rendement en huile de pépins de raisins en fonction de la granulométrie .....	84
<b>Figure N°30:</b> variation du rendement en huile de pépins de raisins en fonction du traitement thermique .....	85
<b>Figure N°31:</b> Chromatogramme de l'huile de grains de raisin.....	95
<b>Figure N°32:</b> Procédé d'extraction d'O.P.C. à partir des pépins de raisin...Annexe 2	
<b>Figure N°33:</b> les différentes formes de stérols.....	Annexe 3
<b>Figure N°34:</b> Les différentes formes de tocophérols.....	Annexe 4
<b>Figure N°35:</b> Courbe d'étalonnage du l'acide gallique.....	Annexe 12

## ***Introduction générale***

### **Introduction**

La valorisation des sous-produits organique dans l'industrie agroalimentaire par des moyens chimiques a suscité l'intérêt des chercheurs pour deux buts principaux : protection de l'environnement et l'exploitation économique.

Ces déchets de biomasse agro-industriels représentent un problème d'élimination mais, dans la même mesure, une source intéressante de composés naturels et précieux (Blasi et al, 1997).

La viticulture est l'une des plus importantes cultures fruitières dans le monde avec une production globale de raisin d'environ 68 millions de tonnes en 2009 (ANONYME1, 2009).

Dans le monde, l'industrie de la vinification utilise 80% des raisins destinés à la transformation, 10 millions de tonnes de marcs de raisin résultent comme un sous-produit en quelques semaines de la campagne de récolte, rendant la valorisation des marcs une tentative privilégiée (Thorsten et al, 2009).

En l'Algérie, les corps gras d'origine animale et végétale, en particulier les huiles brutes sont importées.

Selon l'Office National de Commercialisation du Vin le tonnage de marc de raisin est estimé à 50 000 tonnes/an, donc il constitue une matière première non négligeable en terme de valorisation.

L'huile de pépins de raisin est un excellent produit de cette valorisation, elle est extraite à partir des pépins de marc, elle ajoute une valeur à cette industrie, et contribue également à l'élimination de ces déchets (Herman et al., 2011).

Plusieurs travaux de recherche ont déjà porté sur la valorisation des pépins de raisin en vue d'y extraire et de caractériser l'huile, parmi ces travaux on peut citer ceux de Ribereau-gayon (1977), Ohnishi (1990), Kamel et al. (1990), Karleskind (1992) et Mourgues (1995).

Aussi des travaux récents ont été menés par des chercheurs concernant les nouvelles méthodes d'extraction de l'huile de pépins de raisin et son application

## ***Introduction***

---

dans les domaines culinaire, pharmaceutique et cosmétique parmi ces travaux on peut retenir ceux de : Luque-Rodriguez et al., (2005) ; Terra et al., (2007) et Aron et Kennedy (2008).

Ce travail a pour objectif l'évaluation des facteurs influant le rendement en huile de raisin, et la caractérisation physicochimique de l'huile ainsi extraite.

La démarche adoptée pour la réalisation de ce travail comporte plusieurs étapes;

Il s'agit de:

- Préparation du matériel végétal : récupération, séchage, nettoyage et broyage des graines de pépins de raisins avec leur caractérisation physico-chimique ;
- Optimisation des paramètres influant le rendement en huile de pépins de raisin ;
- Caractérisation physico-chimique de l'huile de pépins de raisin ;
- Discussion et comparaison des résultats obtenus avec d'autres travaux.

***PARTIE I:***  
***ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE***

# Chapitre I : La filière vitivinicole.

---

## 1. la filière vitivinicole

### 1.1. Dans le monde

La viticulture est une activité très ancienne, très répandue dans le monde. Cette Culture traditionnelle se caractérise principalement par la production et le développement de produits très consommé à savoir le vin, le raisin de table, le jus de raisins et le raisin sec, etc.

La vigne est avec l'olivier sont des plantesspécifique du bassin méditerranéen,cette zone est caractérisée par de grandes superficies destinées à la vigne et des volumes considérables de produits viti- vinicoles obtenus et consommés. (MAROUN, 2012).

#### 1.1.1. La superficie agricole de la vigne

Les superficies agricoles plantées en vigne sont en totalité de l'ordre de 7,694 Million d'hectare en fin 2009, le tableau ci –dessous représente leur évolution depuis1971 à 2009.

**Tableau N° 01:** Evolution de la superficie agricole mondiale de la vigne (x1000 ha).

<b>Périodes puis années</b>	<b>Superficies</b>
<b>1971-1975</b>	9 961
<b>1976-1980</b>	10 213
<b>1981-1985</b>	9 823
<b>1986-1990</b>	8 813
<b>1991-1995</b>	8 091
<b>1996-2000</b>	7 705
<b>2001-2005</b>	7 878
<b>2002</b>	7 902
<b>2003</b>	7 916
<b>2004</b>	7 859
<b>2005</b>	7 823
<b>2006</b>	7 818
<b>2007</b>	7 792
<b>2008</b>	7 761
<b>2009</b>	7 694

Source : (ANONYME1, 2009)

Entre 2007 et 2009 ,les surfaces totales de vignes monde ont diminué de 74 mha, pour atteindre une surface totale de7694 Mha.

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

Cette diminution est principalement due à la réduction d'environ 132,3 Mha de vignes européennes suite à la mise en œuvre de la nouvelle OMC.

La production mondiale de raisins a atteint 681,7 MQL en 2009, une réduction de 26 millions de quintaux entre 2006 et 2007 a été enregistrée. Une alternance de la diminution et l'augmentation de la production globale de raisins montre une tendance à la hausse, malgré le fait que la superficie mondiale plantée en vignes a continué à diminuer depuis 1998. Cette situation peut s'expliquer en partie par une tendance à la hausse des rendements, mais aussi par les conditions climatiques moyennes plus favorables, ainsi que par la redistribution géographique partielle des vignobles au cours de cette période (un pourcentage plus élevé de ces vignobles sont situés dans des zones géographiques avec des rendements plus élevés) (ANONYME1, 2009).

**Tableau N° 02:** Evolution de la production mondiale de raisin (100 qx)

Période par année	Superficie	production
1971-1975	9 961	554 369
1976-1980	10 213	605 602
1981-1985	9 823	628 084
1986-1990	8 813	606 279
1991-1995	8 091	552 484
1996-2000	7 705	600 295
2001-2005	7 878	630 663
2005	7 823	673 683
2006	7 818	669 705
2007	7 792	655 196
2008	7 761	673 699
2009	7 792	681 790

Source : (ANONYME1, 2009)

### 1.1.2. Produits viti -vinicole

#### ➤ raisins de table

Cette production mondiale de raisin de table a atteint en 2009, 211,8 Million de quintaux, contre 193,1 mqx En 2007, le niveau de la production mondiale enregistre une tendance à la hausse notable, L'Asie est, avec 123,5 mqx en 2009 (tableau 3) le continent avec la plus forte production, Il représente 58,3% de la production mondiale, devant l'Europe qui représente 17,5%, l'Amérique

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

du Nord et du Sud et l'Afrique suivent et représentent respectivement 12,8% et 11% de la production mondiale (ANONYME1, 2009)..

**Tableau N° 03:** la production mondiale de raisins de table, raisins secs et vins (Mqx).

Contient	Raisins de table		Raisins secs		Vins	
	Production	%	Production	%	Production	%
Afrique	22,05	11	ND	ND	11,3	4.22
Amérique	25.66	12,8	5.10	34,6	49	18.2
Asie	123,5	58,3	6,39	52,6	14,6	5.3
Europe	35,08	17,5	0.61	8,5	182,2	67.46
Océanie	5.51	2.75	ND	ND	13,8	4.82
Total mondial	211.8	100	12,1	95.7	270.9	100

Source : (ANONYME1, 2009)

### ➤ raisins secs

Cette production mondiale de raisin sec a atteint 12,1 mqx en 2009 (+9% par rapport à 2007). Ce niveau de production pourrait être considéré comme élevé, car il est proche du record de l'année 2000 correspondant à 12,8 mqx, L'Asie demeure premier continent producteur avec 6,39 mqx en 2009. Il représente 52,6% de la production mondiale, suivie de l'Amérique avec 34,6%, et l'Europe avec 8,5%, la Turquie reste le 1er producteur mondial devant USA (4 mqx contre 3 mqx) et l'Iran (1,4 MQL). (ANONYME1, 2009).

### ➤ Vins

La production mondiale de vin en 2009 a atteint 271 Million d'hectolitres l (+1,9 Mhl par rapport à 2008), environ 5 Mhl plus de la production en 2007 (+1,9%). Pourtant, la production mondiale de vin en 2008 et 2009 peut être décrite comme faible, similaire en quantité à celle produite en 2001, 2003 et 2007, La répartition de cette production par continent fait ressortir:

- ❖ l'Afrique, avec une production totale de 11,2 Mhl en 2009, l'Afrique atteint une production totale de 11,3 Mhl, soit une légère baisse de 260 mhl par rapport à la production record de 2008 (-2,2%).

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

---

- ❖ L'Amérique a atteint 49 mhl de la production de vin en 2009.
- ❖ L'Asie a enregistré une production totale de 14,6 mhl en 2009 sous l'influence principale de la production chinoise.
- ❖ L'Europe, Au cours de la période 2008 et 2009, on enregistre de légères variations de production du vin avec 179,7 Mhl (2008) et 182,2 Mhl (2009).

L'Océanie, enfin, après le très faible niveau de la production de vin en 2007 de 11,1 Mhl, causée par la sécheresse, la production continentale en 2008 est en nette reprise, qui a du mal à confirmer ce niveau en 2009 (respectivement 14,5 et 13,8 Mhl). (ANONYME1, 2009).

### ➤ **jus de raisins**

Selon l'OIV, dans de nombreux pays, l'information relative la production de jus de raisin n'existe pas, et quand elle existe, le plus souvent les productions de jus et de moûts sont confondues. Ainsi n'est-il pas possible, dans l'état actuel des informations disponibles, de présenter une statistique quelconque sur ce sujet. Pourtant, des informations partielles concernant la consommation de jus de raisins dans certains pays (Annexe N°1) permettent d'estimer l'ordre de grandeur de la production mondiale de jus de raisins à environ 11-12 Mhl en 2009.

### **Consommation**

Les consommations abordés ce sont des consommations apparentes, obtenu à partir de bilans chacun d'eux reflète un pays appropriés.

### ➤ **raisins de table**

En 2009, on a observé 205 mql de raisin frais qui été consommés dans le monde, soit une augmentation de 9,3% par rapport à 2007. Ce niveau peut être qualifié de haut, +22% par rapport à l'2001-2005 moyenne de 168 mql(ANONYME1, 2009).

### ➤ **raisins secs**

En 2009, 12,9 mql consommés dans le monde raisins secs, soit (0,2% par rapport à 2007), qui est le plus haut niveau de consommation raisin signalé depuis 2000 (12,6 MQL). Exprimé en moyenne par individu en 2009, la consommation humaine

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

individuelle de raisins secs par an est le plus élevé en Grèce (2,6 kg / hbt).(ANONYME1, 2009).

### ❖ Vins

La crise financière mondiale impactée négativement sur la consommation mondiale de vin, située en 2009 à un niveau très faible (240 Mhl). En deux ans, l'industrie a connu, en termes de volume, une régression d'environ 11 Mhl de la consommation mondiale de vin.(ANONYME1, 2009).

### ❖ Autres utilisations commerciales

Dans ce domaine aussi, les données ne sont pas encore disponibles pour tous les pays. Par exemple, les données surdistillation n'est disponible que pour un ensemble de pays représentant 68% des vins du monde production en 2008.

Il est à noter, que sur le marché UE environ 19,6 Mhl ont été utilisées pour la production de distillats de vin et de lies en 2008/2009, y compris les volumes utilisés pour fabriquer des brandies avec indication géographique) à laquelle doivent être ajoutés pour le même marché près de 4,5 Mhl de vins destinés aux autres usages industriels que sont la vinaigrerie et l'avermoutherie. Le tableau N° 04 représente un résumé la consommation mondiale des produits viti-vinicoles par continent.

**Tableau N° 04:** La consommation mondiale de raisins de table, de raisins secs et de Vins (Mql).

Contient	Raisins de table		Raisins secs		vins	
	consommation	%	consommation	%	consommation	%
<b>Afrique</b>	19.2	9,88	0,36	2,27	11,3	4,31
<b>Amérique</b>	21	10,8	2.87	24,82	49	17.8
<b>Asie</b>	122	61.7	4.3	29.44	14,6	5,05
<b>Europe</b>	41.4	16.92	4,9	39,64	182,2	68.6
<b>Océanie</b>	1.4	0,7	0,47	3.4	11,1	4.24
<b>Total mondial</b>	205	100	12.9	100	268,2	100

Source :(ANONYME1, 2009).

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

---

### 1.2. En Algérie :

La vigne est partie à la conquête du monde, elle est implantée partout où elle trouve le climat physique et humain propice à son développement. (BELHOUT MOHAMED, 1990)

La viticulture est une activité qui s'adapte très bien aux terroirs disponibles et aux conditions climatiques du nord de l'Algérie, cette dernière joue un rôle important dans l'agriculture. Certaines zones sont privilégiées pour cette culture où elle constitue souvent la seule possibilité :

- ❖ D'utiliser d'une manière efficace les SAU ;
- ❖ De protéger l'environnement ;
- ❖ De réaliser une valeur ajoutée importante ;
- ❖ De créer des emplois dans les zones dépourvues d'autres activités économiques. (ANONYME2, 2010).

#### 1.2.1. Superficie agricole de la vigne

La viticulture s'étend sur l'ensemble de terroirs au niveau national, mais elle est surtout présente dans la zone Ouest en raison de la pauvreté du sol et la pluviométrie n'atteignant pas 450mm/an. (Tableau N° 06 et figure N°01).

L'évolution de la superficie nationale de 2006 à 2012 est illustrée sur le tableau ci-dessous.

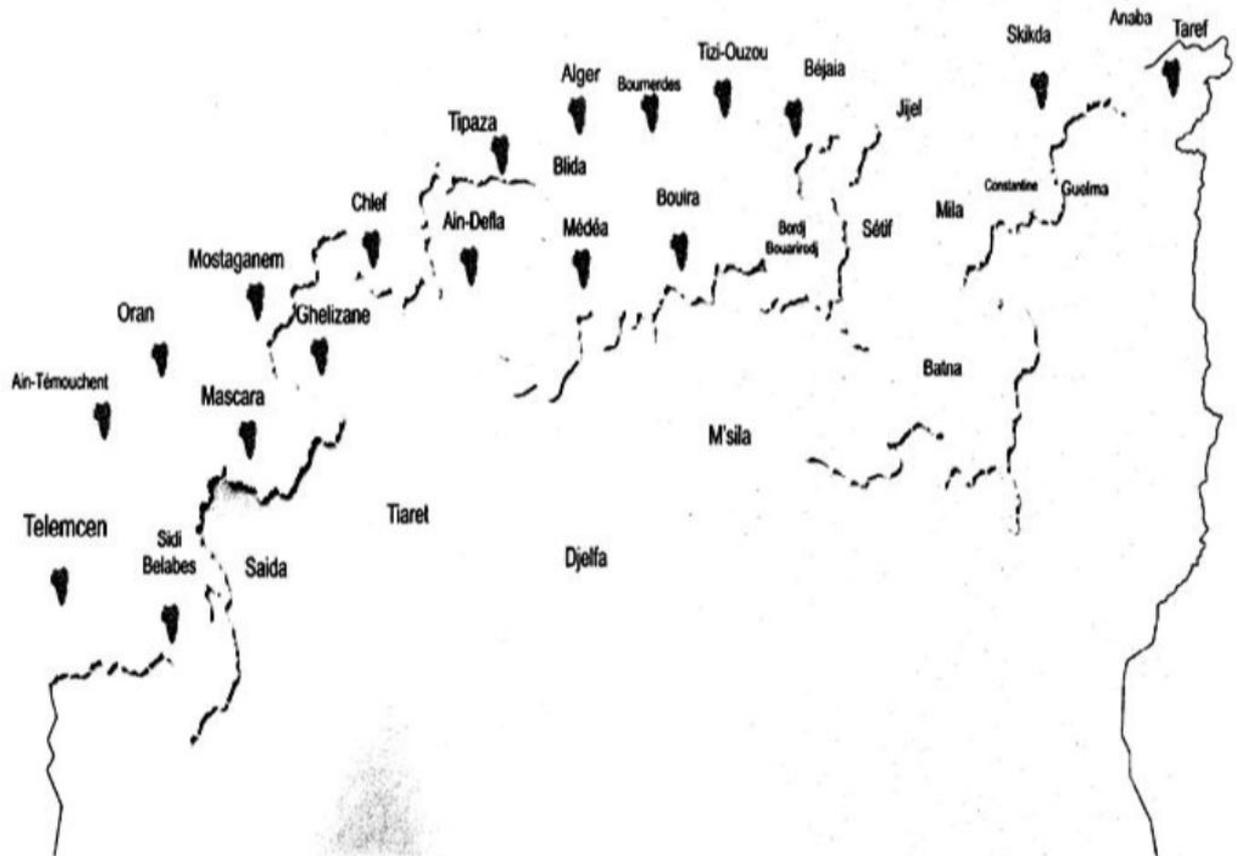
**Tableau N° 05:** Evolution des superficies du vignoble nationale de 2006 à 2012 (ha).

Années	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
Vigne complantée	98214	92708	87375	82743	80423	77 730	74 494
Vigne en rapport	75187	76754	73739	69101	69224	72042	68669

Source : (ANONYME2, 2012).

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

Les résultats obtenus montrent que les superficies du vignoble national ont diminué de 3236 ha (-4,34%) entre 2011 et 2012 et de -31,84% entre l'année 2006 et 2012, cette diminution est due à l'arrachage des vieux vignobles qui est plus intense en particulier l'arrachage des vignobles de raisin de cuve comparé aux nouvelles plantations.



**Figure N°01:** Répartition géographique des zones potentielles de productions viticole en Algérie.

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

Tableau N° 06:présente la répartition géographique nationale des vignobles.

WILAYA	Vigne à raisins					
	De table		De séchage		De cuve	
	Superficie totale	Superficie en rapport	Superficie totale	Superficie en rapport	Superficie Totale	Superficie en rapport
	(ha)	(ha)	(ha)	(ha)	(ha)	(ha)
1 ADRAR	0	0	0	0	0	0
2 CHLEF	925	830	0	0	402	402
3 LAGHOUAT	419	328	0	0	0	0
4 O.E.BOUAGHI	2	2	0	0	0	0
5 BATNA	104	98	0	0	0	0
6 BEJAIA	485	466	0	0	0	0
7 BISKRA	204	177	0	0	0	0
8 BECHAR	156	86	0	0	0	0
9 BLIDA	523	470	0	0	230	230
10 BOUIRA	111	82	0	0	0	0
11 TAMANRASSET	77	73	0	0	0	0
12 TEBESSA	0	0	0	0	0	0
13 TLEMCEN	2 636	2 515	16	11	1 398	1 206
14 TIARET	1 028	530	0	0	0	0
15 TIZI-OUZOU	1 270	1 194	0	0	0	0
16 ALGER	2 282	1 771	0	0	0	0
17 DJELFA	35	20	0	0	0	0
18 JIJEL	50	43	0	0	0	0
19 SETIF	25	4	0	0	0	0
20 SAIDA	91	91	0	0	0	0
21 SKIKDA	1 594	1 543	0	0	0	0
22 S.B.ABBES	1 053	950	6	6	2 939	2 843
23 ANNABA	89	80	0	0	90	90
24 GUELMA	66	46	0	0	0	0
25 CONSTANTINE	20	20	0	0	0	0
26 MEDEA	4 739	4 169	0	0	354	354
27 MOSTAGANEM	3 605	3 368	0	0	7 606	7 291
28 M'SILA	0	0	0	0	0	0
29 MASCARA	4 297	4 019	39	39	2 894	2 801
30 OUARGLA	3	3	0	0	0	0
31 ORAN	891	621	0	0	299	199
32 EL-BAYADH	50	20	0	0	0	0
33 ILLIZI	27	24	0	0	0	0
34 B.B.ARRERIDJ	71	34	0	0	0	0
35 BOUMERDES	9 073	8 398	0	0	111	70
36 EL-TARF	850	780	0	0	80	63

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

37 TINDOUF	10	10	0	0	0	0
38 TISSEMSILT	247	247	0	0	0	0
39 EL-OUED	296	287	0	0	0	0
40 KHENCHELA	38	38	0	0	0	0
41 SOUK-AHRAS	0	0	0	0	0	0
42 TIPAZA	2 214	2 214	2	2	1028	1028
43 MILA	3	2	0	0	0	0
44 AIN-DEFLA	728	668	0	0	332	332
45 NAAMA	318	113	0	0	0	0
46A.TEMOUCHENT	4 319	4 319	0	0	8 837	8 837
47 GHARDAIA	297	130	0	0	0	0
48 RELIZANE	1 765	1 755	0	0	227	227

Source :(ANONYME2, 2012).

### 1.2.2.Production

La viticulture est un secteur intéressant que l'Etat devrait développer afin d'augmenter le volume de la production surtout après la mise en œuvre du Programme Nationale de Développement Agricole et Rural pour la période 2002-2008, et le plan Renouveau de l'Economie Agricole et le Renouveau Rural pour 2008-2014(ANONYME 2, 2012).

La figure ci-dessous représente l'évolution de la production nationale globale entre 2006et 2012

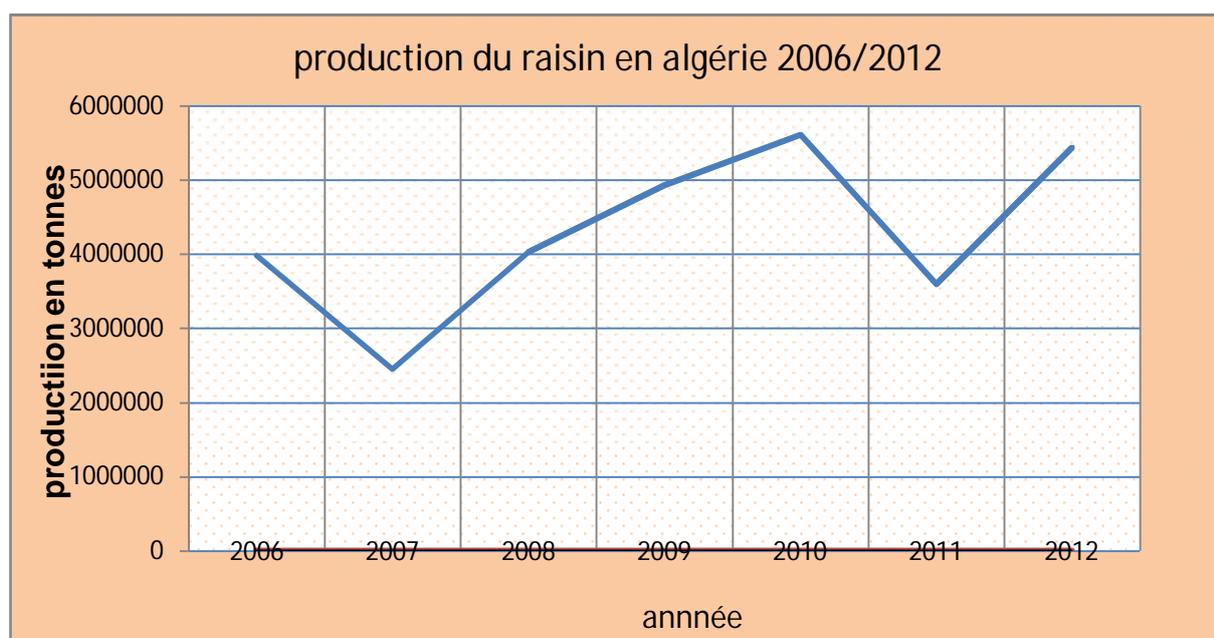


Figure N° 02: Evolution de la production de raisin en Algérie (ANONYME2, 2012).

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

l'extension des superficies en rapport du vignoble national qui est de l'ordre de 68669 hectares, a permis l'enregistrement d'une augmentation de 26,72 % entre 2006/2012 de la production totale des raisins .

L'évolution de la production selon sa destination est résumée par le tableau N° 7.

**Tableau N° 07:** Evolution de la production nationale de raisins de table, de cuve et de séchage de 2006 à 2012 (qx).

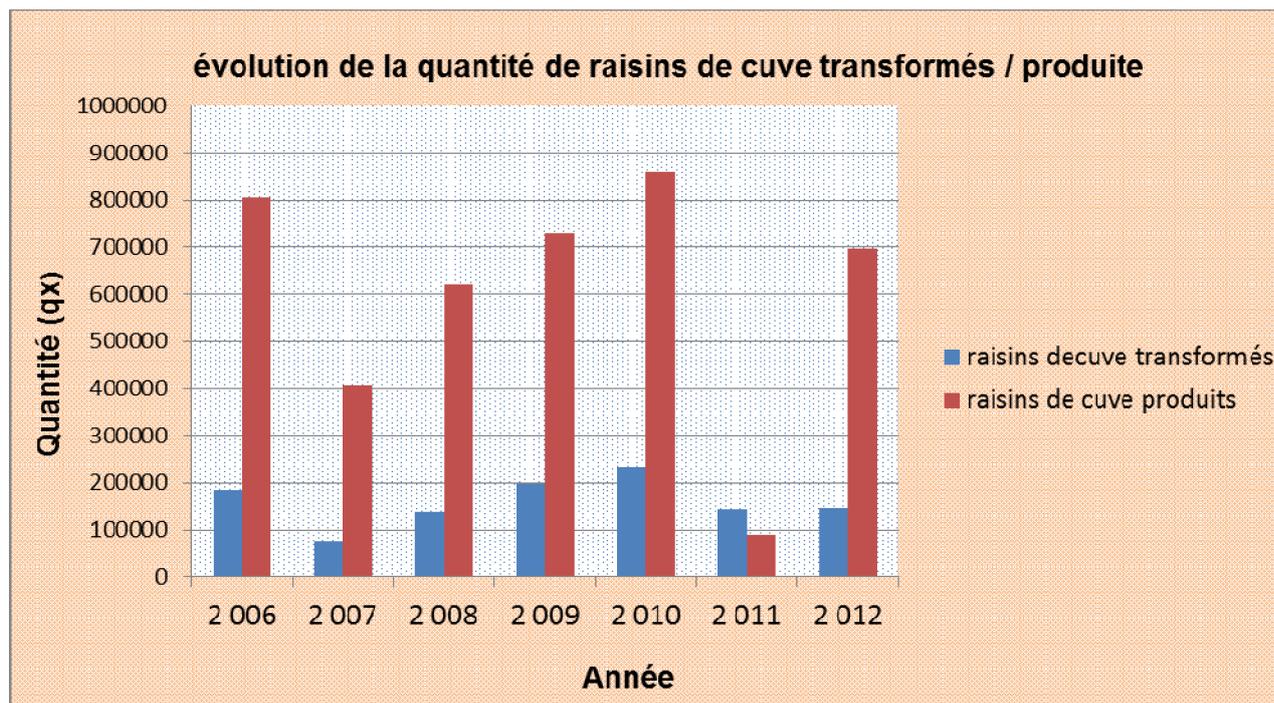
Années	2006	2007	2008	2009	2010	2011	2012
raisins de table	3170600	2040470	3396188	4194537	4743285	3499150	4732566
raisins de cuve	807020	406860	621557	728450	860715	90740	697404
raisin sec	2560	2660	2170	2265	1620	1650	1720

Source : (ANONYME2, 2012).

Entre 2006/2012, La production de raisin de table est en nette évolution (33%). Par contre on a enregistré une diminution du raisin de cuve de (-15,71%) et du raisin sec (-48,83%).

### 1.2.3. Transformation du raisin

L'O.N.C.V est un opérateur étatique qui réalise la transformation industrielle du raisin en Algérie en particulier celle des raisins de cuve en vin (figure N°3). Ce dernier possède ces propres vignobles mais, collabore aussi avec d'autres viticulteurs qui produisent des raisins destinés à la vinification.



**Figure N° 03:** Evolution de la quantité de raisins de cuve transformée/produite de 2006 à 2012 (ANONYME2, 2012).

En 2006, Le pourcentage des raisins de cuve transformés par rapport à ceux produits était de 22,73% en 2012, on a noté une diminution qui atteint 20,96% (-1,77%) (ANONYME2, 2012). Les pourcentages enregistrés entre 2006 et 2012 sont très faibles, cela est due aux critères de sélection du raisin désigné pour être transformés ce dernier ne devant pas présenter des infections pathologiques (maladies) et suffisamment mature ce qui entraîne une élimination de grandes quantités de raisins (ANONYME3, 2013).

### 1.2.4. Consommation du raisin

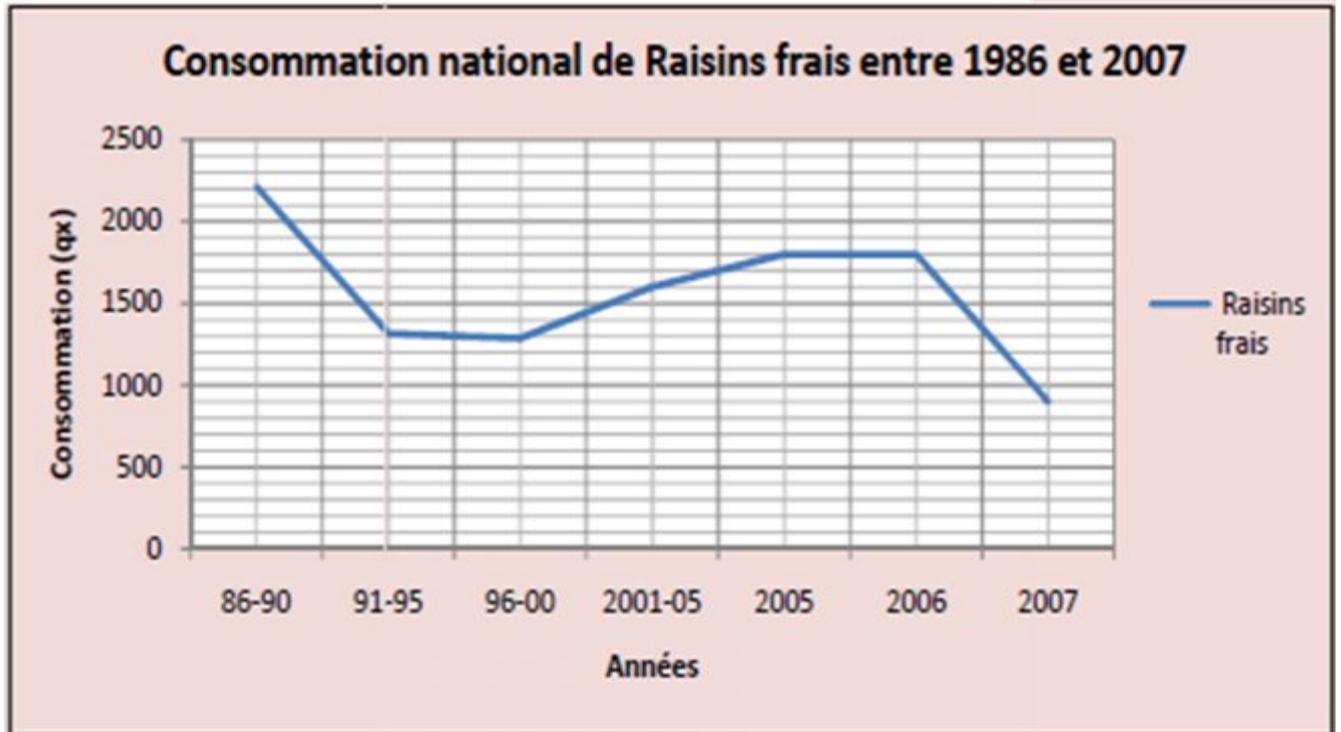
Selon l'OIV(2007), on a enregistré une chute de consommation de raisins frais (-50%) de la consommation globale entre 2006 et 2007 correspondant à une valeur absolue de 900 000 (qx).

La consommation de raisins frais est de 5 à 6 Kg/hab./an et La consommation de Raisins secs est de 0,1Kg/hab./an. Ces valeurs sont très faibles par rapport à la consommation enregistrée dans d'autres pays avec une moyenne 40kg/habitant/an (pour le Raisin frais).

## Chapitre I : La filière vitivinicole.

---

La baisse de la consommation de raisins frais est due aux maladies qui peuvent affecter les différentes variétés du raisin tel que mildiou, l'oïdium, donc un manque sur le marché



**Figure N°04:** Evolution de la consommation nationale de raisins de table (ANONYME4, 2010).

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin

---

### 2. Aspect botanique du raisin

#### 2.1.-Cultures et développement

##### ➤ Culture et multiplication

Selon Reynier(1991), la culture de la vigne dans le bassin méditerranéen ou dans le monde se fait par deux (02) voies de multiplication :

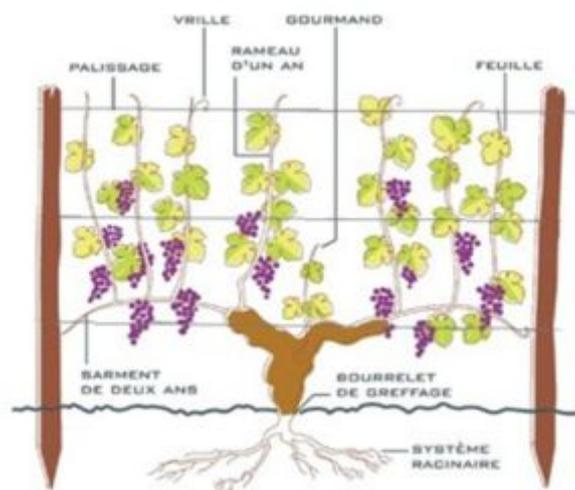
- Voie sexuée par semis.
- Voie asexuée : par bouturage, greffage ou encore en marcottage et provignage, ça nécessite un sol profond, riche et sablonneux.

##### ➤ Plantation

La plantation des vignes se fait tôt au printemps dès que le travail du sol est favorable pour les vignes dormantes et à n'importe quel moment durant la saison de végétation pour les vignes produites en contenants. Il n'y a rien de spécifique à la vigne en ce qui a trait à la préparation du sol. Celui-ci doit être ameubli et enrichi si on le juge insuffisamment fertile (ANONYME 5, 2011).

##### ➤ Protection

La prévention se fait par le choix de cultivars tolérants voir résistants aux maladies et aux insectes ainsi qu'un bon système de taille, ce qui minimisera les interventions du vigneron au niveau de la protection (ANONYME 7, 2011). La figureN°05 schématise les différentes parties d'une vigne



**Figure N° 05** : Schéma représentatif d'une vigne (ANONYME6, 2007).

## **Chapitre II : Aspect botanique du raisin**

---

### **2.1.1. Cycle végétatif**

Selon Auduteau(2013), le cycle végétatifs de la vigne commence par un repos hivernal, qui correspond une absence de croissance des bourgeons, suivi par la constitution des pleurs c'est la première manifestation externe du passage de la vie ralentie à la vie active.

Le gonflement des bourgeons puis, l'écartement des écailles et le rejet extérieur de la bourre qui protégeait le bourgeon pendant l'hiver permettent de dire que Le débourrement à débute. La croissance des organes végétatifs fait suite au débourrement .A la fin du cycle végétatif, il y a l'aoutement qui se divise en deux phases : la chute des feuilles et l'arrêt de croissance, suivi par la formation de fleur c'est une préparation au cycle reproducteur (Auduteau, 2013).

### **2.1.2 Cycle reproducteur**

Le cycle reproducteur se fait comme suit:

-Premièrement, la croissance des organes reproducteurs qui se fait en deux étapes la floraison et nouaison.la floraison débute par le détachement de la corolle se fait par libération des étamines. Ces derniers libéreront le pollen qui fécondera l'ovaire.

-Deuxièmement, la période de maturation, durant laquelle la baie change de couleur, grossit à nouveau et se comporte comme un organe de transformation et surtout de stockage. Elle commence par une période d'évolution rapide des caractéristiques physique et biochimique du raisin, la véraison, et se termine à l'état de maturité (Reynier, 2003). (Figure 6)

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin

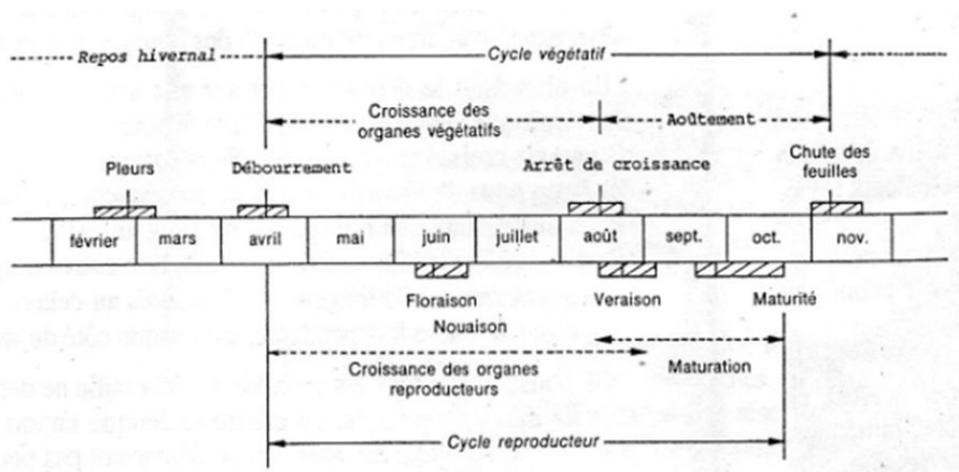


Figure N°06 : cycle végétatif et reproducteur de la vigne (Reynier, 1991).

### 2.1.3. Exigences culturelles :

#### 2.1.3.1. La composition des sols

La vigne aime les sols caillouteux, car les cailloux facilitent l'écoulement des eaux, accumulent la chaleur de la journée pour la restituer la nuit et surtout, ils permettent la réverbération du soleil sur le raisin. (Toussaint Frédéric, 2003).

#### 2.1.3.2 Des soins apportés au vignoble

Les labours, le chassage pour l'hiver, l'espace entre les rangs, la méthode de vendange font partie des soins à conférer à la vigne pour obtenir de bons produits. (Toussaint, 2003).

#### 2.1.3.3. Le climat

D'après Toussaint (2003) :

##### ➤ La lumière et chaleur

La vigne exige des climats lumineux ainsi qu'une température moyenne annuelle supérieure à 10°C, car ses fleurs nouent mal à l'ombre ou par temps brumeux.

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin

### ➤ L'eau

L'eau est nécessaire au développement de la vigne, surtout Les pluies de printemps ont une grande importance car elles conditionnent la croissance des organes végétatifs

### ➤ Les rosées

Apportent un complément d'humidité nécessaire dans certaines régions viticoles.

## 2.2. Systématique de la vigne

La vigne est parmi les plantes les plus anciennes, la découverte des pépins de raisin et plusieurs indices dans un certain nombre de sites préhistorique indiquent clairement que les fruits de la vigne étaient appréciés par les cultivateurs néolithiques. Les oiseaux seraient responsables de sa dissémination qui aurait commencée à l'ère Tertiaire en Asie mineure, en Europe orientale et en Amérique (ANONYME7,2005).(FigureN°07)

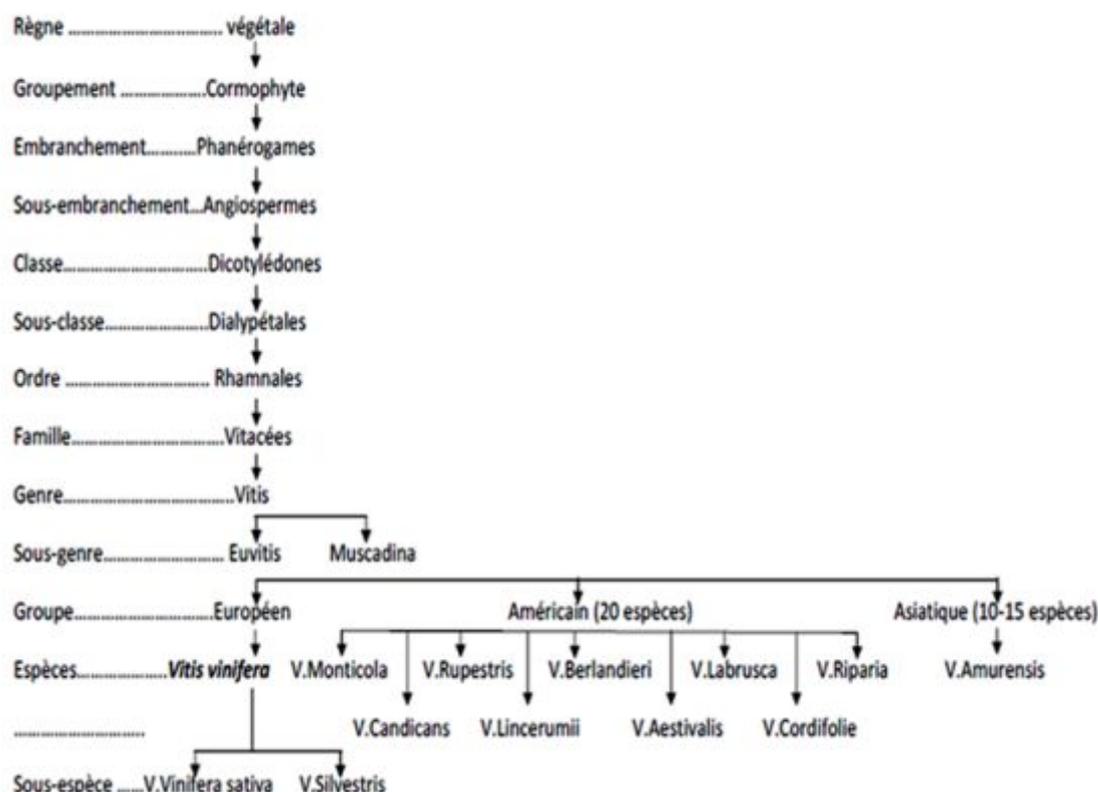


Figure N° 07 : Schéma représentant la systématique de la vigne (Hidalgo, 2005).

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin

---

Les vignes appartiennent à la famille des vitacées, qui comprend actuellement plus d'un millier d'espèces, ces espèces existent principalement dans les régions tropicales et subtropicales du globe, ainsi que sous les climats tempérés (Galet,1993).

Selon Damal (2004), la famille des vitacées comprend 12 genres et 700 espèces. La vigne cultivée appartient au genre *Vitis* qui se partage en deux sous-genres : *Euvinifera* et *Muscadinia* (Huglin, 1986).

Le sous-genre *Euvinifera* contient la quasi-totalité des vignes cultivées, et se partage en trois groupes :

- Le groupe asiatique comprend 10 espèces souvent peu étudiées parce qu'ils ne représentent pas d'intérêt pour la production de raisin, la plus connue est *Vitis amurensis*.
- Le groupe euro-asiatique ne comporte qu'une seule espèce, *Vitis vinifera* qui comprend des milliers de cépages à fruits comestibles, cette espèce cultivée dans les zones tempérées et elle se multiplie par voie végétative.
- Le groupe américain comprend plusieurs espèces qui sont utilisées comme portes greffes ou pour l'obtention de porte greffes et d'hybrides producteurs directs parmi les plus importantes citons : *Vitis riparia*.

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin

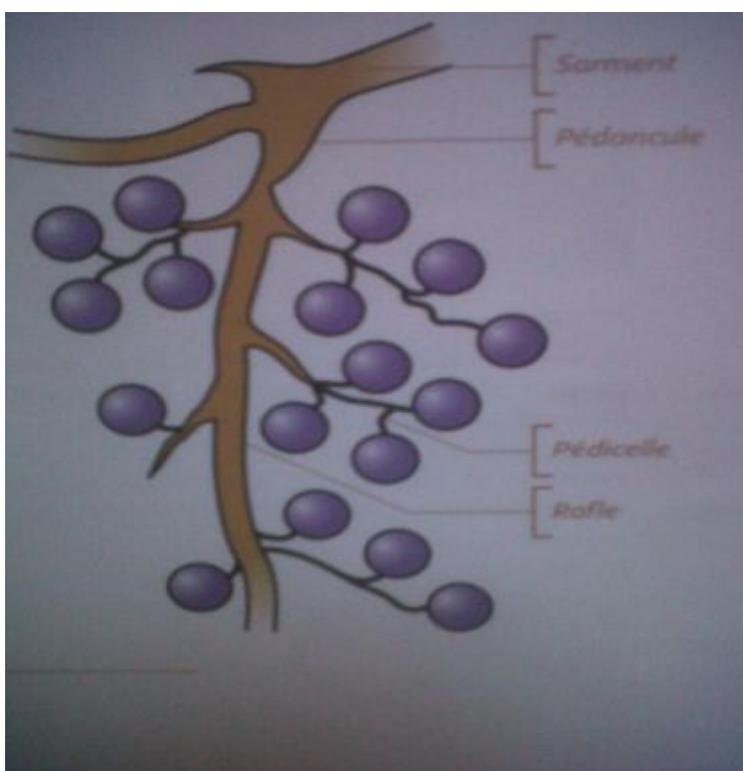
---

### 2.3. Structure de la grappe de raisin

Selon Alain Roques(2003), la grappe de raisin comporte deux parties distinctes:

- **La rafle ou partie herbacée** : dont le pédoncule est lignifiée à la base à proximité du point d'attache des sarments Sur l'axe central (figure 8).les ramifications ou pédicelles se termine par des bourrelets ou se trouvent fixés les grains, elle représente 3à 6%

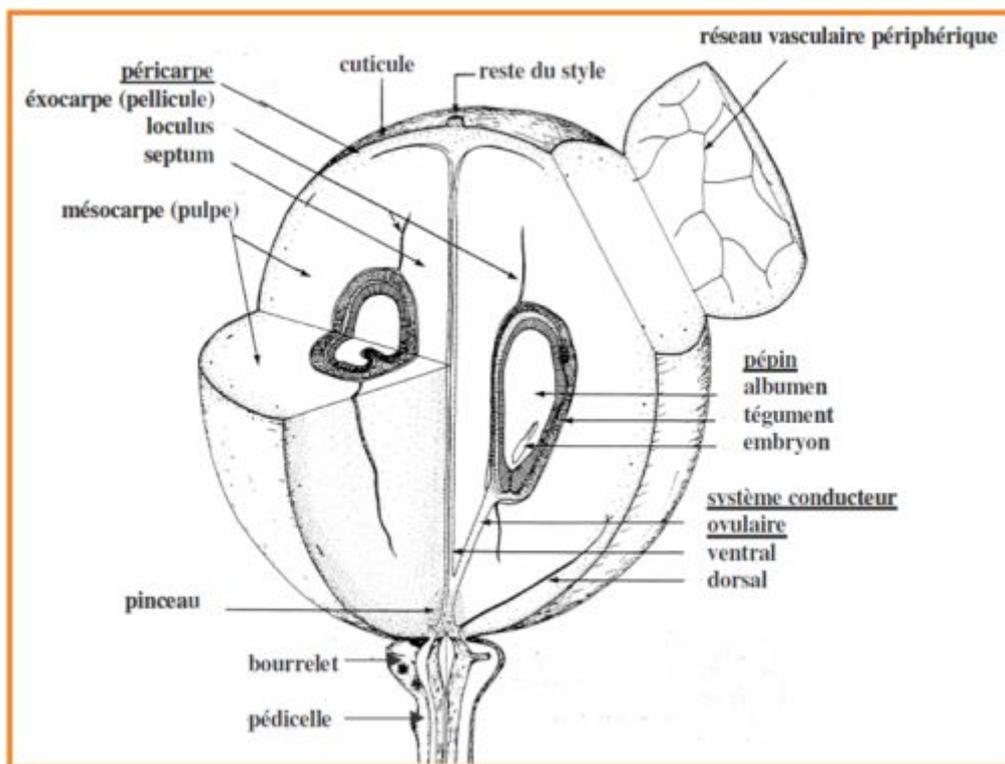
La rafle est constituée pour la plus grande partie d'eau, de fibres végétales, de tanins et de matières minérales (Reynier, 1991).



**Figure N°08** : Schéma représentatif d'une grappe de raisin (ANONYME8, 2009).

- **baie ou grains de raisin** : Les fleurs fécondées donnent naissance à de petits grains de raisins ou baies qui grossissent rapidement. Les baies de raisins sont formées d'une pellicule extérieure ou peau, d'une pulpe qui remplit quasiment tout le grain, de graines ou pépins et d'une prolongation des canaux du pétiole court appelée pinceau (prolongement de vaisseaux), par laquelle s'effectue l'afflux de sève qui alimente l'ensemble (Hidalgo, 2005). (FigureN°09)

## Chapitre II : Aspect botanique du raisin



**Figure N°09** : Section schématique d'une baie de raisin (Coombe, 1987).

Ces derniers peuvent se détacher facilement des pédicelles en conservant leur pinceau, ils représentent 94 à 97 % du poids de la grappe (Alain Roques, 2009).

### 2.4. La pellicule

D'après Reynier(1991), La pellicule ou peau du grain de raisin est constituée de 6 à 10 assises cellulaires à on distingue 3 éléments :

- l'épiderme: assise de cellule recouverte en surface par une sorte de vernis.
- la cuticule: sur laquelle se trouve la pruine (substance cireuse). C'est cette dernière qui donne l'aspect velouté du grain; de plus, elle rend la pellicule non mouillable et retient les levures et les bactéries amenées par le vent et les insectes.
- l'hypoderme: tissu constitué de couches de cellule renfermant des matières colorantes et odorantes, responsables respectivement de la couleur et du fruité du raisin. Généralement ces substances ne se trouvent que dans la Pellicule.

## **Chapitre II : Aspect botanique du raisin**

---

### **2 .5. La pulpe**

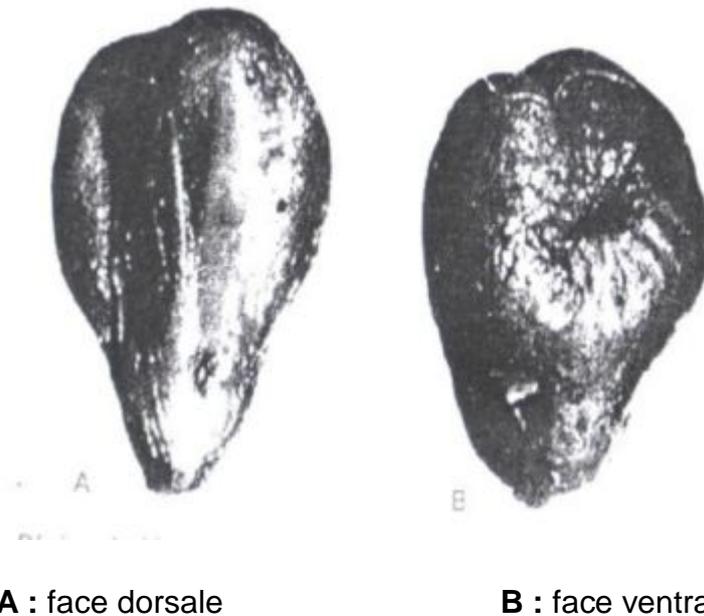
Elle représente la masse principale de la baie. Elle est constituée de plusieurs assises de cellules à parois minces. La pulpe à maturité contient des sucres en quantité importante mais variable selon le degré de maturité, des acides organiques (malique, tartrique et citrique), des composés phénoliques (anthocyanes, tanins, flavones) des matières minérales, des composés aromatiques, des matièrespectiques et des substances azotées (Reynier, 1991).

### **2 .6. Les graines ou pépins**

Les pépins proviennent de la fécondation des ovules qui est souvent imparfaite entraînant l'avortement d'un ou plusieurs d'entre eux, c'est pourquoi le nombre des pépins par baies est variable de 0 à 4 pépins (Reynier ,1991).

Selon Ribereau-gayon (1971), La forme des pépins des raisins est assez Sphérique. La face ventrale présente deux dépressions ou fossettes séparées par un Arrêt parcouru par un cordon ou raphé qui contourne la graine. La section transversale est trigone (figure N°10). Selon Huglin (1986), Le nombre de pépins par baie varie avec les espèces.

Etant donné que chacune des deux loges d'un ovaire renferme deux ovules on devrait normalement avoir 4 pépins dans chaque baie deraisin. En générale, il y en a 2 ou 3, parfois 8 à 10, d'autre fois nulle, comme chez les « corinthes » et les « sultania » c'est l'apyrémie.



**Figure N°10:** Morphologie d'une graine de raisin (Reynier, 1991).

### 2.6.1. Structure

D'après la figure N°11 qui représente une coupe dans le plan médiane d'une graine de raisin, cette dernière est constituée des:

- Les téguments séminaux formés de plusieurs assises de cellules d'architecture différentes, ayant un rôle protecteur ;
- L'albumen, blanc nacré, occupant le plus grand volume de la graine et ayant une fonction de réserve sous forme de grains d'aleurone (substance protéique) ;
- L'embryon, situé dans la région micropylaire, comprenant les principaux territoires cellulaires (Bernard, 1980) : La zone radriculaire prolongée par le suspenseur, suivi de l'hypocotyle puis du point végétatif très rudimentaire en serré dans un petit sillon, formé de la base des deux cotylédons (Reynier, 1991).

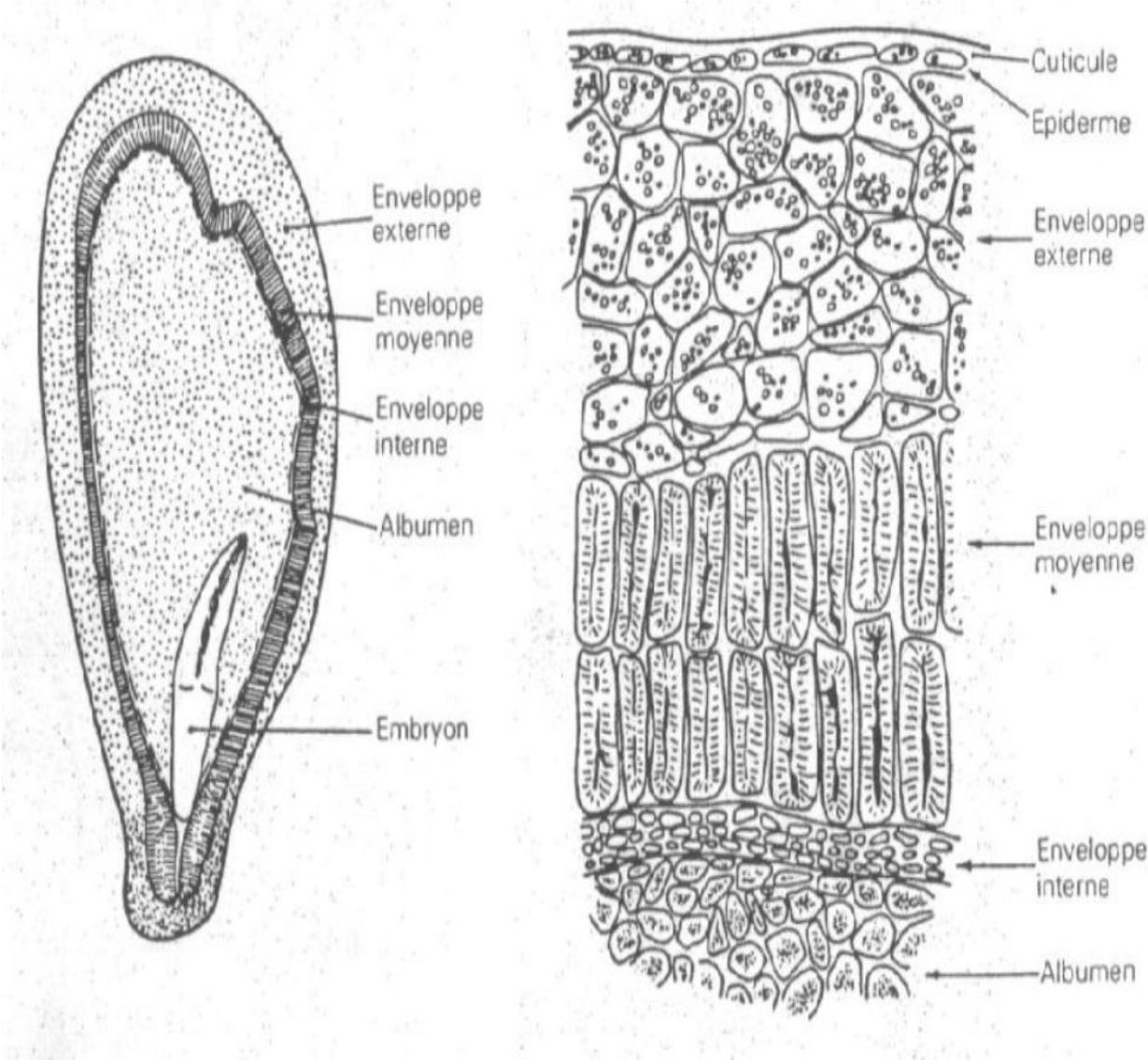


Figure N° 11: Coupe longitudinale dans une graine de raisin (Reynier, 1991).

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

---

### 3. Huile de pépins de raisin

#### 3.1. Propriétés physiques des pépins

Le tableau ci-dessous indique les caractéristiques physiques des pépins de raisin.

**Tableau N° 8:** Caractéristiques physiques des pépins de raisins.

caractéristique physiques	Pépins de raisins
Constitution de la graine en amande	25 à 30 %
Constitution de la graine en enveloppes	60 à 75 %
Poids de 100 graines	20 à 21 g
Masse volumique	446 à 558 Kg/ m <sup>3</sup>
Longueur	4,5 à 7 mm
Largeur	3 à 5 mm
Épaisseur	2 à 3,5 mm
Angle d'inclinaison naturel	37 gradients

(Juillet, 1985).

Selon Juillet (1985), les pépins de raisin des caractéristiques physique spécifique sont les suivantes : de 25 à 30% d'amande, 60 à 70 % d'enveloppes ,20 à 21g du poids de la graines, 446 à 558 Kg/ m<sup>3</sup> de la masse volumique, 4,5 à 7 mm de longueur, 3 à 5 mm de largeur , 2 à 3,5 mm d'épaisseur ,37 gradients pour l'angle d'inclinaison naturel.

#### 3.2. Propriétés biochimique des pépins de raisin

##### 3.2.1. Humidité

Selon plusieurs auteurs la teneur en eau que contient les pépins de raisin est comprise entre 9 et 43,1% (Kamel et al, 1990), Les différences enregistrées sont essentiellement dues aux conditions de récupération et à la durée de stockage des marcs.

##### 3.2.2. Teneur en éléments minéraux

L'intervalle de la teneur en cendre des pépins de raisin se situe entre 1,5 à 4 %, Balbi (1985) ; Kamel et al. (1990) ont trouvés respectivement les valeurs suivantes :  $1,5 \pm 1$  % et 2,2 %. Le tableau suivant résume la composition des pépins de raisin en éléments minéraux.

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

**Tableau N° 09:** Composition des pépins de raisin en éléments minéraux (ppm).

Auteurs	Fe	Ca	Zn	Cu	P	Mg	K
Kamel et al. (1990)	33,5	4026	11,4	9,1	2200	1215	4276
Riberau-gayon (1971)	6	228	-	10	-	51	230

Selon Riberau-gayon (1971) Kamel et al. (1990), les pépins de raisin ont une teneur élevée de potassium, calcium et phosphore ; par contre, ils représentent une faible teneur de fer, de cuivre et zinc.

### 3.2.3. Fraction lipidique

Les lipides neutres représentent environ 90% des lipides totaux contenus dans les pépins, leur proportion relative diminue au cours de la germination (Lavaud, 1986).

Selon Lavaud (1982), les lipides polaires représentent 14% des lipides totaux, avec 13% de glycolipides et 1% de phospholipides.

D'après Ohnishi(1990), La teneur en huile des pépins de raisin se situe dans l'intervalle de 10 à 16%, donc les teneurs trouvés par Kamel et al. (1990);Mourgues (1995) ; Oomah (1998) et (Bagchi et al, 2002) avec respectivement : 14%, 14,2%, 13%,15% et 16%, Juillet (1985) a indiqué une valeur qui est légèrement supérieure (20%).

Cette teneur dépend essentiellement des soins apportés à la conservation des marcs, avant et après la distillation. Qui doivent être protégés le plus possible contre l'action de l'air pour éviter la fermentation.

Les conditions climatiques et le type de cépage influent sur la teneur en lipides des pépins de raisin (Lavaud, 1982)

Les pépins de raisin frais fournissent plus d'huiles que les vieux, et les pépins d'une vigne dans sa plus grande vigueur donnent plus d'huile que ceux d'une vieille vigne.(Ohnishi ,1990)

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

---

### 3.2.4. Fraction protéique

La teneur en protéines des pépins de raisin varie de 8 à 11% ce qui confirme les valeurs indiquées par Kamel et al. (1990) et Bagchi et al. (2002) avec respectivement 8,2% et 11%.

Le tableau N°10 indique la composition des pépins de raisin en acides aminés selon l'étude effectuée par Kamel et al (1990).

**Tableau N° 10:** profil en acides aminés des pépins de raisin.

Acides aminés	g d'acide aminé/16g d'azote
Lysine	2,24
Histidine	2,84
Phénylalanine	3,82
Leucine	6,22
Isoleucine	3,33
Thréonine	2,78
Méthionine	1,36
Valine	3,88
Arginine	12
Acide aspartique	8,13
Serine	3,93
Acide glutamique	16,5
Proline	2,78
Glycine	5,46
Alanine	4,37
Cystine	0,66
Tyrosine	2,02

(Kamel et al, 1990).

### 3.2.5. Fraction glucidique

Les travaux réalisés par Kamel et al. (1990) sur un mélange de deux variétés: Emperur et Sweet Ribier montre que la fraction glucidique contenue dans les pépins de raisin est de 37% .cependant la valeur indiquée par Balbi (1985) est assez faible: 20,5%.

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

### 4. Caractéristique physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin

#### 4.1. Propriétés physico-chimiques

L'huile de pépins de raisin est une l'huile demi-siccative, d'une couleur jaune, jaune brunâtre ou verdâtre. Juillet(1985).

Le tableau ci-dessous indiqué Les propriétés physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin

**Tableau N° 11:** Propriétés physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin.

Caractéristiques	Densité	I.A	I.R	I.P O <sub>2</sub> (mg)/ huile (g)	I.I	I.S
Auteurs						
Barryl (1989)	0,926	0,6	1,4770	< 80	130-138	188
Kamel et al (1990)	0,904	1,59	1,4741	-	132	194
Galan (1992)	0,923	-	1,4760	-	130	188
ANONYME (a) (2001)	0,923	-	1,4750	-	130-138	194

#### 4.2. Composition chimique

##### 4.2.1. Fraction saponifiable

La fraction saponifiable est constituée de deux fractions les acides gras et les triglycérides :

##### 4.2.1.1 Acides gras

Les acides gras représentent 98% de l'huile (ANONYME(a), 2001). La teneur en acide gras insaturés est indiquée par Adrian et Frangne (1995); Favier (1991), KamelEt al. (1990) et Bravi et al. (2007) avec respectivement :88 ,6%, 83,3%, 80% et 90% .Le rapport AG polyinsaturés/AG saturés dépasse 5 et le rapport AG monoinsaturés/AG saturés estvoisin de 1,3.

L'acide linoléique (C18 : 2 $\Delta^{9,12}$ ) représente 61-73% du total des acides gras Selon Kamel est al. (1990) et Karleskind.(1992), 65%, selon Adrian et Frangne (1995) ont indiqué une valeur nettement inférieure à celles citées avec 45%,Luque-Rodriguez et al. ( 2005), 72,2%.

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

Cependant l'acide linoléique (C18 :3 $\Delta^{9,12,15}$ ) n'occupe qu'une très faible proportion < 0,5%. L'acide oléique représente une teneur comprise entre 15 et 35% alors que les acides gras saturés ne représentent qu'une teneur de 10 à 12% (tableau N° 12).

**Tableau N° 12:** Composition en acides gras de l'huile de pépins de raisin en comparaison avec l'huile de tournesol (%).

Acide gras Auteurs	C16 :0	C18 :0	C16: 1 $\Delta^9$	C18 : 1 $\Delta^9$	C18 : 2 $\Delta^{9,12}$	C18 : 2 $\Delta^{9,12,15}$	C20 :0
Kamel et al. (1990)	7,4	3,9	0,6	15,6	72,2	0,24	-
Karleskind (1992)	7 - 10	3,6	0,5	14 - 22	65	< 0,5	< 0,3
Adrian et Frangne(1995)	6	6	-	35	45	-	-
ANONYME(b) (2001)	9 - 10	3 - 8	0,5	22	65 - 73	< 0,5	< 0,3
Luque-Rodriguez et al. (2005)	7 - 13	3 - 6	0 - 0,9	14 - 25	61 - 73	0 - 0,6	-
Huile de tournesol (Merrien, 1992)	5 - 7	4 - 6	< 0,4	15 - 25	62 - 70	0,2	< 1

Le tableau ci-dessus montre que l'huile de pépins de raisin a un profil en acides gras similaire à l'huile de tournesol.

Une étude réalisée par Lavaud (1982), portant sur la composition et la teneur en acides gras des pépins de raisin de 24 cépages différents, a montré que les teneurs en acides gras des pépins de ces cépages étudiés peuvent être très différentes d'un cépage à un autre et les proportions en acide stéarique, palmitique, oléique et linoléique sont comparables dans la plupart des variétés.

### 4.2.1.2 Triglycérides

Les triglycérides sont les composants majoritaires de la fraction saponifiable (Drapron et al. 1979). Il existe plusieurs types: trisaturés (SSS), monoinsaturés(SIS), diinsaturés (SII) et polyinsaturés (III). Le tableau suivant donne la composition des triglycérides de l'huile de pépins de raisins (Tableau N° 13).

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

**Tableau N° 13:** Composition de l'huile de pépins de raisin en triglycérides exprimée en % des triglycérides totaux.

Triglycérides	LLL	OLL	PoLL	SLL + LOP	OOL	POO + SOL	LLLn	PLLn	OOO + PPL
<b>Barron (1988)</b>	35,7	21,0	17,0	15,9	10,3	-	-	-	-
<b>Ohnichi (1990)</b>	48,8	22,0	15,2	10,8	4,1	2,6	1,4	1,2	0,9

**P = Palmitique, Po = Palmitoléique, S = stéarique, O = Oléique,**

**L= Linoléique, Ln= Linoléique.**

L'huile de pépins de raisin est riche en triglycérides, les valeurs trouvées par Barron (1988) et Ohnichi (1990) montrent que le trilinoléine (LLL) représente des teneurs élevées de 35,7% et 48,8% respectivement, suivi d'oléodiloléine (OLL) avec les proportions 21% et 22%, et de palmitodiloléine (PoLL) avec des teneurs de 17% et 15,2%.

### 4.2.2. Fraction insaponifiable

La fraction insaponifiable d'un corps gras donné comprend l'ensemble des constituants qui, après saponification, sont très peu solubles dans l'eau et solubles dans les solvants organiques (Soulie, 1990).

D'après Sinerio et al. (1995), l'huile de pépins de raisin contient de 0,8 à 1,5% d'insaponifiables principalement les tocophérols 32-52 mg/100 g de l'huile et la fraction stérols avec 259-418 mg/100 g de l'huile (Karleskind, 1992). Cette valeur est similaire à celle trouvée par Kamel et al. (1990) avec une teneur de 0,93%. Le tableau suivant indique les différentes fractions de l'insaponifiable.

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

**Tableau N° 14:** La composition de l'insaponifiable de l'huile de pépins de raisin exprimée en mg/100g de corps gras.

Composants insaponifiables	Composition en mg/100g de corps gras
Tocophérols	32 – 52
Stérols	259 – 418
Erythrodiol	< 2

(Karleskind,1992).

D'après le tableau ci-dessus, on remarque que les stérols et tocophérols sont des composants dominants dans la fraction insaponifiable, par ailleurs Erythrodiol est faible.

### 4.2.2.1. Stérols

En vue de l'identification de la nature de l'huile (Annexe N°03) la détermination du profil en acide gras complété par la composition stérolique qui sont des éléments importants d'appréciation. Les stérols fréquents dans l'huile de pépins de raisin sont indiqués dans le tableau ci-dessous:

**Tableau N° 15:** les différentes fractions stéroliques présentes dans l'huile de pépins de raisin, exprimées en % des stérols totaux.

Composés stéroliques	Proportions
Cholestérol	Traces
Brassicastérol	-
Capestérol	11 – 15
Stigmastérol	8 – 12
$\beta$ Sitostérol	66 – 73
$\Delta$ 5 Avénastérol	2– 4
$\Delta$ 7 Stigmastérol	< 3
$\Delta$ 7 Avénastérol	1 – 3
Ergostérol	< 2
Fucostérol	< 2

(Karleskind,1992).

## Chapitre III : Huile de pépins de raisin

L'huile de pépins de raisin est riche en  $\beta$  Sitostérol selon la valeur indiquée par (Karleskind, 1992) qui de  $70 \pm 3\%$  des stérols totaux, elle est dépourvue de Cholestérol et de Brassicastérol.

### 4.2.2.2. Tocophérols

Il existe quatre tocophérols naturels dénommés : alpha, bêta, gamma et delta (Annexe N°04).(Warner 1988).

$\alpha$ -Tocophérol est le nom de la forme la plus active de la vitamine E. Il est également un puissant antioxydant biologique (Heinonen et al. 1997).

L'huile de pépins de raisin est l'une des principales sources de vitamine E. Elle contient des quantités relativement élevées de tocophérols et tocotriénols de l'ordre de 1 à 53,06 mg de vitamine E /100 g d'huile (Basile, 1986); (Frankel,1996); (Oomah et al. 1998) et (Beveridge et al. 2005). La composition de l'huile de pépins de raisin en tocophérols est représentée dans le tableau suivant :

**Tableau N° 16:** Composition de l'huile de pépins de raisin en tocophérols exprimée en mg/kg du corps gras en % du total des tocophérols entre parenthèse.

Auteurs Tocophérols	$\alpha$ -Tocophérol	$\beta$ -Tocophérol	$\gamma$ -Tocophérol	$\delta$ -Tocophérol
Fenberg et al. (1987)	132,8	21,3	87,3	4,1
Karleskind (1992)	(24 - 38)	(2 - 14)	(10 - 34)	(< 2)

Le tableau N° 16 montre que l'huile de pépins de raisin est riche en  $\alpha$ -Tocophérol par rapport aux autres tocophérols, suivit de  $\gamma$ -Tocophérol et  $\beta$ -Tocophérol respectivement, cependant  $\delta$ -Tocophérol présente une faible teneur inférieure à 2% du total des tocophérols (Karleskind, 1992).

## Chapitre IV : Technologie de transformation

### 4. Technologie de transformation du raisin

#### 4.1. Procédé de transformation du raisin

Le schéma ci-dessous présenter les différentes utilisations et transformation du raisin selon les peuples et circonstances historiques(Reynier, 1991).

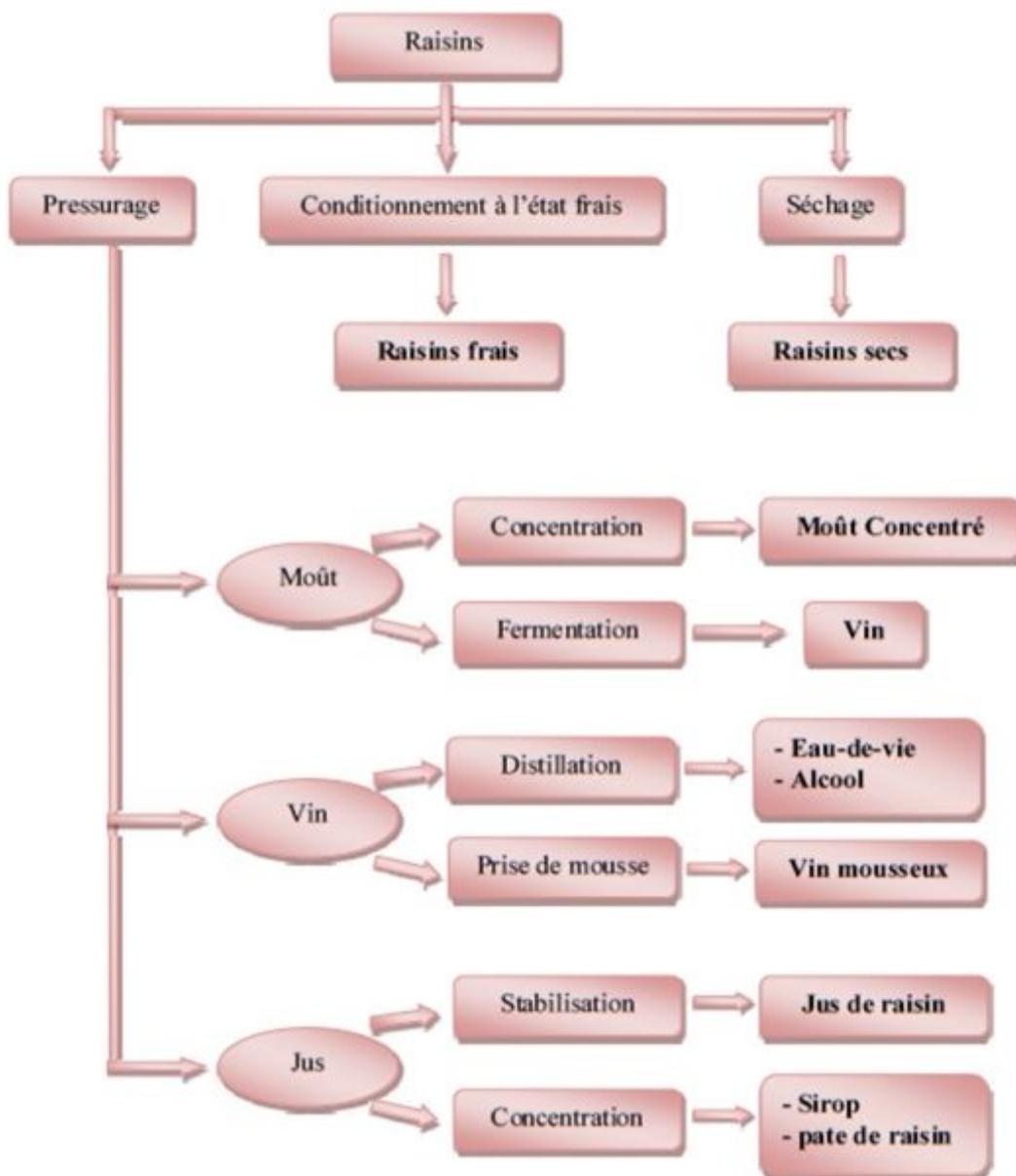


Figure N°12: Schéma de transformation du raisin (Reynier, 1991).

## **Chapitre IV : Technologie de transformation**

---

### **4.2. Les différents produits à base de raisin**

#### **4.2.1. Raisin frais**

Le raisin frais est un fruit qui est consommé pour la table comme aliment, au même titre que les pêches, les pommes, les poires, fruits avec lesquels il entre d'ailleurs en concurrence sur les marchés (Galet, 1988).

#### **4.2.2. Raisin sec**

D'après Galet (1988), Le raisin sec constitue une possibilité pour étaler la consommation durant toute l'année et conserver une denrée périssable. Cette dessiccation est connue depuis la plus haute antiquité dans les pays viticoles du bassin méditerranéen. Le raisin sec est utilisé surtout en pâtisserie ou en cuisine.

#### **4.2.3. Jus de raisin**

Les jus de raisin sont consommés, en général, sous forme de boissons ou dégelées de raisins, par les enfants et par les adultes. Pour sa richesse en énergie (Galet, 1988).

Il a été envisagé de diluer ces jus de raisin, de les gazéifier ou de les aromatiser pour en faire des boissons à base de jus de raisin et élargir la gamme. (FLANZY et al,2005)

#### **4.2.4. vin**

Le vin est une boisson alcoolisée obtenue par la fermentation du raisin, En Europe, selon la définition légale « le vin est le produit obtenu exclusivement par la fermentation alcoolique, totale ou partielle, de raisins frais, foulés ou non, ou de moûts de raisins ». La transformation du raisin en vin est appelée la vinification. L'étude du vin est l'œnologie (Galet, 1988).

#### **4.2.5. Moûts concentrés**

Les moûts concentrés résultent de la concentration à chaud, dans un chaudron de cuivre, chauffé à feu nu, du moût de raisin dont on laisse évaporer une partie de l'eau à fin d'obtenir une sorte de confiture, brunâtre, plus ou moins sirupeuse (Galet,1988)

## **Chapitre IV : Technologie de transformation**

---

L'incorporation de moût de raisin concentré est pratiquée dans des pâtes fraîches, des biscottes, des produits pour le petit déjeuner, des sirops destinés à la fabrication de bonbons et dans un produit diététique à base de son choisi pour sa pauvreté en graisses, sa richesse en protéines et sa forte teneur en fibres. (FLANZY et al, 2005)

### **4.2.6. Verjus**

Le verjus est un jus issu de raisins cueillis avant maturité (Claude FLANZY et al, 2005), le verjus rend les mets plus savoureux et stimule l'appétit. Il est principalement utilisé comme condiment et remplace le jus de citron ou le vinaigre dans les salades par exemple. Il peut aussi servir pour le déglçage. Outre ces qualités, il aurait des propriétés médicales telles que la régulation du métabolisme du cholestérol, la guérison des douleurs rhumatismales, de la goutte et des troubles biliaires. (LEFIEF-DELCOURTA et al, 2010).

### **4.2.7. Pétillant de raisin**

Cette boisson, bien que définie en France par un décret de 1960 à la suite de travaux réalisés dans la région de Gaillac, connaît un développement récent mais spectaculaire puisque plus de 10 millions de cols sont commercialisés chaque année en France, Cette boisson est obtenue à partir d'un jus de raisin dont l'effervescence et le titre alcoométrique (inférieur à 3 % v/v) résultent de la fermentation partielle de ce jus par le procédé dit « en cuve close », sans coupage avec du vin. La teneur en sucre est donc inférieure de près de 60 g.l comparativement à celle du jus de raisin de départ ; elle se rapproche de celle des autres jus de fruits, mais dans le cas du pétillant avec présence d'alcool. (FLANZY et al, 2005)

### **4.2.8. Moutarde au raisin**

En 1986, une maison spécialisée dans les produits gastronomiques ancestraux a lancé une moutarde dans l'élaboration de laquelle un moût de raisin très coloré rentre dans une forte proportion. (FLANZY et al, 2005)

## Chapitre IV : Technologie de transformation

### 4.3. Sous-produits de raisins

Les sous-produits de la vigne peuvent être classés en trois catégories : le marc et ses dérivés (la pulpe et les pépins), le jus de raisin concentré et les feuilles et les branches. Le marc de raisin est le sous-produit de la vigne qui est le plus étudié. Selon Juillet (1985), 100 kg de marcs de raisin de qualité moyenne sont composés de:

- Pépins de raisin : 20 à 21 kg
- Rafles : 15 à 30 kg
- Pellicules et terreaux : 35 à 60 kg

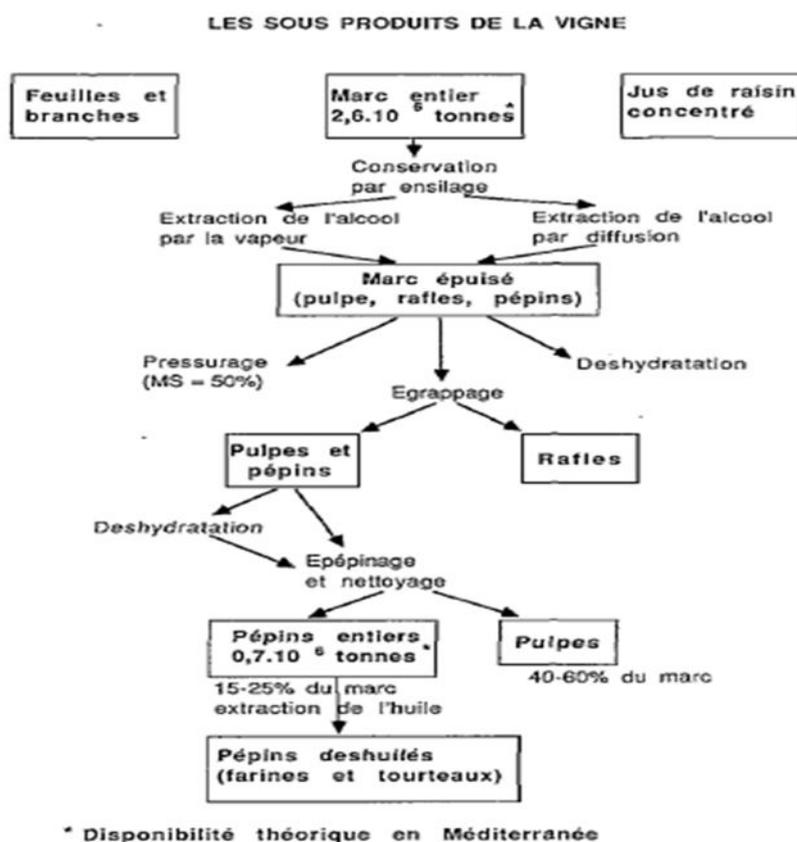


Figure N° 13 : Les sous-produits de raisin (Laure, 1991).

## Chapitre IV : Technologie de transformation

### 4.4. Valorisation des sous-produits de raisin

D'un point de vue écologique, l'utilisation complète des fruits de raisin et de ses sous-produits représente un aspect important dans la réduction des déchets, et l'obtention des substances bénéfiques pour la santé humaine et l'alimentation animale (figure N° 14) (Peschel et al, 2006).

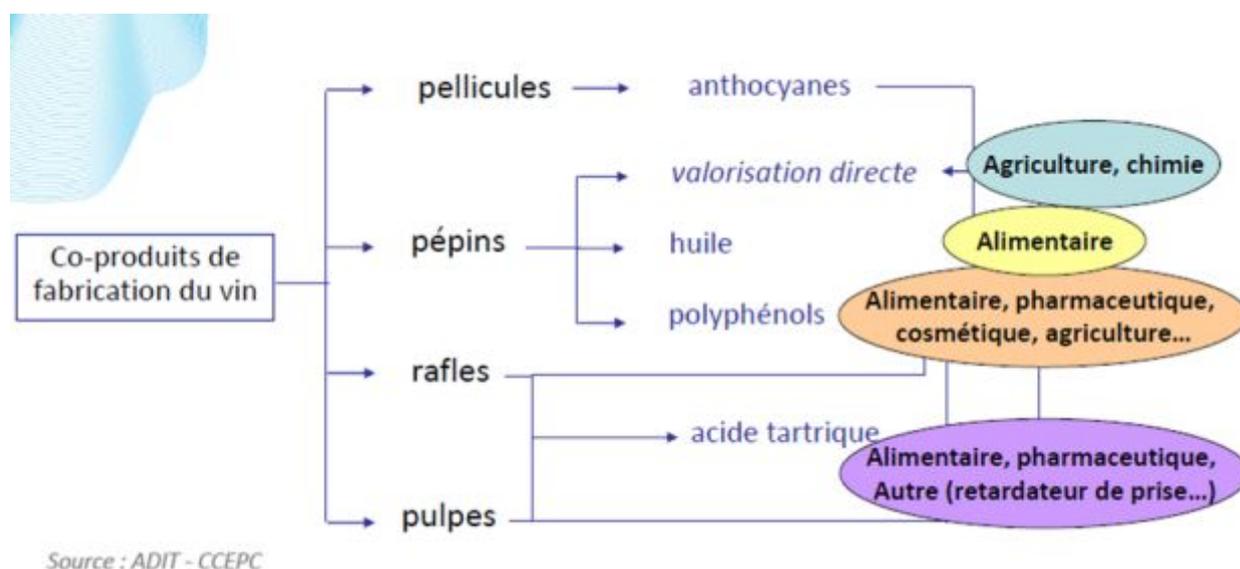


Figure n°14 : valorisation des sous-produits du raisin (DESWARTE ,2007).

#### 4.4.1 Utilisation des marcs de raisin

Les marcs offrent de nombreux emplois: distillés, ils donnent d'abord de l'alcool de bouche (eau-de-vie de marc) ou de l'alcool à usage industriel (carburant), extraction de furfurole et de l'alcool amylique (Galet 1988).

Les déchets de raisin (les graines, tiges et écorces) sont généralement utilisés comme aliments du bétail ou pour servir de base à des engrais ou fournir des graisses (Bucic-Kojic et al, 2007; Du et Lou, 2008; Lu et Foo, 1999; Luque-Rodriguez et al., 2005; Mayer et al., 2008). les procédés de récupération des sarments se sont multipliés; les sarments peuvent être récoltés sous différentes formes : vrac, filet, bûches compactes ou balles rondes (FLANZY et al, 2005).

## **Chapitre IV : Technologie de transformation**

---

Les utilisations des sarments sont très diversifiées : combustible domestique (tels quels ou sous forme de charbon), matériel drainant, matériau pour la préparation du papier, source d'amidon, de sucres et de polyphénols, matière pour la fabrication de panneaux, matière pour la production de méthane, aliment pour les animaux (après ensilage ou broyage), litière pour les animaux, préparation de compost, fumier (FLANZY et al, 2005).

Les jeunes feuilles de vigne sont comestibles et ont plusieurs utilisations culinaires. Les très jeunes feuilles peuvent être consommées crues ou salade. Mais en se développant, elles prennent un goût amer qui ne les rend consommables que cuites. Elles peuvent aussi être conservées dans la saumure et servent alors à préparer les feuilles de vigne farcies au riz (consommées en Grèce, en Turquie Liban, en Roumanie, etc.) Les feuilles de vigne rouge à l'automne, riches en anthocyanes et autres flavonoides sont utilisées par l'industrie pharmaceutique pour produire des médicaments efficaces contre les troubles veineux. (FLANZY et al, 2005)

Les marcs épépinés sont également destinés à la fabrication des composts ou utilisés comme produit de base pour des mélanges d'engrais composés. Des marcs, on peut encore extraire de la crème de tartre ou obtenir du gaz de fumier par fermentation méthanique (Galet. 1988).

### **4.4.2. Utilisation des pépins de marc de raisin**

#### **4.4.2.1 Les pépins source de lipides**

Les pépins de raisins frais peuvent contenir, selon les conditions climatiques, les variétés de vigne et l'état de maturité de la baie, de 5 à 20 % d'huile en poids, plus généralement de 12 à 16 % du poids sec. L'huile de pépins de raisin se caractérise par sa richesse en acide linoléique polyinsaturé. La richesse en ces composés lui confère des propriétés nutritionnelles particulières que ne possèdent pas d'autres huiles proposées au consommateur. L'huile de pépins de raisin, notamment, s'oppose à la formation de lésions athéromateuses ; elle abaisse la cholestérolémie et la lipidémie.

#### **4.4.2.2. Tourteaux de pépins de raisin**

## **Chapitre IV : Technologie de transformation**

---

Les tourteaux obtenus après pressage des pépins de raisin sont utilisés comme amendements organique, pour l'alimentation animale et comme combustibles (Mourgues, 1995).

Des utilisations plus nobles liées à la forte teneur probable en oligomères procyanidoliques de ces tourteaux mériteraient d'être étudiée (FLANZY et al, 2005). .

### **4.4.2.3. Extraction d'oligomère procyanidoliques (O.P.C) de pépins de raisin**

Les graines de raisin ont également été appréciées en raison de leur contenu de grande variété de procyanidines. Ces derniers sont aussi appelés tanins condensés. Extraits de pépins de raisin, (Thorsten et al. 2008)., les procyanidines assurent une protection vasculaire (meilleure résistance à l'hémorragie, inhibition de l'excès de perméabilité, épuration accrue du cholestérol sanguin) (Marquelier ,1993). Ces derniers destinés à l'industrie pharmaceutique (médicaments contre les maladies cardio-vasculaires)(FLANZY et al, 2005). (L'annexe N°01)

## **Chapitre IV : technologie de transformation**

---

### **4.5 Domaine d'utilisation de l'huile de pépins de raisins**

L'Huile de pépins de raisin représente une graisse végétale prometteuse, principalement utilisée à des fins alimentaires, cosmétiques, et thérapeutiques ainsi que pour diverses applications techniques (Stefanie et al., 2007).

#### **4.5.1. Utilisation thérapeutique**

L'huile de pépins de raisin expose plusieurs effets bénéfiques sur la santé humaine en agissant comme : antioxydant, anti carcinogène, cardiopreventive, antimicrobienne et antivirales (Aron & Kennedy, 2008); (Janisch et al. 2006). Plusieurs auteurs ont étudiés ces effets et à titre d'exemple :

- Les propriétés antioxydantes et des effets radioprotecteurs (Castillo et al., 2000) ;
- La prévention de la cataracte (Yamakoshi et al. 2002) ;
- Les effets anti-hyperglycémiques (Pinent et al. 2004) ;
- La modulation de l'expression des systèmes enzymatiques antioxydants (Puiggròs et al., 2005) ; anti- cholestérol ;
- Les effets anti-inflammatoires (Terra et al, 2007) ;
- La thérapie du cancer (Nandakumar et al, 2008) .

#### **4.5.2. Utilisation cosmétique**

Selon Luque-Rodriguez et al, (2005), l'huile de pépins de raisin contient des tanins à des niveaux plus élevés que les autres huiles de graines. L'activité antioxydante de ces composés rend cette huile très résistante à la peroxydation et adapté pour l'utilisation entant qu'ingrédient cosmétique. En ce sens, elle est utilisée pour le traitement de la peau sèche et la protection contre le vieillissement. Elle permet De ne pas irriter la peau et en préservant sa structure, D'assurer l'équilibre du pH cutané, D'être hypoallergénique.

## **Chapitre IV : technologie de transformation**

---

Cette dernière préserve l'hydratation de l'épiderme (pour le confort et l'éclat). Adoucissante, Exfoliante, Rafraîchissante, Anti radicalaire, Régénérant, Nourrissante, riches en OPC (qui protègent contre les effets toxiques des UV), aussi pour traiter les problèmes de jambes lourdes et de varicosités.

La vinothérapie est un traitement bien-être de massage à base d'huile de pépins de raisin, à consommer sans modération.

### **4.5.3. Utilisation alimentaire**

L'huile de pépins de raisin gagne en popularité comme une huile culinaire, elle constitue une source intéressante en acides gras insaturés, comme l'acide linoléique et l'acide oléique. Par son point de fumée relativement élevé : 216°C, l'huile de pépins de raisin peut être utilisée aisément en cuisson.

En plus de son point de formation de fumée élevé, l'huile de graines de raisin a d'autres attributs positifs par rapport à la cuisson, en raison de son goût « neutre, elle est employée souvent comme ingrédient en sauces salade ou comme base pour infuser ou assaisonner avec l'ail, le romarin, ou d'autres herbes ou épices. Elle est également utilisée comme ingrédient pour la préparation de la mayonnaise domestique (Beveridge et al., 2005).

## Chapitre IV : Technologie de transformation

---

### 4.6. Effets des paramètres influant le rendement d'huile de pépins de raisin

#### 4.6.1. Nature des solvants

L'extraction par solvant a initialement été développée pour le traitement des graines oléagineuses à faible teneur en huile. Aujourd'hui, l'extraction par solvant est la technique industrielle la plus développée même pour les graines riches en huile (Kirk-Othmer, 1992; Snape et Nakajima, 1996).

Les propriétés recherchées pour les solvants sont une forte solubilité de l'huile, une faible solubilité de l'eau, une absence de toxicité pour les applications alimentaires (Johnson et Lusas, 1983; Wan et al., 1995; Snape et Nakajima, 1996). Actuellement, la majorité des procédés d'extraction des huiles végétales utilise l'hexane comme solvant (Johnson et Lusas, 1983; Wan et al., 1995; Conkerton et al., 1995; Proctor et Bowen, 1996; Hu et al., 1996).

De nombreux solvants aussi ont été étudiés pour l'extraction d'huiles végétales (Johnson et Lusas, 1983; Lusas et al., 1990; Wan et al., 1995), y compris des biosolvants (Hron et al., 1982). En dehors des alcanes, des cycloalcanes et des hydrocarbures aromatiques (Abu-Arabi et al., 2000), les principaux solvants préconisés sont :

- Les halogéno-alcanes comme le dichlorométhane (Johnson et al., 1986), qui sont très efficaces, moins inflammables, mais qui posent le problème de la compatibilité alimentaire et des rejets dans l'atmosphère.
- Les éthers, mais qui imposent des contraintes de mise en œuvre très importantes en raison de leur inflammabilité et des risques d'explosion.
- Les cétones, et en particulier l'acétone, mais dont l'affinité pour l'eau et l'odeur ont pénalisé la mise en œuvre dans la filière alimentaire (Mann et al., 1962).
- Les alcools, et en particulier l'éthanol (Hron et Koltun, 1984; Hron et al., 1992; Abraham et al., 1993; Hron et al., 1994; Sineiro et al., 1998; Hojilla-Evangelista et Johnson, 2002; Kwiatkowski et Cheryan, 2002), et l'isopropanol (Baker et Sullivan, 1983; Warner et Baker, 1984; Shah et Venkatesan, 1989; Lusas et al., 1991; Abraham et al., 1993; Hu et al., 1996; Proctor et Bowen, 1996).

## **Chapitre IV : Technologie de transformation**

---

### **4.6.2. Température**

Le rendement en huile est directement lié à la température, L'augmentation de la température diminue en général le rendement en huile, (Pagliero et al., 2001; Subramanian et al., 2001a). Mais la température augmente aussi la diffusivité des molécules, comme par exemple la diffusivité des phospholipides (In-Chul Kim et al., 2002). De plus la température modifie les propriétés d'huile et la structure des molécules. Ainsi par exemple dans les cas des huiles brutes, à haute température, les molécules de phospholipides ont tendance à ne pas s'agréger entre elles donc une réduction du rendement (Pioch et al., 1998).

### **4.6.3. Granulométrie**

Plus les particules sont petites plus le rendement en huile est grand; mais lorsque la taille des particules augmente, l'extraction de l'huile se fait plus difficilement (Fane, 1984).

Selon Singh et al. (1984) ont étudié l'effet des caractéristiques de granulométrie des graines oléagineuses. Ils ont testé pour la graine entière, les graines finement ou grossièrement broyées. Les résultats ont montré que le facteur le plus influant sur le rendement d'huile est la taille des particules, suivi de la durée de l'extraction puis de la température.

***PARTIE 02:***  
***ETUDE EXPERIMENTALE***

## Matériel et méthodes

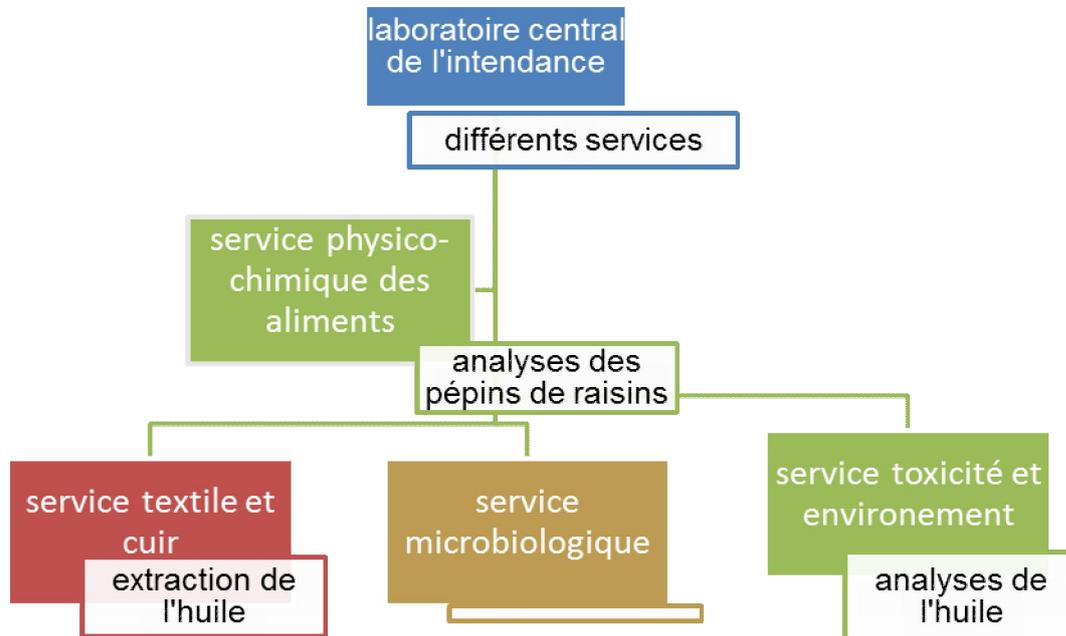
---

Le but du travail entrepris est l'étude de la valorisation des résidus issus de la transformation industrielle des raisins qui est la vinification afin de caractériser l'huile de pépins de raisin qui a été extraite. La démarche entreprise a été la suivante :

- Caractérisation physico-chimique des pépins de raisin ;
- Evaluation des paramètres influençant le rendement d'huile de pépins de raisin ;
- Caractérisation physico-chimique de l'huile extraite de raisin ;
- détermination du profil en acides gras de l'huile de pépins de raisin.

### Lieu de stage

Le présent travail a été effectué au laboratoire central de l'intendance à BEAU LIEU EL HARRACH, sur trois mois et au laboratoire de technologie alimentaire de l'ENSA ainsi qu'au laboratoire de l'unité de recherche matériau procédés et environnement de l'université de Boumerdés. Le diagramme ci-dessous montre les différentes composantes de ce laboratoire.



**Figure N°15** : diagramme représentatif des différentes composantes du laboratoire central de l'intendance.

### **2.1. Matériel végétal**

#### **2.1.1. Origine**

L'échantillon est un mélange de trois variétés de pépins de raisin qui sont : - Cabernet, - Cinsault, - Muscat de Césarée.

#### **2.1.2. Provenance**

Les pépins de raisin utilisés au cours de notre expérimentation sont issus d'un mélange de marcs de raisin récupérés de la cuve de vinification de BOURKIKKA (TIPAZA). Au mois de septembre 2012 à partir d'un tas de marc en stockage, on a pu récupérer une quantité assez importante de 29,354 kg des marcs.

Les raisins subissent différents traitements juste après leur réception au niveau de l'unité de transformation.

La figure suivante résume le mode d'obtention de notre matière première (marc) et du produit fini (vin).

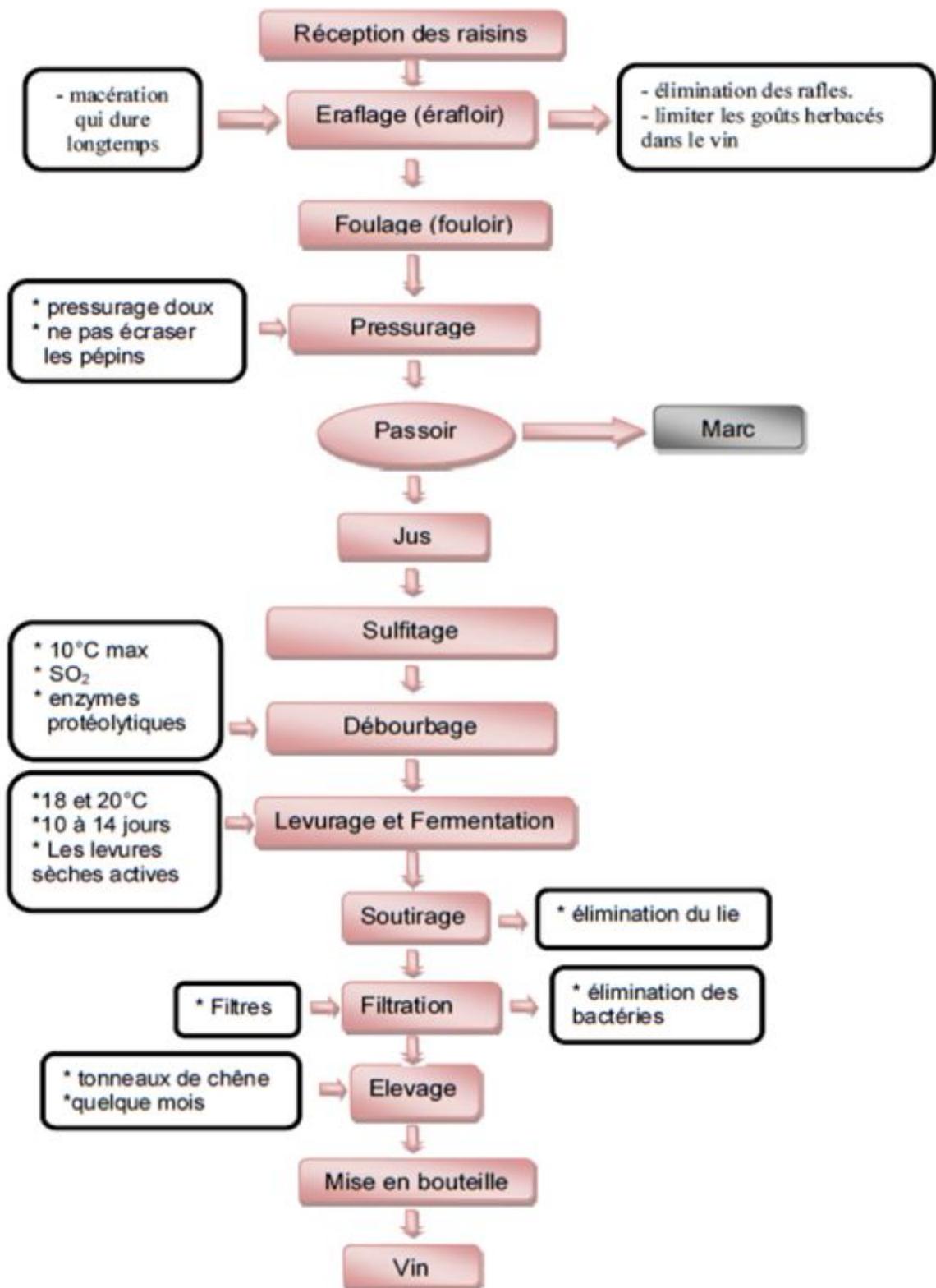


Figure N° 16: Mode d'obtention de la matière première.

La figue N°17 résume les étapes de l'obtention de l'huile de pépins de raisin

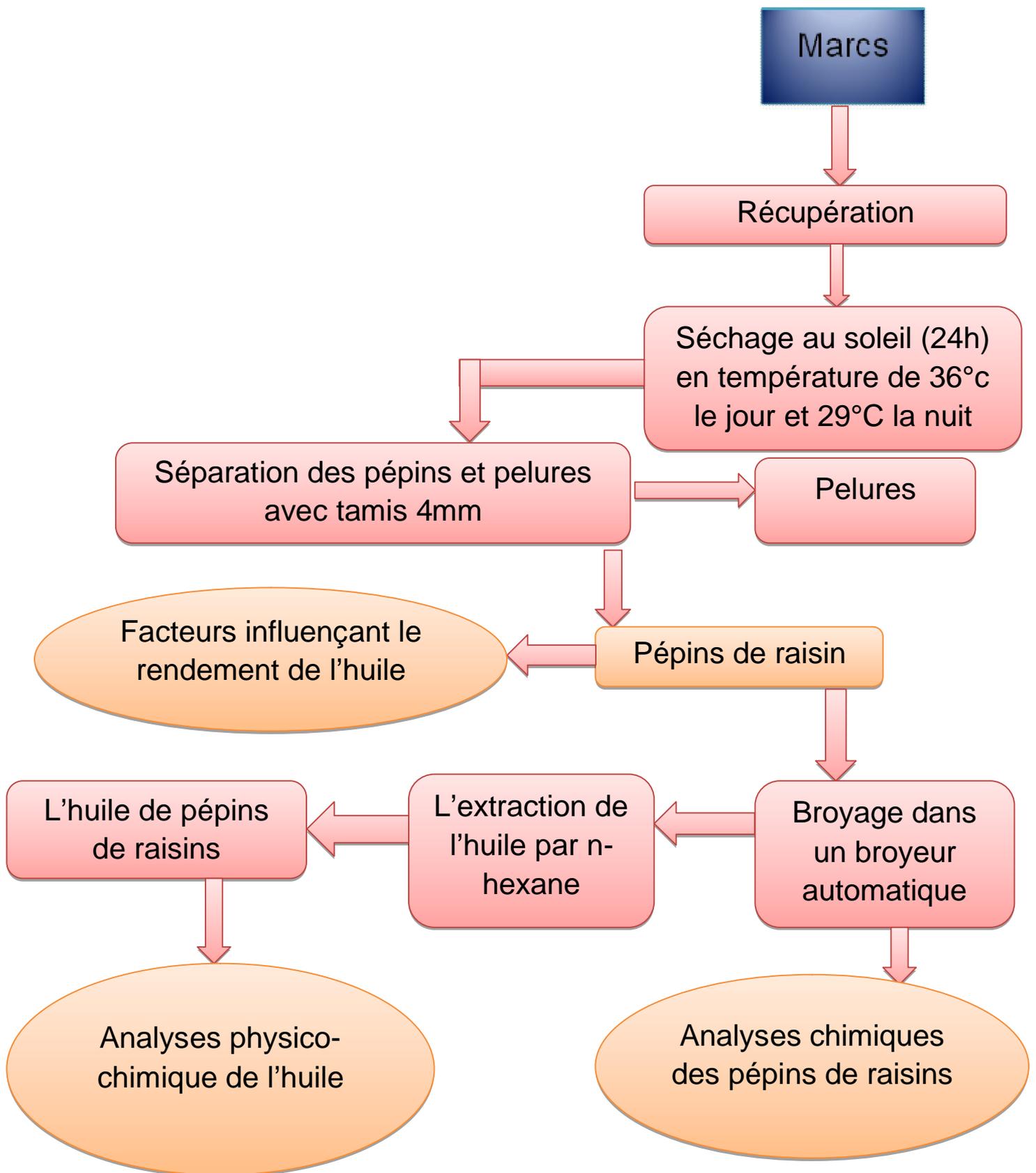
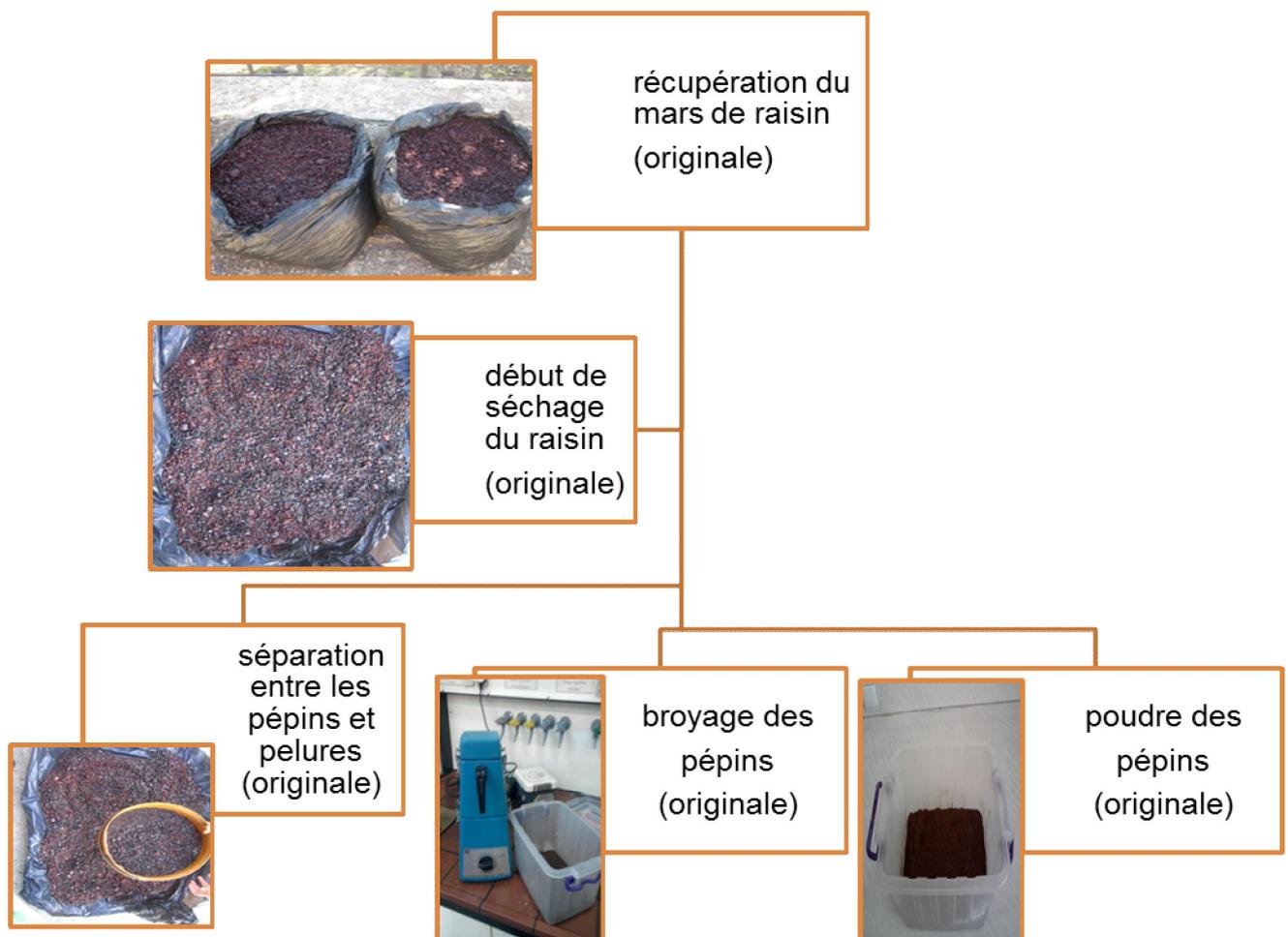


Figure N°17 : Mode d'obtention de l'huile de pépins de raisin.

### 2.1.3. Préparation de l'échantillon

Après récupération de 29,354 Kg de marc, le séchage a été effectué à Bouzareah, au mois de septembre sous soleil pendant 24h. Après séchage, on a obtenu 17,62 Kg de marcs, les pépins de raisin sont séparés des pelures et des rafles à l'aide d'un tamis dont le diamètre de 4mm. Le poids des pépins obtenu est 2,40 de kg. Les pépins sont broyés grâce à un broyeur automatique. Le broyat obtenu est stocké dans un contenant hermétique pour éviter la réhumidification de la poudre. Le diagramme ci-dessous résume la façon de préparer de l'échantillon.



**Figure N°18** :diagramme de préparation de l'échantillon.

### 2.1.4. Les facteurs influençant le rendement de l'huile de pépins de raisin (taux d'extraction).

#### 2.1.4.1 Nature des solvants

A partir de la farine résultant du broyage des pépins de raisins, nous avons procédé à l'extraction de l'huile à l'aide de l'extracteur Soxhlet (Fig. N°19). Les solvants utilisés sont l'hexane et l'éther de pétrole et le chloroforme ainsi que l'éthanol. Pour chaque échantillon de 10g, nous avons utilisé 250ml de chaque solvant, la durée d'extraction est de 6 heures à la température voisine de 70°C pour l'hexane et l'éther de pétrole et une température de 30 à 40°C pour le chloroforme et l'éthanol (NF EN ISO 734 -1, 2000).



Fig. N°19 : Soxhlet.

Par la suite, on passe les ballons dans l'évaporateur rotatif pour enlever la trace des solvants à différentes températures (Fig. N°20),



Fig. N°20 : Évaporateur rotatif.

Puis on fait sécher les ballons dans l'étuve pendant 2h au voisinage de 105°C, on répète l'expérience 3 fois, puis on fait la pesée et on calcule leurs rendements.

### 2.1.4.2 Granulométrie

Nous avons procédé à l'extraction de l'huile à l'aide de l'extracteur Soxhlet à partir d'une quantité de poudre des pépins de raisins et des graines non broyées (entières). Le solvant utilisé est le n-hexane. Pour chaque échantillon de 10g, nous avons utilisé 250ml du solvant, pendant 6 heures d'extraction la température de 70°C (NF EN ISO 734 -1, 2000).

Par la suite, on passe les ballons dans l'évaporateur rotatif à 68°C pour enlever la trace du solvant de notre huile, puis on fait sécher les ballons dans l'étuve pendant 2h à 105°C à l'étuve, on répéter l'expérience 3fois, puis on fait la pesée et on calcule leurs rendements.

### 2.1.4.3 Température

Nous avons procédé à l'extraction de l'huile à l'aide de l'extracteur Soxhlet à partir d'une quantité de pépins de raisins torréfiés sur une plaque chauffante (Fig.N°25) et des graines non torréfiés. Le solvants utilisé est le n-hexane. Pour chaque échantillon de 10g, nous avons utilisé 250ml du solvant, pendant 6 heures d'extraction à la température de 70°C.



**Fig. N°21** : graines torréfiées.

Par la suite, on passe les ballons dans l'évaporateur rotatif pour enlever la trace du solvant de notre huile, puis sécher dans l'étuve pendant 2h au voisinage de 105°C à l'étuve en répéter l'expérience 3fois, puis on fait la pesée et on calcule leurs rendements.

### 2.1.5. Extraction de l'huile de pépins de raisin

On utilisant la poudre des pépins de raisins résultant du broyage, nous avons procédé à l'extraction de l'huile à l'aide de l'extracteur Soxhlet (Fig. N°19) sans oublié quand peut faire l'extraction par presse mais il faudra de grandes quantités. Les solvant utilisés sont le n-hexane. Pour chaque échantillon de 40g, nous avons Utilisé 1000ml du solvant, le temps d'extraction est de 2 heures à 100°C puis on passe au rotavapeur pour éliminer toute trace du solvant (Fig. N°20).

L'extraction a été effectuée au niveau du service textile du laboratoire central de l'intendance à BEAU LIEU (EL-HARRACH).



**Fig. N° 22 :** Huile brute de pépins de raisin filtrée (originale).

Après 27 extractions, nous avons obtenu 130,84 g d'huile et après sa filtration (Fig. N° 26), le poids a diminué jusqu'à 122,44 g correspondant à un volume de 133,57ml.

## Matériel et méthodes

---

Ce volume de l'huile va subir une caractérisation physico-chimique, après être conservé à l'abri de l'air et la lumière au réfrigérant à une température 4°C (Fig. 22).



**Fig. N° 23** : Huile brute de pépins de raisin (originale).

### 2.2. Méthodes d'analyses

#### 2.2.1. Analyses biochimiques des pépins de raisin

##### 2.2.1.1. Détermination de la teneur en matière sèche/eau (NF V 03-761, Juillet 1992).

###### Matériel et produits

- 1 capsule en aluminium, une balance analytique.
- Pépins de raisins.

###### Principe

On mesure à l'aide d'un humidimètre de type SARTORIUS MA dont le principe consiste à un séchage par infrarouge de l'échantillon broyé à 130°C.

###### Mode opératoire

- introduire à peu près 5g de la poudre de pépins de raisins dans la capsule ;
- Placer les capsules contenant les échantillons dans humidimètre de type SARTORIUS MA à 130°C pendant quelques minutes ;
- Après quelques minutes, le résultat est lu directement sur l'appareil en pourcentage en masse du produit ;

###### Expression et résultats

Avec :

**H:** est le pourcentage, en masse, de l'eau et de la matière volatile.

**MS:** matière sèche.

<b>MS=100-H</b>
-----------------

## Matériel et méthodes

---

### 2.2.1.2. Détermination de la teneur en cendre (NF V 03-922, 2010)

#### Définition

La teneur en cendre est la mesure de la teneur totale en minéraux présents dans un aliment alors que la teneur en minéraux est la mesure de la teneur en un composé inorganique spécifique présent dans un aliment comme le Ca, Na, CL, etc.

#### Matériel et produits

- 3 capsules, un four à Moufle, une balance analytique, un dessiccateur.
- poudre ou graines de raisins.

#### Principe

L'incinération de l'échantillon dans le four à Moufle à 500°C élimine complètement l'eau et la matière organique contenue dans l'échantillon.

#### Mode opératoire

- Peser les capsules vides ( $m_0$ ) et après le tarier, introduire 2g ( $m_1$ ) de poudre ou graines de raisins dans chacune des capsules ;
- Placer les capsules contenant les échantillons dans le four à 200°C pendant 1,5h puis à 500° pendant 2,5h ;
- Retirer les capsules contenant les échantillons du four et les mettre au dessiccateur pendant 30mn ;
- Peser les capsules contenant les échantillons secs ( $m_2$ ).

#### Expression et résultats

Le pourcentage en masse de cendres brutes, des graines fraîches, est égal à :

$$\frac{(m_2 - m_1) \times 100}{(m_1 - m_0)}$$

## Matériel et méthodes

---

Où :

$m_0$  est la masse, en grammes, de la capsule vides ;

$m_1$  est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération avec la prise d'essai ;

$m_2$  est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération avec les cendres.

### **2.2.1.3. Détermination de la teneur en protéines selon la méthode de KJELDAHL (ISO 8968-1).**

#### Principe

Il s'agit d'une méthode classique : utiliser pour quantifier les protéines contenues dans un produit à partir du dosage de l'azote total.

Cette méthode est basée sur une minéralisation par l'acide sulfurique  $H_2SO_4$  pur 98% d'une prise d'essai en présence des catalyseurs, suivi d'une distillation de l'ammoniac libéré dans un excès d'acide borique  $H_2PO_4$ .

La teneur en azote de l'échantillon sera déterminée par titrimétrie de l'ammoniac par l'acide chlorhydrique  $HCl$  0,25N.

#### Mode opératoire

- Introduire dans deux matras de minéralisation 1g de sulfate de cuivre( $CuSO_4$ ) et 6 g de sulfate de potassium ( $K_2SO_4$ ) comme catalyseurs (accélère la réaction) ;
- Ajouter dans les deux premiers matras 1g d'échantillon pour essai sur un morceau de papier sans cendre, sachant que le troisième matras formera l'essai à blanc(pas d'échantillon).
- Ajouter 25ml d'acide sulfurique pur aux deux échantillons et mélange de 5ml et 20ml d'acide sulfurique dans l'essai à blanc ;
- Après une attaque à froid pendant 15min jusqu'à l'apparition des vapeurs blanches d'anhydride sulfurique ; porter dans un minéralisateur à une température de  $350^\circ C$  pendant 4 à 5 heures ;
- Quand la solution devient limpide, elle est refroidie puis on ajoute 50ml d'eau distillée dans chacun d'eux ;

## Matériel et méthodes

---

- La neutralisation avec 100 ml de la solution d'hydroxyde de sodium 35% l'aide de l'appareil KJELDAHL qui relie cette solution à une fiole conique de 50 ml de la solution d'acide borique H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> à 4% de la solution d'indicateur mixte (rouge de méthyle et bleu méthylène) .

La distillation est réalisée selon un programme établi.

- Le dégagement d'ammoniac est capté par la solution d'acide borique contenant l'indicateur coloré ;

- L'excès d'ammoniac est titré par une solution d'acide chlorhydrique à 0,25N

Dans titreur automatique jusqu'à apparition du virage.

### Expression et résultats

**Soit**

$$P\% = \frac{1,4 \times N \times (V_1 - V_0) \times F}{m}$$

**P%** : taux de protéines exprimé en pourcentage de masse ;

**N** : normalité de l'acide chlorhydrique qui de l'ordre de 0,25 ;

**V<sub>1</sub>** : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage ;

**V<sub>0</sub>** : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc ;

**m** : la masse en (g) de la prise d'essai ;

**F** : facteur de conversion pour obtenir le taux de protéines brut à partir de l'azote total qui est d'ordre 5,3 (graines oléagineuses).

### 2.2.1.4. Détermination de la teneur en matière grasse (NF EN ISO 734 -1, 2000)

#### Matériel et produits

- Broyeur automatique
- Extracteur soxhlet complet (ballon à col rodé et fond rond, réfrigérant à eau, chauffe-ballon/évaporateur rotatif, tuyaux en caoutchoute, support, pics, noix)
- Verrerie: filtre en verre fritté, bécher de 250ml, Erlenmeyer de 50ml, éprouvette de 250ml, fiole à vide avec joints.
- Solvant: hexane et quelque graine de carborundum (placé dans le ballon) pour régularisé l'ébullition.
- Autre matériels chauffe-ballon, balance analytique, étuve, dessiccateur et évaporateur rotatif.

#### Principe

Dans cette méthode l'échantillon est séché et broyé dans de petites particules et placé dans une cartouche poreuse de cellulose. La cartouche est placée dans une chambre d'extraction ou colonne, qui est suspendu au-dessus d'un ballon contenant le solvant et au-dessous d'un condensateur. Le ballon est chauffé, le solvant s'évapore et entre vers le haut dans le condensateur ou il est convertie en liquide qui s'écoule goutte à goutte dans la chambre d'extraction contenant l'échantillon. La chambre d'extraction est conçue de sorte que quand le solvant entourant l'échantillon excédée un certaine niveau, elle déborde et s'écoule vers le bas dans le ballon d'ébullition. A la fin du procédé d'extraction, qui dure six (6) heures, le ballon contenant le solvant et le lipide est retiré. Le solvant dans le ballon est alors évaporé et la masse du lipide restant est mesurée. Le pourcentage du lipide dans l'échantillon initial peut alors être calculé.

## Matériel et méthodes

---

### Mode opératoire

- Peser 5 g de poudre de grains de raisins que l'on place dans la cartouche de l'extracteur et la boucher avec un coton dégraissé. Placer pendant 20 min la cartouche remplie dans une étuve chauffé à 80°C pour réduire l'humidité au-dessous de 10%.
- Placer dans l'extracteur la cartouche contenant la prise d'essai.
- Placer 350ml d'hexane avec une bille en verre dans le ballon (préalablement pesé), adapter le ballon à l'extracteur sur le chauffe-ballon et déclenché le chauffage.
- Laisser l'extraction poursuivre pendant 6 heures.
- Récupéré le solvant par distillation sur un évaporateur rotatif.
- Expulser les dernières traces du solvant en chauffant le ballon dans l'étuve pendant 2 heures à une température voisine de 100 °C.
- Laisser refroidir le ballon dans dessiccateur et peser.

### Expression de résultats

La teneur en matière grasse est calculée selon la formule suivante :

$$\text{MG \%} = \frac{P_2 - P_1}{P_3} \times 100$$

Soit :

**P<sub>1</sub>** : poids du ballon vide ;

**P<sub>2</sub>** : poids du ballon huile extraite ;

**P<sub>3</sub>** : poids de la prise d'essai ;

**MG** : matière grasse .

### 2.2.1.6. Détermination de la teneur en cellulose brute (Méthode de Weende, décrite par Wolff (1968))

#### Matériel et produits

- 3 creusets filtrants et papier filtre, fiole à vide, pipette pasteur et pro pipette, une pompe à vide, une balance analytique, 3 ballons, 3 chauffe-ballons, centrifugeuse et tubes à centrifuger, une étuve, un four à moufle, un dessiccateur,
- Poudre de grains de raisins, acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ), eau distillée, hydroxyde de sodium (NaOH).

#### Principe

Le principe de cette méthode consiste dans un premier temps à dégrader la matière organique facilement dégradable (les lipides, les protéines, les monosaccharides et oligosaccharide ...) par l'acide sulfurique à chaude, la matière organique résistante (cellulose, lignines...) appelée également "cellulose brute" est éliminée par Incinération.

#### Mode opératoire

- Peser 2g de l'échantillon que l'on introduit dans un ballon ;
- Ajouter 100ml d'une solution contenant 6,8 ml d'acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) concentré;
- Chauffer à l'ébullition à l'aide d'un chauffe-ballon pendant 30min, agiter si nécessaire ;
- Retirer les ballons et laisser décanter pendant environ 10min (poser les ballons en position couchée) ;
- Eliminer le surnageant et laver avec l'eau distillée ;
- Récupérer la partie décantée dans un tube à centrifuger.
- Centrifuger à 3000 tours/min pendant 10 minutes.
- Ajouter 100ml d'une solution contenant 12,5g de NaOH/l
- Chauffer pendant 30 minutes
- Filtrer puis récupérer le filtré et le mettre à l'étuve pendant 24 heures

## Matériel et méthodes

---

- Peser (P) puis mettre au four à moufle à 500 °C pendant 4 heures
- Retirer et met au dessiccateur pendant 30 minutes puis peser (P')

### Expression et résultats

Elle est donnée en pourcentage en masse par la formule suivante :

$$\text{Cellulose en\%} = \frac{P-P'}{m} \times 100$$

Où :

**P** est le poids, en gramme, du creuset séché à 105°C ;

**P'** est le poids, en gramme, du creuset calciné ;

**m** est la masse, en gramme, de la prise d'essai ;

#### **2.2.1.5. Détermination de la teneur en sucres totaux (FAO, 1998).**

La teneur en glucides (sucres totaux) est déterminée par différence selon la formule suivante :

$$\text{Glucides(\%)} = \text{total (100\%)} - [\text{eau} + \text{lipides} + \text{protides} + \text{matières minérales (cendres)} + \text{fibres alimentaires (cellulose)}]$$

#### **2.2.2. Analyses physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin**

##### ➤ **Les indices physico-chimiques**

##### **2.2.2.1. Détermination l'indice d'acidité et de l'acidité (NF EN ISO 660, 1999)**

###### Définition

L'indice d'acide est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1 gramme de corps gras.

L'acidité expression conventionnelle du pourcentage d'acide gras libre.

## Matériel et méthodes

---

### Principe

La méthode titrimétrie est la mise en place d'une prise d'essai dans mélange de solvants puis titrage des acides gras libres à présents à l'aide d'une solution éthanolique hydroxyde de potassium en présence d'indicateur.

### Mode opératoire

- Préparer dans un Erlenmayer une solution oxyde diéthylique éthanol à 95 % prendre 100ml
- ajouter la solution préparée à la prise d'essai de 10g
- chauffer quelques minutes (2min) sur une plaque chauffante.
- ajouter quelques gouttes de phénolphtaléine (qui est un indicateur coloré).
- Titrer le KOH éthanolique (0,1N) jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante (10 secondes) et noter la chute de la burette (V).

### Expression des résultats

Indice d'acide

$$I_a = \frac{56,1 \times V \times C}{m}$$

L'acidité : est exprimée en pourcentage en masse est égale à :

$$A\% = \frac{V \times C \times M}{M \times 10}$$

Où :

**V** : est le volume, en millilitre, de la solution titrée de KOH utilisée ;

**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

## Matériel et méthodes

---

**C** : est la concentration exacte, en mole par litre, de la solution titrée de KOH utilisée;

**56,1** : est la masse molaire en gramme par mole de KOH.

**M** : masse molaire en gramme par mole de l'acide oléique=282 g /mol (l'acide adopté à tous les corps gras) .

### 2.2.2.2. Détermination de l'indice d'iode (ISO 3961, 2009)

#### Définition

L'indice d'iode est le nombre de gramme d'iode fixés par 100g de corps gras.

#### Principe

Dissolution d'une prise d'essai dans un solvant et addition du réactif de wijs .Après un temps addition iodure de potassium et eau, et titrage de l'iode par une solution thiosulfate de sodium.

#### Matériel et réactifs

-Nacelle en verre (pour prise d'essai), fioles coniques munies de bouchons rodés de capacité 500 ml, burette de 50 ml graduée en 0,1 ml, pipette de 25 ml, éprouvette de 25 ml, Balance analytique, Thiosulfate de sodium N/10, emplois d'amidon, réactif de wijs, iodure de potassium, solvant préparé (mélange de 50mlde cyclohexane et 50ml d'acide acétique).

#### Mode opératoire

- Introduire la prise d'essais exactement pesée dans un flacon de 500 ml, boucher à l'émeri, préalablement lavé et séché ;
- La dissoudre dans 20 ml du solvant, puis ajouter 25 ml exactement mesuré du réactif de wijs ;
- Boucher, agiter légèrement et placer le flacon à l'abri de la lumière pendant une ou deux heures ;
- Au bout de ce temps, ajouter 20 ml d'une solution à 10% d'iodure de potassium (Exempt d'iode ou d'iodate) et environ 150 ml d'eau ;

## Matériel et méthodes

---

- Agiter et titrer d'iode libéré avec le thiosulfate de sodium 0,1 N en présence d'empois d'amidon comme indicateur ; à la fin du titrage, il faut agiter vivement ;
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions que l'essai avec la prise d'essai.

### Expression des résultats

$$I_i = \frac{12,69 \times C (V_1 - V_2)}{m}$$

Où :

**C** : est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium ;

**V<sub>1</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

**V<sub>2</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour la détermination ;

**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

### **2.2.2.3. Détermination de l'indice de peroxyde (NA 274 /1990)**

#### Définition

L'indice de peroxyde est la quantité de produits présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme, oxydant d'iodure de potassium dans les conditions opératoires décrites.

Principe      Traitement d'une prise d'essai, en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium, titrage de l'iode libéré par une solution titré de thiosulfate de sodium.

#### Réactifs et matériel

- Chloroforme, acide acétique, solution aqueuse saturée d'iodure de potassium exempte d'iode et d'iodates, solution aqueuse N/100 de thiosulfate de sodium, solution d'empois d'amidon à 1% ;

## Matériel et méthodes

---

- Capsule en verre de 25 ml (pour la prise d'essai), flacon à col rodés munis de bouchon de 250ml pur et sec (anhydride carbonique ou azote).

### Mode opératoire

- Peser à 0,01g près dans un flacon 2g d'huile,
- Ajouter 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique puis 1ml de la solution d'iodure de potassium saturée (1ml d'eau distillée + 0,5g d'iodure de potassium).
- Boucher aussitôt le flacon, l'agiter durant 1mn et le laisser durant 5 minutes à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 15 et 25°C.
- Ajouter 75ml d'eau distillée.
- Agiter vigoureusement et en présence de quelque goutte de l'empois d'amidon come indicateur,
- Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,002N
- Parallèlement à détermination, effectuer un essai à blanc.

### Expression des résultats

L'indice de peroxyde, exprimé en milliéquivalent d'O<sub>2</sub> actif/kg d'échantillon, est égale à :

$$IP = \frac{I (V_1 - V_0) \times 1000}{m}$$

Avec:

**I.P** : Indice de peroxyde exprimé en méq O<sub>2</sub>/kg MG ;

**V<sub>0</sub>**:le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc ;

**V<sub>1</sub>**: le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la détermination ;

## Matériel et méthodes

---

**T** : la normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée.

**m** : la masse en gramme de la prise d'essai.

### 2.2.2.4. Détermination de l'indice de saponification (ISO 3657,2002)

#### Définition

L'indice de saponification est le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier 1 g de matière grasse dans les conditions spécifique.

#### Principe

Ebullition à reflux d'un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, titrage de l'excès de l'hydroxyde avec une solution titré d'acide chlorhydrique (HCl) 0,5N.

#### Matériel et réactifs

- Une solution d'acide chlorhydrique (HCl) 0,5N, une solution de potasse (KOH) 0,5N dans l'alcool éthylique à 98°C exempt d'aldéhyde. Cette solution est décantée après repos et conservée dans un flacon en verre brun ou jaune convenablement bouché, phénolphtaléine en solution à 1 % dans l'alcool éthylique ;
- Régularisateur d'ébullition, fiole conique de 250ml en verre (résistant alcalis) à col rodé.

#### Mode opératoire

- Peser dans un ballon à fond plat, 2g de matières grasse ;
- Ajouter 25ml, exactement mesurés, de potasse alcoolique, et porter à l'ébullition sous un réfrigérant à reflux. Il est conseillé d'ajouter dans le ballon un régulateur d'ébullition (pierre ponce, billes de verre, morceaux de porcelaine) ;
- Maintenir l'ébullition pendant 1 heure en agitant de temps en temps. Il convient de prolonger l'ébullition dans le cas des corps à haut point de fusion ;
- Titrer l'excès d'alcali dans la solution savonneuse chaude avec l'acide chlorhydrique en présence de phénolphtaléine jusqu'à la disparition de la couleur rose de l'indicateur ;

## Matériel et méthodes

---

- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions pour titrer la liqueur alcoolique de potasse.

Expression des résultats

$$I.S = \frac{(V_0 - V_1) \times T \times 56,1}{m}$$

Où :

**I.S** : indice de saponification en mg KOH/g MG ;

**V<sub>0</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc ;

**V<sub>1</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination ;

**T** : est la normalité exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ;

**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

### 2.2.2.5. Détermination de l'indice de réfraction (NF ISO 6320, 2000).

#### Définition

On entend par indice de réfraction d'une substance le rapport de la vitesse d'une lumière de longueur d'onde définie dans le vide et sa vitesse dans la substance.

#### Principe

Mesurer à 20°C à l'aide d'un réfractomètre convenable l'indice de réfraction de la matière grasse.

## Matériel et méthodes

---

### Mode opératoire

- Filtrer sur papier filtre une quantité d'huile à analyser
- Disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace ces prismes,
- Attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes, puis effectuer la mesure.

### Expression des résultats

$$N_D^t = N_D^{t'} + (t_1 - t') \times F$$

Où :

$t_1$  est la température de mesurage en °C ;

$t$  est la température de référence 20°C ;

$F$  est un facteur = 0,00035 pour une température de 20°C.

### **2.2.2.6. Détermination de l'insaponifiable (ISO 3596,2000).**

#### Définition

On entend par les matières insaponifiables d'un corps gras, l'ensemble des produits, présents dans ce corps gras, qui après saponification de celui-ci par l'hydroxyde de potassium et extraction par un solvant spécifié, restent non volatils .

#### Principe

la saponification du corps gras par traitement, à l'ébullition à reflux, avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium. Extraction de l'insaponifiable de la solution de savon au moyen du solvant spécifier. Évaporation du solvant et pesée du résidu après séchage à 103°C.

#### Matériel et réactifs

- Hexane normal pur, hydroxyde de potassium (solution environ 0,1 dans l'éthanol à 95-96°C à préparer), solution éthanolique titrée (hydroxyde de potassium), oxyde diéthylique (exempt de peroxydes et de résidu) ;

## Matériel et méthodes

---

- Fiole conique de 250ml, ballon de 100ml muni réfrigérant à reflux, ampoules à décanter de 250ml, ballon de 250ml, balance analytique, dessiccateur, bain d'eau bouillante, étuve réglée à 103°C.

### Mode opératoire

-Peser 5g de la prise d'essai, mettre la prise d'essai dans un ballon muni de réfrigérant, y ajouter 50ml de la solution éthanolique hydroxyde ;

-Porter à légère ébullition, il recommander d'ajouter un régulateur d'ébullition

(pierre ponce, billes verre, porcelaine) ;

-maintenir ébullition pendant 1h et prolonger jusqu'à 2h pour les produits à haut point de fusion et spécialement les cires ;

-Ajouter par le haut du réfrigérant à reflux 50ml d'eau distillée ;

-Agiter puis laisser refroidir et le contenu ballon dans une ampoule à décanter ;

-Rincer le ballon, on opérant en plusieurs fois avec au total 50ml qui ensuite transversé dans l'ampoule à décantation ;

-Agiter énergiquement pendant 1min en équilibrant la pression par retournement de l'ampoule, pour assurer un contact intime entre l'hexane et la solution savonneuse ;

-Laisser reposer jusqu'à la séparation complète des deux phases, soutirer la phase savonneuse dans une seconde ampoule à décantation la solution savonneuse quand épuise à nouveau, avec 50 ml d'hexane ;

- Décanter et faire un troisième épuisement de la solution savonneuse par 50ml D'hexane .si par exception des émulsion se présentent, les détruire par l'addition des petites quantités d'alcool ou de lessive de potasse concentré.

Réunir les trois portions d'hexane dans une même ampoule ;

-Laver à trois reprises avec chaque fois 25ml (ethanol+eau), agitant vigoureusement en éliminant la couche la couche hydro alcoolique (solution d'hexane) après chaque lavage ;

## Matériel et méthodes

---

-Si nécessaire, laver encore le mélange (eau éthanol) jusqu'au ce le liquide de lavage ne vire plus au rose lorsque, on ajoute phénolphthaléine (qui est un indicateur coloré).

-Transverser la phase hexanique dans le ballon

Chasser le solvant par distillation dans l'eau bouillante, porter dans étuve réglée à 103°C, le ballon maintenu dans une position horizontale ;

- Après un quart d'heure minimum dans l'étuve, laisser refroidir au dessiccateur et peser.

-Faire des pesées jusqu'au ce que la perte de masse entre deux pesée successives soit plus ou égale à 1, 5 mg.

### Expression des résultats

$$\text{Insaponifiable \%} = \frac{m_1 \times 100}{m}$$

Où :

$m_1$  est la masse, en grammes, du résidu ;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

### **2.2.2.7. Détermination de la densité (NF ISO 6883, 2010).**

#### Définition

La masse volumique, désignée souvent par l'appellation « densité », est le rapport de la masse du corps gras à son volume, à une température donnée.

#### Principe

Mesurage se fait à l'aide d'un pycnomètre approprié à la densité la matière grasse.

#### Mode opératoire

- peser le poids du pycnomètre vide et sec ;

- peser le poids du pycnomètre rempli d'eau distillée ;

## Matériel et méthodes

---

- peser le poids du pycnomètre rempli d'huile

### Expression des résultats

$$D^{20} = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0}$$

Où :

**M<sub>0</sub>** est la masse, en grammes, du pycnomètre ;

**M<sub>1</sub>** est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau distillée ;

**M<sub>2</sub>** est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'huile.

### **2.2.2.7. La détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet (NF ISO 3656, 2002).**

#### Principe

Mesurage spectrophotométrique en rayonnement ultraviolet du coefficient d'extinction, dans un domaine spécifique de longueur d'onde, l'absorbance d'un échantillon du corps gras en solution dans un solvant.

#### Matériel et réactifs

Cyclohexane où le triméthyl-2, 2, 4 pentane (isooctane), fiole jaugée 25ml, balance analytique, spectrophotomètre de préférence enregistreur à prisme en quartz où à réseau équipé de cuves en quartz de 1cm d'épaisseur, approprié aux mesurages en rayonnement ultraviolet.

#### Mode opératoire

- Peser une prise d'essai entre 0,05 et 0,25 g pour les huiles vierges dans fiole jaugée;

- Remplir la fiole jusqu'au trait de jauge avec triméthyl-2, 2, 4 pentane (isooctane) Pour dissoudre la prise d'essai.

- Mesurer l'absorbance de la solution grasse dans cuve de quartz par rapport solvant utilisé, longueur d'onde au voisinage de 232 nm et 268 nm ;

## Matériel et méthodes

---

-On opérant en continu ou bien à deux intervalles en réduisant les intervalles de 0, 5 nm dans les zones maximum et minimum , on calcule l'absorbance et coefficient d'extinction.

### Expression des résultats

$$E^{1\%}_{1\text{cm}} = \frac{A(\lambda)}{C}$$

Où :

**A(λ)** est l'absorbance à la longueur d'onde λ ;

**C** : est la concentration, en gramme par 100 ml, de l'échantillon pour essai dans la solution d'essai ;

**λ** : est généralement au voisinage de 232 nm et 268 nm.

### **2.2.2.8. Détermination de la viscosité (méthode interne)**

L'analyse est réalisée au niveau du laboratoire de l'unité de recherche matériaux procédés et environnement de l'université de Boumerdes au moyen d'un viscosimètre Thermo HAAKE VT 550, le test de caractérisation est effectué à température au voisinage 20°C.

### Définition

La viscosité des corps gras et des triglycérides est liée à leur structure, et en particulier à la longueur des chaînes et à leur insaturation (Wolff, 1968). Elle dépend également de la température. Il n'existe pas de méthode spécifique de mesure sur la viscosité des huiles (Karleskind, 1992).

### Principe

Le Viscosimètre Thermo HAAKE VT 550 est un viscosimètre rotatif pour l'application de contrôle de la qualité. L'étude du comportement de matières liquides et semi-solides est obtenue par des mesures simples et précises de tests d'écoulement, de la viscosité.

## Matériel et méthodes

---

Le Viscosimètre Thermo HAAKE VT 550 comprend: (FigureN°24)

- le Viscotester 550, qui est le support de l'unité de base, qui contrôle la température avec connecteur, sonde de température PT100.
- un bac (de géométrie type MV, NV, DIN, SV et DIN), récipient de mesure.
- un rotor.



**Fig. N°24:** Viscosimètre Thermo HAAKE VT 550.

### Mode opératoire

Nous avons choisi le système couette de notre viscosimètre en utilisant la géométrie NV. Cette dernière est choisie selon les normes de Thermo HAAKE, il s'agit d'un cylindre de rayon/longueur 20.1/60 (mm) et de volume de remplissage 9 (cm<sup>3</sup>), recommandé pour les fluides et huile vierge de faible viscosité (2 - 2000 m.pas) et de taux du cisaillement (27-27000 s<sup>-1</sup>).

### Expression des résultats

Les résultats sont montrés à travers l'affichage numérique du LED intégré ou celui d'un ordinateur permis par le logiciel Rheowin de HAAKE.

### 2.2.2.9. Dosage des composés phénolique totaux

Le dosage des polyphénols a été effectué selon la méthode décrite par Boizot et Charpentier, (193).

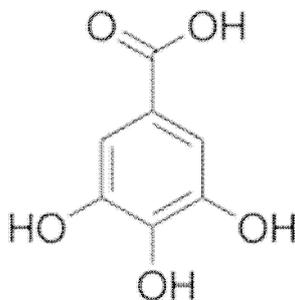
#### Principe

Le dosage des polyphénols totaux par le réactif de Folin-Ciocalteu a été décrit dès 1965 par Singleton et Rossi. Le réactif est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) et d'acide phosphomolybdique ( $H_3PMo_{12}O_{10}$ ). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène ( $W_8O_{23}$ ) et de molybdène ( $Mo_8W_{23}$ ). La coloration produite, dont l'absorption maximum est comprise entre 725 et 760 nm est proportionnelle à la quantité de polyphénols présents dans les extraits végétaux (193) (Figure N°29).

#### Mode opératoire

##### Préparation de la gamme étalon d'acide gallique

Une gamme de neuf concentration d'acide gallique allant de 0 à 0.08 mg/ml a été préparée à partir d'une solution mère de 0.2 mg/ml de concentration.



**Figure N°25** : L'acide gallique ( Acide 3,4,5-trihydroxybenzoïque).

La courbe d'étalonnage des polyphénols totaux est en (Annexe N° 12)

#### Analyse des échantillons

- Introduire 100  $\mu$ l de la solution d'acide gallique à différentes concentration dans les tubes à essai de la première série et 100  $\mu$ l de chaque échantillon à analyser dans les tubes de la deuxième série.

## Matériel et méthodes

---

- Ajouter 500 µl du réactif Folin-Ciocalteu puis 400 µl de la solution de bicarbonate de sodium (Co Na) à 7.5 % dans chaque tube (favoriser un milieu alcalin pour déclencher la réaction d'oxydoréduction).
- Agiter puis incuber à l'obscurité pendant dix minutes ;
- Lecture des absorbances à 760 nm ;
- Le blanc est préparé par la même manière précédente en remplaçant la solution d'acide gallique par 100 µl d'eau distillée.

### Expression des résultats

La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage de l'acide gallique. Exprimer en milligramme équivalent d'acide gallique par millilitre.

#### ➤ **Analyses biochimiques de l'huile**

#### **2.2.2.10. Détermination de la teneur en chlorophylle (Méthode interne)**

##### Définition

Cette méthode est applicable aux huiles vierges neutralisées et blanchies, mais ne l'est plus aux huiles hydrogénées, désodorisées et aux produits finis.

##### Matériel et produits

- Spectrophotomètre visible.
- Cuve de 50mm de longueur et 20mm de large et 40mm de profondeur.
- Tétrachlorure de carbone pour spectrophotométrie ne présentant pas plus de 0,5% d'écart de transmission avec l'eau distillée à 400µ.

##### Mode opératoire

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

## Matériel et méthodes

---

### Expression des résultats

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

$$\text{Chlorophylles (ppm)} = [ (A_{670} - (A_{630} + A_{710})/2) ] / 0,1086L$$

Où :

**A** : l'absorbance à la longueur d'onde indiquée.

**L** : la longueur de la cuve en centimètre.

**N.B.**: la formule précédente correspond à l'appareil B de Beckmann.

### **2.2.2.11. Dosage du $\beta$ -carotène**

Le dosage du B-Carotène est réalisé par la méthode décrite par Food Chemical Codex (1996)

#### Mode opératoire

##### Solution A

- 50 ml de l'huile sont versés dans une fiole de 100 ml, dissoudre de chloroforme sans acide
- Diluer immédiatement jusqu'au trait de jauge avec cyclohexane et mélanger.
- 5 ml de la solution ainsi préparée sont versée dans une seconde fiole de 100 ml et dilués jusqu'au trait de jauge avec du cyclohexane et homogénéiser.

##### Solution B

Dans une fiole de 50 ml, introduire 5 ml de la solution A, diluer jusqu'au trait de jauge avec du cyclohexane.

- Déterminer l'absorbance de la solution B à l'aide d'un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 455nm en utilisant le cyclohexane comme référence

#### Expression résultats

La teneur en B-carotène est donnée par la formule suivante :

$$T = 200.000 \times A/250$$

## Matériel et méthodes

---

**T** : Teneur en B-carotène (C40 H56) (mg)

**A** : Absorbance de la solution

**250** : potentiel d'absorbance de B-carotène pu

### **2.2.3. Détermination du profil en acides gras de l'huile des pépins de Raisin.**

#### **2.2.3.1. Préparation des esters méthyliques d'acides gras (ISO 5509).**

##### Principe

Il s'agit d'une estérification des triglycérides et des acides gras par le méthanol à Chaud et en présence hydroxyde de sodium. Après dilution dans l'heptane, les esters sont chromatographies.

##### Matériel et réactif

-ballon100ml, bain marie, réfrigérant à reflux, BF<sub>3</sub>, NaCl- NAOH méthanolique (2%), ampoule à décanter, heptane.

##### Mode opératoire

- Peser à 0,35g de l'huile
- Mettre dans le ballon
- Ajouter 6ml NAOH méthanolique (2g dans 100ml).
- Laisser 10min à 70°C au bain marie
- Ajouter 7ml du BF<sub>3</sub> mettre pendant 2 min à 70min
- Ajouter à la solution 5ml heptane remettre pendant 1min à 70min
- rajouter une solution saturée de NaCl de100ml déjà préparée
- Mettre dans l'ampoule à décanter
- Récuper la phase heptanique (la phase supérieure).

### **2.2.3.2. Analyse chromatographique**

L'analyse est réalisée au niveau du laboratoire du département de technologie alimentaire de l'école nationale des sciences agronomiques.

Les esters méthyliques préparés par les différentes méthodes de méthylation sont soumis à l'analyse chromatographique par programmation de température.

#### Produits utilisés

- Gaz vecteur : gaz inerte (azote)
- Gaz auxiliaire : hydrogène, air.

#### Appareillage

Le chromatographe en phase gazeuse (CHrompack CP 9002) est constitué d'un dispositif d'injection, le four, colonne capillaire, détecteur à ionisation de flamme (F.I.D), une micro seringue.



**Fig. N° 26** : chromatographie phase gazeuse .

### Conditions opératoires

- Température d'injecteur : 250°C
- Température de détecteur : 280°C
- Température de la colonne : 200°C
- Pression du gaz vecteur : 170 Kpa
- Pression de l'hydrogène : 50 Kpa
- Quantité injectée : 2  $\mu$ L
- Type de la colonne capillaire : DB23 (50% Cyanopropyl)
- Longueur de la colonne capillaire : 30m
- Epaisseur de la colonne capillaire : 0,25  $\mu$ L
- diamètre intérieur : 0,32 mm.

## Matériel et méthodes

---

### Mode opératoire

- Laisser passer le gaz vecteur dans la colonne pendant 15 à 20 min pour chasser les impuretés, mettre en marche le four à la température de 200°C;
- Mettre en marche le détecteur puis injecter de l'air et de l'hydrogène (pour allumer la flamme).
- Effectuer une programmation de température puis injecter 2 µl à l'aide de la micro-seringue dans la chambre de combustion à 250°C, le produit est évaporé entraîné par le gaz vecteur à travers la colonne ou il est séparé. A la sortie de la colonne, le soluté brûle dans la flamme à l'hydrogène, créant ainsi un courant d'ionisation qui est amplifié puis enregistré sous forme de pic par l'enregistreur.

### Expression des résultats

Les différents acides gras sont identifiés grâce à l'intégrateur des chromatogrammes de type CR8A CHROMATOPAC par des étalons standard intégrés.

#### **2.2.4. Analyse statistique**

Une statistique analyse a été entreprise à fin de déterminer les moyennes des résultats obtenues avec les écartypes en utilisant le logiciel Microsoft Excel, concernant et la détermination de l'effet significatif ou le pourcentage des paramètres influant le rendement en huile de pépins de raisins, on utilise le logiciel STAT-ITCF VERSION 4 grâce au test de NEWMAN-KEULS-seuil=5%.

***Chapitre 03:***  
***Résultats et discussion***

## ***Conclusion générale***

## ***Références bibliographiques***

## Références bibliographiques

- 1) **Abu-Arabi, M.K., Allawzi, M.A., Al-Zoubi, H.S., Tamimi, A., 2000**, Extraction of jojoba oil by pressing and leaching, Chemical Engineering Journal, 76: 61-65.
- 2) **Adrian J. Frangne R. (1995)**. La science alimentaire de A à Z. Ed. Tec. Et Doc. Lavoisier, 477p.
- 3) **Alain AUDUTEAU(2013)** : histoire de la vigne et dégustation 333P, paris.
- 4) **Alain Roques (2003)**. Œnologie .de la vigne au vin .282P
- 5) **Alicata M.L., Bonanno A., Giaccone P. & Leto G. (1988)**. Impiego dei vinaccioli integrali nell'alimentazione del coniglio da carne. Zoot. Nutr.Anim..14:341-348. In Utilisation des sous-produits de la vigne dans l'alimentation animale. E.N.S.S.A.A. - I.N.R.A. DIJON, FRANCE (1991).11p
- 6) **ANONYME (1)**: O.I.V. : [www.O.I.V.com](http://www.O.I.V.com), annuaire des statistiques (2009).
- 7) **ANONYME (2)**: M.A.D.R., annuaire des statistiques (2012).
- 8) **ANONYME (3)**: O.N.C.V.
- 9) **ANONYME (4)**: I.T.A.F.V., annuaire des statistiques (2010).
- 10) **ANONYME (5)**:[www.eap.mcgill.ca/CPG\\_1\\_F.html](http://www.eap.mcgill.ca/CPG_1_F.html). Faculty of Agricultural and Environmental Sciences, Quebec, Canada H9X 3V9.
- 11) **ANONYME(6)**:[http://www.professeurphifix.net/cp/cp\\_decouverte\\_culture\\_raisin.pdf](http://www.professeurphifix.net/cp/cp_decouverte_culture_raisin.pdf) Andrée Otte. Culture du raisin 4P.
- 12) **ANONYME (7)**:<http://www.delinoix.com/raisin.html>.
- 13) **ANONYME (8)**:[www.cavusvenefera.com](http://www.cavusvenefera.com) Emmanuel B et Samuel R. (2009). De la vigne au vin. Association CavusVinifera.
- 14) **ANONYME (9)**:<http://fr.wikipedia.org/wiki/Raisin>: Table de composition nutritionnelle Ciquel (2008).
- 15) **ANONYME (10)**: CODEX. Norme pour les huiles végétales comestibles. Huile comestible de pépins de raisin. STAN 126-1981, p.149. dans CODEXALIMENTARUS. Vol. XI, 1983. FAO/OMS. Rome.
- 16) **ANONYME (11)**: CODEX Alimentarius (1981). CODEX 33-1981: Codex standard for olive oils and olive pomace oils P. 8
- 17) **ANONYME (12)**: CODEX Alimentarius (1999). CODEX STAN 210-1999: Codex standard for named vegetable oils P.13
- 18) **ANONYME(a) (2001)**: Grape seed oils S.E.D. jan 2001.79p

- 19) ANONYME(b) (2001):** Huile de pépin de raisin pressé à froid. V.I.T.I.S., Fév 2001. 87p
- 20) ANONYME (1999) :** Valeur alimentaire des grains, l'enseignement de la bromatologie à l'école national vétérinaire de Lyon.
- 21)Arbouche. ; Arbouche H S. ;2008.** pédicelles des dattes du sud algérien : effet du traitement à l'urée et du mode de stockage sur leur composition chimique et leur digestibilité .Livestock Research of Rural Development ;volume 20,article : 97
- 22)Aron P. M. & Kennedy J. A. (2008).** Flavan-3-ols: Nature, occurrence and biological activity. Molecular Nutrition & Food Research, 52, 79–104. In Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters. Meat Science 88 (2011). 179–183 pp.
- 23)Bagchi D., Bagchi M., Stohs S. J., Ray S. D., Sen C.K. & Pruess H.G. (2002).** Cellular protection with proanthocyanidins derived from grape seeds. Annals of New York Academy of Science. 957. 260–270. In Effect of heating conditions of grape seeds on the antioxidant activity of grape seed extracts. Food Chemistry 97 (2006)472–479pp.
- 24)Balbi G. (1985).** In : Les oléagineuses et leurs tourteaux. Ed. par le chevalier, Paris.176p
- 25)Barron (1988).** Huile de pépin de raisin. In: Karleskind A. (1992). Manuel des corps gras. Ed. tec. Et Doc. Lavoisier. Paris.
- 26) Barry L. S. (1989).** Codex alimentarius. Edible fats and oils. FAO/WHO.
- 27) Basile D. (1986).** Aliment. Technol. 19 In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) pp.80–83.
- 28)BELHOUT Mohamed Tayeb. ;1990,** Le secteur viticole et le vinicole en Algérie: marche interne et commerce international.
- 29) Bernard (1980).** In Manuel de viticulture. 6<sup>ème</sup> édition, J-B. baillière. Paris 414p
- 30) Beveridge T. H. J., Girard B., Kopp T., Drover J. C. G. & Agric J. (2005).** Food Chem.53. In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) pp.80–83.
- 31)Blasi D.V., Tanzi M., Lanzetta, A study on the production of agricultural residues in Italy, Biomass Bioenergy 12 (1997) 321–331.** In Supercritical extraction of grape seed oil at industrial-scale: Plant and process design, modeling, economic feasibility. Chemical Engineering and Processing 49 (2010) pp.866–872.

**32) Bogohl T. M., Casini L. & Macchioni P. (1985).** Digeribilità in vivo delle buccette d'uva trattate per l'estrazione dell'enocianina. Atti della Società Italiana delle Scienze Veterinarie, 39:459-462. In Utilisation des sous-produits de la vigne dans l'alimentation animale. E.N.S.S.A.A. - I.N.R.A. DIJON, FRANCE (1991) 11p.

**33) Boscou, D. (1996).** Olive Oil Composition. In Olive Oil: Chemistry and Technology. AOACS Press, USA, 52-83, 85-127.

**34) Bravi M., Spinoglio F., Verdone N., Adami M., Aliboni A., D'Andrea A., De Santis A. & Ferri D.,** Improving the extraction of tocopherol-enriched oil from grape seeds by supercritical CO<sub>2</sub>. Optimisation of the extraction conditions (2007). In Effect of heating conditions of grape seeds on the antioxidant activity of grape seed extracts, Food Chemistry 97 (2006) 472–479.

**35) Bucic-Kojic A., Planinic M., Tomas S., Bilic M. & Velic D. (2007).** Study of solid– liquid extraction kinetics of total polyphenols from grape seeds. Journal of Food Engineering, 81, 236–242. In Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters. Meat Science 88 (2011) 179–183pp.

**36) Castillo J., Benavente-Garcia O., Lorente J., Alcaraz M. J., Redondo A. & Ortuno A. (2000).** Antioxidant activity and radioprotective effects against chromosomal damage induced in vivo by X-rays of flavan-3-ols (procyanidins) from grape seeds (*Vitis vinifera*): Comparative study versus other phenolic and organic compounds. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 48(5), 1738–1745. In Study on infrared assisted extraction coupled with high performance liquid chromatography (HPLC) for determination of catechin, epicatechin, and procyanidin B2 in grape seeds 1872p.

**37) Chabaca R.; Larwence A.; Paynot M.; Tisserand J.L. (2000).** effet des divers conditions de traitement à l'ammoniac d'une paille de blé sur les teneurs en acide p-coumarique et férulique et dégradabilité de l'azote mesurée <in situ >. Annales de zootechnie .49 :29-38.

**38) Chenost M.; Grenet N.; Morel d'Alreux F et Zwaenepoel. (1991).** synthèse sur les pailles de céréales. Comité des sous- produits-RNED Bovins. P49.

**39) Claudia P. P., Rui M. S., Francisco A. D., Manuel A. C. & Carlos M. S. (2008).** Enhancement of the supercritical fluid extraction of grape seed oil by using enzymatically pre-treated seed. J. of Supercritical Fluids 48 (2009) 225–229pp.

**40) Claudia P. P., Rui M. S., Francisco A. D., Manuel A. C. & Carlos M. S. (2010).** Supercritical fluid extraction of grape seed (*Vitis vinifera* L.) oil. Effect of the operating conditions upon oil composition and antioxidant capacity. 635p.

**41) COOMBE, B. G. (1987).** Distribution of solutes within the developing grape berry in relation to its morphology. Am. J. Enol. Vitic. 38, 120-7.

- 42) Conkerton, E.J., Wan, P.J., Richard, O.A., 1995**, Hexane and heptane as extraction solvents for cottonseed: A laboratory-scale study, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 72: 963-965.
- 43) Di Giovacchino, L. (2000)** .Technological Aspects. In: *Handbook of olive oil: Analysis and properties*. Harwood, J. et Aparicio, R. Edition : An Aspen Publication, USA, 17-59.
- 44) Drapron R., Niguyen X. et Guilbot A. (1979)**. Développement and distribution of wheat lipase activity during the course of germination. *Cereal chemistry*, N°46, 647-655 pp.
- 45) Damal F, 2004**. Collection biologique. 3eme édition, revue corrigée pressespolytechnique et universitaire. ROMANDE. 587p.
- 46) Du, Y. et Lou, H. (2008)**. Catechin and proanthocyanidin B4 from grape seeds prevent doxorubicin-induced toxicity in cardiomyocytes. *European Journal of Pharmacology*, 591, 96–101. In *Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters*. *Meat Science* 88 (2011) pp.179–183.
- 47) Emad S. et Shaker (2006)**. Antioxidative effect of extracts from red grape seed and peel on lipid oxidation in oils of sunflower. *LWT* 39 (2006) pp.883–892.
- 48) Emilie F. (2005)**. *Connaissance des aliments: bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique*. Ed. tec. Et Doc. Lavoisier. Paris. 424P
- 49) FABIEN DESWARTE. (2007)** .Université de York ; réseau mixte technologique, éco-conception et valorisation du raisin.
- 50) Fane, A.G., 1988**, Ultrafiltration of suspensions, *Journal of Membrane Science*, 20 : 249-259.
- 51) Favier J. (1991)**. *Répertoire général des aliments* Ed. tec. Et Doc. Lavoisier. Paris.
- 52) Fenberg M., Favier J.C. et Ireland J. (1987)**. *Répertoire général des aliments: Table de composition des corps gras*. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. 168 p
- 53) Flanzly C., 2000**. *Enologia: Fundamentos Cientificosy Tecnologicos*, 1a Edicion. Ed.AMV Ediciones-Mundi Prensa, Madrid. In *Extraction of fatty acids from grape seed by superheated hexane*. *Talanta* 68 (2005).126–130 pp
- 54) Frankel E.N., Food Chem. 57 (1996) 51**. In *Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil*. *Journal of Chromatography A*, 1200 (2008) pp.80–83
- 55) Galan (1992)**. *Huile de pépins de raisin*. In: Karleskind A. (1992). *Manuel des corpsgras*. Ed. tec. Et Doc. Lavoisier. Paris.1580p.

- 56) Galet P. (1988).** Précis de viticulture. 5eme Ed. Imprimerie Déhan-parc Euromédecine-Moutpellier. 607p.
- 57) Galet P. (1993).** Précis de viticulture 6eme Ed. Lavoisier. 582p
- 58) Heinonen M., Valsta L., Anttolainen M., Ovaskainen M.L., Nen L.H. & Mutanen M.J. Food Comp. Anal. 10 (1997) 3.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) pp.80–83p.
- 59) Hidalgo L. (2005).** Taille de la vigne. Ed la vigne DUNOD. Paris. 259 p  
Hruschka S., Friche F (1998). New oil extraction process: FRIOLEX. O.C.L., Vol.5, Sep-oct., pp. 356-360.
- 60) Herman L., Margaret S., Monica W., Ellen T. & Liangli (Lucy) Y. (2011).** Fatty acid composition, oxidative stability, antioxidant and antiproliferative properties of selected cold-pressed grape seed oils and flours. Food Chemistry (2011).
- 61) Hojilla-Evangelista, M.P., Johnson, L.A., 2002,** Factors affecting oil extraction/water adsorption in sequential extraction processing of corn, J. Am. Oil Chem. Soc., 79 : 815-823.
- 62) Hron, R.J., Koltun, S.P., Graci, A.V., 1982,** Biorenewable solvents for vegetable oil extraction, J. Am. Oil Chem. Soc., 59 : 674A.
- 63) Hron, R.J., Koltun, S.P., 1984,** An aqueous ethanol extraction process for cottonseed oil, J. Am. Oil Chem. Soc., 61 : 1457-1460.
- 64) Hron, R.J., Abraham, G., Kuk, M.S., Fisher, G.S., 1992,** Acidic ethanol extraction of cottonseed, J. Am. Oil Chem. Soc., 69: 951-952.
- 65) Hron, R.J., Kuk, M.S., Abraham, G., Wan, P.J., 1994,** Ethanol extraction of oil, gossypol and aflatoxin from cottonseed, J. Am. Oil Chem. Soc., 71 : 417-421.
- 66) Huglin P. (1986).** Biologie et écologie de la vigne. Ed. Payot Lausanne. Paris. 371p.
- 67) Hu, W., Wells, J.H., Tai-Shun Shin, Godber, J.S., 1996,** Comparison of isopropanol and hexane for extraction of vitamin E and oryzanols from stabilized rice bran, J. Am. Oil Chem. Soc., 73 : 1653-1656.
- 68) Janisch K. M., Ölschläger C., Treutter D. & Elstner E. F. (2006).** Simulated digestion of Vitis vinifera seed powder: Polyphenolic content and antioxidant properties. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54, 4839–4848. In Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters. Meat Science 88 (2011) pp.179–183.
- 69) Johnson, L.A., Lusas, E.W., 1983,** Comparison of alternative solvents for oils extractions, J. Am. Oil Chem. Soc., 60: 229-242.

- 70) Johnson, L.A., Farnsworth, J.T., Sadek, N.Z., Chamkasem, N., Lusas, E.W., Reid, B.L., 1986,** Pilot plant studies en extracting cottonseed with methylene chloride, J. Am. Oil Chem. Soc., 63 : 647.
- 71) Juillet A. (1985).**Les oléagineux et leurs tourteaux. Ed. Pau le chevalier, Paris. 640p.
- 72) kamel B.S., Dawson H. et Kakuda Y. (1990).**Characteristics and composition of melon and grape seed oils and cakes. J.A.O.C.S., Vol. 62, 880-883pp.
- 73) Karleskind A. (1992).** Manuel des corps gras. Ed. tec. Et Doc. Lavoisier. Paris.1580p.
- 74)Kirk-Othmer, 1992,** Encyclopedia of chemical technology Vol. 10, John Wiley and Sons, New York.
- 75)Kwiatkowski, J.R., Cheryan, M., 2002,** Extraction of oil from ground corn using ethanol, J. Am. Oil Chem. Soc., 79 : 825-829.
- 76)Lanoiselle J.L. (1994).** Le pressage hydrolique des oléagineux. R.F.C.G., Vol. 41,N°314, pp.61-71.
- 77) Lavaud J.J. (1982).** Les lipides de différentes catégories des pépins de raisin d'ugni blanc lors de la maturité des baies. Revue connaissance de la vigne et du vin, N°16.196-217pp.
- 78)Lavaud J.J. (1986).** Evolution des réserves lipidiques des pépins de raisins pendant leur germination. Revue connaissance de la vigne et du vin, N°4. 253-271pp.
- 79) Laure M. (1991).** Utilisation des sous-produits de la vigne dans l'alimentation animale.E.N.S.S.A.A, -I.N.R.A, DIJON, France.11p.
- 80) Lisiane d. S. F., Rosangela A. J., Marc F. R., Andreia L. d. S., Elina B. C. (2008).**Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. 80p
- 81)Liu Y., Yin J.X., Zhao M.S., Yan K.M., Wang H.M., Food Oil 10 (2001) 36.** In Extraction of fatty acids from grape seed by superheated hexane (2005) 126p.
- 82) Lou X., Janssen H., Cramers C.A., Anal. Chem. 69 (1997) 1598.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) pp.80–83.
- 83)Lu Y. & Foo L. Y. (1999).** The polyphenol constituents of grape pomace. Food Chemistry, 65, 1–8. In Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters. Meat Science 88 (2011) pp.179–183.

- 84) Luque-Rodriguez., Luque de Castro M.D., Pérez-Juan P. (2005).**Extraction of fatty acids from grape seed by superheated hexane.129p
- 85)M. Claude FLANZY M. Bourzeix, J.L. Escudier, J. Mourgues.** Ouvrage collectif coordonné ,2005 , Eléments d'œnologie. Edition Lavoisier ,344p.
- 86) Maier T. S., Andreas K. & Dietmar R. C. (2009). Residues of grape (Vitis vinifera L.)Seed oil production as a valuable source of phenolic antioxidants. Food Chemistry, 112(3), 551–559.** In Phenolic compounds and antioxidant properties of different grapecultivars grown in China. Food Chemistry 119 (2010) pp.1557–1565.
- 87) Mann, G.E., Carter, F.L., Frampton, V.L., Watts, A.B., Johnson, C., 1962,** Evaluation of cottonseed meals prepared by extraction with acetone-water mixture, J. Am. Oil Chem. Soc., 39 : 86.
- 88) Marquelier (1993).** Extraction d'oligomères procyanidoliques (O.P.C) des pépins de raisin In : Utilisation des raisins pour élaboration autre produits que des boissons.R.F.O., N°155, pp.23-29.
- 89) Marsin S. M., See H.H., Ibrahim W.A.W. & Naim A.A., Anal. Chim. Acta 538 (2005)71.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil.
- 90)Mayer R., Stecher G., Wuerzner R., Silva R. C., Sultana T., and Trojer L. (2008) .**Proanthocyanidins: Target compounds as antibacterial agents. Journal of Agriculturaland Food Chemistry, 56, 6959–6966. In Grape seed flour is a viable ingredient to improve the nutritional profile and reduce lipid oxidation of frankfurters. Meat Science88 (2011) pp.179–183.
- 91)Merrien A. (1992).** L'huile de tournesol. In: Karleskind A. (1992). Manuel des corps gras. Ed. Tec. Et Doc. Lavoisier. Paris.1580p.
- 92) Mourgues J. (1995).** Utilisation des raisins pour élaboration autre que des boissons. R.F.O., N°155, pp.23-29.
- 93)Nandakumar V., Singh T. & Katiyar S. K. (2008).** Multi-targeted prevention andtherapy of cancer by proanthocyanidins. Cancer Letters, 269(2), 378–387. In Phenolic compounds and antioxidant properties of different grape cultivars grown in China (2010) 1557p.
- 94)Ohnichi M., Shji H., Masayuk K., Ito S. & Yasuhiko F. (1990).** Chirical composition of lipids, especialy triacylglycerol in grape seed. Agri. Biol. Chem., Vol54, N°4, 1035-1042 pp.
- 95)Oomah B.D., Liang J., Godfrey D., Mazza G., Agric J. Food Chem. 46 (1998) 4017.**In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) 80–83 pp.

**96) Pagliero, C., Ochoa, N., Marchese, J., Mattea, M., 2004,** Vegetable oil degumming with polyimide and polyvinylidene fluoride ultrafiltration membrane, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 79 : 148-152.

**97) Proctor, A., Bowen, D.J., 1996,** Ambient-temperature extraction of rice bran oil with hexane and isopropanol, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 73 : 811-813.

**98) Peschel W., Sanchez-Rabaneda F., Diekmann W., Plescher A., Gartzia I. & Jimenez D. (2006).** An industrial approach in the search of natural antioxidants from vegetable and fruit wastes. *Food Chemistry*, 97(1), 137–150. In *Food Chemistry* 108 (2008) 1122–1132 pp.

**99) Peyre P. (1949).** *La vigne et le vin*; Ed jouve et C1e, paris. 130 p.

**100) Pinent M., Blay M., Bladé M. C., Salvad M. J., Arola L. & Ardévol A. (2004).** Grape seed-derived procyanidins have an antihyperglycemic effect in streptozotocin-induced diabetic rats and insulinomimetic activity in insulin-sensitive cell lines. *Endocrinology*, 145, 4985–4990 In *Phenolic compounds and antioxidant properties of different grape cultivars grown in China. Food Chemistry* 119 (2010) 1557–1565 pp. *A, 1200 (2008).* 80–83 pp.

**101) Pioch, D., Larguèze, C., Graille, J., Ajana, H., Rouviere, J., 1998,** Towards an efficient membrane based vegetable oils refining, *Industrial Crops and Products*, 7 : 83-89.

**102) Proctor, A., Bowen, D.J., 1996,** Ambient-temperature extraction of rice bran oil with hexane and isopropanol, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 73 : 811-813.

**103) Reynier A. (1991).** *Manuel de viticulture*. 6<sup>ème</sup> édition, J-B. baillière. Paris 414 p.

**104) Reynier A. (2003).** *Manuel de viticulture*. 9<sup>ème</sup> édition, Lavoisier. 548 p.

**105) Richard G. MAROUN,** Faculté des sciences Université Saint-Joseph, Valorisation des coproduits des industries du vin, Journée de la Recherche à l'USJ Mercredi 8 février 2012.

**106) Ribereau-Gayon J. (1971).** *Science et techniques de la vigne*. Ed. Dunod, paris. 762 p.

**107) Ruperez F.J., Martin D., Herrera E., Barbas C. J., Chromatogr.A935 (2001)** 45 In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. *Journal of Chromatography A*, 1200 (2008).80–83 pp.

**108) Schafer K., Anal. Chim. Acta 358 (1998) 69.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. *Journal of Chromatography A*, 1200 (2008).80–83 pp.

- 109) Shah, K.J., Venkatesan, T.K., 1989**, Aqueous isopropyl alcohol for extraction of free fatty acids from oils, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 66 : 783-787.
- 110) Sineiro J., Dominguez H., Nunez M.J., Alimentacion, equipos y tecnologia Abril 1995.**In Extraction of fatty acids from grape seed by superheated hexane. *Talanta* 68 (2005) 126–130 pp.
- 111) Sineiro, J., Dominguez, H., Nunez, M.J., Lema, J.M., 1998**, Ethanol extraction of sunflower oil in a pulsing extractor, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 75 : 753-754.
- 112) Singh, M.S., Farsaie, A., Stewart, L.E., Douglass, L.W., 1984**, Development of mathematical models to predict sunflower oil expression, *Transactions of the ASAE*, 28: 1190-1194.
- 113) Solinas M. (1992).**les principes d'extraction de l'huile des olives. *Olivae*, N°42, pp.31-37.
- 114) Soulier J. (1990).** Etude de la fraction des huiles de graines de quelques rosaceas. *R.F.C.G.*, Vol 33, N°3, pp.115-117.
- 115) Snape, J.B., Nakajima, M., 1996**, Processing of agricultural fats and oils using membrane technology, *Journal of Food Engineering*, 30: 1-41.
- 116) Stefanie B., Gerald S., Sabine K., Heidrun U. & Gerhard B. (2007).**Characterisation of various grape seed oils by volatile compounds, triacylglycerol composition, total phenols and antioxidant capacity. 1122p.
- 117) Terra X., Valls J., Vitrac X., Merrillon J. M., Arola L. & Ardevol A. (2007).**Grape seed procyanidins act as antiinflammatory agents in endotoxin-stimulated RAW264.7 macrophages by inhibiting NFkB signaling pathway. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 55(11), 4357–4365. In Study on infrared-assisted extraction coupled with high performance liquid chromatography (HPLC) for determination of catechin, epicatechin, and procyanidin B2 in grape seeds 1872p.
- 118) Thorsten M., Andreas S., Dietmar R. K. & Reinhold C.** Residues of grape (*Vitis vinifera* L.) seed oil production as a valuable source of phenolic antioxidants. *Food Chemistry* 112 (2009) 551–559.
- 119) Toschi T.G, Bendini A., Ricci A. & Lercker G., Food Chem. 83 (2003) 551.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. *Journal of Chromatography A*, 1200 (2008) pp.80–83.
- 120) Toussaint F. (2003).** Du grain de raisin au vin.26P, paris.
- 121) Traber M.G., Packer L. & Am J. Clin. Nutr. 62 (1995) 1501S.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. *Journal of Chromatography A*, 1200 (2008) pp.80–83.

- 122) Tucker J.M. & Townsend D.M., Biomed. Pharmacother. 59 (2005) 380.** In Pressurized liquid extraction of vitamin E from Brazilian grape seed oil. Journal of Chromatography A, 1200 (2008) pp.80–83.
- 123) Wan, P.J., Pakarinen, D.R., Hron, R.J. Richard, O.L., Conkerton, E.J., 1995,** Alternative hydrocarbon solvents for cottonseed extraction, J. Am. Oil Chem. Soc., 72 : 653-659.
- 124) Warner K. (1988).** Analysis of tocophérols and phytosterols in vegetables oils by HPLC. J.A.O.C.S., Vol. 67, N°11. 827-831 pp.
- 125) Wiesenborn, D., Doddapaneni, R., Tostenson, K., Kangas, N., 2001,** Cooking indices to predict screw-press performance for crambe seed, J. Am. Oil Chem. Soc., 78 : 467-471.
- 128) Yamakoshi J., Saito M., Kataoka S. & Tokutake S. (2002).** Procyanidin-rich extract from grape seeds prevents cataract formation in hereditary cataractous (ICR/f) rats. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 50(17), 4983–4988. In Study on infraredassisted extraction coupled with high performance liquid chromatography (HPLC) for determination of catechin, epicatechin, and procyanidin B2 in grape seeds 1872p.

## ***Table des matières***

## Table des matières

Remercîment	
Dédicaces	
Résumés	
Sommaire	
Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Listes des figures	
<b>Introduction générale</b> .....	<b>01</b>
<b>Partie I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
<b>1. Situation économique de la filière vitivinicole</b> .....	<b>03</b>
1.1.. Dans le monde.....	03
1.1.1. La superficie.....	03
1.1.2. La production.....	04
1.1.3. La consommation.....	06
1.2. En Algérie.....	08
1..2.1. La superficie.....	08
1.2.2. La production.....	11
1. 2.3. La transformation.....	13
1.2.4. La consommation.....	14
<b>2. Aspect botanique du raisin</b> .....	<b>15</b>
2.1.-Cultures et développement.....	15
2.1.1. Cycle végétatif.....	16
2.1.2 Cycle reproducteur.....	16
2.1.3. Exigences culturelles.....	17
2.1.3.1. La composition des sols .....	17
2.1.3.2 Des soins apportés au vignoble .....	17

## Table des matières

---

2.1.3.3. Le climat .....	17
2.2. Systématique de la vigne .....	18
2.3. Structure de la grappe de raisin .....	21
2.4. La pellicule.....	23
2.5. La pulpe.....	23
2.6. Les graines ou pépins.....	23
2.6.1. Structure .....	24
<b>3. Huile de pépins de raisin.....</b>	<b>26</b>
3.1. Propriétés physiques des pépins.....	25
3.2. Propriétés biochimique des pépins de raisin.....	25
3.2.1. Humidité.....	25
3.2.2. Teneur en éléments minéraux.....	25
3.2.3. Fraction lipidique.....	26
3.2.4. Fraction protéique.....	26
3.2.5. Fraction glucidique.....	27
4. Caractéristique physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin	
4.1. Propriétés physico-chimiques	
4.2. Composition chimique .....	28
4.2.1. Fraction saponifiable	
4.2.1.1 Acides gras.....	28
4.2.1.2 Triglycérides.....	29
4.2.2. Fraction insaponifiable.....	30
4.2.2.1. Stérols.....	31
4.2.2.2. Tocophérols.....	32
<b>4. Technologie de transformation du raisin.....</b>	<b>33</b>
4.1. Procède de transformation du raisin.....	33
4.2. Les différents produits à base de raisin.....	34

## Table des matières

---

4.2.1. Raisin frais.....	34
4.2.2. Raisin sec.....	34
4.2.3. Jus de raisin.....	34
4.2.4. vin.....	34
4.2.5. Moûts concentrés.....	34
4.2.6. Verjus.....	35
4.2.7. Pétillant de raisin.....	35
4.2.8. Moutarde au raisin.....	35
4.3. Sous-produits de raisins.....	36
4.4. Valorisation des sous-produits de raisin.....	37
4.4.1. Utilisation des marcs de raisin.....	37
4.4.2. Utilisation des pépins de marc de raisin.....	38
4.4.2.1. Les pépins source de lipides.....	38
4.4.2.2. Tourteaux de pépins de raisin.....	38
4.4.2.3. Extraction d'oligomère procyanidoliques (O.P.C) de pépins de raisin.....	39
4.5. Domaine d'utilisation de l'huile de pépins de raisin.....	40
4.5.1. Utilisation thérapeutique .....	40
4.5.2. Utilisation cosmétique .....	40
4.5.3. Utilisation cosmétique alimentaire .....	41
4.6 Effets des paramètres influençant le rendement d'huile de pépins de raisin.....	42
4.6.1 Nature des solvants.....	42
4.6.2 Température.....	43
4.6.3. Granulométrie.....	43
<b>Partie II : ETUDES EXPERIMENTALE</b>	
<b>Chapitre 2 : Matériel et méthodes.....</b>	<b>44</b>
2.1. Matériel végétal.....	45
2.1.1. Origine.....	45

## Table des matières

---

2.1.2. Provenance.....	46
2.1.3. Préparation de l'échantillon.....	48
2.1.4. Les facteurs influençant le rendement de l'huile de pépins de raisin (taux d'extraction).....	49
2.1.4.1 Nature des solvants.....	49
2.1.4.2 Granulométrie.....	50
2.1.4.3 température.....	50
2.1.4. Extraction de l'huile de grains de raisin.....	51
2.2. Méthode d'analyse.....	53
2.2.1. Analyses biochimiques des grains de raisin.....	53
2.2.1.1. Détermination de la teneur en matière sèche/eau.....	53
2.2.1.2. Détermination de la teneur en cendre.....	54
2.2.1.3. Détermination de la teneur en azote total et protéines.....	55
2.2.1.4. Détermination de la teneur en matière grasse.....	57
2.2.1.5. Détermination de la teneur en cellulose brute .....	59
2.2.1.6. Détermination de la teneur en sucres totaux .....	60
2.2.2. Analyses physico-chimiques de l'huile de grains de raisin.....	60
2.2.2.1. Détermination de l'acidité et l'indice d'acidité.....	60
2.2.2.2. Détermination de l'indice d'iode.....	62
2.2.2.3. Détermination de l'indice de peroxyde.....	63
2.2.2.4. Détermination de l'indice de saponification.....	65
2.2.2.5. Détermination de l'indice de réfraction.....	67
2.2.2.6. Détermination de l'insaponifiable.....	67
2.2.2.7. Détermination de la densité.....	69
2.2.2.8. Détermination de l'absorbance dans l'ultraviolet.....	70
2.2.2.8. Détermination de la viscosité.....	71
2.2.2.9. Dosage des composés phénolique totaux.....	73

## Table des matières

---

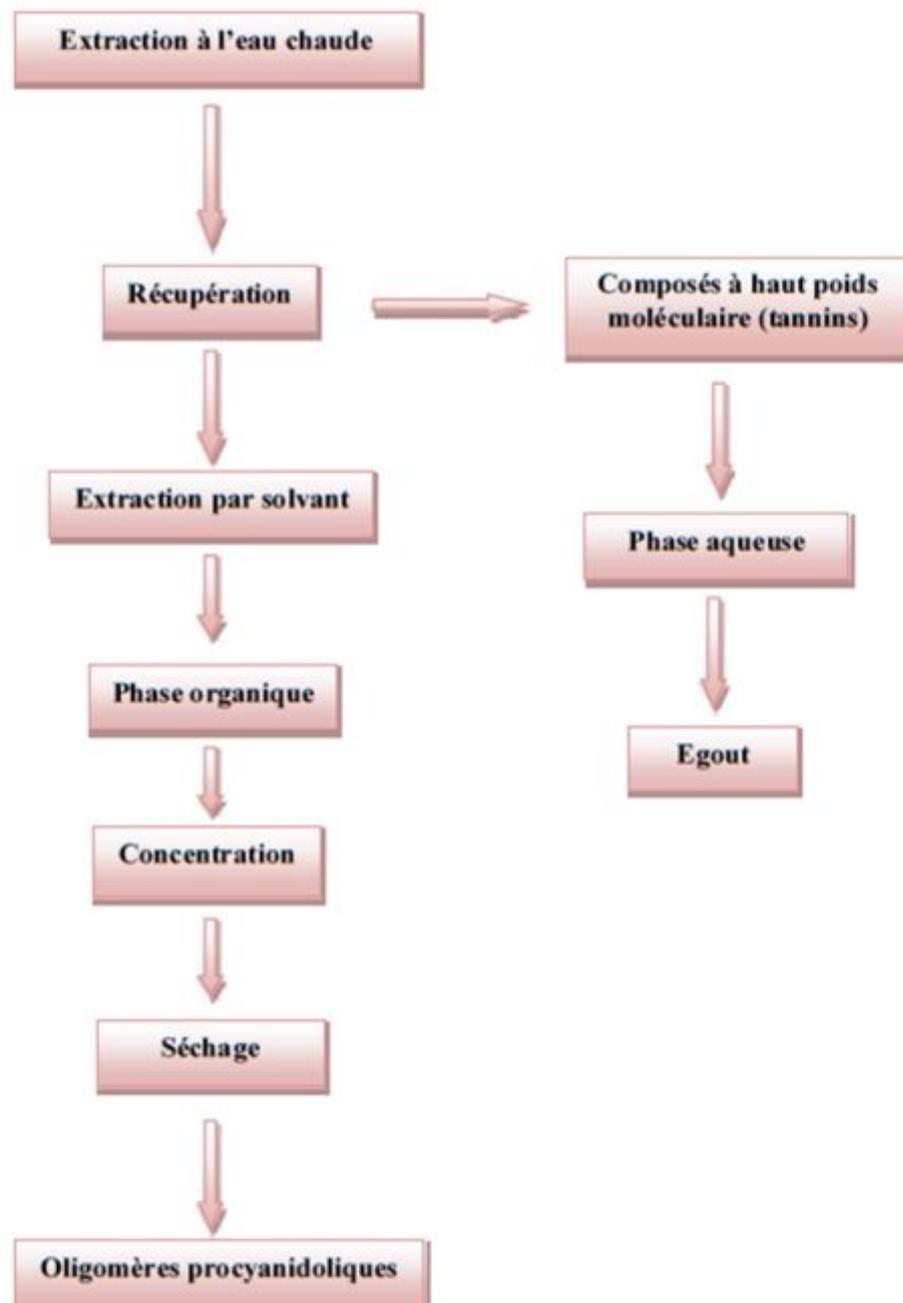
2.2.2.10. Détermination de la teneur en chlorophylle.....	74
2.2.2.11. Détermination de la teneur en B -carotène.....	75
2.2.3. Détermination du profil en acides gras de l'huile de grains de raisin.....	76
2.2.3.1. Préparation des esters méthyliques d'acides gras.....	76
2.2.3.2. Analyse chromatographique.....	77
2.2.4. Analyse statistique.....	79
<b>Chapitre 3 : résultats et discussion.....</b>	<b>80</b>
3.1. Caractéristiques biochimiques des graines de raisin.....	80
3.2. Résultats des paramètres influençant le rendement en huile des graines de raisin.....	82
3.2.1 Nature des solvants.....	82
3.2.2. Granulométrie.....	83
3.2.3 Température.....	84
3.3 Propriétés physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin .....	86
3.3.1. Rendement d'extraction en l'huile de pépins.....	86
3.3.2 Caractéristiques physico-chimiques.....	86
3.4. Résultats de la détermination du profil en acides gras de l'huile de graines de raisin.....	91
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>95</b>

Références bibliographiques

Table des matières

Annexes

Annexes



**Figure N° 32:** Procédé d'extraction d'O.P.C. à partir des pépins de raisin  
(Marquelier, 1993).

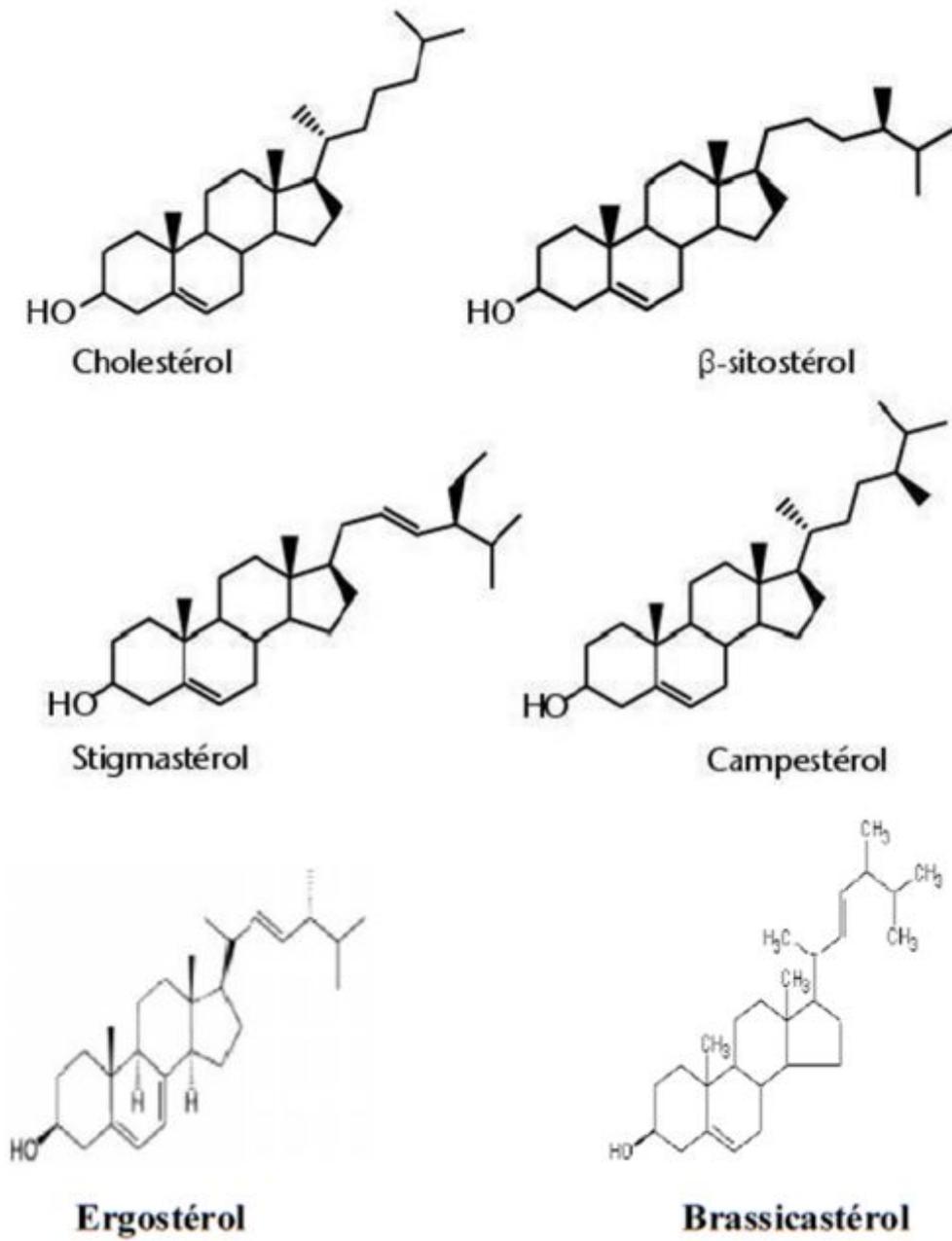
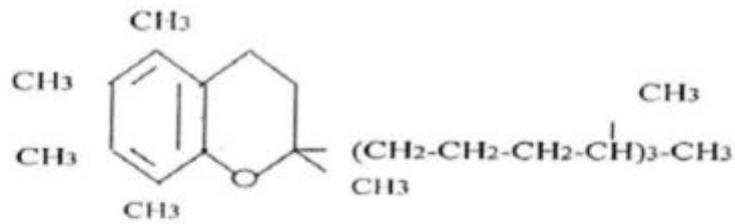
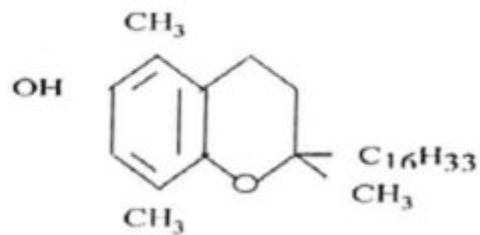


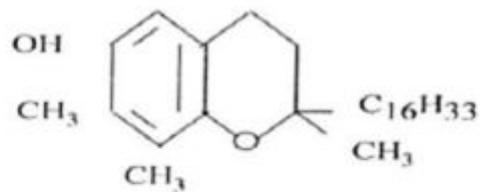
Figure N° 33 : Les différentes formes de stérols.



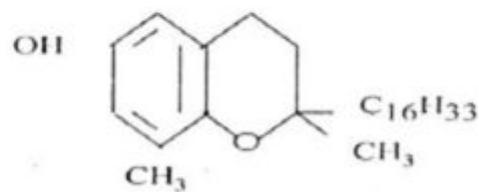
### 5.7.8-Triméthyl- Alpha tocophérol



### 5.8- Diméthyl – Bêta tocophérol



### 7.8- Diméthyl- Gamma tocophérol



### 8- Méthyl – Delta tocophérol

Figure N° 34: Les différentes formes de tocophérols (Warner, 1988).

**Tableau N° 26: la teneur en cendre(%)des pépins de raisin.**

	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>M.M (%)</b>
<b>1</b>	34,8247	2 ,0578	34,8666	<b>2,0361</b>
<b>2</b>	34 ,9618	2 ,0000	35 ,0043	<b>2,1250</b>
<b>3</b>	33,3251	2,0321	33 ,3645	<b>1,9388</b>
<b>Moyenne</b>				<b>2,03±0,09</b>

**P<sub>1</sub>** : masse de la capsule vide ;

**P<sub>2</sub>**: masse de l'échantillon humide ;

**P<sub>3</sub>**: masse de la capsule + cendre.

**Tableau N° 27: la teneur en lipides (%) des pépins de raisin.**

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub>(g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>M.G(%)</b>
<b>1</b>	5,0	133,9854	134 ,5949	<b>12</b>
<b>2</b>	5,0	134 ,1573	134,7873	<b>12 ,6</b>
<b>3</b>	5,0	134 ,3948	134 ,9648	<b>11,4</b>
<b>Moyenne</b>				<b>12± 0,42</b>

**P<sub>1</sub>**: poids du ballon vide ;

**P<sub>2</sub>** : poids du ballon huile extraite ;

**P<sub>3</sub>** : poids de la prise d'essai ;

**MG** : matière grasse.

**Tableau N°28: la teneur en cellulose brute(%)des pépins de raisin.**

	<b>P à105°C</b>	<b>P' à500°C</b>	<b>m</b>	<b>CB(%)</b>
<b>1</b>	139 ,9936	139,2703	2,0	<b>36,16</b>
<b>2</b>	139,7544	139,0522	2,0	<b>35,11</b>
<b>3</b>	139 ,8811	139,2015	2 ,0	<b>33,98</b>
<b>moyenne</b>				<b>35 ,08±1,09</b>

**P** est le poids, en gramme, du creuset séché à 105°C ;

**P'** est le poids, en gramme, du creuset calciné à 500°C ;

**m** est la masse, en gramme, de la prise d'essai.

**Tableau N° 29:** la teneur en protéines (%) des pépins de raisin.

	<b>m(g)</b>	<b>V<sub>1</sub></b>	<b>V<sub>0</sub></b>	<b>azote</b>	<b>F</b>	<b>P%</b>
<b>1</b>	1	3,80	0,73	1,0745	5,3	5,69
<b>2</b>	1	3,94	0,70	1,1340	5,3	6,01
<b>3</b>	1	3,85	0,68	1,1095	5,3	5,88
<b>moyenne</b>						<b>5,86±0,22</b>

**P%** : taux de protéines exprimé en pourcentage de masse ;

**N** : normalité de l'acide chlorhydrique qui de l'ordre de 0,25 ;

**V<sub>1</sub>** : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour le titrage ;

**V<sub>0</sub>** : volume en ml de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc ;

**m** : la masse en (g) de la prise d'essai ;

**F** : facteur de conversion pour obtenir le taux de protéines brut à partir de l'azote total qui est d'ordre 5,3 (graines oléagineuses).

### Les facteurs influençant le rendement de l'huile

#### ➤ Paramétré nature des solvants

**Tableau N° 30 :** Rendement de l'huile (%) par l'hexane des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub>(g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	133,9540	134 ,5230	11,4
<b>2</b>	5,0	142 ,5617	142,0217	10,8
<b>3</b>	5,0	144 ,0248	143 ,4448	11,6
<b>moyenne</b>				<b>11,25 ±0,42</b>

**Tableau N° 31 :** Rendement de l'huile (%) par l'éther de pétrole des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	151,0866	150,5666	10 ,4
<b>2</b>	5,0	145 ,8522	145,3522	10
<b>3</b>	5,0	139 ,1799	138 ,6499	10 ,6
<b>moyenne</b>				<b>10,15±0,22</b>

**Tableau N° 32** : Rendement de l'huile %par le Chloroforme des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	151,9086	151,5486	7,2
<b>2</b>	5,0	142,1542	141,7842	7,4
<b>3</b>	5,0	139,6601	139,3201	6,8
<b>moyenne</b>				<b>7,13 ±0,31</b>

**Tableau N° 33** : Rendement de l'huile %par L'éthanol des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	142,1142	141,7842	6,6
<b>2</b>	5,0	139,6401	139,3201	6,4
<b>3</b>	5,0	151,8486	151,5486	6,6
<b>moyenne</b>				<b>6,33± 0,31</b>

➤ **Paramètre de granulométrie**

**Tableau N° 34** : Rendement de l'huile% pour les graines broyées des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	145,19 59	144,5759	12,4
<b>2</b>	5,0	145,2411	144,6611	11,6
<b>3</b>	5,0	145,3220	144,7220	12
<b>moyenne</b>				<b>12±0,40</b>

**Tableau N° 35** : Rendement de l'huile% pour les graines non broyées des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub> (g)</b>	<b>P<sub>2</sub> (g)</b>	<b>P<sub>1</sub> (g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	142,1364	141,7464	7,8
<b>2</b>	5,0	142,1364	141,7464	7,4
<b>3</b>	5,0	151,8886	151,5486	7
<b>moyenne</b>				<b>7,4±0,40</b>

**Paramètre de température****Tableau N° 36** : Rendement de l'huile (%) pour Graines torréfiés des pépins de raisins.

	<b>P<sub>3</sub>(g)</b>	<b>P<sub>2</sub>(g)</b>	<b>P<sub>1</sub>(g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	144,7940	144,7220	1,44
<b>2</b>	5,0	141,8264	141,7464	1,60
<b>3</b>	5,0	144,7261	144,6611	1,3
<b>moyenne</b>				<b>1,45 ±0,15</b>

**Tableau N° 37** : Rendement de l'huile (%) pour les graines non torréfiées des pépins de raisins.

	<b>P<sub>1</sub>(g)</b>	<b>P<sub>1</sub>(g)</b>	<b>P<sub>2</sub>(g)</b>	<b>Rendement(%)</b>
<b>1</b>	5,0	145,3220	144,7220	12
<b>2</b>	5,0	145,2920	144,7220	11,4
<b>3</b>	5,0	145,2911	144,6611	12,6
<b>moyenne</b>				<b>12 ±0,60</b>

➤ **Les indices chimiques****Tableau N° 38** : La teneur de l'acidité de l'huile de pépins de raisins.

	<b>m (g)</b>	<b>V (ml)</b>	<b>C (mol/l)</b>	<b>M (g /mol)</b>	<b>Acidité %</b>
<b>1</b>	10	21	0,1	282	<b>5,92</b>
<b>2</b>	10	25	0,1	282	<b>7,33</b>
<b>3</b>	10	26	0,1	282	<b>7,05</b>
<b>moyenne</b>					<b>6,76±0,74</b>

**Tableau N° 39** : La teneur de l'indice d'acide de l'huile de pépins de raisins.

	<b>m (g)</b>	<b>V (ml)</b>	<b>C (mol/l)</b>	<b>coefficient</b>	<b>IA</b>
<b>1</b>	10	21	0,1	56,1	11,78
<b>2</b>	10	25	0,1	56,1	14,58
<b>3</b>	10	26	0,1	56,1	14,02
<b>moyenne</b>					<b>13,46±1,48</b>

**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

**C** : est la concentration exacte, en mole par litre, de la solution titrée de KOH utilisée;

**56,1** : est la masse molaire en gramme par mole de KOH.

**M** : masse molaire en gramme par mole de l'acide oléique=282 g /mol (l'acide adopté à tous les corps gras

**Tableau N° 40** : La Teneur de l'indice d'iode de l'huile de pépins de raisins.

	<b>M(g)</b>	<b>coefficient</b>	<b>C</b>	<b>V<sub>1</sub>(ml)</b>	<b>V<sub>2</sub>(ml)</b>	<b>li</b>
<b>1</b>	0,13	12,69	0,1	21	7,3	133,73
<b>2</b>	0,13	12,69	0,1	21	7	136,66
<b>3</b>	0,13	12,69	0,1	21	7,5	131,78
<b>moyenne</b>						<b>134,05±2,45</b>

**C** : est la concentration, en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium ;

**V<sub>1</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc ;

**V<sub>2</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour la détermination ;

**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

**Tableau N° 41** : La teneur de l'indice de peroxyde de l'huile de pépins de raisins.

	<b>M(g)</b>	<b>T(N)</b>	<b>V<sub>1</sub>(ml)</b>	<b>V<sub>0</sub>(ml)</b>	<b>IP</b>
<b>1</b>	2,02	0,002	12 ,9	0,7	12,07
<b>2</b>	2	0,002	13 ,2	0,7	12,50
<b>3</b>	2	0,002	11	0,7	10
<b>moyenne</b>					11,62 ±1,16

**I.P** : Indice de peroxyde exprimé en méq O<sub>2</sub>/kg MG ;

**V<sub>0</sub>**:le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc ;

**V<sub>0</sub>**: le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour la Détermination ;

**T** : la normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée ;

**m** : la masse en gramme de la prise d'essai.

**Tableau N° 42** : La Teneur de l'indice de saponification de l'huile de pépins de raisins.

	<b>m(g)</b>	<b>T(N)</b>	<b>V<sub>0</sub></b>	<b>V<sub>1</sub></b>	<b>coefficient</b>	<b>IS</b>
<b>1</b>	2	0,5	22,56	9	56,1	<b>190,17</b>
<b>2</b>	2	0,5	22,56	9,1	56,1	<b>188,77</b>
<b>3</b>	2	0,5	22,56	8,9	56,1	<b>191,58</b>
<b>moyenne</b>						<b>190,17± 1,4</b>

**I.S** : indice de saponification en mg KOH/g MG

**V<sub>0</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour l'essai à blanc ;

**V<sub>1</sub>** : est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination ;

**T** : est la normalité exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ;

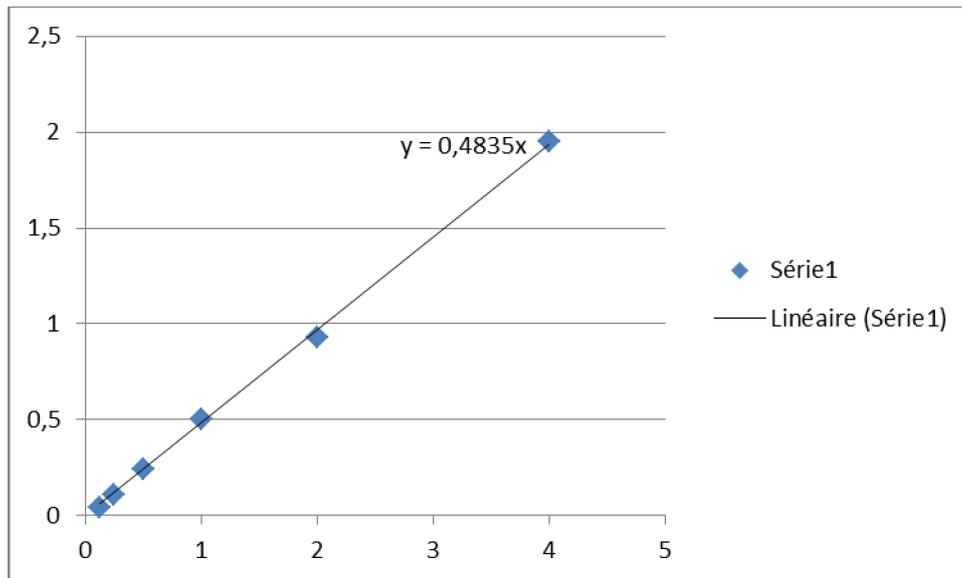
**m** : est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

**Tableau N° 43** : La Teneur en insaponifiable de l'huile de pépins de raisins.

	<b>m<sub>0</sub>(kg)</b>	<b>m<sub>0</sub>(g)</b>	<b>m<sub>1</sub></b>	<b>Insaponifiable (g/kg)</b>	<b>Insaponifiable %</b>
<b>1</b>	<b>0,5</b>	5,0	9,425	18,85	188,5
<b>2</b>	<b>0,5</b>	5,0	9,630	18,85	188,5
<b>3</b>	<b>0,5</b>	5,0	9,540	19,08	190,8
<b>moyenne</b>				<b>19,06± 0,2</b>	<b>19,06± 0,2</b>

**m<sub>1</sub>** est la masse, en grammes, du résidu ;

**m<sub>0</sub>** est la masse, en grammes ou en kg, de la prise d'essai.



**Figure N°37:** Courbe d'étalonnage de l'acide gallique