

République Algérienne Démocratique et Populaire

Université Abdelhamid Ibn
Badis-Mostaganem
Faculté des Sciences de la
Nature et de la Vie



جامعة عبد الحميد بن باديس
مستغانم
كلية علوم الطبيعة والحياة

DEPARTEMENT D'AGRONOMIE

MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

Présenté par

Mme LAOUEDJ MERYEM épouse NOUMIA

Melle KERROUM YAMINA

Pour l'obtention du diplôme de

MASTER EN PRODUCTION VEGETALES

THÈME

**Extraction et étude physico-chimique d'une
huile végétale extraite à partir d'une
oléagineuse (*prunus amygdalus dulcis*)**

DEVANT LE JURY :

Présidente : Dr. MAGHNIA Djamila MCA université de Mostaganem.

Examinatrice : Dr. ADJOU DJ Fatma MCB université de Mostaganem.

Encadrant : Dr. YAHIAOUI Hassiba MCA université de Mostaganem.

*Thème réalisé au laboratoire de biochimie n°1 Université Abdelhamid Ibn
Badis-Mostaganem, Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie.*

Année Universitaire : 2023/2024



Dédicace

À celui dont je porte le nom avec fierté, je demande à Dieu d'avoir pitié de toi et de t'admettre au Paradis. J'espérais que ce moment de ma vie témoignerait avec moi de la personne la plus chère et la plus aimée de mon cœur... mon père.

À ma mère, source d'espoir et d'amour dans ma vie, ses prières sont le secret de ma réussite. Je t'aime, maman, du fond du cœur.

À ma petite famille, mes frères ma force, j'espère que Dieu vous protégera et vous accordera la santé et tout ce que vous et vos enfants souhaitez, en particulier ma sœur NADJET.

À mes amis HAYAT KHEIRA IKRAM, en particulier MERYEM, tous les mots de remerciement ne suffisent pas. Merci pour votre présence dans ma vie.

YAMINA





Dédicace

*Je tiens à dédier ce modeste travail à la lumière de ma vie
mes chers parents.*

A mon cher mari « Bouzid », à mes deuxième chers parents.

A mes sœurs et mon frère « Ameur », et à toutes ma familles.

*Et toutes mes amies Amina, Soumia, Salima pour leur
soutient, leur amour qui mon toujours encouragé et souhaité
la réussite.*

A ma copine « ma belle Yamina ».

MERYEM



Remerciements



En premier lieu, nous remercions **Dieu** tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté et la patience pour réaliser ce travail.

Nous tenons en deuxième lieu à remercier notre encadrant **Mme YAHIAOUI Hassiba** pour son aide précieuse, ses encouragements et ses conseils avisés tout au long de cette étude. Nous le remercions pour sa patience, son écoute et sa disponibilité. Qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude.

Nous tenons également à remercier **Mme Maghnia Djamila** pour avoir accepté de présider ce jury ainsi que **Melle Adjoudj fatma** et pour avoir accepté de juger ce travail.

Nos remerciements vont aussi à **tous les ingénieurs du laboratoire de biochimie**

Nos sincères remerciements à **M.BOUZOUINA.**

Enfin, que tous nos enseignants de l'université, trouvent l'expression de notre profonde reconnaissance.

MERYEM ET YAMINA

Résumé

Les oléagineuses, telles que l'amande (*prunus amygdalus dulcis*), sont des aliments riches en huiles qui sont réputés pour leur bienfaits.

Le but de cette étude est d'extraire et d'étudier les propriétés physico-chimiques de l'huile d'amande douce *prunus amygdalus*. L'extraction par soxhlet(extrait à l'hexane) a donné un rendement en matière grasse de l'ordre de **30.48%** , une teneur en humidité égale à **4.2%** et une teneur en cendre de **3.6%**

L'étude des caractéristiques physico-chimiques de l'huile d'amande *prunus amygdalus* étaient compatibles avec les études antérieures dans ce domaine. La densité relative de notre huile d'amande douce est de 0.914, l'indice de réfraction est de **1.573**, l'indice d'acide est de **3.93mg KOH/g huile**, l'indice de saponification est de **193.14 mg KOH/g huile** et enfin l'indice de peroxyde est de **4.85 meqO₂ /Kg huile**.

Mots clés :

Extraction, Huiles végétales, Oléagineux, *prunus amygdalus dulcis*.

Abstract

Oilseeds, such as almond (*prunus amygdalus dulcis*), are foods rich in oils that are known for their benefits.

The aim of this study is to extract and study the physicochemical properties of *prunus amygdalus dulcis* sweet almond oil. Extraction by soxhlet (hexane extract) yielded a fat yield of about 30.48 and a moisture content of 4.2 and an ash content of 3.6

The study of the physicochemical characteristics of *prunus amygdalus dulcis* almond oil was consistent with previous studies in this field. The relative density of our sweet almond oil is 0.914, the refractive index is 1.573, the acid index is 3.93mg KOH/g oil, the saponification index is 193.14 mg KOH/g oil and finally the peroxide index is 4.85 meq O₂/Kg oil.

Keywords :

Extaction, Oilseeds, *prunus amygdalus dulcis*, Vegetable oils

ملخص

البذور الزيتية، مثل اللوز (*prunus amygdalus*)، هي أطعمة غنية بالزيوت معروفة بفوائدها. الهدف من هذه الدراسة هو استخراج ودراسة الخصائص الفيزيوكيميائية لزيت اللوز الحلو. أسفر الاستخراج بواسطة سوكسليه (مستخلص هكسان) عن محصول دهني يبلغ حوالي 30.48% ومحتوى رطوبة 4.2% ومحتوى رماد 3.6%

كانت دراسة الخصائص الفيزيوكيميائية لزيت اللوز *prunus amygdalus* متنسقة مع الدراسات السابقة في هذا المجال. الكثافة النسبية لزيت اللوز الحلو لدينا هي 0.914، معامل الانكسار هو 1.573 مؤشر الحمض هو 3.93 mg KOH/g huile، ومؤشر التصبغ هو 193.14 mg KOH/g huile وأخيراً مؤشر البيروكسيد هو 4.85 meq O₂ /Kg huile.

الكلمات المفتاحية :

الزيوت النباتية، البذور الزيتية، اللوزة الحلو، استخراج.

Liste des tableaux

N° du tableau	Titre du tableau	Pages
01	Taxonomie de l'amandier (<i>Prunus amygdalus dulcis</i>)	7
02	Composition biochimique de la graine de <i>prunus dulcis</i>	25
03	Les paramètres physiques d'huile de <i>prunus dulcis</i> .	26
04	Les paramètres chimiques d'huile de <i>prunus dulcis</i> .	27

Liste des figures

N° de la figure	Titre de la figure	Pages
01	L'amandier (Atlas des plantes de France. 1891).	7
02	Morphologie de l'amande, Elaboration CRA PACA (Pinatel et Rossignol, 2017).	8
03	Appareil Soxhlet	12
04	L'étuve.	14
05	Four à moufle	15
06	Capsules remplis d'eau et d'huile.	17
07	La réaction chimique de saponification	21
08	Le savon	23
09	La mousse du savon	23
10	Procédé à chaud	23

Liste des abréviations

MS :Matière sèche

T :La température

D :La densité

P :Lepoids

Ia :Indice d'acide

Is :Indice de saponification

Ip :Indice de peroxyde

KOH :Hydroxyde de potassium

Na₂S₂O₃ :Thiosulfate de sodium

NaOH :Hydroxyde de sodium

NaCL :Chlorure de sodium

HCL :Acide chlorhydrique

ISO :Organisation internationale de normalisation

USDA :Département de l'agriculture des Etats-Unis

FAO :Ministère de l'agriculture

TAG :Triglycérides

XIV :14^{ème} siècle

XVII :17^{ème} siècle

CRA :Centre recherche autisme

T :Tonne

g :Gramme

C° :Degré Celsius

MG :Matière grasse

H :Humidité

Meq :Milliéquivalent

N :La normalité

AFNOR :Association française pour la normalisation

Sommaire

Introduction	1
PARTIE BIBLIOGRAPHIE	
I.1. Généralité sur les oléagineuses.....	3
I.2. Généralités sur les huiles végétales	3
I.2.1. Définition d'une huile végétale.....	3
I.2.2. Composition chimique des huiles végétales	4
I.2.3. Classification des huiles végétales selon leur origine	5
I.2.4. Rôle des huiles végétales.....	5
I.2.5. Utilisations des huiles végétales.....	5
II.1. Méthodes d'extraction des huiles végétales.....	6
II.1.1. Extraction mécanique	6
II.1.2. Extraction industrielle	6
II.2. Plante étudiée <i>Prunus amygdalus dulcis</i>	7
II.2.1. Description et botanique de l'amandier <i>Prunus amygdalus dulcis</i> (Plantes médicinales et aromatiques, 2019).....	7
II.1.1. Aspect économique.....	8
PARTIE EXPERIMENTALE	
MATERIEL ET METHODES	
I. Extraction de l'huile d'amande douce	11
I.1. Matériel végétal	11
I.1.1. Provenance et préparation de l'échantillon	11
I.2. Procédés d'extraction	11
I.2.1. Extraction par solvant (Soxhlet)	11
II. Composition biochimique des graines d'amande douce.....	13
II.1. Teneur en eau (AFNOR T 03 903 AVRIL 1966)	13
II.2. Teneur en cendres (AFNOR V 03-922)	14
III.1. Paramètres physico-chimiques de l'huile d'amande.....	16
III.1.1. Paramètres physiques.....	16
III.1.2. Paramètres chimiques	18
III. Préparation du savon.....	22
Résultats et discussion	24
I. Composition biochimique de la graine de <i>prunus dulcis</i>.....	25
II. caractéristique physico-chimique de l'huile de <i>prunus dulcis</i>	26
II. préparation du savon.....	29

Conclusion généraleEt perspectives.....	30
Références bibliographique.....	33

INTRODUCTION

Introduction

Introduction

Les oléagineux sont des plantes qui servent à produire industriellement de l'huile et qui sont cultivés dans ce but. Parmi les plantes cultivées pour leurs huiles, on cite : l'arachide, l'olivier, le colza, le ricin, le soja et le tournesol(Neyer ; 2004).La valeur nutritionnelle élevée des huiles végétales et leurs bienfaits pour la santé humaine pourraient être attribués à leurs constituants individuels tels que la composition en acides gras et aux plusieurs types d'antioxydants naturels présents dans ces huiles, tels que la vitamine E, la vitamine A et les caroténoïdes qui protègent les cellules et les tissus contre les dommages par les radicaux libres (Singh et al ; 2021).

L'amande représente une source nutritionnelle importante de par son contenu élevé en Protéines et lipides (Yada et al ;2011),en fibres solubles (diététiques), en stérols, en acides gras mono-insaturés (Moayedi et al ; 2010), en vitamines et en minéraux. Ces éléments contribuent chez les consommateurs d'amandes à réduire le risque des maladies cardiovasculaires et à maintenir la bonne santé selon Moayedi et al ; 2010. Elle est utilisée en cosmétique et en dermatologie en raison de ses propriétés anti oxydantes et hydratantes.

La Contribution de notre étude a pour objectif de répondre à des enjeux à la fois fondamentaux et appliqués dont les principaux sont:

- Maitriser le procédé d'extraction d'une huile végétale à partir Des graines oléagineuses.
- Etudier les principaux caractéristiques physico-chimiques de l'huile extraite.
- Maitriser le procédé de fabrication d'un savon solide à base d'huile végétale d'amande douce.

Cependant, ce travail a été subdivisé en plusieurs parties ; la première partie est une revue bibliographie qui nous renseigne sur les gaines oléagineuses, les huiles végétales, les différentes méthodes d'extraction de ces huiles ainsi qu'un petit rappel sur la plante étudiée. La deuxième partie intitulée « matériels et méthodes » dans laquelle on explique le procédé d'extraction de l'huile végétale des graines de *Prunus amygdalus*, les différentes méthodes d'analyse des paramètres physico-chimiques de l'huile étudiée ainsi que le procédé de préparation du savon à base d'huile d'amande. Une troisième partie est attribuée au traitement et à la discussion des principaux résultats obtenus lors de l'expérimentation pour terminer enfin par une partie conclusion et perspectives.

PARTIE BIBLIOGRAPHIE

I.1. Généralité sur les oléagineuses

La famille des oléagineux désigne des plantes dont les graines ou les fruits sont riches en lipides et dont la culture permet de produire des huiles à usages alimentaires et/ou industriels. De nos jours, ce marché regroupe une très large variété d'espèces. Il existe en effet une centaine de plantes permettant de produire des corps gras. Cependant, seules 9 d'entre elles (palme, coco, cacao, colza, tournesol, lin, ricin, soja et olive) représentent aujourd'hui plus de 95% de la production mondiale (**Charvet ; 2013**).

Les oléagineux regroupent deux grandes familles : les fruits oléagineux (olive, palme, coprah, avocat) et les graines oléagineuses (lin, colza, coton, tournesol, soja...etc.) (Figure 1). Un grand nombre d'entre elles proviennent de plantes annuelles, cultivées spécifiquement pour leur contenu en huile (colza, lin, ricin, tournesol...). D'autres sont au contraire issues d'arbres fruitiers (noix, noisettes, amandes...) mais leur transformation ne concerne qu'une très faible part du marché mondial des huiles végétales (**Bogaert, 2017**).

Les graines récoltées peuvent avoir des propriétés très différentes (taille, structure, dureté, composition en acides gras...) et se distinguent notamment par leur teneur en huile. Ce paramètre définit en grande partie le procédé d'extraction qui sera employé. Les graines à faible teneur en huile, comme le soja et le coton (environ 20 %), subissent généralement une simple extraction par solvant. Au contraire, pour les graines plus riches en huile, telles que le colza (40 %), le tournesol (40 %) et le lin (35 %) l'extraction se fait en deux étapes : un pressage mécanique suivi d'une extraction par solvant. (**Bogaert, 2017**).

I.2. Généralités sur les huiles végétales

I.2.1. Définition d'une huile végétale

Selon la Pharmacopée Européenne, les huiles grasses végétales sont principalement des triglycérides d'acide gras sous forme solide ou liquide. Elles peuvent contenir de petites quantités d'autres lipides tels que des cires, des acides gras libres, des glycérides partiels ou des substances insaponifiables. Elles sont obtenues à partir des graines, du fruit ou du noyau

des plantes diverses par pression et/ou extraction au moyen de solvants, puis sont éventuellement raffinées et hydrogénées (**Bodjolle-D'Almeida ; 2018**).

Les huiles végétales comestibles sont consommées directement sous forme d'huiles raffinées ou bien indirectement à partir des produits de l'agroalimentaire (**Pagès, 2008**).

I.2.2. Composition chimique des huiles végétales

Les huiles végétales, insolubles dans l'eau mais solubles dans les solvants organiques, fournissent principalement des graisses à notre corps.

D'après **Singh et al ; 2021**, les huiles végétales sont principalement composées de triacylglycérols (TAG). Ces triglycérides sont l'association de trois acides gras et un alcool ; le glycérol. D'après **Bennamar et al ; 2017**, ces esters sont largement majoritaires et représentent au moins 95% du poids des huiles brutes et 98% du poids des huiles raffinées. D'autres constituants naturellement présents en plus faible quantité, sont dits constituants mineurs (1à5%) et regroupent des composés dont les structures varient tels que les phospholipides (0.1-0.2%), les stérols, les tocophérols (vitamine E) (**Bennamar et al ; 2017**). Certains des constituants mineurs trouvés dans les huiles végétales comprennent les acides gras libres, les mono- et diglycérides, les alcools gras et divers composés biologiquement actifs selon **Singh et al ; 2021**.

Les acides gras entrant dans la composition des triglycérides sont des acides gras saturés, mono-insaturés et polyinsaturés. Les huiles végétales diffèrent par leur composition en acides gras qui varie selon la source végétale et la technologie utilisée dans le processus de fabrication. Par conséquent, les huiles végétales ont des propriétés physico-chimiques uniques qui les rendent très utiles (**Singh et al ; 2021**). Selon **Mendy, 2016**, les acides gras insaturés sont généralement prédominants dans les huiles végétales ce qui explique qu'elles soient liquides à température ambiante. Les huiles végétales comestibles contiennent rarement des acides gras à chaînes ramifiées avec un nombre impair de carbones ou des acides gras insaturés dont le nombre de carbone est inférieur à seize ou supérieur à vingt atomes de carbone d'après **Chekroun, 2013**.

I.2.3. Classification des huiles végétales selon leur origine

On trouve plusieurs types d'huiles et de graisses alimentaires (Uzzan, 1992)

- **Huiles végétales fluides**, liquide à température ambiante comme l'huile d'arachide, de colza, de germes de maïs, de tournesol, de soja et d'olive.
- **Huiles végétales concrètes « graisses »**, solide à température ambiante telles que le coprah et l'huile de palme.
- **Huiles et graisses d'origine animale** à savoir : les aindoux, le suif, l'huile de cheval et la graisse d'oie.

I.2.4. Rôle des huiles végétales

Les huiles végétales remplissent quatre rôles principaux :

-Nutritionnel : elles représentent un apport d'énergie et de nutriments tels que les acides gras, les vitamines liposolubles, les phytostérols et les composés phénoliques.

-Organoleptique : elles donnent de la saveur et représentent un support d'arômes.

-Rhéologique : elles donnent de la texture aux produits.

-Technologique : fluide de transfert de chaleur, par exemple, dans les utilisations en friture.

I.2.5. Utilisations des huiles végétales

Seul un tiers de la production mondiale des corps gras est destiné à un usage industriel. Les deux tiers de la production sont en effet destinés à l'alimentation. Parmi les multiples usages industriels des corps gras, on peut citer la fabrication des savons. Les triglycérides sont également à l'origine de nombreux produits chimiques qui peuvent entrer dans la composition d'une multitude de produits : lubrifiants, produits cosmétiques, produits pharmaceutiques, peintures (Karaoui et al ; 2020).

II.1. Méthodes d'extraction des huiles végétales

Les techniques d'extraction sont différentes et dépendent de la matière première, de la qualité souhaitée du produit et l'emploi destiné.

II.1.1. Extraction mécanique

Certaines huiles sont obtenues par pression à froid ;Les fruits ou les graines sont d'abord nettoyés, décortiqués et/ou broyés, ensuite chauffés à la vapeur à 50 °C maximum si nécessaire, puis pressés à l'aide d'une presse à vis. Enfin, l'huile vierge est obtenue dès la première pression à froid par centrifugation ou filtration. Ce procédé est encore considéré comme l'un des meilleurs moyens pour obtenir des huiles "nobles" comme l'huile d'olive, de noix, de noisettes...etc.

II.1.2. Extraction industrielle

Dans cette méthode, les fruits ou les graines sont pressés à haute température avec l'ajout de solvants. L'huile obtenue est ensuite raffinée par une série de procédés chimiques. Le rendement d'extraction dans ce cas est élevé par rapport à la méthode précédente. C'est la méthode utilisée pour obtenir les huiles courantes comme le tournesol, soja, colza ... etc.

Auparavant, le disulfure de carbone, le benzène, le tétrachlorure de carbone, le trichloréthylène et les carburants étaient utilisés comme solvants pour l'extraction mais comme ils sont toxiques et potentiellement cancérigènes, ils ont été remplacés par l'hexane, qui est maintenant utilisé presque exclusivement (**Krist, 2020**).

II.2. Plante étudiée *Prunus amygdalus dulcis*

II.2.1. Description et botanique de l'amandier *Prunus amygdalus dulcis* (Plantes médicinales et aromatiques, 2019)

Tableau 1 : Taxonomie de l'amandier (*Prunus amygdalus dulcis*) selon Felipe(2000).

Ordre	Rosales
Famille	Rosaceae
Sous famille	Amygdaloideae
Genre	Prunus
Sous genre	Amygdalus
Espèce	Prunus amygdalus
Variété	Dulcis

L'amandier est un arbre caduc qui peut atteindre 12 mètres de haut. Ses **feuilles** sont lancéolées et finement dentées et ses fleurs sont blanches ornées de cinq pétales. Le fruit de l'amandier est une drupe ovale, de couleur vert pâle. Elle est duveteuse et contient un noyau à coque dure qui renferme à son tour une amande à la peau brune.

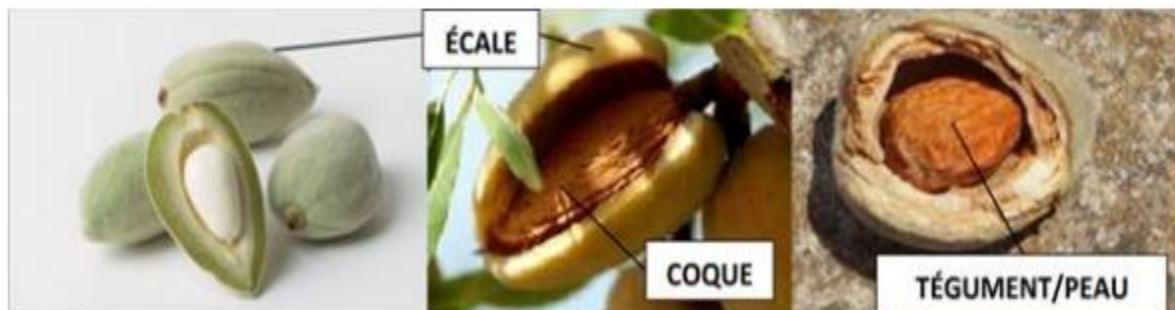


Figure 01: Morphologie de l'amande, Elaboration CRA PACA (Pinatel et Rossignol ; 2017).

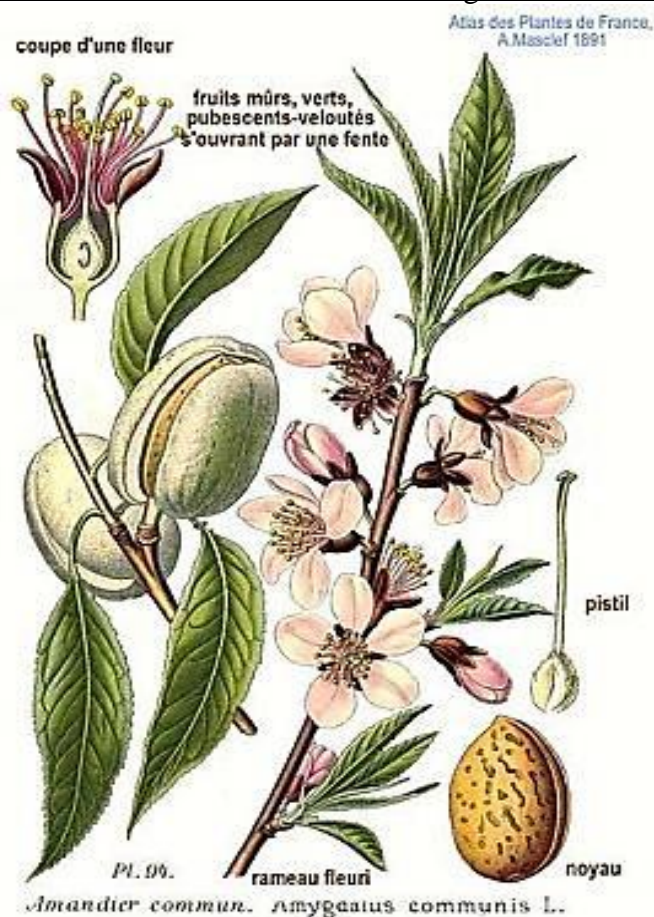


Figure 02 : L'amandier (Atlas des plantes de France. 1891)

II.1.1. Aspect économique

La production mondiale d'amandes non décortiquées est estimée à plus de 1.7 millions de tonnes en 2005 (organisation Mondiale de l'Agriculture et de l'Alimentation). Cette production a enregistré une augmentation d'environ 20 % durant les dix dernières années. 55% de la production mondiale vient des Etats-Unis suivis par l'Australie avec 8% et l'Europe avec 7% (**Faostat, 2017**).

La production autour du bassin méditerranéen est concentrée sur l'Espagne (255 503 t), le Maroc (116 923 t), l'Algérie (61943 t) et enfin l'Italie avec (79 599 t) (**Faostat, 2017**).

En Afrique du Nord, l'Amandier est bien souvent abandonné à lui-même et les soins qu'il reçoit sont loin d'être suffisants. C'est la cause de son rendement faible et irrégulier. En Algérie par exemple, cas de l'Oranie, le rendement à l'hectare peut varier de 800 à 1 000 kg (**Evreinoff ;1952**)

PARTIE
EXPÉRIMENTALE

MATÉRIEL ET MÉTHODES

I. Extraction de l'huile d'amande douce

I.1. Matériel végétal

I.1.1. Provenance et préparation de l'échantillon

- Les graines d'amandes douces utilisées proviennent du commerce.
- Broyage : cette opération est réalisée juste avant l'extraction par broyeur électrique. On obtient ainsi une poudre fine.

I.2. Procédés d'extraction

I.2.1. Extraction par solvant (Soxhlet)

a. principe

L'objectif de cette opération est d'extraire les matières grasses contenues dans l'amande douce en utilisant un dispositif spécial (Soxhlet) d'une capacité de 250 ml. La poudre d'amande est épuisée en matière grasse par le passage d'un solvant (hexane) pendant une durée de 5 à 6 heures. Une fois l'extraction terminée les solvants sont éliminés à l'aide d'un évaporateur rotatif (Rotavapor).

Le principe fondamental pour cette extraction est que les composés apolaires, comme les corps gras, sont insolubles dans les composés polaires, tels que l'eau, mais solubles dans les solvants apolaires, comme l'hexane.

b. Mode opératoire

- Peser 10 g de poudre d'amande et peser le ballon vide.
- Mettre l'échantillon dans une cartouche en cellulose perméable au solvant puis la recouvrir avec du coton.
- Placer la cartouche dans l'appareil d'extraction '**Soxhlet**'. Ce dernier est muni d'un réfrigérant par le haut et d'un ballon et d'un chauffe ballon par le bas.
- Ajouter la quantité requise de solvant (150 ml d'hexane).
- Effectuer le chauffage en maintenant un débit de reflux d'au moins 3 gouttes par seconde.
- Après évaporation, le solvant sera réfrigéré avant de tomber sur la substance à épuiser de manière à ce que la cartouche soit immergée. Dès que la partie intermédiaire est

pleine de solvant, le siphon se met en marche et le solvant contenant la substance à extraire retourne dans le ballon chargé en lipides.

- Après le temps requis (pendant 6 heures), la cartouche est récupérée d'une part, et le solvant et l'extrait d'autre part.
- La solution obtenue est passée dans un RotaVapor pour éliminer la majorité du solvant et récupérer d'autre part les lipides.
- Chauffer le ballon à 103°C pendant 20 minutes pour éliminer les dernières traces de solvant.
- Peser le ballon avec l'échantillon.



Figure 03: Appareil Soxhlet.

c. Expression des résultats

La teneur totale en matière grasse exprimée en pourcentage de la masse du produit est calculée selon la formule suivante :

$$MG = \frac{M_2 - M_1}{M_0 \left(100 - \frac{H}{100}\right)} \times 100$$

M0: masse en gramme de la prise d'essai.

M1 : masse en gramme du ballon.

M2 : masse en gramme du ballon et du résidu.

H : teneur en eau du produit exprimée en pourcentage en masse du produit.

II. Composition biochimique des graines d'amande douce

II.1. Teneur en eau (AFNOR T 03 903 AVRIL 1966)

La teneur en eau des oléagineux est la perte de masse qu'elles subissent lorsqu'elles sont soumises aux conditions expérimentales bien définies (**wolf ; 1968**).

a. Principe

Le principe repose sur le séchage de l'échantillon dans une étuve isotherme sous pression atmosphérique jusqu'à obtenir une masse quasi constante à des températures proches de 103°C.

b. Mode opératoire

Dans la balance, 5 g de poudre d'amande ont été pesés dans une capsule et placés au four à une température de 103 °C pendant 3 heures. Laisser refroidir puis peser à nouveau l'échantillon obtenu. L'humidité est exprimée en pourcentage en masse.



Figure 04 : L'étuve.

c. Expression des résultats

$$\% \text{ En Humidité} = \frac{(M1 - M2)}{(M1 - M0)} \times 100$$

Où :

M0 : la masse, en grammes, de la capsule vide.

M1 : la masse, en grammes, de la capsule et la prise d'essai avant dessiccation.

M2 : la masse, en grammes, de la capsule et la prise d'essai après dessiccation.

II.2. Teneur en cendres (AFNOR V 03-922)

On entend par "cendres brutes" le résidu obtenu après incinération à $550^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ dans les conditions de la norme AFNOR V 03-922.

a. Principe

Cuire le produit à une température de $550 \pm 15^\circ \text{C}$ dans un four à moufle à chauffage électrique jusqu'à obtenir une masse presque constante.



Figure 05 : Four à moufle

b. Expression des résultats

Le pourcentage en masse de cendres brutes est exprimé par la formule suivante :

$$\text{Teneur en cendre (\% MM)} = \frac{(M_2 - M_0)}{(M_1 - M_0)} \times 100$$

M0: masse en grammes de la capsule d'incinération.

M1: masse en gramme de la capsule d'incinération chargée de la prise d'essai.

M2: masse en gramme de la capsule d'incinération chargée des cendres.

III.1. Paramètres physico-chimiques de l'huile d'amande

III.1.1. Paramètres physiques

A. profil d'huile

Le liquide de couleur légèrement jaune pâle, avec une légère odeur d'amande, elle se présente sous une texture un peu épaisse.

B. La densité

On appelle densité le rapport du poids d'un certain volume du corps gras avec le poids d'un même volume d'eau. La masse volumique renseigne sur le groupe auquel appartient une huile. Il est à noter que la densité doit être toujours inférieure à 1; elle est en fonction non seulement de l'insaturation mais aussi de l'oxydation ou de polymérisation car la densité augmente avec l'accroissement de celles-ci selon **Louni ; 2009**.

a. Principe

Le principe repose sur la mesure de la masse, à température ambiante d'un volume de corps gras, présente dans le pycnomètre préalablement calibré à la même température. On peut la mesurer en grammes par millilitre ou en kilogrammes par litre.

NB: en raison de l'absence d'un pycnomètre nous l'avons remplacé par des capsules en plastique stériles de taille et poids uniques.



Figure 06 : Capsules remplis d'eau et d'huile.

b. Mode opératoire

- Prendre 3 capsules en plastique de même taille, poids et forme.
- Remplir la première capsule avec de l'eau distillée, la deuxième capsule avec de l'huile d'amande et laisser la dernière vide ensuite les peser séparément.

c. Expression des résultats

La densité est calculée par la formule suivante (Wolf ; 1968)

$$D = \frac{P_3 - P_1}{P_2 - P_1}$$

P1: poids en gramme de la capsule vide.

P2: poids en gramme de la capsule remplie d'eau distillée.

P3: poids en gramme de la capsule remplie d'huile.

C. Indice de Réfraction

C'est le rapport entre la vitesse de la lumière dans le vide, à une longueur d'onde définie, et la vitesse de propagation dans la substance. La longueur d'onde choisie est celle de la moyenne des raies D du sodium. L'indice de réfraction nous renseigne sur le groupe auquel appartient le corps gras. A 20°C, les huiles siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,480 et 1,523. Les huiles demi-siccatives ont des indices de réfraction compris entre 1,468 et 1,470 (Louni ; 2009).

a. Principe

Les mesures sont effectuées au réfractomètre d'ABBE, à une température de 20°C (Louni ; 2009).

b. Mode opératoire

- Laver les prismes du réfractomètre à l'eau distillée
- Essuyer les prismes avec un chiffon propre très doux.
- Verser alors entre les prismes 2 à 3 gouttes d'huile.
- Déplacer alors la lunette de visée pour que la ligne de séparation de la plage claire et de la plage sombre se situe à la croisée des fils du réticule.
- Lire l'indice de réfraction de l'huile à $T\text{ }^{\circ}\text{C} = 20^{\circ}\text{C}$ (Louni ; 2009)

III.1.2. Paramètres chimiques

A. Indice d'acide (Ia)

a. principe

L'indice d'acide exprime le nombre de mg d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire à la neutralisation des acides libres présents dans un 1g d'huile (Mahboub ; 2019).



L'indice d'acide (**IA**), correspond au nombre de mg d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans 1g de corps gras.

b. Mode opératoire

- Dans un erlenmeyer de 250 ml, peser 2.5g d'huile. Dissoudre la prise d'essai dans 10 ml d'éthanol avec quelques gouttes de phénophtaléine.
- Agiter bien la solution.
- Titrer avec le KOH (0.1N) jusqu'à la présence de couleur rose.
- Noter les volumes équivalents mesurés.

c. Expression des résultats

L'indice d'acide est donné par la relation suivante:

$$\mathbf{IA = (V \times 56.1 \times N) / P}$$

V : désigne le volume de potasse employé.

N : la normalité de la solution.

P : la masse de la prise d'essai.

D. Indice de peroxyde

a. principe

L'indice de peroxyde (**Ip**) d'un corps gras est le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif contenu dans un kilogramme de produit. Il a été déterminé suivant le protocole décrit par la norme **NFT60-220 (AFNOR ; 1984)**.

b. Mode opératoire

- Prendre 2 g d'échantillon dans une fiole. Il convient d'ajouter 10 ml de chloroforme. Dissoudre rapidement l'essai en agitant.
- Ajouter 15 millilitres d'acide acétique puis 1 millilitre de solution de potassium.
- Remettre le bouchon rapidement, agiter pendant une minute et laisser reposer pendant exactement 5 minutes à l'abri de la lumière et à une température de 15 à 25 °C.
- Ajouter environ 75 millilitres d'eau distillée. Titrer l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01 N) en agitant vigoureusement et en employant une solution d'empois d'amidon comme indicateur.
- Effectuer simultanément un essai à blanc.

c. Expression des résultats

$$I_p = (V \times T \times 1000) / M$$

V : nombre de millilitres de solution de thiosulfate de sodium normalisée utilisée pour l'essai.

T : facteur de normalité de la solution de thiosulfate utilisé.

M : masse (en grammes) de la prise d'essai.

E. Indice de saponification (Is)

a. principe

L'indice de saponification de l'huile (**Is**) se définit comme le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium (KOH) nécessaire pour saponifier un gramme de matière grasse. Ce paramètre a été déterminé suivant le protocole décrit par la norme **NF T 60-206 (AFNOR ; 1984)**.

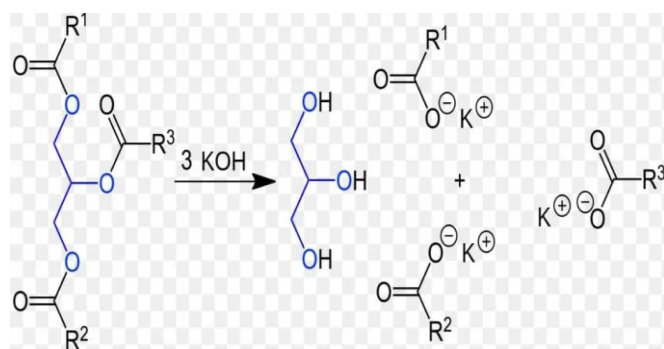


Figure 07 : La réaction chimique de saponification.

b. Mode opératoire

- Peser 1g d'huile dans un ballon puis ajouter 50ml de potasse alcoolique (0.5N) et mettre le tout dans un chauffe ballon muni d'un réfrigérant.
- Maintenir à l'ébullition pendant 1 heure.
- Après refroidissement, ajouter 2 à 3 gouttes de phénophtaléine à 2%
- Titrer par une solution d'acide chlorhydrique (0.5N) jusqu'à la disparition de la couleur rose et la réapparition de la couleur initiale du mélange.
- Noter le volume de HCL utilisé.
- Faire un essai à blanc dans les mêmes conditions opératoires

c. Expression des résultats

L'indice de saponification est donné par la formule suivante :

$$I_s = (V_0 - V) \times N \times 56,1 / P$$

P : la masse en gramme de la prise d'essai.

N : Normalité de l'acide chlorhydrique.

V₀ : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc.

V : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai avec l'huile.

III. Préparation du savon

Le savon est le sel de sodium ou de potassium d'un acide gras, obtenu au cours d'une réaction qui s'appelle la saponification. Il a des propriétés bien connues de formation de mousses, d'émulsions, de fixation des graisses, très utiles pour le lavage (**Société Chimique de France - 2024**)

a. Principe de fabrication du savon (procédé à chaud)

L'huile végétale est transformée en savon, sous l'action de la soude et de la chaleur.

b. Mode opératoire

- Peser 2.6g de soude NaOH dans un bécher sec avec 10ml d'eau, agiter jusqu'à dissolution complète.
- Ajouter 10 ml d'éthanol à la solution précédente.
- Mettre 20ml d'huile dans un erlenmeyer avec un barreau magnétique et ajouter la solution hydro- alcoolique préparée.
- Mettre la solution dans un agitateur connecté avec un réfrigérant à boules à une température de 50°C pendant 30min.
- Transvaser la solution après 30 min dans une solution saturée de NaCl et agiter et laisser reposer dans un bain de glaces pendant 10 min.
- Filtration à vide à l'aide d'un Buchner, On sépare la partie liquide tout d'abord et après la partie solide (le savon).
- laissez la partie solide sécher pendant une journée complète.
- Faire le moulage du savon.



Figure 08 : Le savon**Figure 09 : La mousse du savon**



Figure 10 : procédé à chaud

RÉSULTATS ET DISCUSSION

À travers cette étude, nous avons fait l'extraction de l'huile d'amande douce par soxhlet à l'aide d'un solvant organique afin de pouvoir étudier ses paramètres physico-chimiques et maîtriser le procédé de fabrication, à chaud, d'un savon à base d'huile végétale.

I. Composition biochimique de la graine de *prunus dulcis*

Tableau02 : Composition biochimique de la graine de *prunus dulcis*

Composition biochimique de la graine	Teneur en %de matière sèche
Humidité	4.2%
Cendre	3.6%
Matière grasse	30.48%

En générale, les graines oléagineuses classiques contiennent entre 3 et 9% d'eau selon l'espèce et la variété d'après **Louni ; 2009**. Nos graines de *prunus dulcis* contiennent 4.2% d'eau. Grâce à cette valeur relativement basse, l'eau diminue son activité et cela garantit un bon stockage des graines d'après **USDA(2010)**. Les niveaux d'humidité observés assurent une bonne conservation selon **codex alimentaires 171-1989** et ne doivent pas dépasser les 15% selon la norme **ISO 622.1998**. Des études ont montré que lorsqu'on diminue la teneur en eau on obtient un meilleur rendement en huile (**Ben aldjia et al ; 2005**).

Le pourcentage élevé en matière grasse (**30.48%**), trouvée dans les graines de *prunus dulcis*, fait de cette dernière un important potentiel dans les industries des huiles. Ce pourcentage accède celui de certaines graines oléagineuses conventionnelle.

La détermination de la teneur en matière minérale renseigne sur la qualité nutritionnelle de l'échantillon étudié (**Doukani et Tabak ; 2015**). D'après la présente étude, la teneur en cendre

est de 3.6% . Ce résultat est proche de 3.03-4.66% ceux rapporté par **Aslantas et al ; (2001)** chez divers cultivars d'amandiers.

II. caractéristique physico-chimique de l'huile de *prunus dulcis*

L'étude des propriétés physico-chimiques de l'huile d'amande telles que la densité, l'indice de réfraction, l'indice d'acide, l'indice de peroxyde et l'indice de saponification constituent un moyen d'identification de notre produit.

A. Caractéristique physique

Les résultats obtenus après analyse physique de l'huile extraite de *prunus dulcis* sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 03 : Les paramètres physiques d'huile de *prunus dulcis*.

Paramètres	Résultats	Normes
Densité relative 20°C/eau	0.914	UICPA2.101 0.911 à 0.917
Indice de réfraction	1.573	ISO 6320,2000 1.417 à 1.72

1. La densité relative

La détermination de la densité d'une huile nous renseigne sur sa pureté. Elle est fonction de la composition chimique des huiles et de la température (**Karleskind ; 1992**). La densité de l'huile est mesuré à une température de 20°C. Le résultat obtenu montre que la densité de l'huile d'amande est de 0.914, cette valeur est très voisine de et conforme à la norme établie par **UICPA2.101**.

2. L'indice de réfraction

L'indice de réfraction est utilisé pour mesurer la variation de l'insaturation dans les huiles après hydrogénation. Il est considéré comme un critère de pureté de l'huile et diffère selon la longueur d'onde de la lumière incidente et selon la température à laquelle l'analyse est réalisée. Cet indicateur est lié à la masse moléculaire des acides gras et à leur niveau d'insaturation. La valeur obtenue de **1.573** comme indice de réfraction de l'huile d'amande examinée est conforme aux normes établies par **ISO6320 ,2000**.

B. Caractéristique chimique

Les résultats obtenus suite à l'analyse chimiques de l'huile de *prunus dulcis* sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau 04 : Les paramètres chimique d'huile de *prunus dulcis*

Paramètre chimique	Normes et Valeurs
Indice d'acide mg KOH/g huile	3.93 2 à 4mg KOH/g huile
Indice de saponification mg KOH/g huile	193.14 189 et 196 mg KOH/g huile
Indice de peroxyde meq O2 /Kg huile	4.85 max5 meq d'O2/Kg

1. L'indice d'acide

L'indice d'acide d'un corps gras est un bon indicateur pour déterminer la teneur en acide gras libres, la stabilité et la pureté de l'huile. L'indice d'acide de notre échantillon d'huiles d'amande (**3.93 mg KOH/g d'huile**) reste dans les limites établies par la norme du **Codex standard**. Il est possible de conclure que l'huile végétale présente un indice d'acide légèrement faible d'après le **Codex standard ; 1981** qui classent les huiles qui ont une acidité de **2 à 4mg KOH/g huile** dans la catégorie des huiles vierges. On peut prédire selon ces résultats que notre huile est une huile vierge.

2. Indice de saponification

L'indice de saponification nous informe sur la longueur de la chaîne carbonée des acides constituant l'huile. Quand la chaîne carbonée des acides gras est courte, l'indice de saponification d'un corps gras est plus élevé. La valeur obtenue de l'indice de saponification pour l'huile d'amande examinée est l'ordre de **193 ,014 mg KOH/g huile**. Cette valeur est conforme aux valeurs établies par **NF ISO 3657** qui varient entre **189 et 196 mg KOH/g d'huile**.

3. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est lié aux conditions de conservation et aux modes d'extraction. Il s'agit d'un indicateur extrêmement précieux et d'une sensibilité suffisante pour évaluer les premières étapes d'une dégradation oxydative.

La valeur de l'indice de peroxyde trouvée dans cette étude est de l'ordre de **4.85meq O₂ /Kg huile**. Elle est plutôt moyenne étant donné que l'extraction par solvant a été réalisée à chaud ce qui pourrait entraîner une réaction de thermoxydation avec la formation de peroxyde selon le **codex alimentarius (IP=max5 meq d'O₂/Kg)**.

II. préparation du savon

Le savon obtenu à l'état solide, est composé de cations de sodium et d'anions d'hydroxyde. Ces anions lui confèrent sa forte basicité, réagissant avec les acides protoniques pour former de l'eau et des sels.

Après une journée de séchage pour la savonnette fabriqué par le procédé à chaud on remarque que, malgré que notre savon était peu mousseux, il présentait une bonne hydratation, une meilleure dureté dans le temps ainsi qu'une bonne exfoliation et ne requiert pas de temps de cure. Mais ce procédé présente des inconvénients à savoir : la durée de fabrication prolongée par rapport celle à froid, risque de formation de bulles d'air dans les particules de savon, le savon est mou et difficilement maniable. En savonnerie, il y a de nombreuses espèces de savon très différentes les unes des autres.

La fabrication du savon nécessite une grande attention et une grande précision, sinon le savon ne possédera pas toutes ses caractéristiques particulières, comme la mousse et sa célèbre capacité de nettoyage. Ces caractéristiques ont un impact sur l'efficacité du savon.

CONCLUSION GÉNÉRALE
ET PERSPECTIVES

Conclusion générale et perspectives

Le présent travail constitue une contribution à une meilleure connaissance de l'huile des graines de *prunus dulcis* afin de promouvoir sa mise en valeur. L'analyse biochimique de la graine a donné les résultats suivants : Le rendement à l'extraction de l'huile par la méthode Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant est de l'ordre de **30,48%**. Une teneur en humidité de **4,2 %** ; **3,6%** de cendres et une valeur de **30.48%** de matières grasses, ces teneurs sont conformes à celles mentionnées dans la bibliographie. Ce qui confère à ces graines d'être considérées comme une source potentielle d'huile.

Les valeurs obtenues pour les différents indices physico-chimiques sont conformes à celles citées dans la littérature caractérisant les huiles végétales. Ces valeurs ont permis de classer notre huile d'amande douce parmi les huiles vierges avec un indice de réfraction de l'ordre **1.573**. La densité de notre huile est de l'ordre de **0.914**. L'huile d'amande présente des teneurs relativement faibles en acides (**3,93 mg KOH/g huile**) et en indice de peroxyde (**4.85 meq O²/kg huile**) ce qui lui permet de mieux résister à l'oxydation. La valeur de l'indice de saponification est de **193 mg KOH/ g d'huile** correspond elle aussi aux normes internationales.

Nous avons pu fabriquer une savonnette à base d'huile d'amande par le procédé à chaud, Une fois que les savonnettes ont été utilisées, après les 15 jours de fabrication, on a remarqué qu'elles sont hydratantes, moussantes et durent longtemps.

En perspectives, on peut dire qu'en ajoutant des colorants naturels, des conservateurs et des agents antiseptiques, on peut améliorer la consistance des savons. On peut également extraire des huiles essentielles pour parfumer les savons. On peut également réaliser une étude technico-économique sur les produits finis et établir le coût de production et le prix de vente d'un flacon de ces savons.

RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUE

Références

- .Abaza L., Msallem M., Daoud D., Zarrouk M., (2002). Caractérisation des huiles de sept variétés d'olivier tunisiennes. John LibbeyEurotext, OCL. Vol. 9, N°2, p : 174179.
- .Albert vieille, 2018 : journal sur huile essentielle amande amère Maroc prunus page 01.
- ..ANSEJ, Fiche technique « Fabrication de savon et savonnettes » 2011.
- Ben Aldjia M., Bichari S. Contribution à l'étude de quelques facteurs influençant l'extraction de l'huile d'argan (*Arganiaspinosa* : (L) skeels) par voie chimique et physiques. Th.ing, INA El-Harrach, Alger, 2005, p49.
- .Bogaert: Étude et modélisation du pressage continu des graines oléagineuses Soutenue le 8 décembre 2017.
- .Charvet, J.P., 2013. Oléagineux. EncyclopædiaUniversalis [en ligne].
- Contribution à l'analyse physico-chimique de l'huile d'arachides, d'amandes et de leur mélange. Détermination de leurs pouvoirs antimicrobiens, BENAMMAR C., Diplôme de MASTER En Sciences des aliments, UNIVERSITE de TLEMCEM 2017,p17-4
- Détermination de la capacité antioxydante des huiles végétales : Huile Afia, Chekroun Nabila, MEMOIRE DU MASTER EN CHIMIE,UNIV Abou BekrBelkaide ,2013 p13-12-14
- .Codex alimentarius, FATS, Oils and related products, Vol 8, 1992
- .Doukani, K., Tabak, S., (2015). Profil Physicochimique du fruit " Lendj"(Arbutusunedo
- .Felipe, A.J., (2000) : El almendro : El materialvegetal.Miraeditors
- .François Mendy .(2016) Un regard passionné sur les lipides et les matières grasses EDP Sciences .
- .Karoui B. Bassi CH. Groun A. 2020. Evaluation de la qualité de l'huile .d'arachide de la wilaya d'El-oued. Mémoire de master. Université EchahidHamma Lakhdar -El OUED.p22.
- .Krist, S. (2020).Vegetable Fats and Oils.In T. By, D. B. Bauer, & A. Vienna (Eds.), Soil Science (Vol. 78, Issue 1). Springer Nature Switzerland AG. <https://doi.org/10.1097/00010694-195407000-00026>.
- .Louni, S. (2009). *Extraction et caractérisation physico-chimique de l'huile de graines de Moringaoleifera*(Doctoraldissertation).
- .Mahboub, N., Slimani, N., Nadji, S. B., Bouzeguag, C., Kadri, M., &Khelil, A. (2019). Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique des huiles essentielles à partir de cymbopogonschoenanthusdanslarégiondeghardaïa.*Revue des bioressources*,9(2),14-14.
- .Odile M . Céline B . Marie G. Stéphane F. Morgan G.2010. Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants.sci.99:1684-0302.

Références

Plantes médicinales et aromatiques. « Description et botanique de l'amandier », [en ligne], dimanche 10 novembre 2019, [<https://www.bio-enligne.com/produits/483-amandier.html>], (04avril2024).

.Singh Amandeep, MuskaanKamboj and ShilpiAhluwalia (2021) Potential health benefits of vegetable oils.In "Properties and uses of vegetable oils".edited by yashvirsingh and nishant kr. SINGH. Nova Science Publishers, pp: 79-100.

.T. M. ouedraogokangambegaet al. / Int. J. Biol. Chem. Sci. 15(6): 2366-2379, 2021.

.Tonelli Nicole, Gallouin François (2013).Des fruits et des graines comestibles de monde entier. Ed : Lavoisier, Paris, P55.

.Uzzan A., (1992). Les corps gras in : Dupin H, Jean-Louis C, Malewiak M-I, Leynoud-Rouaud C, Berthier A-M. alimentation et nutrition humaine. Ed ESF. P 887, 906, 907, 1248.

.Wolff J.P. Manuel d'analyse des corps gras. Paris, Azoulay, 1968, 517p.