

***Valorisation de l'huile des graines de  
Pistachier de l'atlas (*Pistacia atlantica  
Desf.*)***

**optimisation de l'extraction par presse et  
caractéristiques phytochimiques**

Présentée par :

**Mme ACHEHEB Hakima**

Directeur de thèse : Ferradji Ali Professeur (ENSA)  
Année Universitaire 2012/2013.

**Président** : Abdelkrim Hacène **Professeur** (ENSA) **Examineurs** : Mme Hammoudi Djelila  
**Professeur** (USTHB) Mr. Boudjeniba Messaoud **Professeur** (ENS) Mme Doumandji Amel **M.**  
**Conférence A** (USDB)



# Table des matières

Remerciements . .	6
Liste des abréviations . .	8
Résumé . .	10
Summary . .	11
ص خ لم . .	12
INTRODUCTION . .	13
PARTIE I :SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE . .	14
CHAPITRE 1 . .	14
1. Répartition géographique du <i>Pistacia atlantica</i> . .	14
2. Classification du Pistachier de l'atlas . .	14
3. Description du <i>Pistacia atlantica</i> . .	16
4. Exigences écologiques du <i>Pistacia atlantica</i> . .	17
5. Utilisation du Pistachier de l'atlas . .	19
CHAPITRE 2 . .	20
1. Importance des lipides . .	21
2. Extraction de l'huile . .	23
3. Huile des graines du <i>Pistacia atlantica</i> . .	27
CHAPITRE 3 . .	38
1. Raffinage de l'huile . .	38
PARTIE II :MATERIEL ET METHODES . .	45
1. Matériel végétal . .	45
2. Méthodes d'extraction de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . .	45
2.1. Extraction chimique . .	45
2.2. Extraction par presse hydraulique . .	45
3. Méthodes analytiques . .	46
3.1. Détermination de propriétés chimiques des graines du Pistachier de l'atlas . .	47
3.2. Détermination des caractéristiques physiques et histologiques des graines du Pistachier de l'atlas . .	47
3.3. Détermination des propriétés physiques et chimiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . .	47
3.4. Détermination de la composition en acides gras de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . .	51
3.5. Analyse des tocophérols de l'huile du Pistachier de l'atlas par chromatographie en phase liquide haute pression . .	51
3.6. Détermination de la composition en pigments de l'huile du Pistachier de l'atlas . .	52
3.7. Modélisation des surfaces de réponse . .	52
4. Valorisation phytocosmétique de l'huile du Pistachier de l'atlas . .	56
4.1. Raffinage de l'huile du Pistachier de l'atlas . .	56
4.2. Détermination des caractéristiques physiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage . .	57

4.3. Détermination des caractéristiques chimiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage . . .	57
4.4. Essais de formulation de crème cosmétique à partir d'huile des graines du Pistachier de l'atlas . . .	58
4.5. Analyses physiques des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir d'huile du Pistachier de l'atlas . . .	59
4.6. Analyses microbiologiques des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . . .	59
4.7. Enquête d'appréciation des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . . .	59
<b>PARTIE III :RESULTATS ET DISCUSSIONS . . .</b>	<b>61</b>
1. Histologie des graines de <i>Pistacia atlantica</i> . . .	61
2. Caractéristiques physiques des graines de <i>Pistacia atlantica</i> . . .	62
3. Propriétés chimiques des graines de <i>Pistacia atlantica</i> . . .	62
4. Effets de quelques paramètres d'extraction sur le rendement en huile . . .	62
4.1. Effet de l'épaisseur du gâteau . . .	63
4.2. Effet de la durée de pressage . . .	63
4.3. Effet de la teneur en humidité . . .	63
4.4. Effet de la pression et la température . . .	64
4.5. Les effets combinés de la pression et la température sur le rendement en huile en utilisant la méthodologie de surface de réponse. . .	65
5. Propriétés physico-chimiques de l'huile des graines <i>Pistacia atlantica</i> . . .	67
6. Composition biochimique de l'huile des graines <i>Pistacia atlantica</i> . . .	68
6.1. Composition en acides gras . . .	68
6.2. Composition en phénols totaux . . .	69
6.3. Séparation et identification des Tocophérols . . .	70
6.4. Composition en pigments . . .	71
7. Effet de la température d'extraction par presse sur les propriétés physico-chimiques de l'huile des graines de <i>Pistacia atlantica</i> et sur sa composition en acides gras. . .	71
8. Effets du raffinage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile des graines du <i>Pistacia atlantica</i> . . .	72
8.1. Effet sur la couleur, l'absorbance, l'indice de réfraction, la viscosité et la densité . . .	72
8.3. Effet sur les acides gras, les tocophérols, les phénols et les pigments . . .	75
9. Essais d'incorporation de l'huile des graines du <i>Pistacia atlantica</i> dans la formulation d'une crème cosmétique . . .	78
9.1. Caractéristiques physiques des essais de formulation de crème cosmétique . . .	79
9.2. Analyse sensorielle . . .	80
9.3. Caractérisation rhéologique du produit de la formulation contenant l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . . .	81
9.4. Caractéristiques microbiologiques des essais de formulation de crème cosmétique . . .	84
<b>CONCLUSION . . .</b>	<b>85</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES . . .</b>	<b>86</b>
<b>ANNEXES . . .</b>	<b>108</b>

ANNEXE 1 (1/3) . .	108
ANNEXE 1 (2/3) . .	109
ANNEXE 2 (1/2) . .	110
ANNEXE 2 (2/2) . .	111
ANNEXE 3 (1/1) . .	112
ANNEXE 4 (1/1) . .	113
ANNEXE 5 (1/6) . .	114
ANNEXE 5 (2/6) . .	114
ANNEXE 5 (3/6) . .	115
ANNEXE 5 (4/6) . .	116
ANNEXE 5 (5/6) . .	117
ANNEXE 5 (6/6) . .	118
ANNEXE 6 (1/2) . .	119
ANNEXE 6 (2/2) . .	119
ANNEXE 7 (1/1) . .	120
ANNEXE 8 (1/2) . .	120
<b>Figure 29</b> : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite par presse à 40°C, obtenu par CPG. . .	121
ANNEXE 8 (2/2) . .	121
ANNEXE 9 (1/2) . .	122
ANNEXE 9 (2/2) . .	123
ANNEXE 10 (1/2) . .	123
ANNEXE 10 (2/2) . .	124
ANNEXE 11 (1/1) . .	124
ANNEXE 12 (1/2) . .	125
ANNEXE 12 (2/2) . .	126

## Remerciements

Tout d'abord je rends grâce à dieu tout puissant de m'avoir permis de mener à bien ce travail et de m'avoir donné la force et le courage de continuer dans ce chemin dans les moments les plus difficiles.

Ce travail a été mené sous la direction de Monsieur Ferradji Ali Professeur à l'ENSA à qui je serais toujours redevable et reconnaissante de m'avoir guidé afin de mener à bien ce travail fort intéressant et d'un intérêt certain.

J'exprime mes sincères remerciements aux examinateurs qui ont voulu évaluer ce travail à savoir :

Monsieur Abdelkrim Hacène Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure Agronomique d'El Harrach de l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de présider le jury de cette thèse,

Madame Hammoudi Djelila, Professeur à l'Institut de Biologie à l'université des sciences et technologies, Houari Boumedienne d'avoir accepté d'examiner ce travail,

Monsieur Boudjeniba Messaoud, Professeur à l'ENS Kouba d'avoir accepté d'examiner ce travail,

Madame Doumandji Amel, Docteur en sciences alimentaires et MCA à l'université saad dahlab (blida) d'avoir accepté d'examiner ce travail,

J'adresse mes vifs remerciements à :

Mme Zemali Karima gérante du laboratoire de crèmes cosmétique «Apiderm » pour son aide précieuse lors des formulations des crèmes cosmétiques à base d'huile des graines du Pistachier de l'Atlas,

Aux personnel du laboratoire Vénus à béni Mered pour leur disponibilité et leur aide dans les analyses des formulations de crèmes cosmétiques,

Au personnel de la bibliothèque centrale et en particulier à la responsable de la bibliothèque de technologie alimentaire, Baya, pour sa confiance et sa disponibilité,

Au personnel du centre de recherche Sidal à El Mohammadia,

A Monsieur Ghermouche, Professeur à l'USTHB pour son aide et ses orientations afin d'identifier les tocophérols,

Au responsable du laboratoire de sciences alimentaires (Université de Boumerdes) de m'avoir permis de réaliser le raffinage de l'huile des graines du Pistachier de l'Atlas,

Au personnel du laboratoire de contrôle qualité (CACQE) et en particulier à Mme Boudour Ahlam

A Monsieur Hadj-sadok Abdelkader, MCA au département de chimie, de l'université de Blida de m'avoir permis de réaliser les analyses rhéologiques des essais de formulation de crème cosmétique à base d'huile du Pistachier de l'atlas,

A Melle Aliouane Rachida (Magister en Sciences Alimentaires), avec qui j'ai partagé des moments de travail lors de l'extraction des l'huiles des graines du Pistachier de l'atlas,

Merci à tous les techniciens et ingénieurs des laboratoires du département technologie alimentaire et du département botanique.

Merci à tous ceux que j'ai pu oublier.

## Liste des abréviations

ADN : acide désoxyribo nucléique

AFNOR : Association Française de Normalisation

AG : acide gras

AGI : acides gras insaturés

AGI/AGS : le rapport des acides gras insaturés au acides gras saturés

AGMI : Acides gras mono insaturés

AGPI : Acides gras polyinsaturés

AGS : acides gras saturés

CCD : Central Composite Design

Cp : Centipoises

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse

DDL : degrés de liberté

E : Efficacité de la presse

Gr: Grossissement

H : Humidité

ha : Hectare

HPLC: chromatographie liquide de haute performance

HRT : Huile Résiduelle dans les Tourteaux

Km: kilomètre

LDL: Low Density Lipoproteins

méq : milliéquivalent

MG : matière grasse

mg: milligramme

ml : millilitres

m : mètre

min : minute

MPa : millipascal

MS : matière sèche

N : Normalité

nm : nanomètres

P : pression

Pa : pascal



PAK: *Pistacia atlantica* ssp *kurdica*

PAM: *Pistacia atlantica* ssp *mutica*

Ppm : partie par million

Rdt : Rendement

s : seconde

ssp : sous espèce

T° : température

TAG: triacylglycérols

UV : ultra violet

µm : micromètre

µl : microlitre

## Résumé

Le travail de recherche décrit dans cette thèse apporte une nouvelle contribution aux travaux antérieurs réalisés sur le Pistachier de l'atlas (*Pistacia atlantica* Desf.).

L'objectif principal est l'optimisation des paramètres d'extraction de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas par presse hydraulique en utilisant la méthode des surfaces de réponses pour étudier les effets de la pression et de la température.

Le rendement maximal en huile (44,17%) est obtenu pour les conditions suivantes : pression de 120 bars, 40°C, une épaisseur de 3,2 cm, une teneur en eau de 3,97% et pendant 60 mn.

Le raffinage à échelle laboratoire a réduit l'indice d'acidité et les impuretés respectivement de 39 et 84%. Une légère modification du profil en acides gras a été observé, particulièrement pour l'acide palmitique dont la réduction est de 8,5% avec une perte en antioxydants tels que : tocophérols, phénols et pigments.

Des analyses rhéologiques ont été effectuées sur des crèmes cosmétiques à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas et ont révélées que les produits obtenus sont stable.

Mots clés : *Pistacia atlantica*, extraction huile, raffinage, phénols, tocophérols, phyto-cosmétologie

## Summary

The research described in this thesis makes a new contribution carried out on the study of *Pistacia atlantica* Desf.

The main objective was to optimize the extraction parameters of oil seeds of *Pistacia atlantica* by hydraulic press using the Response of Surface Methodology, which confirmed that the effects of pressure and temperature were significant. The maximum oil yield (44,17%) was obtained in the following conditions : pressure (120 bars), temperature (40°C), extraction time (60 mn), thickness of the cake (3,2 cm) and moisture content (3.97%).

This study shows that the refining decreased dramatically the value of acidity index and the impurities contents respectively at 39 and 84%. The refining improves the shelf life and the color of oil with a loss of tocopherols, total phenols and pigments.

A test value phytocosmetic allowed the formulation of a cream with rheological analyzes to assess its stability.

Keywords: *Pistacia atlantica*, oil extraction, refining, phenols, tocopherols, phyto-cosmetology

## ص خ لم

إذ تهدف (*pistacia atlantica* Desf.) هذه الأطروحة تحير مساهمة للإعمال السابقة حول بنور الفستق الأطلسي ليبحث وتحسين عوامل استخراج زيت بنور الفستق الأطلسي باستعمال معصرة هيدروليكية على مستوى مخبري التحليل الإحصائي لنتائج تغيير عوامل استخراج الزيت اظهر مدى تأثير عامل الضغط و عامل الحرارة في نفس الوقت إذ أن مردود الزيت وصل إلى 44.17 و هو الحد الأعلى و المطبق للعوامل التالية و في الترتيب الضغط.الحرارة.مدة 60.% دقيقة 3.2 سم و 3.97 °، الاستخراج سمك القطع و رطوبة البنور و ذلك كالتالي 120 بار. 40.

9%الزيت المستخلص من بنور الفستق الأطلسي (بطوم) يستوجب تكريرها و تصفيها لتخفيض مستوى حموضتها ب 39 و تحسين لمظهرها ( اللون و الرائحة ) يجب معرفة إن هذه التصفية تؤدي إلى فقدان بعض %90 نزع الشوائب ب 84 إن هذه الزيت قد استعملت لتحضير مرهم مغذي للبشرة و . (Phenols) و (Tocopherols)العناصر المضادة للأكسدة (Rhéologie)قيمت عبر تحاليل ريولوجية (

كلمات مفتاحية:

. فينول كريم البشرة , Tocopherols, تصفية الزيت , استخلاص الزيت, الفستق الأطلسي

---

# INTRODUCTION

Le genre, *Pistacia* appartenant à l'ordre des saphindales et à la famille des anacardiaceae, est d'origine asiatique ou méditerranéenne. *Pistacia* est représenté par quatre espèces sur 13 ou plus (Karimi et al. 2009) dont : *Pistacia lentiscus*, *Pistacia terebenthus*, *Pistacia atlantica* et *Pistacia vera*. Le Pistachier de l'atlas (*Pistacia atlantica*) est une espèce qui s'étend du sud-ouest de l'Asie au nord-ouest de l'Afrique (Zohary, 1952).

En Algérie le Pistachier de l'Atlas pousse à l'état sauvage aussi bien dans les zones subhumides qu'aux régions sahariennes (Kadi-bennane et al. 2005), et sa limite extrême se trouve au Hoggar (Monjauze, 1980). Récemment, Al-saghir, (2010) en étudiant la phylogénie du *Pistacia* a rapporté que le gène est monophylétique en suggérant deux sections : *Pistacia* et *Lentiscella*.

Les fruits des Pistachiers, appelés drupes sont charnus et à noyaux. En Algérie, le fruit du Pistachier de l'atlas appelé « El-Khoudiri », de couleur vert foncé à maturité, constitue une source importante en protéines, lipides et phytostérols (Belhadj, 2001 ; Ghalem et Benhassaini, 2007).

L'huile extraite des noyaux est utilisée aussi bien à des fins alimentaires que cosmétiques (Chief, 1982 ; Belhadj, 2001). Plusieurs travaux de recherche ont porté sur l'étude de la composition biochimique des drupes du *Pistacia* et de son huile (Dansherad et aynehchi, 1980 ; Yousfi et al. 2000 ; Ghalem et Benhassaini, 2007 ; Ghalem et Mohamed, 2009 ; Saber-Tehrani et al. 2012).

D'autres études ont été également réalisées sur les propriétés antioxydantes et pharmaceutiques des feuilles et sur les propriétés de la résine extraite de l'écorce du Pistachier de l'atlas (Somon, 1987 ; Benhassaini et al. 2008).

A notre connaissance, aucun travail de recherche n'a été effectué sur les paramètres influençant l'optimisation de l'extraction d'huile par pressage et sur les propriétés cosmétiques de l'huile.

Ainsi, les principaux objectifs de notre étude sont de déterminer :

- La composition biochimique globale des fruits entiers du *Pistacia atlantica*,
- L'influence de l'épaisseur de l'échantillon, de la teneur en eau, de la durée de pressage, de la pression et de la température sur le rendement d'huile, en s'appuyant sur l'analyse statistique de la méthodologie surfaces de réponse,
- Le profil en acides gras de l'huile extraite de la pulpe et le noyau,
- Etude des antioxydants (phénols totaux, tocophérols, pigments),
- Etude de l'effet du raffinage sur la qualité de l'huile utilisée en cosmétique,
- Etude de la stabilité d'une crème cosmétique formulée à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas.

# PARTIE I :SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

## CHAPITRE 1

1. Répartition géographique du Pistachier de l'atlas
  2. Classification du Pistachier de l'atlas
  3. Description du Pistachier de l'atlas
  4. Exigences écologiques du Pistachier de l'atlas
  5. Utilisation du Pistachier de l'atlas

### 1. Répartition géographique du *Pistacia atlantica*

---

Le *Pistacia atlantica*, assez commun en Algérie est caractéristique de l'Atlas algérien (Somon, 1987). Il s'étend de la Mitidja aux régions sahariennes où il est présent à l'état isolé dans les dayas (Abdelkrim,1985). Il existe deux principales zones de répartition de l'espèce *Pistacia*, la première comprend la région méditerranéenne de l'Europe, l'Afrique du nord et des pays du moyen-orient et la seconde concerne la partie orientale des montagnes du Zagros et la région du Caucase allant de la Crimée à la mer Caspienne (Zohary, 1952). L'étude bibliographique menée par Brousse en (1974) a fait ressortir l'ancienneté du genre *Pistacia* qui comptait plusieurs représentants à l'époque tertiaire, ce qui expliquerait le fractionnement actuel des différentes espèces. Monjauze, (1980) et Seigne, (1985) ont signalé que le *Pistacia atlantica* se trouvait à l'état disséminé dans la région de Djelfa (Senalba, Ain Oussera, Messaâd), Laghouat (partie sud), Ghardaïa (Oued M'Zab), Benhassaini et *al.*, (2007) ont signalé la présence de plusieurs spécimens dans la région Nord occidentale de l'Algérie (Oranie) à l'état épars souvent en dehors des forêts. Bouzenoune, (1984) a mentionné que le Pistachier de l'atlas était très répandu dans le sud Algérien où il s'associe avec le genévrier de phénicie, le chêne vert et l'olivier, où il forme aussi une association stable avec l'espèce *Myrthus nivellei* (Pistacio-Myrtetum Nivellei), dans l'Oued Idikel de l'Ahaggar (Abdelkrim, 1989). Des populations plus importantes et dans un bon état sanitaire se retrouvent dans les régions arides de l'Algérie, elles sont groupées au niveau des dayas (dayas d'El Guelb et daya de Gaou au sud de Djelfa) et les dayas de Ghardaïa (Belhadj, 2001).

### 2. Classification du Pistachier de l'atlas

---

Le *Pistacia* est de part sa dioïcie et ses fleurs nues, un genre particulier des *Anacardiaceae* (Gaussen et *al.*, 1982). Il est représenté en Algérie par quatre espèces, en l'occurrence *Pistacia lentiscus*, *Pistacia terebinthus*, *Pistacia vera* et *Pistacia atlantica* (Belhadj, 1999).

L'anatomie du tronc d'arbre a également été utilisée comme un outil d'identification (Grundwag et Werker, 1976). L'espèce *Pistacia atlantica* Desf. appartenant au genre

*Pistacia*, sous famille des **Rhoideae**, famille des *Anacardiaceae* et ordre des **Therebinthales**, présente une morphologie variable (Belhadj et al., 2008). Dans l'étude de la première monographie des espèces de *Pistacia*, Engler, (1881) a énuméré huit espèces et quelques sous-espèces (Al-Yafi, 1978). Kokwaro et Gillet, (1980) ont décrit une nouvelle espèce de l'Afrique de l'Est qui est *Pistacia aethiopica* sur la base de la morphologie de la feuille et de la taille de l'arbre.

L'étude taxonomique la plus complète du genre *Pistacia* a été menée par Zohary, (1952), qui a divisé le genre en quatre sections et 11 espèces selon la morphologie foliaire et a décrit *Pistacia atlantica* comme comprenant deux sous-espèces (*kurdica*, *latifolia* DC.) sans classement du *Pistacia mutica* et *Pistacia cabulica* comme espèce ou sous-espèces qui seront considérées comme *Pistacia atlantica* Desf. ssp. Parmi les trois espèces sauvages de *Pistacia* à savoir *Pistacia vera*, *Pistacia khinjuk* et *Pistacia atlantica*, l'espèce *atlantica* a été classée par Rechinger, (1963) en trois sous-espèce qui sont : *mutica*, *kurdica* et *cabulica*. Zohary, (1972) a suggéré que *Pistacia atlantica* avait trois sous-espèces : *Pistacia cabulica* (asiatique), *Pistacia atlantica* (Méditerranéenne) et *Pistacia mutica* (l'Asie-Méditerranée). Lin et al., (1984) ont identifiés une dizaine d'espèces de *Pistacia* sur la base de la morphologie de la feuille, de la photosynthèse et de la conductance stomatique, ces espèces sont : *Pistacia atlantica*, *Pistacia chinensis*, *Pistacia integerrima*, *Pistacia khinjuk*, *Pistacia lentiscus*, *Pistacia mexicana*, *Pistacia mutica*, *Pistacia terebinthus*, *Pistacia texana*, *Pistacia vera*, *Pistacia weinmannifolia*.

Kafkas et al. (2002) ont défini 13 espèces du genre *Pistacia* dont *Pistacia vera* L. qui a une valeur commerciale (noix comestibles) et les autres espèces poussant à l'état sauvage sont principalement utilisées comme porte-greffes pour les pistachiers.

Des études taxonomiques ont démontré l'existence d'une sous espèce de *Pistacia atlantica* Desf., dénommée *Pistacia atlantica* Desf. ssp. *atlantica* (Parfitt et Badenes, 1997) qui pousse à l'état sauvage dans les montagnes de l'Atlas de l'Algérie dans les régions arides et semi-arides.

Les trichomes sont considérés aussi comme des caractères taxonomiques importants (Kraak et Mraz, 2008; Salmaki et al., 2009; Shaheen et al., 2009). Ainsi l'absence de poils touffus de la population de Béchar suggère l'existence de différences génétiques entre les populations étudiées. El-Oqlah, (1996) a décrit les espèces de *Pistacia* : *atlantica*, *lentiscus* et *palaestina* en Jordanie sur le plan morphologique et anatomique. Kafkas et Perl-treves, (2001) ont établi les relations taxonomiques et les variations génétiques du *Pistacia* sauvage à l'aide de données morphologiques et d'ADN. Les espèces *Pistacia atlantica*, *Pistacia eurycarpa* et *Pistacia terebinthus* ont fait l'objet de cette étude, cette méthode à l'ADN a montré que l'espèce la plus proche de *Pistacia vera* est *Pistacia eurycarpa*. Kafkas et al., (2002) ont caractérisé la variation morphologique et la diversité du matériel génétique de trois espèces sauvages de *Pistacia* en Turquie : *Pistacia atlantica*, *Pistacia eurycarpa* et *Pistacia terebinthus*.

Al-Saghir, (2010) a identifié les espèces de *Pistacia* sur la base des données morphologiques en déterminant 19 caractères phénotypiques permettant de diviser le genre de *Pistacia* en deux sections : *Pistacia* et *Lentiscella*. (**Tableau 1**)

Espèce	Section
<i>Pistacia Asthiopica</i>	<i>Lentiscella</i>
<i>Pistacia Lentiscus</i>	
<i>Pistacia Weinmannifolia</i>	
<i>Pistacia Mexicana</i>	
<i>Pistacia Texana</i>	
<i>Pistacia Atlantica</i>	
<i>Pistacia Murica</i>	
<i>Pistacia Eurycampa</i>	
<i>Pistacia Chinensis</i>	
<i>Pistacia Falcata</i>	
<i>Pistacia Integerrima</i>	
<i>Pistacia Khinjuk</i>	
<i>Pistacia Vera</i>	
<i>Pistacia Palaestina</i>	
<i>Pistacia Terebinthus</i>	
<i>Pistacia Aromatica</i>	<i>Autre groupe</i>
<i>Pistacia Copallina</i>	
<i>Pistacia Glabra</i>	

**Tableau 1** : Classification des espèces de *Pistacia* sur la base de 19 caractères phénotypiques

### 3. Description du *Pistacia atlantica*

#### 3.1. L'arbre

Le *Pistacia atlantica* est un arbre de 12 à 15 m de haut, à la cime ample et touffue (Brosse, 2005). Le tronc est court avec un diamètre pouvant dépasser 1m. Sur la **Figure 1** est représenté un *Pistacia atlantica*, de l'oued Idikel, à 50km au nord ouest de Tamarrasset sur les piémonts du massif de La Taessa. Sa croissance est très rapide et sa longévité est de plusieurs siècles (Monjauze, 1968 ; 1982). C'est une espèce xérophile, possédant un système racinaire pivotant qui peut descendre jusqu'à cinq mètres de profondeur. L'écorce de l'arbre est d'abord rouge, puis grisâtre assez claire avant de devenir un rhytidome dur et crevassé, tessellé en profondeur, disposé en damier et noirâtre comme celui du frêne oxyphylle (Monjauze, 1980). C'est un arbre résineux. Le suintement du tronc d'arbre donnant l'encre rouge est utilisé dans la tannerie des peaux (Yousfi et al., 2003).





**Figure 1** : Arbre du Pistachier de l'atlas (Algérie; H.Abdelkrim)

### 3.2. Les feuilles

Les feuilles sont semi-persistantes, alternées, à rachis finement ailé, irrégulièrement imparipennées, de 5 à 11 folioles entières, oblongues-lancéolées de 2,5 à 5 x 1 à 1,5 cm, obtuses au sommet, sessiles et glabres (Somon, 1987). De nombreux auteurs ont postulé la survenue de variations des feuilles sous différentes conditions écologiques et que les facteurs environnementaux peuvent induire des variations structurelles, provoquant une xeromorphie. Les caractéristiques anatomiques peuvent aussi être efficacement utilisées comme indicateur de la tolérance à la sécheresse (Martins et al. 2003). Dans la sous-espèce *atlantica*, la nervure centrale se trouve couverte de poils ciliées, tandis que les nervures sont rarement ciliées (Belhadj et al. 2007).

La plupart des plantes supérieures, en général, et des plantes poussant dans les climats de type méditerranéen en particulier, sont soumises à un stress de chaleur et la sécheresse au cours de l'été, la plupart d'entre elles ont développé des mécanismes physiologiques et morphologiques, qui leur permettent de s'adapter et de survivre. Ces mécanismes comprennent principalement une réduction de la taille, l'enroulement des feuilles, la pubescence des feuilles denses, développement profond des stomates, l'accumulation de mucilage et d'autres métabolites secondaires dans le compartiment mésophile (Bosabalidis et Kofidis, 2002; Holmes et Keiller, 2002).

### 3.3. Le Fruit

Le fruit est appelé *El Khodiri* par les populations locales algériennes, appellation due à la prédominance de la couleur vert foncé à maturité (Belhadj, 2001), les fruits sont des drupes ovoïdes de 6 à 8 mm de long, pointues au sommet, monospermes à endocarpe osseux et mésocarpe sec plus au moins plissé. Ils arrivent à maturité en Septembre et on compte en moyenne 10 000 graines dans 1 Kg (Sahli, 1997). Dans les montagnes du Zagros, le pistachier sauvage (*Pistacia atlantica* Desf.) pousse à l'état naturel (Razavi, 2006).

## 4. Exigences écologiques du *Pistacia atlantica*

### 4.1. Pollinisation

La pollinisation est un des facteurs les plus importants dans la survie des espèces de *Pistacia* ; La température est un facteur important de l'environnement pouvant affecter le processus de reproduction des espèces de *Pistacia*, en particulier lors de la germination du pollen (Kakani et al. 2005) . Une étude de la morphologie du pollen des graines, par rapport à leur fertilité et leur taille a été réalisée sur des populations de *Pistacia atlantica* par (Belhadj et al. 2007) et a démontré l'homogénéité du pollen malgré les différences de diamètre offrant ainsi, la possibilité d'utiliser tous les pollens dans la pollinisation artificielle. La température optimale de germination du pollen du *Pistacia atlantica* est de l'ordre de 22,3°C, la germination du pollen est réduite de façon significative en dessous de 6,7°C et au dessus de 39,8°C (Acar et Kakani, 2010).

Les valeurs obtenues à partir du *Pistacia* sont similaires à celles des autres plantes telles que : le jujuba (Lee et al. 1985), la poire (Vasilakakis et Porlingis, 1985), le papaye (Cohen et al., 1989) et la mangue (Sukhvibul et al., 2000) . La date de semis peut influencer la performance de la récolte, déterminer la date de semis appropriée pour chaque espèce permettra le développement de la semence dans les meilleures conditions (McCreary, 1990). Selon les travaux de Gholami et al., (2007), une date de semis précoce du *Pistacia atlantica* est préférable car elle conduit à des individus avec un diamètre du tronc plus important, et une survie plus importante des espèces par rapport à une date de semis retardée

### 4.2. Exigences du sol

Le *Pistacia atlantica* se développe sur les alluvions de plaines, le calcaire ne semble pas affecter son développement (Abdelkrim, 1985). La nature gréseuse ou gypso-calcaire de la roche mère conditionne son association avec le jujubier dans les dépressions alluviales et le long du réseau hydrographique de l'Atlas Saharien (Benhassaini et al., 2007). Cette association intime entre le *Pistacia atlantica* et le *Zizyphus lotus* (jujubier) constituerait une bonne protection aux jeunes pousses du *Pistacia atlantica* contre les vents et le pâturage, en plus le sol où les feuilles du *Zizyphus lotus* tombent deviendrait acide et faciliterait la germination des graines du pistachier (Belhadj, 2001). Les propriétés des différents sols affectent le développement du *Pistacia atlantica*, la fertilité du sol affecte fortement le développement du feuillage, la concentration en nitrogène dans le sol augmente la disponibilité du carbone pour le feuillage et les tiges (Vilela et Ravita, 2001). Les contraintes environnementales, comme l'eau et la carence en nutriments, salinité élevée et de l'ombre, engendrent une instabilité du développement de la plante (Roy et al. 1999). Le Pistachier de l'atlas est approprié aux plantations dans les zones arides (Jazirei, 2001 ; Barzegar et al., 2001). En tant qu'espèce thermophile xérophyte, *Pistacia atlantica* pousse dans les sols secs pierreux, colline rocheuse, bords de champ, bord des routes, près de la base de murs de pierres sèches et d'autres habitats similaires (Tzakou et al., 2007). Ait said et al. (2011) ont mené une étude sur la diversité intraspécifique de trois populations de *Pistacia atlantica* à l'état sauvage dans les zones arides de l'Algérie, ainsi la survie et la croissance de *Pistacia atlantica* par une fourniture d'eau et une protection accrue des tissus internes lors des fortes périodes d'aridité est assurée par l'augmentation de l'épiderme, de la cuticule, du parenchyme palissadique et l'épaisseur totale des feuilles en fonction du degré d'aridité (.De tels modèles ont été observés chez de nombreuses espèces soumises au stress hydrique (Bussotti et al., 2002; Bacelar et al., 2006; Guerfel et al., 2009). En outre, une diminution prononcée de la taille des feuilles réduit la transpiration dans les sites où l'eau est rare, comme il est le cas pour les d'autres plantes (Huang et al., 2009; Macek et al., 2009). La haute plasticité morpho-anatomiques de *Pistacia atlantica* en réponse à l'aridité pourrait expliquer sa large distribution écologique dans le nord d'Afrique. Il se développe en général sous une pluviométrie de 200 à 250 mm par an (Sahli, 1997). En Algérie, il bénéficie d'une

---

pluviométrie de 1000 mm/an à l'Ouest d'Alger et 70 mm/an dans la région de Ghardaïa, il supporte aussi bien les basses températures (-12°C dans la région de Djelfa) que les températures élevées (49°C dans la région de Ghardaïa), néanmoins les jeunes plants craignent la gelée dans les zones semi-arides.

## 5. Utilisation du Pistachier de l'atlas

---

Le genre *Pistacia* est connu par ses propriétés médicinales depuis l'antiquité. En effet, les plantes de ce genre ont été utilisées en médecine traditionnelle pour le traitement de l'eczéma, des infections de la gorge, des calculs rénaux, de l'asthme, des douleurs d'estomac, comme anti-inflammatoire, antivirale... (Kordali et al. 2003), il a également d'autres utilisations spécifiques à chaque partie.

### 5.1. L'arbre

Le *Pistacia atlantica* est un arbre à la fois protecteur et productif (Monjauze, 1967). Il fournit un bois lourd peu résilient, de bonne conservation. C'est un bois d'artisanat et, bien entendu, un bois excellent pour le chauffage et la carbonisation (Monjauze, 1980). Il peut être utilisé dans les reboisements pour la protection de la steppe pastorale, en raison de sa rusticité et sa résistance à la sécheresse. Dans ce cadre, en Algérie 100 ha environ sont plantés chaque année en *Pistacia atlantica* dans les actions du barrage vert (Chaba et al., 1991). En plus de l'utilisation écologique du *Pistacia atlantica* dans les programmes de reboisement et la préservation des terres, il a l'avantage aussi d'être un bon porte-greffe et un bon pollinisateur pour le *Pistacia vera* (Crossa-Raynaud, 1984; Isfendiyaroglu et al. 2001; Ozeker et al., 2006 ; Maria et al., 2010). Il faut plus de 200 ans pour les arbres de *Pistacia atlantica* pour atteindre 1 m de diamètre, cependant des arbres allant jusqu'à 2 m de diamètre ont été retrouvés (Zangeneh, 2003; Arefi et al., 2006).

*Pistacia atlantica* est généralement considéré comme un porte-greffe de vigueur modérée (Ferguson et al., 2005; Spann et al., 2007).

### 5.2. La résine

L'écorce produit une résine-mastic (Oléorésine), qui exsude naturellement de façon abondante par temps chaud (Dogan et al., 2003). Les populations locales faisaient autre fois quelques usages et dont la pharmacie s'est longtemps servi pour la fabrication d'onguents (Monjauze, 1980). Cette résine dont l'odeur rappelle celle de la térébenthine est largement utilisée en industrie agro-alimentaire pour préparer les masticatoires, dans l'industrie photographique et en médecine dentaire. Elle est également utilisée comme colle (Yousfi et al., 2003). Cette résine est riche en huiles essentielles (32,6%) (Barrero et al., 2005), présentant un pouvoir antibactérien très intéressant surtout vis-à-vis de *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Staphylococcus pyogenes* ( Ghalem et Benali, 2009). La résine du Pistachier sauvage, appelé Sazezen en Iran, est utilisé pour une variété d'utilisations industrielles et traditionnelles, y compris pour la nourriture et la médecine (Poureza et al., 2008). La résine produite par les espèces du genre *Pistacia* contient des substances d'huiles volatiles (Duru et al. 2003; Klass et al., 1998), qui sont reconnues comme des métabolites secondaires dans certaines plantes méditerranéennes impliquées dans l'adaptation à la sécheresse et des températures élevées. De ce point de vue la fraction d'huile volatile peut être un précieux marqueur chimique pour la caractérisation intraspécifique des populations de *Pistacia atlantica* comme décrit pour *Pistacia lentiscus* L. (Castola et al., 2000). L'oléorésine de *Pistacia atlantica* ssp. *mutica*, pousse de plus en plus

dans les différentes régions de l'Iran, source de gomme mastic qui renforce les gencives, désodorise l'haleine, combat la toux et les maladies d'estomac (Bellakher, 1997), et a été traditionnellement utilisé dans le traitement de l'ulcère gastro-duodéal.

### 5.3. Les feuilles

Les feuilles du Pistachier de L'atlas donnent un extrait phénolique qui présente une activité antifongique considérable et qui trouve ses utilisations dans le domaine pharmacologique (Benhamou et al. 2008). Les parties aériennes de la plante ont été également utilisées en médecine traditionnelle pour le traitement de l'eczéma, la paralysie, la diarrhée, les infections de la gorge, des calculs rénaux, des douleurs ictère, l'asthme et traitement pour l'estomac, ainsi qu'un astringent et un stimulant pectorale. Les propriétés antioxydantes et antiacetylcholinestérase des extraits au méthanol et d'acétate d'éthyle des feuilles de *Pistacia atlantica* Desf. montrent que la plante dispose d'une puissante activité antioxydante contre les différents systèmes oxydants.

Les extraits sont de puissants piègeurs de radicaux libres, et leurs capacités antioxydantes ont été liées à leurs compositions chimiques. En ce qui concerne la phytochimie de *Pistacia atlantica*, des huiles essentielles ont été extraites à partir des échantillons récoltés en Grèce et au Maroc (Barrero et al., 2005 ; Tzakou et al., 2007). Récemment une étude a été publiée décrivant les huiles essentielles et les propriétés biologiques de *Pistacia atlantica* récoltée en Algérie (Gourine et al., 2009). Toutefois, il n'existe aucune étude détaillée sur la relation entre la phytochimie de *Pistacia atlantica* et les conditions écologiques de croissance.

### 5.4. Les graines

Le fruit du pistachier est une source importante de nourriture, même si les fruits sont plus petits et non pas une valeur commerciale comme que celles produites dans les vergers principalement à partir de la culture de *Pistacia vera* L. (Pourezza et al., 2008). Les graines sont séchées, écrasées ou moulues et ramassées avec de l'eau sucrée et consommées en boulettes ou bien séchées et croquées telles quelles comme des cacahuètes. (Belhadj, 2001). Des études épidémiologiques ont démontré un risque réduit de maladies cardiovasculaires avec de fréquentes consommations de graines (Hu et al. 1999 ; Kris-Etherton et al. 2008). Les études cliniques sur les graines ont montrées des effets d'abaissement du cholestérol total et du LDL-cholestérol (Kris-Etherton et al. 2008 ; Griel et al. 2006). Les graines de *Pistacia atlantica* sont utilisées aussi pour extraire l'huile utilisée en industries cosmétiques (Fida, 2008; Nemarundwe et al., 2008).

## CHAPITRE 2

1. Importance des lipides
  2. Extraction de l'huile
  3. L'huile des graines du Pistachier de l'atlas
    - 3.1. Composition
    - 3.2. Propriétés

---

## 1. Importance des lipides

---

Les lipides ou corps gras sont des composés synthétisés par les cellules vivantes des tissus végétaux ou animaux, qui contiennent dans leur structure moléculaire, des acides gras sous forme estérifiée. Les lipides sont caractérisés par une hydrophobicité et une solubilité aisée dans la majorité des solvants organiques : hydrocarbures et solvants.

Les lipides sont divisés en deux groupes :

Les **lipides glycéridiques**, les plus répandus en quantité car représentant 99% des lipides. Les lipides glycéridiques sont subdivisés en deux catégories : les triglycérides ou esters de glycérol d'une part, les phospho et glycolipides sont les lipides constitutifs des membranes.

Les **lipides non glycéridiques** qui sont appelés communément l'insaponifiable d'une matière grasse. Parmi eux on cite les hydrocarbures à longues chaînes, les cires, les alcools terpéniques, les tocophérols ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$ ) et surtout les stérols, à l'état libre sous forme d'esters ou de glucosides stéroliques (campistérol,  $\beta$ -sitostérol, stigmastérol, etc....)

### 1.1. Répartition des lipides dans le règne végétal

Les lipides sous forme de phospholipides et de glycolipides sont présents dans la cellule en tant que constituants des membranes cytoplasmiques, nucléaires et de réticulum endoplasmique, mais en faibles proportions. Certaines espèces végétales accumulent au cours de leur développement des réserves lipidiques, généralement localisées dans le fruit ou dans la graine. Ces réserves sont constituées de triglycérides, de mono et diglycérides. Dans les graines oléagineuses des réserves lipidiques se synthétisent en une courte période (à titre d'exemple 15 jours pour le colza), un certain temps après la floraison. Les espèces produisant des graines riches en lipides sont les plus recherchées et cultivées pour satisfaire les besoins des êtres humains en matières grasses. Les teneurs en lipides des graines oléagineuses représentent souvent plus de 50% de leur poids. Les réserves lipidiques des graines amylacées, localisées dans le germe, sont utilisées au cours de la germination. Evidemment les teneurs sont beaucoup plus faibles (**Tableau 2**) mais la réalisation de leur extraction est intéressante (germe de blé, germe de maïs).

Types de graines	Espèces	Lipides (%)	Acides gras majoritaires (%)	
Oléagineuses	Arachide	43-55	Acide oléique	55
			Acide linoléique	22
	Soja	18-22	Acide oléique	22
			Acide linoléique	56
	Colza	37-46	Acide oléique	59
		Acide linoléique	21	
	tournesol	38-45	Acide oléique	20
			Acide linoléique	65
	Lin	35-45	Acide oléique	20
			Acide linoléique	52
Amylacées	Riz	6	Acide oléique	43
			Acide linoléique	36
	Germe de blé	2-2,5	Acide oléique	20
			Acide linoléique	66
	Germe de maïs	4-6,6	Acide oléique	26
			Acide linoléique	60

*Tableau 2 : Ordre de grandeur des teneurs en lipides de quelques espèces végétales et acides gras de constitution majoritaires.*

## 1.2. Transformation subies par les lipides

La prédominance en acides gras insaturés dans les lipides végétaux conduit à une réactivité chimique que ne possèdent pas les acides gras saturés. Cette réactivité se manifeste au cours de la récolte et du stockage des graines, pendant et après l'extraction de l'huile, au cours du raffinage et la période de conservation du produit fini.

### 1.2.1. Oxydation enzymatique

Les lipides des graines oléagineuses peuvent être l'objet d'altérations enzymatiques qui sont de deux types : hydrolyse des glycérides par la lipase avec apparition des acides gras libres ou encore oxydation, par l'oxygène de l'air, en présence de la lipoxigénase, des acides gras de structure cis –cis dié 1,4 diéniques et formation des hydro peroxydes correspondants. Ceux-ci vont se décomposer en donnant des produits volatils à éliminer facilement par la

désodorisation, et des produits non volatils difficilement éliminés .C'est pour cette raison qu'il est déconseillé de broyer les graines oléagineuses trop longtemps avant leur pressage, sauf si les enzymes présentes ont été inactivées par un traitement thermique (Prevot, 1971).

### **1.2.2. Autoxydation non enzymatique**

L'oxydation spontanée des glycérides en présence d'oxygène, dans de différentes conditions de température, produit une grande variété de molécules, tels que les peroxydes, le CO<sub>2</sub>, les produits de scission et de recombinaison des acides gras .Les peroxydes sont peu stables et donnent rapidement naissance à des aldéhydes solubles dans l'eau et qui sont responsables du goût de rance caractérisant le mauvais état de conservation des corps gras. Le seuil de perception pour l'homme est de l'ordre de 0.05 à 0.6 ppm pour les aldéhydes. Toutes ces substances sont éliminées au cours de la désodorisation qui est le dernier traitement du raffinage (Prevot ,1971).

## **2. Extraction de l'huile**

---

L'extraction d'huile des graines oléagineuses peut être effectuée par :

- Des procédés traditionnels
- Des solvants
- Du pressage en discontinu ou en continu.

### **2.1. Extraction artisanale**

Elle consiste à ramollir les graines entières par trempage dans l'eau tiède. Cette opération a pour but de faciliter l'extraction de l'huile. Les graines entières ramollies sont pilées afin de séparer la pulpe du noyau. Cette opération permet également d'affiner la pulpe en pâte. La pâte obtenue est introduite dans une marmite où on ajoute un peu d'eau. Après cuisson à feu doux on récupère l'huile surnageante à l'aide d'une louche.

### **2.2. Extraction par solvant**

Pour l'extraction d'huile, les graines oléagineuses sont au préalable séchées dans une étuve à 70°C pendant 24 heures. Les péricarpes séparés des noyaux subissent un broyage. L'huile est extraite de l'échantillon broyé en utilisant de l'hexane par agitation dans l'obscurité à température ambiante pendant 48 h. Le solvant est évaporé sous vide à 40 ° C.

### **2.3. Extraction par pressage.**

L'extraction de l'huile des graines oléagineuses est réalisée dans une suite d'étapes comprenant des prétraitements physiques et thermiques, suivie d'un pressage et d'une extraction proprement dite (Parmentier *et al.* 2004).

#### **2.3.1. Traitements physiques et thermiques des graines**

Le traitement des graines riches en huile comprend les étapes suivantes : le nettoyage, le décorticage, broyage et laminage, cuisson, pression et extraction (Laisney, 1992).

##### **2.3.1.1. Nettoyage**

Le nettoyage est effectué dans le but d'éliminer les impuretés de grande taille (tiges, feuilles, pierres, pièces métalliques...etc.) et les poussières par tamisage (tamis rotatifs et vibrants) puis par passage devant des aimants (aimants permanents et tambour magnétique).

### **2.3.1.2. Séchage**

L'humidité supplémentaire des graines récoltées doit être éliminée, pour assurer un bon stockage sans altérations. Un séchage est aussi indispensable pour les graines qui vont subir un décorticage où la coque fait corps avec la graine (Laisney, 1992).

### **2.3.1.3. Décorticage**

Le décorticage permet de séparer l'amande de la coque. Il diminue la friction et l'usure dans la presse et améliore la qualité de l'huile et du tourteau (Isobe et al. 1992), et facilite aussi les prétraitements (Laisney, 1984 ; 1992).

### **2.3.1.4. Broyage et aplatissage**

Le broyage a pour but d'augmenter le rapport de surface/volume, il est réalisé dans un broyeur à marteau ou à cylindre cannelés. L'aplatissage est une opération de laminage, réalisé par écrasement entre des cylindres lisses, à une température de 40°C afin d'augmenter la plasticité de la graine traitée. Singh et al. (1984), ont rapporté que le broyage des graines de tournesol augmente le rendement d'huile. Mrema et Nc-Nulty, (1986) ont indiqué que le pressage des graines de noix de cajou donne un rendement d'huile qui passe de 79% à 96% lorsque la granulométrie passe de 1,5 à 1,8mm. Cependant l'effet inverse a été observé sur la graine de colza à savoir que le rendement varie de 68% à 20% lorsque la granulométrie passe de 0,3 et 0,6 mm. Mountasser et El Hadek, (1999) en étudiant l'effet de la granulométrie des amandes d'*Argania spinosa* sur le rendement en huile, ont conclu qu'il existe une granulométrie optimale de l'ordre de 1000 µm, pour laquelle le rendement est maximal. Le broyage permet de réduire et de fractionner les amandes en fines particules, ce qui facilite alors le travail de la presse et la sortie de l'huile par simple écrasement des cellules lipidiques. L'effet de la granulométrie des amandes (noyaux) d'abricôts a été aussi confirmé par Ferradji et al. (2001), qui ont rapporté une valeur optimale de la granulométrie de 1 mm permettant d'obtenir un rendement maximal en huile de 55,23%.

### **2.3.1.5. Traitement thermique**

Le traitement thermique permet de stériliser les graines en détruisant les bactéries et les champignons, d'inactiver les enzymes thermosensibles (Myrosinases), de détruire les substances toxiques susceptibles d'affecter la qualité de l'huile et du tourteau, de diminuer l'humidité de la graine aux environs 3 à 5%, de coaguler les protéines et d'accroître la plasticité de la graine, assurant ainsi la libération des gouttelettes lipidiques (Laisney, 1992).

La cuisson thermique vise à faciliter l'extractibilité de l'huile et à accroître les performances du pressage mécanique (Lanoisellé et Bouvier, 1994).

## **2.3.2. Pressage hydraulique des graines oléagineuses**

La pression s'effectue en discontinu par presse hydraulique ou en continu par presse à vis. Elle est suivie d'une extraction chimique à l'hexane pour récupérer l'huile résiduelle dans les tourteaux. Malgré les avantages qu'offrent les presses modernes, les presses hydrauliques sont toujours utilisées pour des applications particulières et des productions artisanales



des huiles de valeur à faible tonnage. Très efficaces, les presses hydrauliques fournissent des pressions de 4 à 500 bars (Laisney, 1992). L'utilisation des presses hydrauliques pour l'extraction des huiles des graines oléagineuses permet d'étudier l'influence de nombreux paramètres : La pression appliquée, la vitesse de descente du piston ou vitesse de compression, l'épaisseur caractéristique de pressage, la durée de pressage, la température du gâteau et la teneur en eau, pour de nombreuses graines brutes ou prétraitées (Lanoisellé et Bouvier, 1994). L'influence de ces paramètres a fait l'objet de nombreux travaux pour différentes graines oléagineuses (**Annexe 1 : Tableau 35**).

### 2.3.2.1. Effet de la température

Smith et Kraybill, (1993), en étudiant l'effet de la température et de la pression sur l'extraction d'huile des graines de soja finement broyé, ont conclu que le rendement d'huile aux températures élevées, atteint une valeur de 78,7%.

Mrema et Nc Nulty, (1986) ont rapporté que le rendement en huile augmentait de façon significative avec l'augmentation de la température de 20 à 140°C et une réduction de la vitesse de pressage. Hammonds et *al.*, (1991) ont montré qu'un préchauffage de la pâte d'arachide à 60°C dans un four à micro-ondes permet d'accroître notablement le rendement en huile notamment aux faibles pressions. Mountasser et El Hadek, (1999) ont aussi observé que le rendement huile d'argan augmente avec l'augmentation de la température de pressage. Ces effets de la température sont expliqués par l'augmentation de la fragilité et de la perméabilité des parois des cellules lipidiques. La libération d'huile stockée à l'intérieur de celles-ci croit lorsque la température est plus élevée. (Yé et *al.*, 2007) en étudiant l'influence de la température sur le taux d'extraction du beurre des amandes de karité (*Vitellaria paradoxa*) ont indiqué une décroissance de 70% lorsque la température augmente de 90 à 150°C. Une telle observation a été aussi signalée par les chercheurs Adeeko et Ajibola, (1990) et Hamzat et Clarke, (1993). Une autre étude menée par Wiesenborn *et al.* (2001), a révélé que l'augmentation de la teneur en huile résiduelle du tourteau aux températures élevées serait due à la réduction de la plasticité des graines. Kartika, (2005) a confirmé que la teneur en huile résiduelle du tourteau de tournesol augmente effectivement de 21,3 à 23,5%, lorsque la température augmente de 80 à 120°C, traduisant ainsi une diminution de l'efficacité de pressage.

### 2.3.2.2. Effet de la pression

Hammonds et *al.* (1991) en travaillant sur le pressage hydraulique de la pulpe de noix de coco broyée et de la pâte d'arachide, ont montré qu'une augmentation de la pression permet d'accroître le rendement d'extraction. Des résultats similaires ont été aussi signalés par Sivala et *al.* (1991) qui ont indiqué que le rendement d'extraction d'huile de son de riz augmente avec l'augmentation de la pression et du temps de pressage. Lanoisellé, (1994) qui a étudié l'effet de la variation des pressions (20, 30, 50, 75 et 120 bars) à 95°C sur le rendement en huile pour les graines de tournesol, de lin, de ricin et de colza, a montré que le rendement de pressage augmente en fonction de la pression pour les quatre graines testées. Mountasser et El Hadek, (1999), ont montré que le rendement d'huile d'argan augmente et la proportion des tourteaux diminue de façon continue en fonction de la pression, sans atteindre des valeurs optimales. Ce comportement est dû à l'augmentation des forces mécaniques qui favorisent la fragilité et la fragmentation des cellules lipidiques. Ferradji et *al.* (2001) ont montré que l'huile des amandes de noyaux d'abricot, grossièrement broyées et précuites à la vapeur pendant 40 minutes, s'écoule dès que la pression atteint 150 bars. A cette valeur de pression le rendement est de 42,8%. Yé et *al.* (2007) ont rapporté

qu'une augmentation de la pression de 7 Mpa à 25 Mpa augmente le taux d'extraction de beurre du karité de 40% à 80%.

### 2.3.2.3. Effet de la durée de pressage

Le temps de pressage sera d'autant plus court que la pression est élevée et que l'épaisseur caractéristique de pressage est faible (Lanoisellé, 1994). Les travaux de Koo, (1942), relatifs aux caractéristiques de pressage de sept variétés de graines cultivées en Chine (soja, coton, colza, arachide, abrasin, ricin et sésame), montrent que l'augmentation de la pression, de la température et du temps de pressage a permis d'accroître le rendement en huile de façon importante. Khan et Hanna, (1984) ont étudié les caractéristiques du pressage de la graine de soja. Ils ont travaillé sur des échantillons de 5 grammes à des pressions de 35 et 45 Mpa. Les résultats ont montré que l'augmentation du temps de pressage de 4 à 6 minutes a permis d'accroître légèrement le rendement en huile. Singh et *al.* (1984) ont étudié l'effet des caractéristiques de pressage du tournesol sur la teneur résiduelle en huile dans le tourteau. Ils ont testé 31 combinaisons des facteurs comprenant la pression (14, 28, 42, 56 et 70 Mpa), le temps de pressage (4, 5.5, 7, 8.5 et 10 minutes) et la température (20, 35, 50, 65 et 80°C) pour les graines décortiquées et finement broyées. L'étude statistique a permis de hiérarchiser les effets. Ainsi le facteur le plus influant s'est avéré être la pression, suivi du temps de pressage puis de la température. Les études d'Adeeko et Ajibola, (1990) montrent l'existence d'une corrélation entre le taux d'extraction et la durée de pressage avec un ralentissement progressif de l'écoulement en raison de l'obstruction des pores sous l'effet du drainage. Yé et *al.* (2007), en vue de déterminer le temps de pressage nécessaire pour atteindre une stabilisation du taux d'extraction du beurre de Karité, ont montré que le taux d'extraction est stable aux environs de 75% dès les cinq premières minutes.

### 2.3.2.4. Effet de l'épaisseur de l'échantillon et de la vitesse de pressage

Plusieurs études, relatives à l'effet de la vitesse et de l'épaisseur du gâteau du pressage sur le taux d'extraction d'huile, montrent qu'une réduction de la vitesse et de l'épaisseur du gâteau de pressage tend à accroître le rendement en huile, tous les autres paramètres étant gardés constants. Hickos, (1953) a montré que le rendement en huile des graines de coton augmente avec la réduction de la vitesse de pressage et de l'épaisseur du gâteau. Khan, (1981) a également indiqué qu'une vitesse de pressage faible conduisait à un rendement en huile élevé. Mountasser et El Hadek, (1999) ont constaté que le rendement d'huile d'argan augmente au fur et à mesure que l'espacement des plaques de la presse augmente jusqu'à atteindre une valeur optimale de 34% pour une charge de 0.4 cm d'épaisseur. Si la quantité des amandes pressées augmente (épaisseur supérieur à 0.4 cm), le rendement en huile diminue.

### 2.3.2.5. Effet de la teneur en eau des graines oléagineuses

Plusieurs travaux sur le pressage hydraulique des graines oléagineuses indiquent que la teneur en eau des graines influence de façon importante le rendement d'extraction (Lanoisellé et Bouvier, 1994) et même la qualité de l'huile extraite (Cheftel et Cheftel, 1984). Jamieson, (1932) a obtenu un rendement optimal en huile de coton pour des teneurs en eau de 8 à 9%, alors que Taylor, (1937), rapporte que le rendement de pressage de la même graine est amélioré si la teneur en eau est fixée à 7-8 %, grâce à une cuisson préalable sous pression à 129.5°C. Koo, (1942), a montré expérimentalement qu'il existait une teneur en eau optimale permettant d'obtenir un rendement de pressage maximum. Ainsi, des teneurs optimales de 5% et de 9-13% respectivement pour les graines de sésame et de coton. La

teneur en eau optimale dépend étroitement de la température de pressage. Ainsi Hickos , (1953) a obtenu une teneur résiduelle en huile minimale de 4.5% pour des conditions de pressage de 98°C et 6.5% de teneur en eau des graines de coton. Sivala et *al.* (1991) ont montré que le rendement d'extraction augmentait lorsque la teneur en eau du son de riz augmentait. A pression élevée (25,5 Mpa), les auteurs ont mis en évidence une teneur optimale de 10,5%. Les études de Hammonds et *al.* (1991), sur la pâte d'arachide et la pulpe de noix de coco, montrent également une teneur en eau optimale, de l'ordre de 10 à 12% dans les deux cas, quelle que soit la pression appliquée. Ferradji et *al.* (2001) ont constaté que le rendement en huile augmente avec l'accroissement de la teneur en eau. Pour les amandes de noyaux d'abricot précuites à la vapeur pendant 40 minutes, la teneur en eau augmente de 8,34% à 14,66% parallèlement le rendement augmente de 12,33% à 42,8%. Au delà de 14,66% d'humidité, le rendement en huile diminue.

### 3.Huile des graines du *Pistacia atlantica*

#### 3.1.Composition chimique des graines et propriétés physiques de l'huile

Plusieurs résultats de recherche ont rapporté que la teneur en lipides des graines de *Pistacia atlantica* varie de 26 à 50% (**Tableau 3**) , (Daneshrad et Aynehchi, 1980 ; Karlenskind , 1992 ; Yousfi et *al.*2002 Benhassaini et *al.* 2007) . L'huile de *Pistacia atlantica* a un poids spécifique de 0,918 à 15°C, elle est fluide et de couleur jaune, à odeur et saveur agréable, et se solidifie entre 5 et 10°C (Nigon et *al.* 2000 ; Yousfi et *al.* 2003). En fonction du degré de maturité l'huile peut être fluide, semi-fluide ou solide à température ambiante. Sa couleur à l'état brut peut être orangée, (**Figure 2**).

**Tableau 3: Composition chimique de graines de *Pistacia atlantica* Desf. ssp.**

Paramètres (%)	<i>Pistacia atlantica</i>	
	Ecotype Nord Algérien	Ecotype Iranien
Matière sèche	78.74±0.48	95.13±0.15
Teneur en huile	39.80±1.37	26.80±3.05
Humidité	21.26±1.24	14.87±1.32
Teneur en fibres	12.60±0.71	32.43±1.52
Teneur en protéine (N x 5.17)	10.39±0.66	8.20±0.40
Cendres	5.54±0.11	2.07±0.06
Glucides	5.43±0.35	5.23±0.29

( Benhassaini et al. 2007)



**Figure 2 :** Aspect d'une huile du *Pistacia atlantica* extraite au laboratoire de chimie de l'ENSA.

### 3.2. Indices chimiques de l'huile.

Les valeurs de l'indice de **peroxyde** des huiles de *Pistacia atlantica* ssp. *kurdica*, *Pistacia atlantica* ssp. *mutica* et *Pistacia vera*, rapportées par Farhoosh et al. (2008) sont respectivement de 4,07 ; 1,44 et 0,37 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile (**Tableau 4**). Ces résultats peuvent être liés aux phénomènes d'oxydation qui dépendent des conditions de stockage. L'indice de peroxyde s'intéresse au nombre d'oxygènes actifs dans les chaînes organiques d'un corps gras (lipides, acides gras libres, monoglycérides, diglycérides et triglycérides). Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse (rancissement). Plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est oxydée. Cependant, cet indice n'est qu'un indicateur de début d'oxydation. Ces phénomènes sont favorisés généralement par des teneurs importantes en acides gras insaturés qui peuvent constituer dans certaines huiles plus de 80 % de leurs masses.

L'**indice d'iode** de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* ssp. *kurdica* et ssp. *mutica*, rapportés par Farhoosh et al. (2008), sont respectivement de 104,26 et 104,77 g d'I<sub>2</sub>/100 g d'huile. Ces valeurs sont comparables aux indices des huiles du maïs (103-128), de la graine de coton (99-119) et des graines de moutarde (Gunstone et al. 1994). Les différences entre les valeurs des indices d'iode sont dues à la variation de la composition en acides gras.

Des valeurs d'**indice d'acide**, comprises entre 0,92 et 1,75 mg KOH/g d'huile, indiquent que les échantillons de graines ont été stockés dans de bonnes conditions avant l'opération d'extraction par pressage à froid (Gunstone et al. 1994). Cependant l'indice d'acide de l'huile du Pistachier de l'atlas, analysée par Yousfi et al. (2003), varie de 4,8 à 18,7 mg KOH/g d'huile. Ces valeurs élevées révèlent que l'huile a été altérée au cours du stockage. L'indice de saponification faible de l'huile analysée (108 -199), laisse prédire que l'huile de *Pistacia atlantica* contient des acides gras à longues chaînes.

	<i>Pistacia atlantica</i> Ecotype Algérien	<i>Pistacia atlantica</i> Ecotype Iranien	
	Yousfi et al. , (2003)	Farhoosh et al. , (2008)	
		ssp. <i>Mutica</i>	ssp. <i>Kurdica</i>
Teneur en huile (%)	52	--	--
Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)	18,7	--	--
Indice d'iode (g I <sub>2</sub> /100g d'huile)	88,5	104,26	104,77
Indice de peroxyde (még/kg d'huile)	-	1,94	4,07
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	199,5	108,19 ± 1,83	108,72 ± 1,70
Teneur en insaponifiable (%)	1,72	5,63 ± 0,9	5,92 ± 0,28

**Tableau 4:** Valeurs des indices chimiques de l'huile des graines de trois écotypes de *Pistacia atlantica* Desf.

### 3.3.Constituants lipidiques

L'huile de *Pistacia atlantica* est majoritairement constituée de triglycérides ou triacylglycérols (TAG) (95 à 99% d'huile). Le reste de la fraction lipidique (1 à 5%) renferme des composés dits « mineurs » en raison de leur faible teneur, tels que des phospholipides, des alcools aliphatiques et triterpéniques, des cires, des pigments, des tocophérols et des stérols.

#### 3.3.1. Acides gras

Plusieurs travaux de recherche ont montré que l'huile de *Pistacia atlantica* contient les acides, palmitique, palmitoléique, oléique, linoléique et linolénique. La teneur en acide palmitique varie de 12 à 25%. L'acide gras prédominant étant l'acide oléique avec des teneurs comprises entre 45 et 55%, suivi de l'acide linoléique dont les teneurs varient de 18 à 30% (**Tableau 5**).

(Saffarzadah et al. 2000 ; Yousfi et al. 2003 ; Benhassaini et al. 2007). La teneur élevée de l'acide oléique confère à l'huile une stabilité au cours du stockage. L'importante teneur totale

des acides gras polyinsaturés (30 à 70%) indique que l'huile de *Pistacia atlantica* a une bonne valeur alimentaire. Les teneurs en acides oléique et linoléique (50,65 et 29,76%) de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* sont comparables à celles de l'huile d'Argan qui renferme 45% d'acide oléique et 35% d'acide linoléique (**Tableau 6**). La variation des teneurs des différents acides gras, serait due aux conditions de maturation et à l'environnement de croissance qui influent sur la composition en acides gras des espèces (Ozenda ,1983 ; Richter ,1993 ; Lutjohann et al. 1995 ; Yildiz ,1998 ;Shin et al. 2010).

Huile	Teneur en huile	Acides gras saturés		Acides gras insaturés			Source bibliographique
		C16:0	C18:0	C18:1(Ω9)	C18:2(Ω6)	C18:3(Ω3)	
Amande	54,2	-	5	78	17	-	(www.foodscience.auckland.ac.nz, 2007)
Cacahuète	47,5	-	18	47	29	-	(Erasmus, 1993)
Argan	40 -	-	20	45	35	-	(Khallouki, et al. 2005)
Carthame	59,5 -	-	12	13	75	-	(www.cyberlipid.org, 2005)
Colza	30	-	7	54	30	7	(Lampi et Piironen, 1999)
Olive	20	-	16	75	8	-	(Cabrini, et al. 2001)
Soja	17,7	9	6	26	50	7	(Cabrini, et al. 2001)
Tournesol	47,3	-	12	23	65	-	(Warner, et al. 2006)
Pistachier	53,7	17,29	6,09	54,66	18,51	0,59	(Saber-tehrani et al. 2012)
Palme	35,3	85	0	13	2	-	Verleven, (2002)

**Tableau 6 :** Composition en acides gras de quelques huiles et graisses végétales.

### 3.3.2. Substances insaponifiables

Farhoosh et al. (2008) en étudiant les caractéristiques chimiques de l'huile, ont rapporté que les substances insaponifiables sont composées de : stérols, tocophérols, phénols totaux et cires, dont les teneurs sont présentées sur le **Tableau 7**. Il ressort de ces valeurs que l'huile des graines de *Pistacia atlantica* et *Pistacia vera* renferment la même teneur en tocophérols totaux. Cependant la sous espèce *Pistacia atlantica* ssp. *kurkida* ne contient que 499.91 mg α-tocophérols/Kg d'huile.

**Tableau 7:** Composition des substances insaponifiables de l'huile des graines de deux espèces de *Pistacia*

Paramètres	Huile des graines de :		
	<i>Pistacia atlantica ssp mutica</i>	<i>Pistacia atlantica ssp kurdica</i>	<i>Pistacia vera</i> L.cv.ohadi
Teneur en insaponifiable (% d'huile)	5.63±0.90	5.92±0.28	6.14±0.72
Stérols totaux (% d'huile)	5.37±0.49	5.89±0.07	5.73±0.02
Tocophérols totaux (mg α-tocophérols/Kg d'huile)	818.58±14.90	499.91±8.46	815.90±8.29
Phénols totaux (mg d'acide gallique /Kg d'huile)	81.12±1.73	56.51±1.49	62.84±1.02
Teneur en cire (% d'huile)	6.48±0.32	5.67±0.48	6.39±0.38

(farhoosh et al .,2008)

Farhoosh et al. (2010), en analysant la fraction de l'insaponifiable de l'huile des téguments de *Pistacia atlantica ssp. mutica* par chromatographie sur couche mince de gel de silice ont identifié les substances suivantes : hydrocarbures (3,7%), carotènes (3,6%), tocophérols et tocotriénols (24,7%), alcools triterpéniques (0,9%), méthylstérols (5,7%), stérols (3,2%), dialcools triterpéniques (4,7%), dialcool triterpénique méthylesters (4,5%). Les mêmes auteurs ont rapporté que la fraction de l'insaponifiable de l'huile des téguments de *Pistacia atlantica ssp. mutica* constitue un antioxydant naturel qui retarde l'oxydation des lipides au cours de la friture de l'huile de tournesol.

### 3.3.2.1. Stérols

Les phytostérols sont une classe importante des constituants bioactifs dans les huiles de graines. Ce sont des composés naturels présents dans les plantes, les graines oléagineuses, le germe de blé et les huiles non raffinées. Les stérols végétaux se présentent principalement sous forme de stérols libres ou estérifiés dans les huiles et les graisses, (Piironen et al. 2000). Les sources naturelles en stérols sont l'huile de maïs (830 à 968 mg/100g), l'huile de colza (584 mg/100g) et l'huile d'olive (225 à 258 mg/100g), (Ostlund et al. 2002). Nissinen et al.(2006) ont rapportés que des stérols préparés sous forme de capsules, sont utilisées comme compléments alimentaires . Une étude récente effectuée sur l'huile des graines du *Pistacia atlantica* , montre que la fraction stérolique est constituée de : campéstérol, stigmastérol, β-stérol et Δ<sup>5</sup>-avenastérol. Le β-stérol étant le constituant prédominant (Saber-Tehrani et al.2012).

La teneur en stérols est un critère important en raison de son activité antioxydante .De nombreuses études ont montré que la consommation d'environ 2g par jour de β-sitostérol abaisse le LDL-cholestérol d'environ 10%. Ainsi le campestérol et le β -sitostérol joueraient un rôle important dans la réduction du cholestérol sanguin (Grandefeldt et al. 1991 ; Pelletier et al.1995 ; Yildiz ,1998 ; Nigon et al. 2000 ;Awad et Fink, 2000; De-Jong et al. 2003; Berger et al. 2004 ; Ostlund et al. 2004) .Plusieurs études épidémiologiques et expérimentales ont démontré aussi que l'ingestion d'une grande quantité de phytostérols réduit le risque du cancer du côlon (Richter, 1993 ; Satil et al. 2003).

### 3.3.2.2. Composés phénoliques

#### 3.3.2.2.1. Propriétés biologiques et thérapeutiques des composés phénoliques

Les aliments contiennent des formes et des quantités variables de phénols présentant ainsi des potentiels antioxydants différents (Arcan et Yemenicioglu, 2009). Les antioxydants protègent l'huile du mauvais goût, ce qui retarde le rancissement (Stanislavaz et al. 2011). Des études relatives au potentiel antioxydant des graines tels que les noisettes, noix et pistaches ont montré que ces aliments constituent une source importante de composés phénoliques antioxydants (Yurttas et al., 2000; Anderson et al. 2001; Gunduc et al. 2003 ; Tokusoglu et al. 2005; Kornsteiner et al. 2006). Les flavonoïdes et les acides phénoliques sont les antioxydants naturels les plus importants en dehors des tocophérols (Gulc , 2006). Les études cliniques suggèrent qu'une supplémentation de l'alimentation humaine avec des noisettes, des noix ou des pistaches, serait bénéfique pour améliorer le potentiel antioxydant du plasma sanguin et des profils lipidiques qui sont étroitement liés aux risques cardiovasculaires (Edwards et al. 1999; Tapsell et al. 2004; Kocyigit et al. 2006). Tokusoglu et al. (2005) ont rapporté que les graines de pistaches contiennent du resvératrol, connu pour ses propriétés de cardioprotecteur, réduisant le risque de certaines maladies chroniques (Pervaiz, 2004; Parry et al. 2008).

#### 3.3.2.2.2 Composés phénoliques de *Pistacia atlantica*

Farhoosh et al.(2008 ) en déterminant les teneurs en composés phénoliques totaux, exprimés en acide gallique ,de plusieurs huiles végétales , ont conclu que l'huile de *Pistacia* renferme des teneurs en phénols les plus élevées ,variant de 56,51 et 81,12 mg d'acide gallique/Kg d'huile (**Tableau 8**).

**Tableau 8: Teneur en phénols de quelques huiles végétales**

Huiles des graines	mg d'acide gallique/Kg d'huile
<i>Pistacia atlantica</i> ssp. <i>Mutica</i>	81,12 ± 1,73
<i>Pistacia atlantica</i> ssp. <i>Kurdica</i>	56,51 ± 1.49
<i>Pistacia vera</i>	62,84 ± 1.02
Colza	48,19
Soja	45,80
Tournesol	45,27
Maïs	30,80
Olive	15,27

Saber Tehrani et al.(2012) ont rapporté que l'acide caféique est prédominant dans l'huile des graines du *Pistacia atlantica* avec une teneur de 1,96 mg / kg d'huile, suivi par l'acide cinnamique (0,67 mg / kg d'huile) ,le pinorésinol (0.64mg/kg d'huile), le p- Coumarique (0,36 mg / kg d'huile) ,la vanilline (0,28 mg / kg d'huile), l' ortho-coumarique (0,19 mg / kg d'huile) et l'acide férulique (0,16 mg / kg d'huile) . Les acides phénoliques ont été largement étudiés pour leurs propriétés antioxydantes.

#### 3.3.2.3. Cires

Les cires sont des composés insolubles de haut poids moléculaire avec un point de fusion élevé et naturellement présents dans les huiles végétales brutes. Elles ont des applications



en pharmacologie, cosmétologie et dans les industries des polymères et de cuir. Ces composés peuvent être désavantageux car ils sont principalement responsables de la turbidité de l'huile raffinée et une augmentation des pertes lors du raffinage. Farhoosh et al. (2008) ont déterminé la teneur en cires de l'huile des graines de quelques variétés du Pistachier Iranien (**Tableau 9**). Ainsi cette valeur varie de 5,67 à 6,48% respectivement pour les sous espèces *mutica* et *kurdica* du *Pistacia atlantica*. L'huile des graines du *Pistacia* constitue une source non négligeable en cires, concurrençant ainsi l'huile du son de riz qui est considérée comme étant l'huile la plus riche en ces éléments (Mezouari et al.2006).

**Tableau 9 : Teneur en cires de l'huile des graines de quelques variétés du pistachier Iranien**

Huile	Teneur en cires (%)
<i>Pistacia atlantica</i> ssp <i>mutica</i>	6,48 ± 0,32
<i>Pistacia atlantica</i> ssp <i>kurdica</i>	5,67 ± 0,48
<i>Pistacia vera</i>	6,39 ± 0,38

(Farhoosh et al. 2008)

### 3.3.2.4. Tocophérols

#### 3.3.2.4.1. Biosynthèse des tocophérols

Les tocophérols sont synthétisés par l'union de deux composés issus de deux voies métaboliques différentes : la *chaîne prényl* latérale (phytyl-diphosphate), produite par la voie de biosynthèse des isoprénoïdes et le *noyauchromanol* (acide homogentisique–HGA), produit par la voie du shikimate (DellaPenna et Pogson, 2006). On obtient alors le 2-méthyl-6-phytylbenzoquinone (MPBQ), premier vrai tocophérol, précurseur commun des quatre formes  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ . Ce précurseur peut subir une méthylation supplémentaire en R2 (2,3-diméthyl-6-phytylplastoquinol – DMPBQ) et la synthèse des tocophérols est alors divisée en deux voies : ces composés seront à l'origine soit des formes  $\delta$  (précurseurs MPBQ), soit des formes  $\gamma$  (précurseurs DMPBQ). Ces formes  $\delta$  ou  $\gamma$  peuvent alors être à nouveau méthylées en position R1 (par la  $\gamma$ -méthyltransférase) pour donner respectivement les formes  $\beta$ -, ou  $\alpha$ . Cette dernière est finalement la forme la plus hautement méthylée. (DellaPenna et Pogson, 2006). **Figure 3**

#### 3.3.2.4.2. Propriétés biologiques des tocophérols

La vitamine E est reconnue comme l'anti-oxydant majeur des milieux lipidiques (Leger, 2000). En effet, les tocophérols assurent la rigidité des membranes et s'opposent aux phénomènes oxydatifs, notamment à l'oxydation des acides gras. La vitamine E est composée d'un groupe de huit isomères,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  et  $\delta$  des tocophérols et tocotriénols (**Figure 4**), qui ont une activité biologique, l' $\alpha$ - tocophérol est un additif très utilisé dans les industries agroalimentaires (Vilkas, 1994). Les sources alimentaires de la vitamine E sont soit d'origine végétale ou animale (Artur et al. 1994 ; Bonvehi et al. 2000). Les huiles végétales sont considérées comme les sources les plus importantes, suivies par les oléagineux et légumes à feuilles vert foncé (Krinsky ,2003) .En plus de son activité antioxydante et sa capacité à piéger les radicaux libres, elle peut réduire le risque de cancer et prévenir la progression des lésions précancéreuses. Ainsi, la connaissance de la teneur en vitamine E dans les aliments est d'une grande importance pour assurer l'apport quotidien optimal en tant que facteur essentiel dans la santé humaine (Sanchez-Perez et al. 2000).

La carence en tocophérols peut causer des problèmes neurologiques tels que l'ataxie spino-cérébelleuse et les myopathies (Brigelius et Traber, 1999). De nombreuses études ont soutenu l'hypothèse que les antioxydants tels que les caroténoïdes et la vitamine E sont associés à la limitation des maladies cardio-vasculaires (Lichtenstein, 2009).

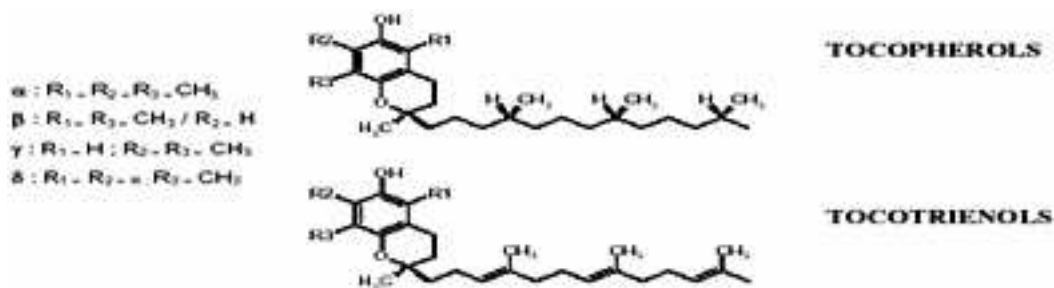


Figure 3. Structure chimique de la vitamine E.

Figure 4 : Structure Chimique des Tocols (Tocophérols et Tocotriénols)

### 3.3.2.4.3. Tocophérols de l'huile de *Pistacia atlantica*

Farhoosh et al. (2008) ont rapporté que l'huile des graines de *Pistacia atlantica* ssp. *mutica* a une teneur en tocophérols de  $818,58 \pm 14,09$  mg d'  $\alpha$  tocophérol/Kg d'huile, largement supérieure à celle de l'huile de colza, de tournesol, de coton, de maïs, dont les teneurs sont respectivement de : 695, 640, 630 et 605 mg d'  $\alpha$  tocophérol / kg d'huile. Récemment Saber-Tehrani et al. (2012) en étudiant la composition de l'insaponifiable de l'huile de *Pistacia atlantica*, extraite par pressage à froid, ont déterminé la teneur en tocophérols. Ces auteurs ont indiqué que la teneur en tocophérols de l'huile de *Pistacia atlantica* est de 409.97mg / kg, avec une forte concentration de  $\alpha$ -tocophérol (379.68 mg/kg). Pour ( $\beta$ + $\gamma$ )-tocophérol et  $\delta$ -tocophérol les teneurs sont respectivement de 20,70 et 9,59 mg / kg d'huile. Ces auteurs ont aussi signalé que les teneurs en tocophérols des amandes, noix du Brésil, noisettes, pacanes, pignons, pistaches et noix, dont l'huile a été extraite par différents solvants, varient de 106,8 à 321,9 mg / kg d'huile. L' $\alpha$ -tocophérol par sa propriété anti-oxydante réduit le risque de cancer et les maladies cardio-vasculaires.

## 3.4. Propriétés de l'huile de *Pistacia atlantica*

### 3.4.1. Utilisation alimentaire

Plusieurs facteurs (origine, degré de maturité, environnement de croissance) influencent les propriétés chimiques de l'huile de *Pistacia atlantica* (Ozenda, 1983 ;Richter, 1993). Le Pistachier de l'atlas a longtemps été utilisé par le peuple d'Afrique du Nord (Chief, 1914). Le fruit donne une excellente huile comestible (Daneshrad et Aynehchi, 1980; Yousfi et al. 2002 ; 2005) et les feuilles peuvent contenir jusqu'à 22,2% de tanins. L'huile du fruit est utilisée pour la saponification, l'éclairage et la préparation des produits cosmétiques adoucissants (Chief, 1982). Elle est souvent mélangée aux dattes écrasées et peut être consommée à toute heure de la journée avec du petit lait par les populations locales (Belhadj, 2001). La teneur élevée en acides gras insaturés offre à l'huile des graines du pistachier de l'atlas des opportunités d'utilisation en cuisine, en assaisonnement et pour la fabrication de margarine (Saber-Tehrani et al. 2012). Des Marqueurs inflammatoires, tels que la protéine C-réactive, facteur de nécrose tumorale sont utilisés pour surveiller la gravité des maladies inflammatoires. L'huile de Pistachier diminue de manière significative ces marqueurs inflammatoires.

### 3.4.2. Huiles végétales utilisées en cosmétologie

A l'époque de l'Egypte ancienne on utilisait déjà l'huile de *moringa* dans la formulation de crème cosmétique pour le traitement des rides, cette crème est composée d'un volume d'encens (Oliban) du Pistachier térébinthe, un volume de cire d'abeille et un volume d'huile de *moringa* fraîche (Kleiman et al. 2006). La caractéristique des lipides en cosmétologie est leur rôle émulsifiant (Loubat-Bouleuc, 2004). Ainsi parmi les huiles végétales répertoriées comme matières actives on peut citer : huile de cameline, de macadamia, d'argan, d'avocat ou de pépins de courge (Rancurel, 2004). le vieillissement cutané est associé à une modification de la fonction barrière de la peau, consécutive à une réduction de la synthèse des lipides épidermiques et notamment des céramides (Proksch et al. 2003). L'huile d'amande douce, l'huile de sésame, huile de lin, huile de graines de tournesol et l'huile de palme sont incorporées dans des préparations cosmétiques hydratantes ou émoullientes (Lubbe et Verpoorte 2011), l'huile d'olive a un effet hydratant et humectant pour la peau (Georgieva et al. 2010). Les formulations à base d'huiles végétales insaturées (par exemple huile d'amandes douces, de tournesol, de bourrache...) doivent être enrichies en antioxydants, il conviendra aussi d'utiliser des huiles avec un indice de peroxyde le plus faible possible, d'où la nécessité du raffinage.

#### 3.4.2.1. Propriétés biologiques et bienfaits des acides gras en cosmétique.

Les huiles végétales sont très proches des acides gras de la peau, et bien acceptées par l'organisme, les corps gras sont utilisées comme solvant et véhicule de principe actif. Les acides palmitique, oléique et stéarique sont des acides gras synthétisés dans le corps humain, mais l'acide linoléique ne l'est pas ; sa déficience engendre le dessèchement de la peau qui devient écaillée avec les ongles qui craquent accompagnés d'une perte de cheveux ainsi que l'augmentation des pertes d'eau transépidermique (Le hir, 1990). Il a été montré que la carence en acides gras essentiels augmente les pertes en eau de façon considérable (Helme, 1990), d'où la nécessité d'une hydratation, l'utilisation des produits cosmétiques est recommandée pour accroître la protection et réguler l'hydratation.

Les acides gras, principalement l'acide linoléique suivie par les acides, oléique, palmitique et stéarique, isolées à partir de l'huile des graines ont été utilisées en médecine pour leurs propriétés anti-inflammatoires (Nesterova et al.1990). L'acide oléique qui est un acide gras insaturé offre une bonne perméation tandis que parmi les acides gras saturés, l'acide palmitique a la perméation de la peau la plus puissante (Kim et al. 2008). Une amélioration de la perméation cutanée est observée sous l'effet de l'utilisation de l'acide linoléique, l'acide laurique, myristique et l'acide stéarique (Santoyo et al. 1995) présents dans les huiles de graines. L'acide oléique présent dans la peau piège les radicaux libres et agit comme un antioxydant efficace (Talcott et al. 2005). Les fortes proportions en acide oléique monoinsaturé est la clé de la capacité anti-oxydante d'une huile (Vermaak et al. 2011). C'est ainsi que l'acide linoléique est l'acide gras le plus fréquemment utilisé dans les produits cosmétiques car il permet l'hydratation de la peau, il intervient dans le processus de guérison des dermatoses et des coups de soleil ainsi que dans le traitement de l'acné vulgaris (Lautenschläger, 2003 ; Kanlayavattanakul et Lourith, 2011). La fonction barrière est expliquée par la structure de la surface cutanée, elle est liée à la présence de granules lamellaires.

Les céramides sont le type de lipides polaires (Yardlay et al. 1981) présents en forte proportion dans le stratum corneum, dont la structure est présentée sur la **Figure 5**. La présence de l'acide linoléique est essentiel pour la formation de granules et de leur structure lamellaire (Hou et al.1991).L'acide eicosatriénoïque (C20 :3) et l'acide docosatriénoïque

(C22 :3) sont des acides gras polyinsaturés essentiels non présent dans l'épiderme de la peau mais métabolisés par les enzymes épidermiques en métabolites anti-inflammatoires et anti-proliférative , ils sont associés à multiples avantages concernant les troubles inflammatoires de la peau (Ziboh et *al.* 2000). Les céramides ont un rôle dans la fonction barrière et régulent l'hydratation épidermique car ils s'incorporent au ciment intercellulaire.

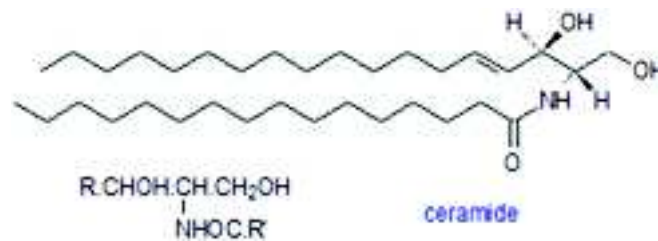


Figure 5 : Structure des céramides

### 3.4.2.2. Propriétés thérapeutiques et antioxydantes des Tocophérols

Les teneurs élevées en alpha et delta tocophérol fournissent des propriétés antioxydantes ainsi que des durées de conservation longues aux huiles, et pourraient justifier l'utilisation des huiles à des fins pharmaceutiques et cosmétiques (Nyam et *al.* 2009). La présence de vitamine E, de l'acide linoléique et éléostéarique rend l'huile utile pour la protection et l'hydratation de la peau, pour le traitement des troubles de l'eczéma atopique et peut aider à la réduction de l'inflammation et à la promotion de la réparation cellulaire et la production de tissus, elle peut également être utile dans la réduction des démangeaisons, des rougeurs, des cicatrices (Zimba et *al.* 2005). Dans l'édifice lipidique des membranes plasmiques la réduction des pro-oxydants (acylperoxy) par la vitamine E en l'absence ou en présence de faibles quantités de bêta-carotène est du aux concentrations importantes en acides gras et en alpha tocophérol (Burton et *al.* 1981). La réduction d'un radical acylperoxy est réalisé préférentiellement par la vitamine E que le bêta carotène (Erhardt et *al.* 2002) qui interviendra lorsque les tocophérols seront entièrement oxydés et ce n'est qu'une fois le bêta carotène disparu que les acides gras polyinsaturés seront oxydés (Esterbauer et *al.* 1989). C'est ainsi que la vitamine E protège le bêta carotène qui protège lui-même les acides gras polyinsaturés. La vitamine C et les polyphénols protègent la vitamine E des attaques oxydatives (Carborinneau et *al.* 1997)

### 3.4.2.3. Evaluation de la qualité d'une crème cosmétique

La qualité d'une crème repose sur ses composants de base, l'efficacité d'un produit de beauté dépend en effet à 80% de son excipient. Un excipient est une substance qui sert à accélérer la diffusion du principe actif dans la peau (l'épiderme plus précisément). Une crème est d'habitude faite de 80% d'excipient (Huile et/ou eau). Les différents excipients proviennent : d'huiles de silicones, entièrement synthétique, dérivées du silicium, peu biodégradable, d'huiles minérales telles que la paraffine, vaseline, dérivées du pétrole, ces huiles ont l'inconvénient d'empêcher la peau de respirer et s'accumule dans l'organisme, d'huiles végétales très proches des acides gras de la peau, bien acceptée par l'organisme, les corps gras comme solvant et véhicule de principe actif est important (Le hir, 1990). En cosmétique et dans les formulations transdermiques le rôle des corps gras est double, en tant que véhicule, ils transportent un principe actif, en tant qu'ingrédients ils participent à l'effet attendu par son rôle occlusif par l'effet des acides gras essentiels sur la perte en eau de l'épiderme ou par un apport en vitamines.

---

L'évaluation de la qualité d'une crème cosmétique est effectuée par des analyses sensorielles et rhéologiques :

#### **3.4.2.3.1. Evaluation sensorielle**

A l'application du produit, le toucher est lié directement à deux facteurs prépondérants : l'effort nécessaire à l'étalement du produit et le temps d'étalement ou de résorption. Ces deux facteurs sont liés à la consistance, donc au comportement rhéologique du produit. Malgré les difficultés, la détermination la plus complète et la plus précise possible du profil rhéologique doit permettre une évaluation rationnelle (Laba, 1987). Lors de l'application du produit, c'est essentiellement le toucher qui est concerné, en effet l'utilisation en étalant le produit sur la peau applique par la friction une vitesse de déformation plus au moins élevée selon la consistance du produit et les habitudes propres à l'utilisateur. Pour tenter de normaliser cette capacité d'étalement, il est préconisé de comparer la formulation à une série de liquides newtoniens « étalons » de viscosité croissante (Lefevre, 1989). A l'aide de rhéomètres modernes, il serait possible d'obtenir pour un même produit de nombreuses séries de mesures à différentes vitesses de cisaillement afin de trouver une corrélation fiable avec la capacité d'étalement car l'effort nécessaire à l'étalement diminue avec la pénétration du produit dans la peau (Barry et Grace, 1972).

#### **3.4.2.3.2. Analyse rhéologique d'une crème cosmétique**

La rhéologie est la science de la déformation et de l'écoulement de la matière. Elle étudie la façon à laquelle les matériaux réagissent aux forces appliquées. La compréhension de cette science permet l'optimisation du développement des produits et sa qualité finale (Le Neindre, 2008). Le principe des tests de rhéologie est l'application d'une force sur le produit à étudier et la mesure de sa déformation et/ou sa résistance. Le principal comportement relevé et rencontré dans ce type d'étude est la viscosité qui est considérée comme étant un des paramètres clés de la rhéologie (Scher, 2006). La rhéologie propose des modèles mathématiques théoriques pour définir les comportements de la matière sous les contraintes (Waginaire, 1997). Ces analyses appliquées aux produits cosmétiques apportent une aide en formulation. Le produit cosmétique possède rarement un comportement rhéologique simple, car il s'agit d'une association intime de divers ingrédients solides, liquides ou pâteux, souvent non miscibles et de nature physico-chimique différente. De plus leurs caractéristiques rhéologiques subissent fréquemment, en fonction du temps ou des conditions de stockage des variations réversibles ou non et d'amplitudes variables (Waginaire, 1997).

Le comportement rhéologique des produits cosmétiques, souvent directement liés aux attributs sensoriels du produit et à son élaboration est l'une des caractéristiques les plus importantes en termes techniques et esthétiques. Le rapport entre la rhéologie et la stabilité du produit, particulièrement dans le cas des émulsions, a été identifié comme un paramètre-clé dans la formulation de produit. Il est bien établi que beaucoup de produits cosmétiques dépendent fortement de leur composition mais également des conditions de formulation.

Le comportement rhéologique des produits cosmétiques est évalué par l'étude de la contrainte, la thixotropie et l'écoulement :

##### **3.4.2.3.2.1. La contrainte**

Les propriétés rhéologiques sont divisées en propriétés et combinaisons visqueuses, élastiques et plastiques, la viscoélasticité étant la plus importante pour les produits semi-

solides (Barnes et *al.* 1989). Les propriétés prédominantes et les valeurs des paramètres rhéologiques dépendent de la contrainte et de la durée de l'application de la contrainte (Barnes et *al.* 1989). L'analyse des matériaux viscoélastiques est conçue de sorte à ne pas détruire la structure du produit et que les mesures puissent fournir des informations sur les forces intermoléculaires et interparticulaires existantes (Georgieva et *al.* 2010). La viscoélasticité est définie comme une existence simultanée des propriétés visqueuses et élastiques (Eccleston, 1997). Les propriétés prédominantes et les valeurs des paramètres rhéologiques dépendent de la contrainte et de la durée de l'application de la contrainte (Barnes et *al.* 1989).

### 3.4.2.3.2.2. La thixotropie

On parle de thixotropie lorsque le comportement rhéologique d'un produit varie avec la vitesse de cisaillement et le temps de cisaillement. Ces systèmes se liquéfient par agitation puis reprennent plus au moins rapidement leur consistance initiale lorsque la contrainte cesse. Les rhéogrammes des substances non newtoniennes thixotropes ont des tracés de courbes ascendant et descendant qui forment une boucle d'hystérésis (Laba, 1987). Pour déterminer qualitativement le processus d'écoulement, il faut mesurer une grandeur physique importante : la viscosité ou, plus généralement, les propriétés rhéologiques (Waginaire, 1997). La viscosité se définit comme une mesure de la friction interne d'un liquide, pour la déterminer on applique une force mesurable sur le liquide et on mesure en même temps la vitesse de déformation ou vice versa.

### 3.4.2.3.2.3. L'écoulement

Pour déterminer qualitativement le processus d'écoulement, il faut mesurer une grandeur physique importante : la viscosité qui se définit comme une mesure de la friction interne d'un liquide, pour la déterminer on applique une force mesurable et on mesure la vitesse de cisaillement, ainsi il peut exister 4 types d'écoulement : Newtonien (cas de l'eau et des solutions aqueuses et des huiles), plastique (cas des pâtes dentifrices et gélatine), pseudo-plastique (cas des gélatines) et dilatant (peu fréquent).

## CHAPITRE 3

### 1. Raffinage de l'huile végétale

#### 1.1. Procédés de raffinage

#### 1.2. Effets du raffinage sur les propriétés physico-chimiques

## 1. Raffinage de l'huile

---

L'objectif du raffinage des huiles végétales est de rendre une huile propre à la consommation humaine et qui pourra être conservée car, les huiles brutes obtenues par pressage des graines oléagineuses contiennent de nombreuses autres substances que les triglycérides, en proportion minoritaire (**Tableau 10**), ainsi le raffinage transforme l'huile brute en un produit neutre de goût, résistant à l'oxydation et débarrassé de ses substances toxiques et / ou nocives adapté à l'emploi désiré, et cela sans introduction de produits indésirables (Gibon et Tirtiaux, 1998). Les principales modifications ayant lieu au cours du raffinage concerne

l'élimination des phospholipides, des lipoprotéines, les acides gras libres, les pigments et les substances volatiles odorantes, ainsi que la dégradation et / ou la modification des hydroperoxydes présents (Bernardini, 1983; Hui, 1996). Les étapes de raffinage, la neutralisation, la décoloration, la désodorisation, réduisent la couleur, le goût et le contenu en acides gras libres. Yoon et kim, (1994) ont rapporté qu'une partie des étapes de raffinage diminue le contenu en antioxydants naturels présents tels que les tocophérols.

**Tableau 10 : Principaux constituants mineurs identifiés dans les huiles brutes**

Substances	Exemple de produits	L'impact sur l'huile
Les produits d'hydrolyse	Acides gras libres, glycérides partiels	Oxydation, pertes des huiles neutres
Les composés phosphorés	Lécithine, céphaline, phosphatidylinositols, acides phosphatidiques	Apparence et goût, oxydation
Les produits d'oxydation	Aldéhydes volatiles, cétones, hydrocarbures	Odeur et goût
Les pigments	Carotène, chlorophylle	Couleur et oxydation
Les antioxydants	Tocophérols, stérols	Anti-oxydation
Les esters d'acide / d'alcools gras	cires	Apparition de suspension
Les composés métalliques	Fer, cuivre	oxydation

(Cmolik et al. 2000)

## 1.1 Généralités

Le Raffinage est un procédé qui permet d'obtenir une huile avec un goût neutre, une couleur limpide et une stabilité. Les coûts d'exploitation du raffinage sont élevés en raison des pertes élevées d'huile lors de la neutralisation et des problèmes environnementaux causés par la production de déchets et des pourcentages élevés de micronutriments perdus (Seetharamaiah et al. 1986 ; De et bhattachryya, 1998 ; Krishna et al. 2001 ; Van hoed et al. 2006). Le raffinage à la vapeur est une méthode alternative au raffinage chimique (Ghosh , 2007). Il est couramment utilisé pour les huiles riches en acides gras libres (l'huile de palme, l'huile de coco) sans production de savon et avec des pertes minimales de micronutriments (Seetharamaiah et prabhakar, 1986). Cependant le raffinage à la vapeur, a besoin d'un prétraitement rigoureux pour éliminer les cires et les phospholipides (Ghosh ,2007 ;Narayana et al. 2002). Les différentes étapes de raffinage des huiles végétales sont présentées sur la **Figure 6**.

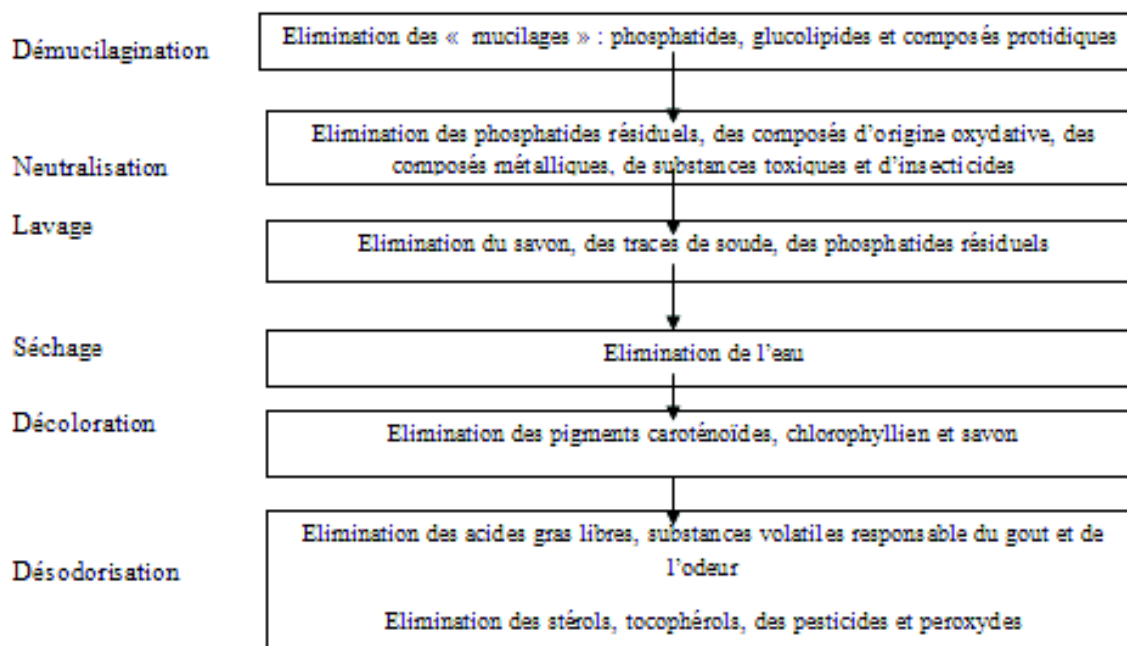


Figure 6 : Etapes de raffinage des huiles végétales

Les étapes du raffinage se compose du : dégommage, démucilagination, neutralisation alcaline, décoloration et désodorisation (Van hoed et *al.*2006 ; Ghosh, 2007).

## 1.2. Procédés de raffinage

### 1.2.1. Démucilagination (Le dégommage)

C'est une opération qui consiste à éliminer de l'huile brute les composés susceptibles de devenir insolubles par hydratation (les phospholipides, lipoprotéines), ou d'être éliminés avec une phase aqueuse (glycérides, sucres, protéines). L'ensemble de ces produits est souvent désigné sous le nom de « gommes » ou « mucilages », ces composés sont considérés comme émulsifiants et engendrent une apparition de suspension dans l'huile. Ces substances proviennent des hydrates de carbone présents dans les graines au moment de la récolte, en donnant naissance à du glycérol et à des acides gras, ils permettent la biosynthèse des graisses dans les graines oléagineuses. Cette phase du raffinage entraîne une perte de 0,2 à 2% d'huile car il s'agit d'une opération qui implique une décantation tranquille ou accélérée (centrifugation) après une action de réactifs. Au cours du dégommage, de l'eau chaude est utilisé pour enlever les phospholipides hydrosolubles. Environ 90% des phospholipides totaux présents dans l'huile brute seront dissout dans l'eau et vont s'agglomérer dans une phase de gomme.

### 1.2.2. Neutralisation

L'acidité d'une huile dépend de sa nature, des conditions de récolte, des techniques de trituration, de la durée de stockage. La neutralisation a pour but d'éliminer les acides gras libres sous forme de savons par centrifugation appelés « pâtes de neutralisation » ou « soaps stocks ». Naturellement présents dans les graines oléagineuses, les acides gras libres interviennent dans les réactions biochimiques de la liposynthèse, ils peuvent provenir des réactions d'hydrolyses enzymatiques se produisant au cours de l'extraction ou du stockage des huiles, ces réactions d'hydrolyse sont extrêmement lentes à température



ambiante et sous pression normale, elles ne peuvent avoir lieu sans action de lipases. Ces lipases initialement ne sont présentes qu'à la surface des graines et elles ne passent dans l'huile que lors de l'extraction où elles se concentrent dans les farinettes d'où l'intérêt d'une filtration des huiles obtenues par pression. La neutralisation à la soude étant la plus répandue consiste à mélanger à l'huile une solution de soude pour transformer les acides gras libres en savons. La réaction de cette saponification s'effectue comme suit :



Les pâtes de neutralisation contiennent également des mucilages, diverses impuretés et de l'huile neutre entraînée sous forme d'émulsion par une saponification dite « parasitaire » qui diminue le rendement. Ces savons sont solubles dans les acides gras de l'huile acide, il serait donc difficile de les séparer si l'huile n'est pas parfaitement neutralisée. Le but de cette neutralisation n'est pas seulement d'obtenir une huile parfaitement neutralisée mais avec un entrainement d'huile dans les soaps stocks aussi faible que possible et de laisser le moins possible de savon, pour éviter les émulsions au cours des opérations ultérieures (lavage en particulier). L'effet décolorant de la neutralisation est assez intéressant car les matières colorées éliminées sont généralement d'origine oxydative difficile de s'en débarrasser au cours de la décoloration.

### 1.2.3. Lavage

C'est une opération qui permet d'éliminer les substances alcalines (savon et soude en excès) présentes dans l'huile après la neutralisation ainsi que des phospholipides et autres impuretés, l'eau de lavage doit être la plus chaude possible et ne représenter que 8 à 15% de l'huile traitée.

### 1.2.4. Séchage

L'humidité présente dans l'huile lavée doit être éliminée avant l'opération de décoloration, c'est ainsi que l'huile neutralisée et lavée sera séchée pour ramener son humidité à moins de 0,2%, car l'eau est chargée d'impuretés solubles, elle doit être éliminée pour retarder les réactions d'hydrolyse enzymatiques, l'humidité optimale des huiles ne devrait dépasser 0,2%. L'humidité de l'huile lors de son raffinage diminue au cours du dégommage, de la neutralisation et de la décoloration, avec un taux d'humidité résiduelle faible (<0,1%).

### 1.2.5. Décoloration

La décoloration vise à éliminer les pigments colorés que la neutralisation n'a que partiellement éliminée en particulier les chlorophylles et les caroténoïdes qui donnent un aspect sombre à l'huile. La chlorophylle est présente en grande quantité dans l'huile d'olive, de colza et à un degré moindre dans l'huile de soja et de tournesol, le  $\beta$ -carotène se rencontre aussi dans toutes les huiles végétales, elle est particulièrement sensible à l'oxydation et à la chaleur. Des colorations d'origine oxydatives sont responsables de la couleur brune de certaines huiles, ils sont beaucoup plus gênants que les pigments naturels car, ils ne sont que peu retenus par les agents adsorbants utilisés lors de la décoloration des huiles. Cette opération fait intervenir un phénomène physique qui est « l'adsorption » sur des terres décolorantes, du charbon actif, des silices spéciales ou des combinaisons de ces substances (Karleskind et Wolff, 1992 ; Baranousky, 2001), la mise en contact avec des agents oxydants (peroxydes d'hydrogènes) permet aussi la décoloration (Kirkothmer, 1992).

### 1.2.6. Décirage

Les huiles végétales contiennent en général des cires qui peuvent être insolubles à température ambiante et qui doivent être éliminées pour certaines applications des huiles. Parmi les techniques de décirage les plus répandues le décirage par filtration où l'huile admise dans le processus provient de la filtration après la décoloration à une température qui varie entre 40 et 80°C, elle est refroidie en plusieurs étapes pour éviter le refroidissement brutal et limiter les dépôts de cristaux. L'huile passe dans plusieurs échangeurs en utilisant entre autre comme fluide l'huile non traitée, l'huile est envoyée dans un maturateur lorsque sa température atteint 5 à 6°C. La maturation sous agitation permet une cristallisation complète des cires sous forme de cristaux de taille suffisante pour ne pas perturber la filtration, menée autour de 10°C pour réduire la viscosité du mélange. Les composés à haut poids moléculaire, y compris les hydrocarbures et les cires, sont éliminés par déparaffinage (décirage). L'huile est maintenue à basse température, et les produits de cristallisation sont enlevés par filtration ou centrifugation.

### 1.2.7. Désodorisation

La désodorisation a pour but d'éliminer les produits sapides et les produits volatiles responsables du mauvais goût de l'huile (Karleskind et Wolff, 1992), par l'élimination complète des acides gras libres, des caroténoïdes, des tocophérols et autres matériaux volatiles et par destruction thermique des peroxydes (Jung et al. 1989). La Désodorisation est réalisée avec de la vapeur d'eau à haute température, suivie par la volatilisation à basse pression (Scavariello, 1997). Cette dernière étape du raffinage met en œuvre une série d'opération à savoir:

- Une désaération destinée à éliminer l'oxygène dissout dans l'huile par chauffage sous pression réduite, et un préchauffage par échange thermique avec l'huile chaude désodorisée,

- La chélation, destinée à éliminer les traces de métaux susceptibles de catalyser les réactions d'oxydation lors du stockage des huiles,

- Après refroidissement les métaux chélatés, les particules d'huile polymérisée et les traces de terre de décoloration sont éliminées par filtration.

La désodorisation repose sur une injection de vapeur sèche dans l'huile maintenue sous vide (260 à 800 pa), à haute température (220 à 275°C) pendant un temps relativement long (1h30 à 3 heures) (Scavariello, 1997). On critique souvent cette opération car elle diminue la qualité nutritive de l'huile suite aux pertes engendrées en tocophérols et ainsi que la destruction des caroténoïdes qui sont instables aux températures de désodorisation car fonctionner à des températures élevées favorise la décomposition thermique de certains constituants naturellement présents dans l'huile, tels que les peroxydes, les pigments, et de certains métaux traces (Peter, 1991). Il est cependant nécessaire d'optimiser la désodorisation, en particulier le temps et la température (Jawad et al. 1983 ; Maza et al. 1992).

## 1.3. Effets du raffinage sur les propriétés physico-chimiques des huiles

### 1.3.1. Propriétés chimiques

Les étapes de raffinage ont été conçues pour réduire l'indice de peroxyde et le contenu en acides gras libres des huiles brutes. Il peut être vu que le traitement complet réduit le

contenu de peroxydes dans les huiles, le peu d'augmentation de la teneur en peroxyde après l'étape de décoloration de l'huile de soja peut être dû à l'hydrolyse des triglycérides (Yoon et kim, 1994). Les résultats de cette étude ont montré que les huiles brutes subissent une forte diminution de l'indice de peroxyde avec une suppression de plus de 95% de leur teneur en acides gras libres après le processus de raffinage, ce qui permettra la conservation des huiles. L'étude menée par Farhoosh et al. (2009) sur l'effet du raffinage de deux huiles végétales, huile de soja et l'huile de canola a démontrée une réduction de l'indice de peroxyde de 66 et 8% respectivement pour les deux huiles et une réduction de l'indice d'acidité de 95 et 94%. Hopia, (1993) et Zacchi et Eggers, (2008) ont montré que le dégommeage, engendrait une diminution de l'indice peroxyde des huiles végétales alors que la neutralisation augmentait son taux. Durant l'étape de décoloration, l'indice de peroxyde diminue de façon significative avec l'augmentation de la quantité de terre activée et de la durée car la terre activée décompose les hydroperoxydes, et de nombreuses substances volatiles sont formées (Les aldéhydes, les diènes conjugués et en particulier, des triènes. Lors de la décoloration l'oxydation de l'huile est accélérée et les hydroperoxydes sont décomposés en produits de bas poids moléculaire lors de la décoloration en raison de la grande surface de contact avec la terre activée (Patterson et al. 2001). Les acides gras libres ont tendance à augmenter avec le temps passé dans la décoloration et la quantité de terre activée utilisée. Une diminution considérable (31-35%) de l'indice peroxyde de l'huile de graine de soja et de canola a été observée après la décoloration, cet indice peroxyde diminue de 53% et augmente de 40%, respectivement lors de la désodorisation de l'huile de soja et de canola respectivement (Farhoosh et al. 2009). Hopia, (1993) a montré que l'indice peroxyde des huiles végétales atteint pratiquement zéro après la décoloration et que la désodorisation n'avait pas d'effet sur cette indice. L'étude de Zacchi et Eggers, (2008) a indiqué que la décoloration augmente l'indice de peroxyde de l'huile, et l'efficacité de désodorisation (teneur en hydroperoxyde de décomposition) est affectée par l'intensité des paramètres de fonctionnement à savoir la température et le temps d'exposition

### 1.3.2. Acides gras

Le raffinage chimique des huiles végétales n'entraîne pas de changements significatifs dans la composition en acide gras. Lors du raffinage les acides gras libres sont presque complètement éliminés au cours de la neutralisation, le raffinage de l'huile enlève 95% de la teneur en acides gras libres, La neutralisation réduit la teneur en acides gras libres sous forme de savons de sodium et les teneurs en phosphore et en fer sont sensiblement réduites. Lors du raffinage de l'huile de son de riz Wilding et al. (1963) n'ont observé aucune différence significative dans le profil en acides gras même après une désodorisation à 238°C. En revanche, Gámez-Meza et al. (2000) ont signalé que lors de la désodorisation une isomérisation de l'acide linoléique et de l'acide linoléinique augmentait avec l'augmentation de la température et du temps de chauffage. Certains acides gras libres restent, ou apparaissent immédiatement après la saponification ou la décoloration. Cette valeur résiduelle d'acidité est réduite pendant la désodorisation, due à la volatilisation des acides gras libres, l'acidité finale est de 0,11%.

### 1.3.3. Phénols totaux

Les produits phénoliques présents dans l'huile sont de puissants antioxydants et des piègeurs de radicaux, de ce fait les huiles végétales brutes sont généralement plus stables à l'oxydation que les huiles raffinées. Toutefois selon Pekkarinen et al. (1998), les huiles végétales non raffinées contiennent plusieurs antioxydants avec des quantités variables, alors que les huiles végétales raffinées présentent des quantités réduites d'antioxydants à

cause du processus de raffinage. Satué et *al.* (1995) ont montré que l'huile d'olive extraite à froid est moins résistante à l'oxydation que l'huile raffinée malgré son niveau plus élevé en composés phénoliques agissant comme antioxydants .

### 1.3.4. Tocophérols

Les niveaux résiduels de tocophérols semblent être optimaux pour fournir la stabilité inhérente des huiles raffinées. Par conséquent, les homologues de tocophérol (alpha, beta, gamma et delta) sont les plus importants des antioxydants naturels dans les huiles végétales raffinées (Szydłowska-Czerniak et *al.* 2008). Selon Yoon et *al.* (1994), le maximum de perte a été observé après la désodorisation, parce que les tocophérols sont volatiles dans ces conditions, et l' $\alpha$ -tocophérol a été plus touché par ce traitement que les autres homologues. Les tocophérols sont oxydés dans l'air en plusieurs produits de décomposition. Par contre Pakkarinen et *al.* (1998), ont signalé des pertes mineures dans la teneur en tocophérol lors du raffinage de l'huile de son de riz, l'huile de soja, et l'huile de noix de coco. Pour Hoed et *al.* (2006), l' $\alpha$ -tocophérol est stable au cours du raffinage même pendant la désodorisation, où une température de 230 ° C pendant 90 mn a été utilisée, tandis que le contenu des autres tocophérols (bêta+gamma) diminue au cours du raffinage. Cependant, le contenu en tocophérol total augmente légèrement en raison de l'augmentation de la concentration en  $\alpha$ -tocophérol au cours du raffinage de l'huile de son de riz.

### 1.3.5. Pigments

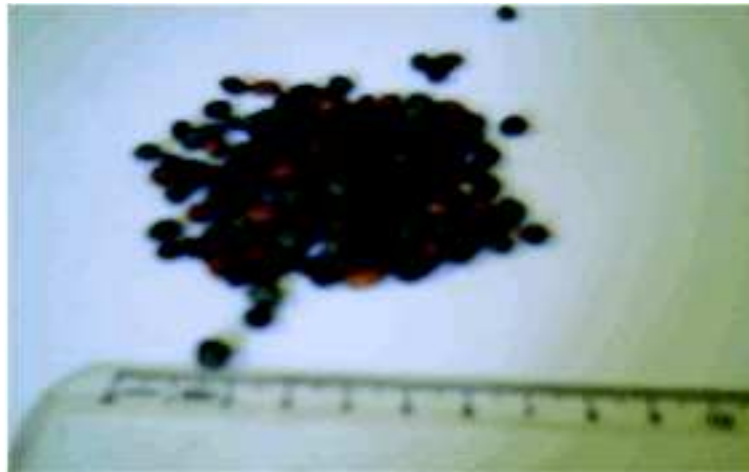
Pendant le processus de décoloration les chlorophylles et les caroténoïdes sont presque complètement enlevés. Selon les travaux de Cmolik et *al.* (2000) sur le raffinage à échelle laboratoire de l'huile de Colza , la teneur en pigment diminue de 99% et de 96% pour les chlorophylles et caroténoïdes respectivement, selon Gomes et *al.* (2012) ces mêmes pigments suivis au cours du raffinage de l'huile d'olive diminuent de 98 et 95% ce qui est en concordance avec les travaux de Jung et *al.* (1989) ;Rosi et *al.* (2001) sur l'huile d'olive.

---

# PARTIE II :MATERIEL ET METHODES

## 1. Matériel végétal

Les graines du Pistachier de l'atlas (*Pistacia Atlantica* Desf.) ont été récoltées dans la région de Messaâd à Laghouat (**Figure 7**).



*Figure 7 : Graines du pistachier de l'Atlas provenant de la région de Messaâd*

## 2. Méthodes d'extraction de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas

### 2.1. Extraction chimique

La teneur en huile a été déterminée sur trois échantillons : graine entière, noyau et téguments. L'huile est extraite à partir de 10g de graines moulues placées dans un Soxhlet en utilisant de l'hexane. Le résultat est exprimé en pourcentage de lipides dans la matière sèche des graines.

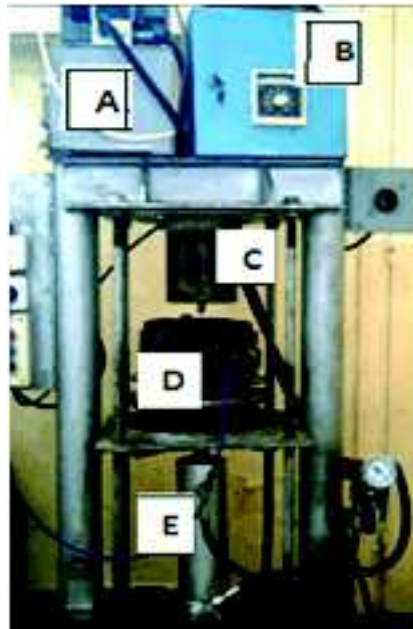
### 2.2. Extraction par presse hydraulique

La presse hydraulique est composée d'une centrale hydro-électrique raccordée à un vérin qui comprime l'échantillon à l'intérieur d'un cylindre métallique entouré par une résistance contrôlée par un thermostat (**Figure 8**). Un thermocouple est installé dans cette presse pour l'enregistrement de la valeur de la température à l'intérieur des graines broyées. L'extraction d'huile est réalisée à partir de 600 g de graines moulues mises dans des scourtins ; des plaques en acier sont placées entre deux scourtins (**Annexe 1 : Figure 20**). L'échantillon est comprimé à différentes pressions (50 - 90 et 120 bars) et à des différentes températures

(25 - 40 et 60 ° C). L'huile résiduelle est extraite à partir des tourteaux récupérés après le pressage, dans un Soxhlet en utilisant de l'hexane (**Annexe 2 : Figure 21, Tableau 36 et Tableau 37**).

Le rendement en huile est le rapport entre la masse de l'huile extraite et la masse de l'échantillon. L'efficacité de la presse hydraulique est le rapport entre la masse de l'huile extraite et la masse initiale de l'huile de graines. L'effet de l'épaisseur du gâteau ( $2,2 \pm 0,1$ ;  $3,2 \pm 0,3$ ;  $3,4 \pm 0,1$ ;  $4,4 \pm 0,2$  cm) a été déterminé à 120 bars, pendant 120 min, à 25 ° C et pour une teneur en eau de 7,2%.

L'effet de la durée de pressage (15 - 30 - 45 - 60 - 90 et 120 min) a été déterminé à 120 bars, et à 25 ° C avec une épaisseur de 3.2cm du gâteau .L'effet de la teneur en humidité ( $7,83 \pm 0,03$ ;  $3,97 \pm 0,23$  et  $2,36 \pm 0,04\%$ ) a été déterminée à 120 bars, 40 ° C, avec une épaisseur du gâteau de 3,2 cm et pendant 60 min. L'analyse statistique de l'effet de ces paramètres sur le rendement en huile a été réalisée par le test de Student selon Fisher, (1970).



**Figure 8** : Presse hydraulique : (A) Centrale hydro-électrique (B) Thermostat (C) Cylindre métallique (D) Enceinte d'échantillon et (E) Vérin

### 3. Méthodes analytiques

Pour chaque échantillon les analyses ont été effectuées en trois répétitions avec une détermination de l'écart type, la méthode de surface de réponse (RSM) a été utilisée pour estimer les principaux effets de la pression et de la température sur l'extraction de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas Desf.

Les niveaux des variables indépendantes utilisées sont de (25 - 40 - 60°C) pour les températures et de (50 - 90 -120 bars) pour la pression (**Tableau 11**). Pour les 13 combinaisons générées par les expériences, la méthode RSM a été appliquée aux données expérimentales en utilisant le logiciel 8.0.4.1 expert.

Tableau 11 : Les niveaux des variables pour l'extraction de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* Desf.

Niveau et rang	-1	0	+1
Température (A, °C)	25	40	50
Pression (B, bars)	50	90	120

### 3.1. Détermination de propriétés chimiques des graines du Pistachier de l'atlas

L'humidité a été déterminée à l'aide d'un Infra humidimètre (Sartorius). Les protéines brutes, lipides, cendres et cellulose ont été déterminées par la méthode décrite par AFNOR (2000). La teneur en phénols totaux a été déterminée par la méthode Folin-ciocalteau. La quantité totale de glucides représente la fraction de glucides disponibles qui peut être digérée par les enzymes de l'homme. Les hydrates de carbone disponibles ont été estimés dans 100 g d'aliment par la différence en utilisant la formule suivante (FAO, 1998):

100 - (poids en grammes (protéines + graisses + eau + cendres + fibres alimentaires + phénols)).

### 3.2. Détermination des caractéristiques physiques et histologiques des graines du Pistachier de l'atlas

Les caractéristiques physiques de la graine regroupent, la taille, la forme, la couleur et le poids de 1000 graines déterminé par le Numigral selon la norme (NF V03-703).

L'étude histologique de la graine se limite à la localisation des sites producteurs d'huile sur les graines entières.

### 3.3. Détermination des propriétés physiques et chimiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas

L'huile extraite, après évaporation de l'hexane, est immédiatement analysé pour déterminer l'indice d'iode, l'indice de saponification, l'indice d'acide, de peroxyde, les insaponifiables, et l'indice de réfraction par les méthodes standard recommandées par l'AFNOR, (2000).

#### 3.3.1. Densité

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. Elle dépend de la composition chimique de l'huile et de la température, elle renseigne également sur le groupe auquel appartient une huile (Wolff, 1968). Sa détermination se fait à l'aide d'un pycnomètre selon la norme (NF ISO 6883, 1995) et le résultat est exprimé selon la formule suivante :

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

Où :

$M_0$  est la masse, en grammes, du pycnomètre ;

$M_1$  est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'eau distillée ;

$M_2$  est la masse, en grammes, du pycnomètre rempli d'huile.

### 3.3.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière, à une longueur d'onde définie dans le vide, à sa vitesse dans la substance. Il est déterminé par le réfractomètre, à raies D de sodium, à 20°C selon la norme (NF ISO 6320, 2000).

Si la différence entre la température de mesure  $t_1$  et la température de référence  $t$  (20°C) est inférieure à 3°C, l'indice de réfraction  $\eta_D$  à la température de référence  $t$  est donné par la formule suivante :

$$\eta_D^t = \eta_D^{t_1} + (t_1 - t) \cdot F$$

Où :

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

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

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

### 3.3.3. Viscosité

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). La viscosité de l'huile, des graines du pistachier de l'Atlas, est déterminée par un viscosimètre à mobile tournant, dont le principe est basé sur la mesure des forces de cisaillement au sein du milieu liquide (huile) placé entre deux cylindres coaxiaux dont l'un est mû par un moteur et l'autre entraîné par rotation du premier.

### 3.3.4. Absorbance dans l'ultraviolet

La détermination de l'absorbance dans l'UV, par la méthode décrite par la norme (NF ISO 3656, 2002), consiste au mesurage spectrométrique du coefficient d'extinction dans un domaine de longueur d'onde dans l'UV, de l'absorbance de l'échantillon en solution dans le triméthyl-2, 2, 4 pentane. Puis calcul de l'absorbance à une concentration de 1g pour 100 ml. L'extinction spécifique des huiles dans l'UV constitue un important paramètre de qualité. Elle permet d'évaluer l'état d'oxydation d'un corps gras.

L'absorbance d'une solution d'un corps gras à concentration de 1 g pour 100 ml (1%), mesurée en utilisant un parcours optique de 1 cm, à une longueur d'onde  $\lambda$ , est donnée par la formule suivante :

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

Où :

$A(\lambda)$  est l'absorbance à la longueur d'onde  $\lambda$  ;



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

$\lambda$  est généralement au voisinage de 232 nm et 268 nm.

### 3.3.5. Indices chimiques

Malgré tous les progrès des techniques analytiques des corps gras, les indices offrent encore un intérêt, de nos jours, pour le contrôle de qualité. La teneur en acides gras libres ou l'indice d'acide est un indicateur de l'activité de la lipase ainsi que de la qualité du fruit oléagineux, du temps de stockage et de la stabilité de l'huile (Ryan et *al.* 1998). L'indice de peroxyde renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile. Ces deux indices nous renseignent sur l'état d'altération plus au moins important d'un corps gras (Wolff, 1992). La longueur des chaînes grasses et leurs degrés d'insaturation sont définis respectivement par l'indice de saponification et l'indice d'iode. La détermination des différents indices est effectuée selon les méthodes décrites par le recueil des normes de l'association française de normalisation (AFNOR, 2000).

#### 3.3.5.1. Indice d'acide

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. Cet indice est déterminé expérimentalement selon la norme (NF EN ISO 660, 1999) par la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvant, puis titrage avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium en présence d'un indicateur. L'indice d'acide ( $I_a$ ) exprimé mg KOH/g d'huile est donné par la formule suivante :

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

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 ;

C est la concentration, en mole par litre, de la solution titrée de KOH utilisée.

#### 3.3.5.2. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde d'un corps gras est défini comme étant le nombre de microgrammes actifs du peroxyde contenu dans un gramme de produit et oxydant l'iodure de potassium avec libération d'iode. Le principe de mesure selon la méthode décrite par la norme (NFT 6220, 1995) consiste au traitement du corps gras, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, puis titrage de l'iode libéré par une solution titrée de thiosulfate de sodium. L'indice de peroxyde ( $I_p$ ) (en microgrammes d'oxygène actif par gramme) est donné par la formule suivante :



Où :

V est le volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai, corrigé compte tenu de l'essai à blanc, exprimé en millilitre de solution 0,01 N ;

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

### 3.3.5.3. Indice d'iode

L'indice d'iode est la masse d'iode, exprimée en grammes, que l'on peut fixer sur 100 grammes de corps gras. L'indice d'iode augmente en même temps que la proportion des acides gras non saturés, il est constant pour une matière grasse donnée (Gavrilovic et al. 1996). La détermination se fait selon la norme (NF EN ISO 3961, 1999) par dissolution d'une prise d'essai dans un solvant et addition de réactifs de WIJS. Après un temps donné, addition d'une solution d'iodure de potassium et d'eau et titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium. L'indice d'iode (Ii), exprimé en grammes pour 100g d'huile est donné par la formule suivante :

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

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.

### 3.3.5.4. Indice de saponification

L'indice de saponification qui est déterminé selon la norme (NF ISO 3657 ,1990)est, la quantité d'hydroxyde de potassium, exprimée en milligrammes nécessaire pour saponifier un gramme de corps gras. La saponification est obtenue à chaud, par ébullition à reflux d'un échantillon avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, et titrage de l'excès d'hydroxyde de potassium par une solution titrée d'acide chlorhydrique en présence de phénolphthaléine. L'indice de saponification (Is) (mg KOH/g de corps gras) est donné par la formule suivante :

$$Is = \frac{(V_0 - V_1) \cdot C \cdot 56,1}{m}$$

Où :

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

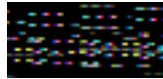
V<sub>1</sub> est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'acide chlorhydrique utilisée pour la détermination ;

C est la concentration exacte, en moles par litre, de la solution titrée d'acide chlorhydrique ;

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

### 3.3.5.5. Teneur en matières insaponifiables

On appelle insaponifiables l'ensemble des constituants, naturels ou accidentels, présents dans le produit qui, après saponification de celui-ci par l'hydroxyde de potassium et extraction par un solvant spécifié, restent non volatils. Le principe de la détermination selon la norme (NF T60 -205.1, 1988) consiste à 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 par l'oxyde diéthylique. Évaporation du solvant et pesée du résidu après séchage à 103°C. La teneur en matière insaponifiable, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule suivante :



Où :

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

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

### 3.4. Détermination de la composition en acides gras de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas

Les esters méthyliques d'acides gras dérivés de triglycérides ont été analysés par le procédé décrit par l'AFNOR, (2000) qui comporte la saponification de glycérides des corps gras, et l'estérification des acides gras libérés en présence de trifluorure de bore. Les esters méthyliques d'acides gras de l'huile extraite de la graine entière, du noyau et des téguments ont été analysés par le chromatographe phase gazeuse de marque (Thermo-Finnigan) équipé d'un détecteur à ionisation de la flamme. La séparation des esters méthyliques d'acides gras a été effectuée dans une colonne capillaire 30m x 0.32mm renfermant l'acide nonafluoropentanoïque (NFPA) comme phase stationnaire polaire. La température du détecteur est de 230 ° C. Les températures de la colonne et du bloc d'injection sont respectivement de 210°C et 190 ° C. La vitesse du gaz porteur (Azote) est de 1ml / min, la quantité injectée est de 0,4 µg. Les pics ont été identifiés en comparant les temps de rétention avec ceux d'un mélange d'esters méthyliques standard (Sigma L 9405), l'indice de Peroxidation (PI) a été calculé selon l'équation proposée par Song et al. (2000) comme indiqué ci-dessous:

$$PI = (\% \text{ monoénoïque} \times 0,025) + (\% \text{ diénoïque} \times 1) + (\% \text{ triénoïque} \times 2) + (\% \text{ tétraénoïque} \times 4) + (\% \text{ pentaénoïque} \times 6) + (\% \text{ hexaénoïque} \times 8).$$

### 3.5. Analyse des tocophérols de l'huile du Pistachier de l'atlas par chromatographie en phase liquide haute pression

#### 3.5.1. Description du chromatographe

L'appareil HPLC utilisé est de marque Waters, les modules qui le constituent sont :

- Une pompe qui délivre l'éluant à un débit constant (1 à 18 ml/min), sous une pression contrôlée dont le maximum toléré est de 300 bars.
- Une colonne à phase inversée (inertsil ODS), pouvant recevoir 20µl de l'échantillon.
- Un détecteur UV.VIS GILSON 151/152 de longueur d'onde variant de 190 à 700 nm et ayant une sensibilité de 0,001 à 2 AUFS (Absorbance Units Ful Scale).

- Le solvant utilisé lors de la séparation des tocophérols est un mélange de deux solvants polaires ; l'eau et le méthanol.

### 3.5.2. Conditions opératoires

- Colonne capillaire inoxydable DiscoveryHS C18.
- Longueur de colonne : 250mm.
- Diamètre de la colonne : 4.6 mm
- Phase stationnaire : inertsil ODS-3 (silice greffée).
- Taille des particules : 5µm.
- Phase mobile (V/V) : méthanol/eau (95 :5).
- Longueur d'onde : 292nm.
- Débit : 0,6mm/min.
- Pompe 600
- Injecteur Rheodyne 7125 50 microlitres
- Température : ambiante.
- Pression : 144 bars.
- Volume injecté : 20µl.
- Atténuation : 2.
- Détecteur : UV.VIS.

### 3.5.3. Préparation de l'échantillon

La quantification des tocophérols a été effectuée par la méthode de l'étalon interne en utilisant le standard alpha-tocophérol acétate. L'échantillon de l'huile de *Pistacia atlantica* a été diluée dans l'hexane dans les proportions 1/10. La concentration du standard alpha-tocophérol acétate est de 0.25 µg/ml.

## 3.6. Détermination de la composition en pigments de l'huile du Pistachier de l'atlas

---

La teneur en caroténoïdes a été réalisée selon la méthode proposée par Rougereau, (1981) en se référant à la courbe d'étalonnage établi à l'aide de  $\beta$ -carotène (**Annexe 3: Figure 23**).

La méthode de détermination des chlorophylles dans les huiles végétales est celle proposée par Dhifi et *al.* (2002).

## 3.7. Modélisation des surfaces de réponse

---

La méthodologie des surfaces de réponse ( **MSR** : *Response Surface Methodology*) a été utilisée pour estimer les effets des facteurs étudiés (température et pression) sur le rendement en huile extraite par presse hydraulique. Cette méthodologie des surfaces de réponse vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative (Goupy, 1999). L'objet surface de réponse est un support de connaissance à partir duquel une étude complète de la fonction réponse est menée.

Ainsi la méthode des surfaces de réponse est vue comme un ensemble d'outils permettant la compréhension et l'exploitation d'objets simplificateurs de la fonction réponse étudiée, plus largement et plus aisément exploitables.

---

### 3.7.1. Outils d'analyses

Les valeurs des réponses (rendement en huile) sont analysées afin de mesurer l'influence des facteurs (température et pression) et des interactions sur les variations constatées de la réponse. Ainsi la principale méthode répondant à cet objectif est ***l'Analyse de la variance***.

L'analyse de la variance est appelée « ***AN alysis O f VA riance*** » dans la littérature Anglo-saxonne ; son appellation est couramment abrégée en ***ANOVA***. D'une façon générale, en matière de régression, le principe de l'analyse de la variance est de subdiviser la variation totale en une composante factorielle relative à l'équation de régression ou au modèle utilisé, et une composante résiduelle, la première devant être testée par rapport à la deuxième (Droesbeke, 1997). Les composantes factorielle et résiduelle seront mathématiquement représentées par des carrés moyens, c'est-à-dire des variances. En définitif, l'intérêt de l'analyse de variance est de pouvoir tester de manière absolue l'influence des facteurs sur les variations d'une réponse donnée. Les surfaces de réponses sont obtenues à l'aide du logiciel **design expert 8.0.6 Trial**, ce qui permet de visualiser les effets combinés de deux facteurs sur la réponse.

#### 3.7.1.1. Hypothèse à tester

L'hypothèse nulle  **$H_0$**  correspond au cas où les distributions suivent la même loi normale. L'hypothèse alternative  **$H_1$**  est qu'il existe au moins une distribution dont la moyenne s'écarte des autres moyennes :

$$\begin{cases} H_0 : m_1 = m_2 = \dots = m_k = m \\ H_1 : \exists(i, j) \text{ tel que } m_i \neq m_j \end{cases}$$

#### 3.7.1.2. Décomposition de la variance

La première étape de l'analyse de la variance consiste à expliquer la variance totale sur l'ensemble des échantillons en fonction de la variance due aux facteurs (la variance expliquée par le modèle), de la variance due à l'interaction entre les facteurs et de la variance résiduelle aléatoire (la variance non expliquée par le modèle).

##### 3.7.1.2.1. Carrés moyens des facteurs et des interactions

La variance des facteurs s'obtient en calculant la **somme des carrés des écarts (SCE)** que l'on divise par le **nombre de degrés de liberté (ddl)** associé au facteur  **$f$**  considéré.

Le nombre de degrés de liberté **ddl  $f$**  associé à un facteur  **$f$**  est le **nombre de niveaux** (de valeurs distinctes) qu'il prend lors de la réalisation du plan, minoré de 1. On a donc dans tous les cas :

$$ddl_f = N_{nf} - 1$$

La somme des carrés des écarts associée au facteur  **$f$**  vaut :

$$N_{nf} N_{nf}$$

$$SCE_f = \gamma_f \cdot \sum_{i=1}^i (E_{f|f=i})^2 = \gamma_f \cdot \sum_{i=1}^i (y_i - \bar{y})^2$$

$$i=1 \quad i=1$$

Avec:

N

-  $\bar{y} = 1/N \cdot \sum_{i=1}^N y_i$  la moyenne des réponses

i=1

-  $\bar{y}_f = N/N_{nf}$  le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur **f** prend un de ses  $N_{nf}$  niveaux ( $\bar{y}_f$  est identique pour tous les niveaux du facteur pour les plans orthogonaux)

-  $\bar{y}_{i^{\text{ème}}}$  la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur **f** prend son  $i^{\text{ème}}$  niveau.

Pour les interactions mettant en jeu les facteurs **f** et **g**, la somme des carrés des écarts vaut :

$N_{ni} N_{nj}$

$$SCE_{fg} = \delta_{fg} \cdot \sum_{i=1}^N \sum_{j=1}^N (y_{ij} - \bar{y}_i - \bar{y}_j + \bar{y})^2$$

i=1 j=1

Avec :

-  $\delta_{fg} = N/N_{nf} \cdot N_{ng}$  le nombre d'expériences pour lesquelles le facteur **f** prend un de ses  $N_{nf}$  niveaux et lorsque le facteur **g** adopte un de ses  $N_{ng}$  niveaux

-  $\bar{y}_{ij}$  la moyenne des réponses observées pour les expériences où le facteur **f** prend son  $i^{\text{ème}}$  et où le facteur **g** prend son  $j^{\text{ème}}$  niveau ; lorsqu'il n'y a que 2 facteurs et aucune répétition d'expériences, on a  $\bar{y}_{ij} = \bar{y}_{ji}$

Le calcul des degrés de liberté d'une interaction est le produit des **ddl** des facteurs mis en jeu dans cette interaction. La généralisation aux interactions d'ordre supérieur se fait de la même façon. On déduit alors la valeur des **carrés moyens**, associés au facteur ou à l'interaction considérée **x**, comme étant :

$$CM_x = SCE_x / ddl_x$$

$$SCE_t = \sum SCE_x$$

Avec :

**SCE<sub>t</sub>** la somme des carrés des écarts totale

**SCE<sub>x</sub>** (**x** désignant un facteur ou une interaction) la somme des carrés factorielle

### 3.7.1.2.2. Variance résiduelle

Lorsqu'il existe une erreur expérimentale non nulle, l'équation de variance fait apparaître un nouveau terme appelé communément **variance résiduelle (SCER)** :

$$SCE_t = \sum SCE_x + SCE_r$$

C'est à cette variance résiduelle que les **SCE<sub>x</sub>** sont comparés afin de déterminer les caractères significatifs des facteurs et des interactions **x**. La variance résiduelle est un point de comparaison. Elle doit traduire une variation des valeurs de réponse, dont l'amplitude

est arbitrairement considérée comme faible. Tout facteur influent doit donc posséder des caractéristiques fortement différenciées de celles de cette composante.

La variance résiduelle est prise comme étant un estimateur de la variance expérimentale, qui traduit la variabilité inhérente des résultats sur plusieurs réalisations d'expériences identiques.

La variance résiduelle ( $SCE_r$ ) est une composante de la somme des carrés des écarts totale ( $SCE_t$ ). Il s'agit donc :

N

$$SCE_r = \sum_{i=1}^N (y(i, \mathbf{x}) - y_{\text{mod}}(i, \mathbf{x}))^2$$

i=1

$y(i, \mathbf{x}) - y_{\text{mod}}(i, \mathbf{x})$  : résidus des écarts entre réponses mesurées et réponses calculées avec  $\mathbf{x}$  comme vecteur des coordonnées du  $i^{\text{ème}}$  point d'expérience.

Ainsi on calcul un carré résiduel moyen comme suit :

$$CM_R = SCE_r / ddl_r$$

### 3.7.1.2.3. Test de Fisher-Snedecor

Le test de **Fisher-Snedecor** permet de comparer deux variances, par utilisation de la loi statistique dite de Fischer (ou loi F), sur la base d'un quotient de variances et en prenant compte le nombre de degrés de liberté de chacune d'elles. Les variances concernées sont des variables aléatoires à distribution normale et à variances constantes.

On calcule alors le ratio suivant :

$$F_{\text{obs}} = CM_x / CM_r$$

La variance associée au facteur ou à l'interaction étudiée ( $CM_x$ ) peut être considérée comme égale à la variance résiduelle ( $CM_r$ ) si le rapport  $F_{\text{obs}}$  est faible, inférieur à une valeur seuil statistique. On définit ainsi l'hypothèse statistique  $H_0$ , selon laquelle l'affirmation précédente est vraie. Si c'est le cas,  $F_{\text{obs}}$  est alors une valeur observée d'une variable  $F$  de Fisher-Snedecor, à  $ddl_f$  et  $ddl_r$  degrés de liberté. L'hypothèse doit être rejetée au niveau  $\alpha$ , lorsque :

$$P(F \geq F_{\text{obs}}) \leq \alpha$$

### 3.7.1.2.4. Tableau d'analyse de la variance

Il est courant d'utiliser un tableau réunissant les résultats des calculs précédents, il prend la forme suivante (**Tableau 12**):

Sources de variances	ddl	Somme des carrés des écarts	Carrés moyens	$F_{calc}$	Probabilité P	Source influente ?
Facteur 1	$ddl_1$	$SCE_1$	$CM_1 = SCE_1 / ddl_1$	$CM_1 / CM_e$	$P(F \geq F_{tab})$	$P < \alpha$
...	...	...	...	...		
Facteur f	$ddl_f$	$SCE_f$	$CM_f = SCE_f / ddl_f$	$CM_f / CM_e$		
...	...	...	...	...		
Facteur k	$ddl_k$	$SCE_k$	$CM_k = SCE_k / ddl_k$	$CM_k / CM_e$		
Interaction fg	$ddl_{fg}$	$SCE_{fg}$	$CM_{fg} = SCE_{fg} / ddl_{fg}$	$CM_{fg} / CM_e$		
Variation résiduelle	$ddl_e$	$SCE_e$	$CM_e = SCE_e / ddl_e$			
Totaux	$ddl_t$	$SCE_t$				

Tableau 12 : Forme générale des résultats de l'analyse de la variance

## 4. Valorisation phytocosmétique de l'huile du Pistachier de l'atlas

### 4.1. Raffinage de l'huile du Pistachier de l'atlas

Les étapes de raffinage ont été effectuées en utilisant le procédé décrit par Karleskind et Wolff, (1992), qui consistent à réaliser les opérations suivantes :

#### 4.1.1. La démulgination

Elle consiste à disperser dans l'huile brute chauffée à 60°C, 1 à 3 % d'acide phosphorique commercial à 75%, après un brassage durant 20 mn, le mélange est réchauffé à 90°C et reçoit un ajout de 2 à 3% d'eau avant d'être brassée à nouveau, Le mélange est ensuite refroidi jusqu'à 50°C pour insolubiliser les phosphatides avant leur séparation par décantation.

#### 4.1.2. La neutralisation

Elle est réalisée en utilisant une solution de NaOH d'une concentration de 143g de NaOH / litre d'eau avec un coefficient d'excès de 20%.

#### 4.1.3. Le lavage

Il permet de retirer les petites quantités de savon soit en solution soit en fine suspension. Le savon est éliminé par un premier lavage avec une solution aqueuse de NaCl (8 à 10%) afin de coaguler les particules de savon, puis un deuxième lavage à l'eau chaude.

#### 4.1.4. Le séchage

Il est effectué à une température de 105 à 110°C jusqu'à disparition de la mousse formée



#### 4.1.5. La décoloration

Elle est effectuée en utilisant du charbon actif à 95°C pendant 15 minutes à raison de 0,5 à 3% du poids de l'huile

#### 4.1.6. La désodorisation

La désodorisation de l'huile est effectuée en injectant de la vapeur sèche à 180°C dans l'huile à raffiner pendant deux heures afin d'éliminer les odeurs, les contaminants, les acides gras et les peroxydes. La vapeur contenant tous ces composés est orientée vers des réfrigérants liés à des ballons où on récupère le condensat (**Figure 9**).



*Figure 9: Dispositif de désodorisation à échelle laboratoire*

### 4.2. Détermination des caractéristiques physiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage

La Densité a été déterminée à l'aide d'un pycnomètre selon la norme (NF ISO 6883, 1995), L'indice de réfraction a été déterminé selon la norme (NF ISO 6320, 2000).

L'absorbance dans l'ultraviolet a été déterminée selon la norme (NF ISO 3656, 2002). La teneur en impuretés a été déterminée selon la norme (NF ISO 663 :2009). La teneur en traces de savon a été déterminée selon (AOCS, 1998). La Détermination de la couleur a été faite selon la norme (NF ISO 15305 :1998).

Cependant Il n'existe pas de méthode spécifique de mesure pour la viscosité des huiles (Karleskind, 1992).

### 4.3. Détermination des caractéristiques chimiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage

L'huile raffinée est immédiatement analysé pour déterminer l'indice d'iode, l'indice de saponification, l'indice d'acide, de peroxyde, les insaponifiables, et l'indice de réfraction par les méthodes standard recommandées par l'AFNOR, (2000).

L'humidité a été déterminée selon la norme (ISO 662 :1998)

La teneur en cires a été déterminée selon la méthode décrite par (AOCS, 1998)

#### 4.4. Essais de formulation de crème cosmétique à partir d'huile des graines du Pistachier de l'atlas

---

Une crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas a été préparée. L'huile d'amande douce a été utilisée comme composant humectant pour la peau et la cire d'abeille comme émulsifiant, la stabilité microbiologique est assurée par le chlorure de sodium (NaCl) et la poudre de pierre d'alun. La crème a été préparée de la manière suivante : l'huile des graines du Pistachier de l'atlas est mélangée à l'huile d'amande douce additionnée de cire d'abeille fondue à 60°C, à ce mélange on additionne les conservateurs (sel et pierre d'alun) ainsi qu'un colorant naturel (poudre de graines de rocou) sous agitation moyenne. La préparation ainsi obtenue est mise en boîte pour refroidissement et emballage.

La formulation d'un kilogramme (1 Kg) de crème cosmétique est comme suit :

0,15 Kg d'émulsifiant (cire d'abeille) : La cire d'abeille est un émulsifiant naturel offrant aux crèmes cosmétiques de belles textures, stables dans le temps mais laissant un film gras sur la peau, souvent réservée pour la formulation des crèmes protectrices, pour obtenir des textures plus légères, l'utilisation de la lécithine de soja s'avère un bon substituant. La cire d'abeille est produite par les abeilles pour construire les parois de leurs alvéoles, elle est purifiée par un procédé physique (vapeur d'eau, filtration, centrifugation), d'une couleur blanche et d'une odeur délicate et fruitée de miel. La composition biochimique est à 70% composée d'esters non glycérides, de 12 à 15% d'acides gras et de 12 à 16% d'hydrocarbures. Parmi les propriétés cosmétiques de la cire d'abeille est qu'elle ne bouche pas les pores, convient aux peaux grasses où à problèmes, elle est utilisée comme émulsifiant naturel pour la réalisation d'émulsions cosmétiques (crèmes, laits...), ou comme additif cosmétique, elle est ajoutée aux huiles végétales et essentielles et au karité, la cire fondue permet de figer les émulsions et de les métamorphoser en baume fondant et agréable, elle contribue aussi à un meilleur toucher de la peau et à son assouplissement.

0,80 litres d'huile végétale, dont 0,5 litres d'huile d'amande douce et 0,3 litres d'huile de pistachier de l'atlas,

0,04 Kg de conservateurs (chlorure de sodium et pierre d'alun moulue)

0,01 Kg de Colorant naturel rouge (graines de rocou ou roucou : *Bixa orellana*) : Le fruit est très riche en caroténoïdes (3,2 g de vitamine A /100 g), et contient beaucoup de sélénium, magnésium et calcium. (Figure 10). Les autochtones d'Amérique du Sud s'en servaient comme pigment pour leurs peintures corporelles ou comme aromate. La médecine traditionnelle lui prête de nombreuses vertus curatives, il sert aussi de crème solaire naturelle et permet d'éviter les piqûres d'insectes. Le rocou est souvent utilisé pour préparer la peau au bronzage (en la protégeant des ultra-violets) et l'aider à bronzer. Il donne une très belle teinte. De plus, cette plante soigne les fièvres, l'épilepsie, la dysenterie et elle serait aussi aphrodisiaque. De nombreux produits de soins personnels exigent un pigment tel que l'oxyde de fer pour fournir la couleur désirée (rouge à lèvres, mascara, etc). Lorsque les oxydes de fer sont ajoutés aux préparations, la stabilité à l'oxydation de la formulation est généralement réduite (Kleiman et al. 2008) ce qui mène à l'utilisation de colorants naturels.



*Figure 10 : Graines de roucou*

Les essais de formulations de crème cosmétique ont portées sur 4 combinaisons (Annexe 4 : Tableau 38).

#### **4.5. Analyses physiques des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir d'huile du Pistachier de l'atlas**

Les analyses physiques des essais de formulation consistent à déterminer :

- La densité, la viscosité et le pH,
- Les observations microscopiques photonique au grossissement 25x10 afin d'étudier la distribution des gouttelettes huileuses,

##### **4.5.1. Comportement rhéologique**

La Rhéologie a été déterminée à 25°C à l'aide d'un rhéomètre de type Couette (Paar Physica Rheolab MCR 300), fonctionnant soit à contrainte imposée soit à vitesse de cisaillement imposée muni d'un logiciel US 200 : le comportement rhéologique sera, caractérisé par une identification de la valeur de la contrainte seuil puis, l'étude de l'influence du temps sur le comportement du produit et enfin, la détermination des courbes d'écoulement en régime stationnaire ce qui traduira l'évolution de la contrainte d'équilibre en fonction de la vitesse de déformation en utilisant un système de mesure Z3 pour les produits semi-solides offrant, un domaine de variation de la vitesse de cisaillement, de la contrainte de cisaillement, de la viscosité respectivement de : 0 à 1032 s<sup>-1</sup>, 0 à 1141 Pa et de 0,118 à 100 Pa.

#### **4.6. Analyses microbiologiques des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas**

La recherche et dénombrement de la flore aérobie mésophile totale (F.A.M.T) est effectué selon la norme Algérienne NA 8287.La recherche et le dénombrement des levures et moisissures sont effectués selon la norme Algérienne NA 8285

#### **4.7. Enquête d'appréciation des essais de formulation de crèmes cosmétiques à partir de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas**

Afin d'apprécier les essais de formulation de crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas un questionnaire (Annexe 12) a été élaboré avec la collaboration des

laboratoires *Vénus* et *Apiderm*. L'enquête d'appréciation a été effectuée sur une trentaine d'individus volontaires (Hommes et Femmes).

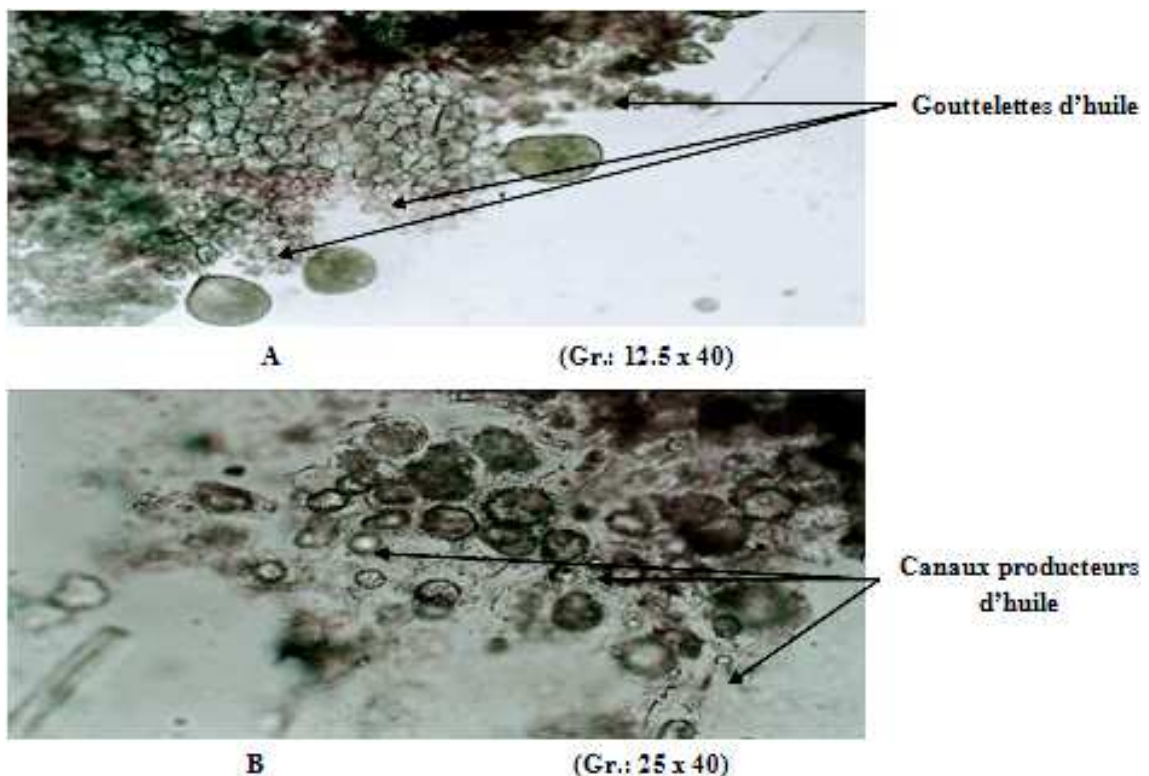
# PARTIE III :RESULTATS ET DISCUSSIONS

## 1. Histologie des graines de *Pistacia atlantica*

L'observation des coupes histologiques des graines du pistachier de l'Atlas sous le microscope photonique a révélé la présence de canaux sécréteurs d'huile au niveau du tégument et du noyau comme l'illustre la **Figure 11 (Gr.: 25 x 40)**

Les différences que nous avons pu relever résident dans le fait que ces canaux sont plus abondants dans le tégument qu'au niveau du noyau et ils devraient en principe fournir la majeure partie de l'huile. De nombreuses gouttelettes lipidiques sont d'ailleurs observées au niveau du tégument. (**Gr.: 12.5 x 40**)

Les réserves lipidiques des graines du Pistachier de l'atlas sont donc à dépôt endogène, nécessitant un traitement mécanique (broyage) pour faciliter l'extraction d'huile.



**Figure 11:** Coupes transversales de la graine du pistachier de l'Atlas (A,B)

## 2. Caractéristiques physiques des graines de *Pistacia atlantica*

Le Pistachier de l'Atlas, membre de la famille des Anacardiaceae, est caractérisé par des fruits de forme ovoïdes à épicarpe ridé de couleur vert foncé. Ce sont des drupes de 8 mm ± 1mm de long à un seul noyau osseux représentant 55,6% du poids total du fruit. Le poids de 1000 graines est de 94 g ± 0,23. Ce résultat est supérieur à celui rapporté par Daneshrad et Aynehchi, (1980) qui ont trouvé 55,1 et 65,1 g respectivement pour les deux sous espèces iraniennes *Pistacia atlantica* ssp *mutica* et *Pistacia atlantica* ssp *kurdica*.

## 3. Propriétés chimiques des graines de *Pistacia atlantica*

Le **Tableau 13** indique la composition chimique des graines de *Pistacia atlantica*. La teneur en humidité des graines entières est de 7,53%. La teneur en huile des graines de *Pistacia atlantica* qui est de 51,08%, reflète l'importance de l'utilisation de ces graines pour l'extraction d'huile. La teneur en protéine de 14,6% montre que les graines de *Pistacia atlantica* ont une valeur nutritionnelle importante. Les teneurs des autres composants sont comme suit : cellulose (12,00%), sucres totaux (9,85%), cendres (3,14%), phénols totaux (1,81). La teneur en cellulose indique que les graines de *Pistacia atlantica* sont riches en fibres alimentaires. La teneur en phénols totaux est en accord avec le résultat rapporté par Yousfi et al.(2009) et qui été de 2,35g/100g de matière sèche.

**Tableau 13: Caractéristiques chimiques des graines de *Pistacia atlantica* Desf.**

Composants	Valeurs
Humidité (%)	7,53 ± 0,13
lipides (%)	51,08 ± 0,17
protéines (%)	14,6 ± 0,19
carbohydate (%) (par différence)	9,85 ± 0,19
cendres (%)	3,14 ± 0,33
Cellulose (%)	12,00 ± 0,23
Phénols totaux (%)	1,81±0,23

## 4. Effets de quelques paramètres d'extraction sur le rendement en huile

Les paramètres étudiés pour leurs effets sur le rendement en huile sont les suivants: l'épaisseur du gâteau, le temps de pressage, la teneur en humidité, la pression et la température. L'analyse de la variance a révélé que tous ces facteurs ont un effet significatif sur le rendement en huile (P <0,05). (**Annexe 5**).

#### 4.1. Effet de l'épaisseur du gâteau

Les résultats de l'effet de l'épaisseur du gâteau sur le rendement en huile sont donnés dans le **Tableau 14**. L'effet de l'épaisseur du gâteau sur le rendement de l'huile a été étudié en fixant la pression, la température et le temps de pressage respectivement à 120 bars, 25 ° C et 60 min. Le rendement maximal en huile était de 36,17% avec une épaisseur du gâteau de 3,2 cm. Pour une épaisseur du gâteau de 4,4 ± 0,2 cm, le rendement en huile diminue, il passe de 36, 17% à 18,83 ± 0,75% et la teneur en huile résiduelle augmente nettement à 29,02 ± 0,54%. Ce résultat indique que le rendement maximal en huile a été obtenu avec une petite épaisseur du gâteau. Ces observations sont en accord avec celles rapportées par Hickos, (1953) et Lanoisellé, (1994).

**Tableau 14: Effet de l'épaisseur du gâteau sur le rendement en huile**

Épaisseur du gâteau (cm)	2,2 ± 0,1	3,2 ± 0,3	3,4 ± 0,1	4,4 ± 0,2
Rendement en huile (%)	29,32 ± 0,95	36,17 ± 0,89	28,32 ± 0,81	18,83 ± 0,75
Huile résiduelle (%)	22,71 ± 0,44	14,09 ± 1,09	22,92 ± 1,61	29,02 ± 0,54

#### 4.2. Effet de la durée de pressage

Les résultats de l'influence du temps de pressage sont présentés dans le **Tableau 15**. L'effet de ce paramètre sur le rendement en huile a été étudié à 120 bars et à 25 ° C et pour une épaisseur du gâteau de 3,2 cm. Le rendement en huile augmente progressivement de 24, 52% à 33,86%, lorsque le temps de pressage augmente de 15 à 120 min, et la teneur en huile résiduelle diminue respectivement de 23,82 à 12,21%. Ce résultat montre l'effet important du temps de pression sur le rendement en huile. En effet Singh et al. (1984), en étudiant l'effet de certains paramètres sur l'extraction d'huile de graines de tournesol ont signalé que le temps de pressage avait un impact très significatif sur le rendement en huile.

**Tableau 15: Effet du temps de pression sur le rendement en huile**

Temps de pression (min)	15	30	45	60	90	120
Rendement en huile (%)	24,52±1,42	27,97±0,66	31,15±0,6	33,4±0,64	33,74±0,93	33,86±0,86
Huile résiduelle (%)	23,82 ±1,03	20,79±0,62	18,18±0,74	14,09±1,09	12,29±1,66	12,21±1,27

#### 4.3. Effet de la teneur en humidité

Les résultats de l'effet de ce paramètre sur le rendement en huile sont présentés dans le **Tableau 16**. L'effet de l'humidité sur le rendement en huile a été étudié en fixant la température, la pression et le temps de pressage, respectivement à 40°C, à 120 bars et 60 min. Une augmentation du rendement d'huile de 40, 88% à 44, 17% a été obtenue lorsque la teneur en humidité diminue de 7,83% à 3,97%. Toutefois, il a été observé que la réduction de la teneur en humidité de 3,97% à 2,36% diminue le rendement en huile de 44,17% à 39,08%. Ce résultat montre que la valeur de 3,97% peut être considérée comme la teneur en humidité optimale pour obtenir un rendement maximal en huile des graines de

*Pistacia atlantica*. Ce résultat est en accord avec celui rapporté par Koo, (1942) et Singh et al. (2002). Lanoisellé (1994) a signalé que la température et l'humidité ont un effet significatif sur l'extraction de l'huile des graines de tournesol, car l'augmentation du rendement pour les faibles teneurs en humidité serait due à la fragilisation des globules lipidiques.

**Tableau 16: Effet de la teneur en humidité sur le rendement en huile et sur la teneur en huile résiduelle**

Teneur en humidité (%)	7,83 ± 0,03	3,97 ± 0,23	2,36 ± 0,04
Rendement en huile (%)	40,88 ± 0,56	44,17 ± 0,62	39,08 ± 0,84
Huile résiduelle (%)	5,42 ± 0,54	2,81 ± 0,96	10,70 ± 0,63

### 4.4. Effet de la pression et la température

Les valeurs de la teneur en huile extraite des graines écrasées de *Pistacia atlantica*, en utilisant une presse hydraulique, sous différentes pressions sont présentées dans le **Tableau 17**. Pour 50 bars, le rendement en huile obtenue est de 14,89%. Avec l'augmentation de la pression de 90 bars à 120 bars le rendement en huile augmente respectivement de 28, 51 et 33,4%. Le taux de l'huile conduit à une valeur asymptotique comprise entre 90 et 120 bars. Ces résultats ont révélé clairement que l'augmentation de la pression améliore l'extraction de l'huile. Ces résultats sont similaires à ceux rapportés par Smith et al. (1993) qui ont annoncé l'existence d'une pression mécanique optimale pour le soja. Concernant l'effet de la température, il a été observé que le rendement en huile, qui est de 14,89 ± 0,63% à 25 ° C augmente à 30,43 ± 0,91% à 40°C. Cependant l'augmentation de la température de 40°C à 60°C diminue le rendement en huile de 40,87% ± 0,56 à 36,19 ± 1,20% avec une augmentation de la teneur en huile résiduelle de 5,45 ± 0,53% à 9,75% ± 1,09. Ainsi, l'efficacité de la presse hydraulique décroît de 78,59% à 69%. Ces résultats sont conformes à ceux rapportés par Adeeko et Ajibola, (1990), Hamzat et Clarke, (1993) Tchiégang et al. (2005) et Kartika, (2005). Wiesenborn et al. (2001) ont expliqué que la réduction du rendement en huile serait due à une réduction de la plasticité du gâteau causée par la perte d'eau à haute température. Une augmentation de température réduit la viscosité de l'huile avec une mobilité accrue des biopolymères dans les parois cellulaires ce qui bouchent les pores, et provoquent par conséquent une décélération de l'écoulement d'huile au cours du pressage (Lanoisellé, 1994).

**Tableau 17: Effets de la température sur le rendement en huile et sur la teneur en huile résiduelle**



pression (bars)	Température (°C)	Rendement en huile (%)	Huile résiduelle (%)	Efficacité de la presse hydraulique (%)
50	25	14,89 ± 0,63	32,09 ± 1,54	28,63 ± 05
50	40	30,43 ± 0,91	17,17 ± 0,83	54,82 ± 0,11
50	60	25,32 ± 1,17	20,97 ± 1,66	64,23 ± 0,23
90	25	28,51 ± 0,93	20,6 ± 1,09	58,51 ± 0,09
90	40	37,02 ± 0,92	7,6 ± 1,1	71,19 ± 0,18
90	60	32,27 ± 0,89	20,97 ± 1,09	62,05 ± 0,21
120	25	33,4 ± 0,64	14,09 ± 1,09	48,69 ± 0,13
120	40	40,87 ± 0,56	5,45 ± 0,53	78,59 ± 0,09
120	60	36,19 ± 1,2	9,75 ± 1,09	69,59 ± 0,10

#### 4.5. Les effets combinés de la pression et la température sur le rendement en huile en utilisant la méthodologie de surface de réponse.

Les expériences ont été réalisées selon le protocole expérimental CCD donné dans le **Tableau18** en vue de rechercher la combinaison optimale de la pression et de température pour le taux d'extraction d'huile. Le modèle F-valeur de 83,86 implique que ce modèle est significatif. Les valeurs de "Prob> F" inférieure à 0,050 indiquant les termes du modèle sont significatifs. Dans ce cas, A, B, AB, A2, B2 sont significatifs sur le rendement en huile.

**Tableau 18: Conditions expérimentales et valeurs de réponses observées du CCD**

rang	Température	Pression	Rendement en huile %
1	0	1	40.87
2	0	-1	30.14
3	-1	-1	14.89
4	-1	1	33.34
5	0	0	37.02
6	0	0	37.02
7	1	1	36.19
8	0	0	37.02
9	0	0	37.02
10	-1	0	28.51
11	1	-1	25.32
12	1	0	32.27
13	0	0	37.02

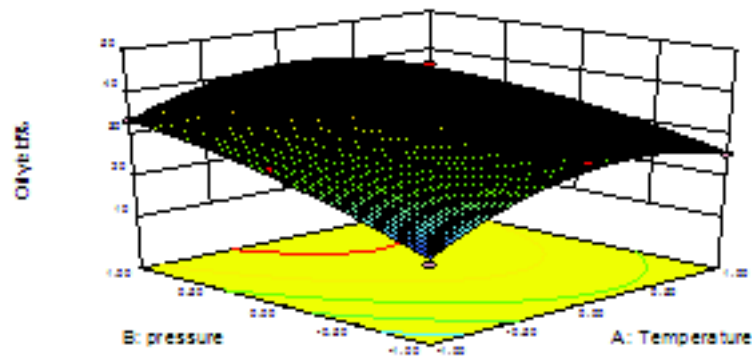
Source	Coefficients	Somme des carrés	DDL	Moyenne des carrés	F valeur	Prob > F
Constantes	37.22	552.16	5	111.83	83.86	< 0.0001
A:temperature	2.83	48.05	1	48.05	36.05	<0.0005
B:pression	6.88	268.14	1	268.14	201.06	<0.0001
AB	-1.91	14.59	1	14.59	10.94	<0.0130
A <sup>2</sup>	-7.32	147.91	1	14.91	110.91	<0.0001
B <sup>2</sup>	-2.28	13.40	1	13.40	10.05	<0.0157
Résiduelle		9.34	7			
Manque ajustement		9.34	3			
R <sup>2</sup>		0.9836				
R <sup>2</sup> Ajusté		0.9718				
R <sup>2</sup> Prédit		0.8411				
Adeq Precision		32.411				
Déviatoin standard		1.15				
C.V. %		3.52				
PRESS		90.33				

**Tableau 19:** Analyse de variance (ANOVA) pour le modèle quadrique de surface de réponse sur l'effet de la température, la pression sur l'extraction de l'huile par presse hydraulique

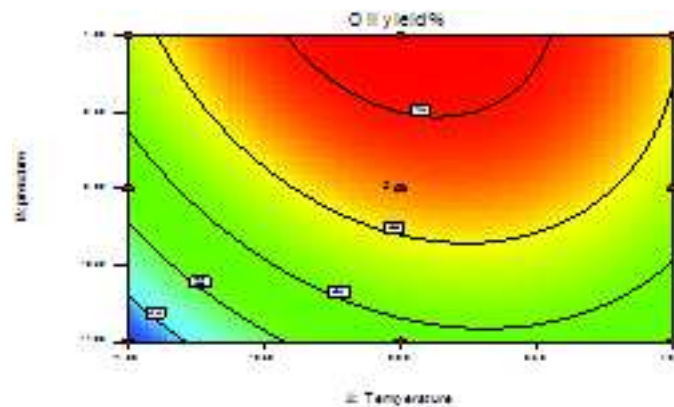
Les résultats de la réponse sont présentés dans le **Tableau 19**. L'expression mathématique de la relation à la réponse avec les variables A (température) et B (la pression) :

$$\% \text{ taux de l'huile} = +37,222 + 2,83 \times A + 6,88 \times B - 1,91 \times AB - 7,32 \times A^2 - 2,20 \times B^2$$

L'importance relative des valeurs des coefficients indique le maximum d'effet positif de la pression (6,88), suivie par la température (2,83) et de la température quadratique (-7,32) (**Tableau 19**). Ces résultats sont en accord avec les conclusions de l'effet de la pression sur les caractéristiques de l'extraction de l'huile à partir de graines de tournesol rapportés par Singh et al.(1984). Ces résultats indiquent un rendement en huile qui augmente avec l'augmentation de la pression et la température. Pour le second degré, l'interaction température-pression a des effets négligeables sur le rendement en huile, par rapport aux termes linéaires. La **Figure 12** et la **Figure 13**, qui représentent le tracé 3D et son tracé de contours correspondant, montrent les effets de la température et la pression sur le rendement en huile. La forme elliptique de la courbe indique que les interactions relatives entre la température et la pression sont significatives. La Figure 2 montre que le rendement en huile augmente avec l'augmentation de la température, à des températures supérieures à 40°C le rendement en huile diminue, cela indique l'existence d'une température optimale.



**Figure 12 :** Diagramme de surface de réponse des effets combinés de la pression et de la température sur le rendement en huile



**Figure 13:** contour de diagramme des effets combinés de la pression et de la température sur le rendement en huile

## 5 .Propriétés physico-chimiques de l'huile des graines *Pistacia atlantica*

Les propriétés physico-chimiques de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* Desf. sont présentées sur le **Tableau 20**. L'huile brute extraite par presse hydraulique et l'huile extraite par l'hexane ont les mêmes propriétés. Les valeurs de la densité, de l'indice de réfraction, l'indice de saponification, indice d'iode, insaponifiable (%), indice de peroxyde et l'acidité sont en accord avec ceux trouvés par Yousfi et *al.* (2003). L'indice d'iode de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* extraite par presse ou par solvant est de 88 ainsi, cette huile pourra être classée comme une huile non siccative. L'indice d'acide pour les deux échantillons d'huile, extraite par presse et par solvant, est de 9,95 et 8,35% respectivement ; cette valeur est supérieure à celle d'une huile de bonne qualité dont la teneur en acide oléique ne dépasserait pas 2% correspondant à 4 mg de KOH par gramme d'huile. Cette acidité élevée est liée à la nature intrinsèque des graines (Patterson, 1989). Alibert et *al.* (2001) a rapporté que l'acidité élevée serait due à la présence d'acides gras libérés par l'action de la lipase sur les triglycérides lors de l'écrasement des graines. La présence de la lipase dans les graines pourrait augmenter le taux des acides gras libres de 40% et plus (Ustun,1990).

Propriétés	Huile extraite par presse (25°C)	Huile extraite par solvant
Densité (20°C)	0,919±0,002	0,917±0,002
Indice de réfraction (20 °C)	1,472±0,001	1,472±0,001
Viscosité 20°C (Cp)	87±0,55	85±0,75
Absorbance (UV - 268nm)	0,652±0,027	0,650±0,081
Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)	9,95±0,05	8,35±0,12
Indice peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg d'huile)	10,49±,023	9,95±0,95
Indice d'iode (g d'iode/100g d'huile)	88 ±0,05	88 ±0,01
Indice de saponification (mg KOH/g d'huile)	204 3±0,01	204,49±0,04
Teneur en insaponifiable (%)	1,72±0,02	1,74±0,01

**Tableau 20:** Caractéristiques physico-chimiques de l'huile des grains de *Pistacia atlantica*

## 6. Composition biochimique de l'huile des graines *Pistacia atlantica*.

### 6.1. Composition en acides gras

La composition en acides gras des graines entières, du noyau et des téguments de *Pistacia atlantica* et leurs pourcentages sont présentés sur le **Tableau 21** et sur l'**Annexe 6 (Figures 24, 25, et 26)**. L'Acide palmitique et stéarique sont les principaux acides gras saturés. Les principaux acides gras insaturés sont les acides oléique et linoléique. La teneur en acide oléique est beaucoup plus élevée que celle de l'acide linoléique. L'huile extraite du noyau est riche en acide linoléique. La concentration de cet acide est plus faible dans le tégument. Ces résultats sont conformes à ceux de Daneshrad et Aynehchi, (1980), Yousfi et al. (2002), Ghalem et Benhassaini., (2007) et Farhoosh et al. (2008). La présence de quantités élevées d'acides gras saturés (20,42% pour l'acide palmitique et 1,93% pour l'acide stéarique stéarique), montre que l'huile de *Pistacia alantica* est à déconseiller en alimentation humaine étant donné que ces acides gras saturés seraient à l'origine de certaines maladies cardiovasculaires. L'acide oléique a un rôle important en industrie alimentaire étant donné que les aliments contenant des teneurs élevées en cet acide peuvent être conservés sans avoir recours à une réfrigération (Saber-tehrani et al. 2012).

Acides gras	Graine entière	noyau	tégument
C16 :0	20.42 ±0.05	12.50±0.02	28.63±0.54
C16 :1	1,02 ± 0,01	0,56±0,66	1,49±0,88
C18 :0	1,93 ± 0,02	2,64±0,06	1,48±0,01
C18 :1	52,68 ± 0,05	55,80±0,85	48,62±0,79
C18 :2	22,81 ± 0,07	27,15±0,90	18,23±0,23
C18 :3	0,60 ± 0,23	0,52±0,02	0,88±0,42
C20 :0	0,13 ± 0,11	0,19±0,01	0,11±0,02
C20 :1	0,38 ± 0,15	0,61±0,03	0,25±0,05
ΣAGS	22,48±0,18	15,33±0,09	30,22±0,57
ΣAGI	77,49 ± 0,51	84,64±0,90	69,47±0,48
Σ AGMI	54,08±0,21	56,36±0,23	50,36±0,67
Σ AGPI	23,41±0,30	27,67±0,33	19,11±0,65
ΣAGI / ΣAGS	3,44±0,61	5,52±0,21	2,29±0,61
Indice de peroxydation (%)	25.35	29.6	21.24

**Tableau 21:** Composition en acides gras des graines entières, du noyau, et de huile du tégument de *Pistacia atlantica* Desf .

L'indice de peroxydation pour la graine entière, l'huile du noyau et du tégument est respectivement de 25,35%, 29,6%, et 21,24%, avec un rapport  $\square$  AGI /  $\square$  AGS de 3,44, 5,52 et 2,29 ce qui indique que l'huile brute est stable au cours du stockage.

## 6.2. Composition en phénols totaux

La teneur en phénols totaux de l'huile brute des graines du Pistachier de l'atlas est donnée sur le **Tableau 22**. Cette teneur de  $41,58 \pm 0,32$  mg d'acide gallique/Kg d'huile est inférieure à celle rapportée par Saber-tehrani et *al.* 2012 en étudiant un écotype iranien de *Pistacia atlantica*. Ce résultat est inférieur à celui rapporté par Farhoosh et *al.* (2008) qui ont trouvés  $81,12 \pm 1,73$  et  $56,51 \pm 1,49$  mg d'acide gallique / Kg d'huile respectivement pour les deux sous espèces Irlandaises *Pistacia atlantica* ssp *Mutica* et *Pistacia atlantica* ssp *Kurdica* .

**Tableau 22:** Teneur en phénols totaux de l'huile brute des graines du Pistachier de l'atlas

---

Caractéristique	Huile brute
Phénols totaux (mg d'acide gallique / Kg d'huile)	41,58 ± 0,32

Plusieurs travaux scientifiques ont montré les effets bénéfiques des antioxydants Phénoliques sur l'amélioration des profils lipidiques sanguins et la réduction des niveaux de peroxydes lipidiques (Lavedrine et al. 1999; Balkan et al. 2003; Zibaenezhad et al. 2003; Hatipoglu et al. 2004).

## 6.3. Séparation et identification des Tocophérols

---

### 6.3.1. Analyse qualitative

Les résultats sont présentés sur l'**Annexe 7 ( Figure 27)**. Les chromatogrammes obtenus par la chromatographie liquide à haute pression donnent une bonne résolution des pics correspondants aux quatre isomères : Alpha, Béta, Gamma et Delta Tocophérols. L'identification a été effectuée en se basant sur le standard interne (alpha tocophérol acétate) avec un temps de rétention de 11,772 mn. Le pic correspondant au temps de rétention du standard interne est celui de l'isomère alpha-tocophérol. On remarque que (gamma+béta) tocophérol ont les mêmes temps d'éluion. Ce résultat est spécifique à la phase polaire utilisée dans l'expérimentation (Phase stationnaire : Inertsil ODS-3). Ces observations ont été rapportées aussi par Abidi, (2000) ; Gimeno et al.(2000) et Pestana et al. (2008) . La différence du temps d'éluion réside dans la structure chimique des isomères de tocophérols et le nombre de groupe méthyle que renferme chaque forme de tocophérol (Warner, 1990), c'est ainsi que :

- Le delta tocophérol élué en premier ne possède qu'un seul méthyle,
- Le (gamma+béta) tocophérol contiennent deux méthyles chacun mais en position différente, ils ont une structure chimique similaire avec les méthyles positionnés sur les carbones 5 et 8 pour la forme béta et sur les carbones 7 et 8 pour la forme gamma,
- Le alpha tocophérol est élué en dernier car il possède trois méthyles

### 6.3.2. Analyse quantitative

La teneur des tocophérols totaux de l'huile de *Pistacia atlantica* est de 314,28 mg/Kg d'huile. Les teneurs en alpha-tocophérol, (beta+gamma) tocophérol et delta-tocophérol sont respectivement de 41.26, 140.86 et 113.76 mg/Kg d'huile (**Tableau 23**). Ces teneurs sont différentes de celles rapportés par Saber-tahrani et al. (2012) qui en étudiant l'huile de *Pistacia atlantica* de l'Iran, ont trouvé une teneur en tocophérol totaux de 409.97 mg/Kg d'huile, et des teneurs en alpha-tocophérol, (beta+gamma) tocophérol et delta-tocophérol, respectivement de 379.68, 20.70 et 9.59 mg/Kg d'huile. Ces différences pourraient être expliquées par les conditions d'extraction et de conservation de l'huile avant l'analyse par la chromatographie liquide à haute pression.

**Tableau 23: Teneur en tocophérols de l'huile brute des graines du Pistachier de l'atlas (en mg/Kg d'huile)**

	Alpha ( $\alpha$ )	Beta et gamma ( $\beta + \gamma$ )	Delta ( $\delta$ )
Huile brute	41,26	140,86	113,76

La teneur élevée de l'isomère delta-tocophérol (113.76 mg/Kg d'huile), connu pour ses propriétés antioxydante, confère à l'huile de *Pistacia atlantica* une grande stabilité au cours du stockage.

#### 6.4. Composition en pigments

Les pigments identifiés dans l'huile des graines du *Pistacia atlantica* sont : caroténoïdes, Béta-carotène et chlorophylles (**Tableau 24**) dont les teneurs en ppm sont respectivement de : 3,12 ; 1,95 et 0,49.

**Tableau 24 : Composition en pigments de l'huile du Pistachier de l'atlas brute**

Pigments	Huile brute
Caroténoïdes (ppm)	3,12 $\pm$ 0,15
$\beta$ -carotène (ppm)	1,95 $\pm$ 0,03
Chlorophylles (ppm)	0,49 $\pm$ 0,02

L'effet protecteur des caroténoïdes contenus dans les végétaux sur la réduction des risques de pathologies liées à l'âge, dont la cataracte a été rapporté par Delcourt et al. (2006).

### 7. Effet de la température d'extraction par presse sur les propriétés physico-chimiques de l'huile des graines de *Pistacia atlantica* et sur sa composition en acides gras.

Les résultats de l'effet de la température, à 120 bars pendant l'optimisation de l'extraction de l'huile par la presse, sur les propriétés physiques et chimiques de l'huile et sur la composition des acides gras sont présentés respectivement dans les **Tableaux 25 et 26** et **Annexe 8 (Figure 28,29 et 30)**. Il a été observé qu'à 60 ° C, la viscosité et l'absorbance (UV - 268nm) augmentent respectivement à 95  $\pm$  0,15 et 1,259  $\pm$  0,02 .En ce qui concerne les caractéristiques chimiques à 60 ° C, on note une augmentation de l'indice de peroxyde et de l'indice d'acide respectivement de 11,62 et 11,31. Pour l'effet de la température sur les acides gras à 60 ° C, on a observée que la teneur en acide oléique est passée de 50,90% à 52,17%. Ces résultats sont en accords avec ceux de Wolff, (1991) qui a rapporté que la chaleur et la pression sont à l'origine de l'hydrolyse des triglycérides qui augmente l'acidité de l'huile. Afin d'éviter l'altération de l'huile pendant l'extraction, il serait préférable d'effectuer l'extraction à température inférieure à 40 ° C.

Propriétés	Température °C		
	25°C	40°C	60°C
Densité à 20°C	0,919 ± 0,001	0,918 ± 0,002	0,920 ± 0,001
Indice de réfraction 20°C	1,472 ± 0,001	1,471 ± 0,001	1,469 ± 0,002
Viscosité à 20°C (Cp)	87 ± 0,55	92 ± 0,50	95 ± 0,13
Absorbance UV	0,652 ± 0,027	0,655 ± 0,023	1,259 ± 0,02
Indice d'acide (mg KOH/g d'huile)	8,74 ± 0,06	9,95 ± 0,05	11,31 ± 0,01
Indice de peroxyde (mEq O <sub>2</sub> /Kg d'huile)	9,85 ± 0,13	10,49 ± 0,23	11,62 ± 0,12
Indice d'iode (g I <sub>2</sub> /100g d'huile)	88,03 ± 0,05	87,15 ± 0,32	87,96 ± 0,14
Indice de saponification	204 ± 0,01	202 ± 0,25	199 ± 0,92
Teneur en insaponifiable	1,72 ± 0,01	1,58 ± 0,02	1,49 ± 0,07

**Tableau 25:** Effet de la température Durant l'extraction de l'huile par presse hydraulique sur les propriétés physico-chimiques de l'huile

Acides gras	Température °C		
	25°C	40°C	60°C
C16:0	21,68 ± 0,42	22,05 ± 0,01	20,66 ± 0,45
C16:1	0,97 ± 0,13	1,05 ± 0,02	0,97 ± 0,12
C18:0	1,96 ± 0,12	2,09 ± 0,01	2,13 ± 0,01
C18:1	50,90 ± 0,01	50,61 ± 0,02	52,17 ± 0,01
C18:2	23,30 ± 0,01	22,85 ± 0,06	22,69 ± 0,09
C18:3	0,70 ± 0,11	0,83 ± 0,16	0,79 ± 0,12
C20:0	0,11 ± 0,02	0,12 ± 0,11	0,14 ± 0,01
C20:1	0,35 ± 0,12	0,35 ± 0,18	0,40 ± 0,05

**Tableau 26 :** Effet de la température Durant l'extraction de l'huile par presse hydraulique sur la composition en acides gras

## 8. Effets du raffinage sur les caractéristiques physico-chimiques de l'huile des graines du *Pistacia atlantica*

### 8.1. Effet sur la couleur, l'absorbance, l'indice de réfraction, la viscosité et la densité

L'évolution des caractéristiques physiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage est donnée sur le **Tableau 27**.

#### 8.1.1. Absorbance

L'absorbance UV spécifique à la longueur d'onde 268 nm rend compte de l'oxydation primaire de l'huile. Après raffinage l'absorbance UV diminue de 0,652 à 0,419. D'après le standard 210-1999, l'acidité oléique d'une huile végétale de qualité doit être inférieure à 0,82.



Au cours de l'oxydation, des acides gras polyinsaturés, contenant du méthylène, interrompent des diènes et des polyènes, avec décalage dans les positions en raison de la double isomérisation et conjugaison. Ceci est accompagné d'une augmentation dans l'UV de l'absorption à 234 nm en raison de diènes et la formation de peroxydes au cours des premiers stades de l'oxydation (Farmer et Sutton, 1946) ce qui est un indicateur de l'oxydation.

### 8.1.2. Couleur

La diminution de la couleur au lovibond au cours du raffinage est due à l'élimination des impuretés et des pigments par saponification et par décoloration. Hoed et *al.* 2010, ont rapporté que ces changements seraient dus aux concentrations élevées en NaOH. Manjula et Subramanian, (2009), ont signalé que les produits de la réaction de Maillard peuvent être à l'origine d'une coloration similaire à celle des bêta-carotènes et chlorophylles.

### 8.1.3. Humidité

Au cours du lavage de l'huile, la teneur en eau augmente de 4,5 à 8,9% et après séchage et désodorisation elle diminue à 3,9%. Cette valeur est conforme aux normes fixées par le Codex Standard 210-1999 qui préconise pour la bonne conservation de l'huile une teneur en eau inférieure à 5%.

### 8.1.4. Viscosité

La viscosité dynamique s'explique par l'existence d'un gradient de vitesse d'écoulement. Le raffinage de l'huile brute du Pistachier de l'atlas a diminué la viscosité de 87 à 78 (Cp), cette diminution serait due à l'élimination d'une proportion d'acides gras libres, des pigments et des impuretés.

### 8.1.5. Densité

Après raffinage la densité augmente de 0,817 à 0,875. Cette augmentation serait due à la neutralisation des acides gras libres par NaOH qui ont une densité inférieure à celle de leurs glycérides.

### 8.1.6. Indice de réfraction

L'indice de réfraction qui constitue un paramètre de pureté diminue de 1,472 à 1,113. Ce résultat est en accord à celui rapporté par Anhwange et *al.* (2010).

## 8.2. Effet sur les indices chimiques

L'évolution des caractéristiques chimiques de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas au cours du raffinage est donnée sur le **Tableau 28**.

### 8.2.1. Indice de peroxyde

La démulagination réduit l'indice de peroxyde de 8,54 à 5,96 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile.

Après lavage l'indice de peroxyde augmente de 5,33 à 6,87 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile. Ce résultat a été également observé par Hoppia, (1993) et Zacchi et Eggers, (2008) qui ont rapporté que l'augmentation de cet indice après neutralisation et lavage à températures élevées est due à la formation de peroxydes.

Le séchage et la décoloration ont diminué les valeurs de l'indice de peroxyde de 6,87 à 4,11 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile. Cette indice augmente lors de l'utilisation de faibles concentrations d'agents décolorants (King et Wharton, 1949) suite à l'hydrolyse des triglycérides (Yoon et al. 1994).

Ces valeurs sont comparables à celles de Jung et al. (1989) qui ont rapporté que cette diminution serait due à la rétention des peroxydes par les agents de décoloration.

L'opération de désodorisation a augmenté l'indice de peroxyde de 4,11 à 5,83 meq O<sub>2</sub>/Kg d'huile. Cette augmentation serait due à la perte des tocophérols au cours du raffinage (farhoosh et al. 2009). L'efficacité de la désodorisation dépendra de la température et de la durée du traitement (Zacchi et Eggert, 2008).

La variation de cet indice est due aux teneurs en acides gras insaturés, car le taux d'auto-oxydation des huiles augmente avec l'augmentation des niveaux d'insaturation. Les valeurs de peroxyde faibles indiquent que les huiles sont moins susceptibles au rancissement oxydatif à température ambiante (Odoemelam, 2005 ; Anyasor et al. 2009).

La recommandation pour les huiles comestibles selon le codex standard 210-1999 est un indice de peroxyde inférieur à 10 méq O<sub>2</sub>/kg.

### **8.2.2. Indice de saponification**

La diminution de l'indice de saponification après raffinage est due à l'élimination des acides gras libres. La valeur de l'indice de saponification qui indique l'apparition d'une proportion importante d'acides gras à haut poids moléculaire (Booth et Wickens, 1988) passe de 204,53 à 161,13 mg KOH/ g d'huile.

### **8.2.3. Indice d'acide**

Après neutralisation l'indice d'acide diminue de 50% et en fin de raffinage il augmente de 5,65 à 6,92 mg KOH/g d'huile. Ces variations sont comparables à celles observées par Farhoosh et al., (2009) qui ont étudié la variation de l'indice d'acide au cours du raffinage de l'huile de soja et de canola. L'augmentation de l'indice d'acide après le lavage est associée à une température et une humidité élevée qui favorisent le redémarrage de l'acidité. Après désodorisation, cet indice peut augmenter suite à la température élevée et la durée d'exposition qui déclenchent l'hydrolyse des glycérides.

### **8.2.4. Indice d'iode**

Cet indice diminue lors du raffinage de 78,96 à 63,11 g d'iode/ 100 g d'huile, cette diminution est due aux traitements thermiques lors de la saponification qui favorisent l'oxydation des acides gras conduisant à des produits volatiles.

### **8.2.5. Les insaponifiables**

Après le raffinage la teneur en insaponifiables diminue de 1,14 à 0,50%. Cmolik et al., (2000) ont signalé que le procédé de raffinage entraîne une diminution des tocophérols, des phénols et des pigments.

### **8.2.6. Traces de savon et impuretés**

---

L'huile neutralisée renferme 200 ppm de traces de savon. La désodorisation réduit cette quantité à 5 ppm. Ce résultat est en accord avec celui rapporté par Chomali et Stiti, (2007).

A la fin du raffinage, la teneur en impuretés, constituée de particules divers, passe de 0,19 à 0,03% soit une réduction de 84%.

### 8.2.7. Indice de peroxydabilité

L'Index de peroxydabilité calculé est de 25,27 pour l'huile brute. Le raffinage n'a pas eu d'effets sur cet indice. Cette observation nous permet de conclure que le raffinage réduit les risques d'oxydation de l'huile au cours de son stockage (Farhoosh et al.,2009).

## 8.3. Effet sur les acides gras, les tocophérols, les phénols et les pigments

---

### 8.3.1. Acides gras

L'analyse chromatographie phase gazeuse de l'huile raffinée (**Annexe 9 : Figure 31**) a révélé une légère variation du profil en acides gras de l'huile de pistachier de l'atlas.

#### 8.3.1.1. Acides gras insaturés

Après le raffinage l'acide palmitoléique (C16 :1)et l'acide oléique (C18 :1) augmentent respectivement de 1,90% et 4,36%.Ces résultats concordent avec ceux rapportés par Pestana et al., (2008) ; Costa et al., (2011) (**Tableau 29**).

L'augmentation de la teneur en acide oléique limite l'oxydabilité des acides gras polyinsaturés (Cahuzac, 2010). Les résultats montrent aussi que la teneur en acide linoléique (C18 :2) diminue de 1,66% et l'acide linoléique (C18 :3) de 12,04% alors que l'acide arachidonique augmente de 20%. Plusieurs travaux ont confirmé la diminution des acides gras polyinsaturés lors du raffinage. Les auteurs ont rapporté que la présence des acides monoinsaturés (acide oléique) rendent les huiles plus stables (Hore, 2004 ;Marioda et al., 2004 ; Zimba et al., 2005 ;Kleiman et al.,2008).

#### 8.3.1.2. Acides gras saturés

L'acide palmitique diminue de 8,48%, l'acide stéarique augmente de 0,95%. L'acide arachidique(C20 :0) est inexistant dans l'huile raffinée (El-tahawi et al., 1987). Le raffinage affecte peu le profil général en acide gras car ils sont protégés par la vitamine E. De manière générale les profils d'acides gras de l'huile brute montrent des concentrations élevées en acide oléique, acide linoléique et en acide palmitique, ils restent cependant constants au cours du processus de raffinage (Rodrigues et al., 2004).

Acides Gras (%)	Huile des graines de <i>Pistacia atlantica</i> Desf.			Pestana et al., 2008*	Costa et al., 2011**
	Extraite brute	huile raffinée	Variation (%)		
C16 :0	22,05±0,01	20,18±0,11	↓ de 8,48	↑ de 9,88	↑ de 2,77
C16 :1	1,05±0,02	1,07±0,08	↑ de 1,90	↓ de 6,66	↑ de 11,11
C18 :0	2,09±0,01	2,11±0,02	↑ de 0,95	↑ de 8,84	↑ de 0,886
C18 :1	50,61±0,02	52,82±0,01	↑ de 4,36	↑ de 13,81	↑ de 1,96
C18 :2	22,86±0,06	22,48±0,04	↓ de 1,66	↑ de 9,60	↑ de 1,92
C18 :3	0,83±0,16	0,73±0,13	↓ de 12,04	↓ de 33,55	↓ de 23,67
C20 :0	0,12±0,11	0,15±0,19	↑ de 25	↓ de 19,17	↑ de 2,77
C20 :1	0,35±0,18	0,42±0,09	↑ de 20	↓ de 50,00	↑ de 76,19
AGS	24,26±0,31	22,44±0,22	↓ de 7,50	↓ de 1,88	↑ de 1,93
AGI	75,70±0,44	77,52±0,31	↑ de 2,40	↑ de 1,88	-
AGMI	52,01±0,22	53,31±0,21	↑ de 2,49	-	-
AGPI	23,69±0,23	23,21±0,33	↓ de 2,02	-	-
AGI/AGS	3,12±0,75	3,45±0,34	↑ de 9,56	-	-

**Tableau 29** : Composition en AG de l'huile brute et raffinée des graines du Pistachier de l'atlas, extraite par presse

\* Sur l'huile de son de riz

\*\* Sur l'huile de soja

Toutefois, la température élevée pendant la désodorisation peut également provoquer une modification de la matrice des triacylglycérides et des réactions de triacylglycérides avec d'autres composants présents dans l'huile. Le meilleur exemple connu de modification des triacylglycérides est l'isomérisation cis-trans, qui se produit dans les huiles contenant des niveaux élevés d'acides gras polyinsaturés à des températures supérieures à 220°C (Van duijn et al., 2006). les acides gras libres sont saponifiés et précipités lors de la neutralisation sous forme de savon (Jung et al., 1989).

### 8.3.2. Tocophérols

Les teneurs des différents isomères de tocophérols de l'huile de *Pistacia atlantica* sont données par le **Tableau 30** et **figure 32 (Annexe 9)**. Ces résultats montrent que le raffinage diminue nettement les teneurs de l'alpha-tocophérol à raison de 29% et du (beta+gamma)

tocophérol de 57%, cependant on observe une augmentation de 67.5% de l'isomère delta-tocophérol qui joue le rôle de puissant antioxydant au cours du stockage et confère à cette huile des propriétés cosmétiques. L' $\alpha$ -tocophérol est le composé présentant l'activité biologique la plus élevée, celle-ci devient presque nulle dans la forme delta. L'activité antioxydante, quant à elle atteint son maximum sous la forme delta et décroît dans la forme bêta sans toutefois disparaître (Speek, 1985). Ces variations de Tocophérols ont été également rapporté par Ferrari, (1996) et par Alpaslan et *al.*, (2001).

**Tableau 30 : Teneurs en tocophérols de l'huile brute et raffinée du Pistachier de l'atlas (mg/Kg d'huile)**

	Alpha ( $\alpha$ )	Beta + gamma ( $\beta + \gamma$ )	Delta ( $\delta$ )
Huile brute	41,26	140,86	113,76
Huile raffinée	29,32	60,15	190,61

Ces variations seraient dues à l'opération de désodorisation qui présente l'inconvénient d'un temps réactionnel long préjudiciable à la vitamine E, ce temps est couplé à l'effet d'une température élevée qui oxyde cette vitamine. Costa et *al.*, (2011) ont rapporté que la variations des tocophérols au cours du raffinage de l'huile de soja serait affectée par les hautes températures. les pH élevés et la présence du fer et du cuivre pourraient être aussi à l'origine de ces variations (Tasan et *al.*, 2005). Pokorny et *al.*, (1973) ont rapporté que la diminution de la teneur des acides gras polyinsaturés oxydés au cours du raffinage serait due à une diminution de la teneur en Tocophérols. La bêta-carotène, la vitamine E et le lycopène sont préférentiellement oxydés avant les acides gras polyinsaturés (Stocker et *al.*, 1991). En ce qui concerne l'augmentation en delta-Tocophérol, Tasan et *al.*, (2005) ont expliqué que cela serait dû à l'étape de décoloration qui permet l'élimination des pigments caroténoïdes masquant et piégeant cet isomère. Cette augmentation est expliquée par une déméthylation des isomères alpha, beta et gamma, car alpha tocophérol est déméthylé sous l'effet des opérations de raffinage surtout l'étape de désodorisation dont son effet dépend de la durée, de la température, de la pression et le débit de la vapeur utilisée. La formation du delta tocophérol nécessite des conditions de désodorisation qui ne devraient pas engendrer plus de 25% de perte en tocophérols totaux (Medina-juarez et *al.*, 2000), par conséquence la teneur en delta tocophérol augmente à cause de la déméthylation des formes alpha, beta et gamma. Pour notre étude l'augmentation de l'isomère delta tocophérol qui a une grande activité antioxydante, permet d'assurer une bonne stabilité de l'huile au cours du stockage.

### 8.3.3. Pigments

Les caroténoïdes et la chlorophylle sont responsables de la couleur caractéristique des huiles végétales. La perte en chlorophylle et en caroténoïdes est respectivement de 90,51% et de 68,75%. La perte de bêta carotène est de 66,83% (**Tableau 31**). Ces pertes sont dues principalement à l'étape de décoloration, ces résultats sont analogues à ceux de Cmolik et *al.*, (2000) ont montré que le raffinage de l'huile de Colza diminue la teneur en chlorophylles et caroténoïdes respectivement de 99% et de 96%, de même, Criado et *al.*, (2005) ont également signalé une perte de 79% de la chlorophylle et 52% des caroténoïdes au cours du raffinage des huiles végétales. Gomes et *al.*, (2012) en suivant l'évolution de plusieurs composants au cours du raffinage de l'huile d'olive ont observé une réduction de 95% en chlorophylle et de 90 % en caroténoïdes. Hoed et *al.*, (2010) ont expliqué que la réduction du beta carotène et de la chlorophylle au cours du raffinage est due à la concentration élevée en solution alcaline. Scavariello, (1997), a rapporté que la décoloration par bentonite ou charbon actif élimine les pigments naturels de l'huile.

Tableau 31 : Comparaison de la teneur en pigments de l'huile du Pistachier de l'atlas brute et raffinée

	Huile brute	Huile raffinée	% de perte
Caroténoïdes (ppm)	9,12±0,15	2,85±0,09	68,75%
B-carotène (mg/l)	3,95±0,03	1,31±0,11	66,83%
Chlorophylles (ppm)	11,49±0,02	1,09±0,07	90,51%

### 8.3.4. Phénols totaux

La teneur en phénols totaux de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas après raffinage est de 21,36 mg d'acide gallique /Kg d'huile (**Tableau 32**). La perte en phénols totaux qui est de 48,62%, est due à l'altération des acides phénoliques par la désodorisation à température élevée (Teixeira et *al.*, 2007).

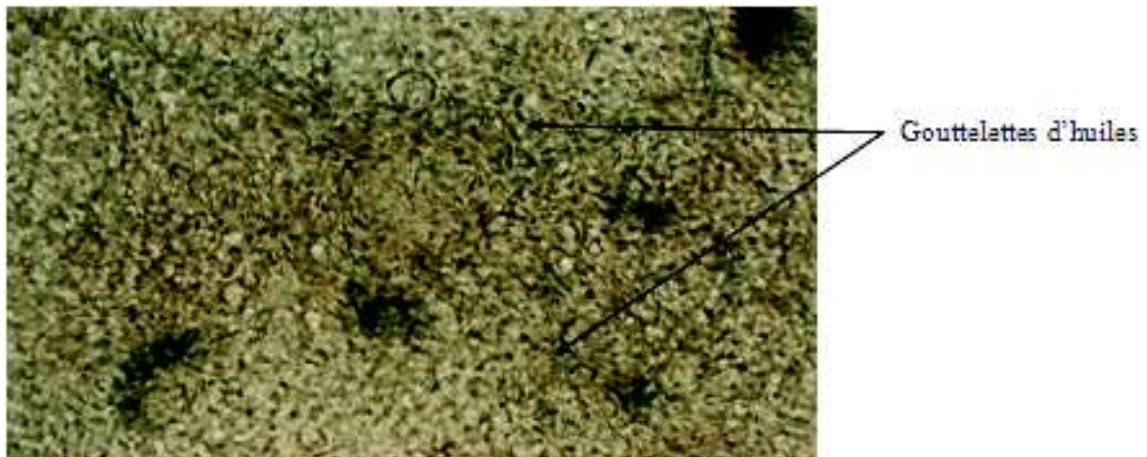
Tableau 32 : comparaison de la teneur en phénols totaux de l'huile du Pistachier de l'atlas brute et raffinée

Caractéristique	Huile brute	Huile raffinée	% de perte
Phénols totaux (mg d'acide gallique / Kg d'huile)	41,58 ± 0,32	21,36 ± 0,19	48,62 ± 0,23

## 9. Essais d'incorporation de l'huile des graines du *Pistacia atlantica* dans la formulation d'une crème cosmétique

Les graines du Pistachier de l'atlas constituent une source importante en huile végétale (51,08%) qui pourrait être utilisée dans les industries cosmétiques. En effet la composition biochimique globale révèle que cette huile est riche en acides gras saturés jouant un rôle dans la stabilité et la consistance des formulations. L'acide stéarique (C18 :0) utilisé pour la préparation de crèmes cosmétiques joue le rôle de stabilisant de la consistance des formulations (Eccleston, 1997 ; Korhonen et *al.*, 2000), il est cependant largement utilisé pour la préparation de crèmes nettoyantes pour la peau et le visage (Georgieva et *al.*, 2010). L'acide oléique (C18 :1) est utilisé comme agent émoullient dans la formulation des crèmes cosmétiques, des lotions et des préparations de traitement de la peau (Saber-Tehrani et *al.*, 2012). Cette huile renferme également des antioxydants tels que : les Tocophérols, les phénols et les caroténoïdes connus pour leur importance dans la formulation cosmétique.

La **Figure 14** montre la stabilité de l'émulsion où on voit clairement que les différentes phases utilisées pour la formulation de la crème cosmétique ont données un produit miscible et stable quelque soit la formulation utilisée.

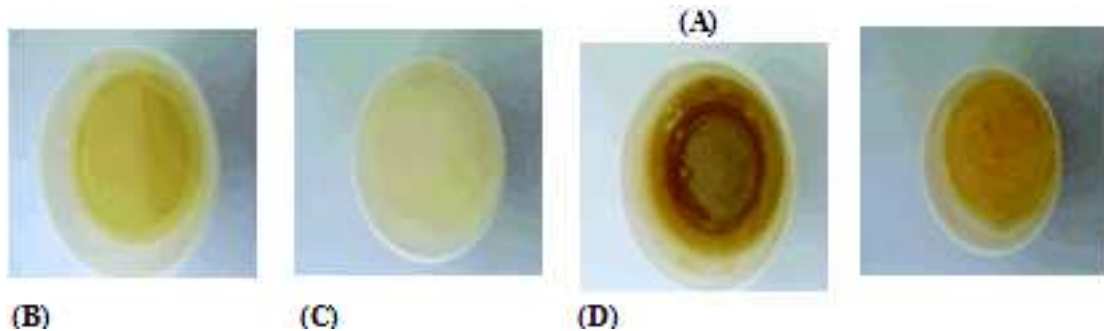


**Figure 14** : Observation microscopique de l'essai de formulation de crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas (émulsion huileuse stable)

### 9.1. Caractéristiques physiques des essais de formulation de crème cosmétique

La crème cosmétique élaborée à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas est caractérisée par une couleur qui varie en fonction de la formulation (**Figure 15**). Cette crème a une odeur boisée, une viscosité variant de 64 200 à 120 000  $\mu\text{pas/s}$ , une densité allant de 0,87 à 0,90 et un pH qui varie de 3,04 à 5,40 (**Tableau 33**).

La formulation 4 de la crème présente une stabilité dermo-pharmaceutique caractérisée par un pH de 5,4 ; proche du pH eudermique (pH 5,5) considéré comme le pH physiologique de la peau. Les valeurs des pH sont conformes à celles rapportées par Yosipovitch et *al.*, (1996).



**Figure 15** : Aspect des formulations de crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas (A :Formulation 1, B :Formulation 2, C :Formulation 3, D :Formulation 4)

La teneur de 15% de cire d'abeille dans la crème cosmétique permet de stabiliser le produit. Cette teneur est comparable au résultat des travaux de, Kabri et *al.*, (2011), qui ont montré que les crèmes cosmétiques sont stables avec 12% de cire d'abeille.

**Tableau 33:** caractéristiques physiques des essais de formulation de crème cosmétique à base d'huile des graines du *Pistacia atlantica*

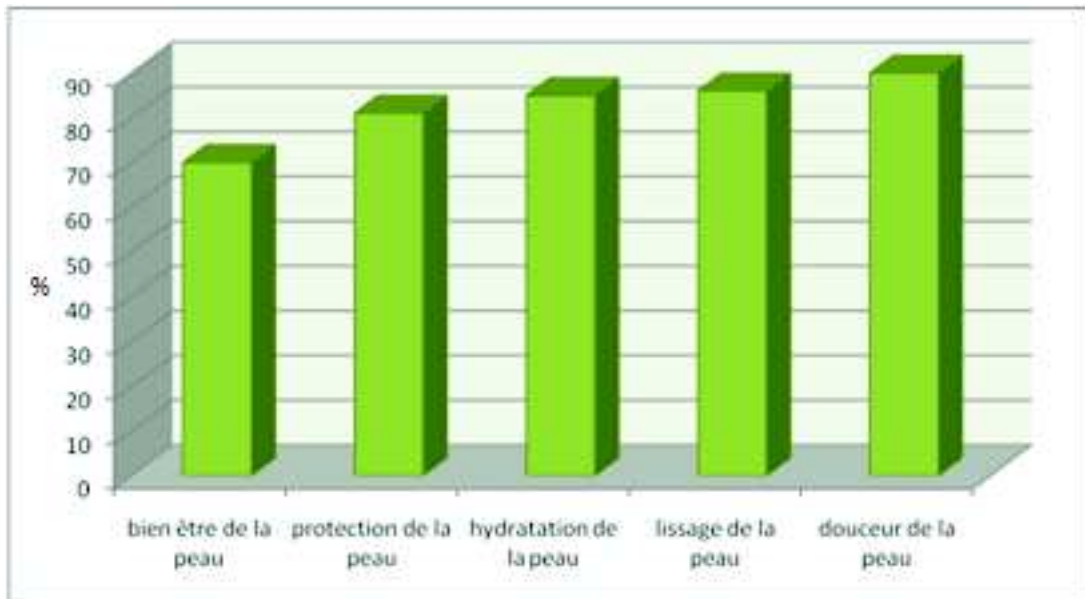
Echantillons	Formulation 1	Formulation 2	Formulation 3	Formulation 4	Norme
Couleur	Vert pâle	Blanc cassé nacré visqueux	Vert pistache visqueux	Orangé	/
Odeur	Boisée	Inodore	Boisée	Légèrement boisée	/
Viscosité ( $\mu$ pascal/s)	68 000	120 000	100 000	64 200	/
Densité	0,89	0,88	0,90	0,87	/
pH	3,34	3,04	4,87	5,40	5,5 à 6,5*

\*laboratoire vénus

## 9.2. Analyse sensorielle

Après application du produit, les sensations ressenties sont à travers la vue, l'odorat et le toucher, ainsi les résultats statistiques fournis par les panels d'évaluation s'avèrent nécessaires (Bell, 1982). A partir de l'exploitation du questionnaire renseigné par une population de volontaire (**Annexe 12**), il en ressort que la formulation de crème cosmétique préférée sur la base des critères étudiés est celle correspondant à la formulation 4 contenant : 30% d'huile raffinée extraite des graines du Pistachier de l'atlas, 50% d'huile d'amande douce, 15% de cire d'abeille, 4% de conservateurs, 1% de colorant. Les résultats d'appréciation sont illustrés sur la (**Figure 16**) pour les différents critères étudiés : bien être de la peau, protection de la peau, hydratation de la peau, lissage de la peau, douceur de la peau. Ces critères viennent confirmer les propriétés phytocosmétiques des acides gras insaturés et des autres constituants présents dans l'huile des graines du Pistachier de l'atlas qui, présente la particularité de réunir de nombreux actifs fort intéressants tels que la vitamine E, les phénols, les acides gras essentiels (oméga 3 et oméga 6), ainsi que de l'acide palmitolique (oméga 7), cette association unique confère à l'huile du Pistachier de l'Atlas aussi bien des propriétés d'antioxydants puissants qu'un pouvoir adoucissant et cicatrisant d'exception pour la peau. Ce qui est en accord avec les travaux de Houghton, (1999) quant à l'utilisation des huiles végétales en tant qu'ingrédient dans des formulations cosmétiques ce qui permet l'amélioration de l'hydratation de la peau, de la réduction de la perte en eau et de l'augmentation de la douceur de la peau.





**Figure 16** : résultats de l'enquête de satisfaction

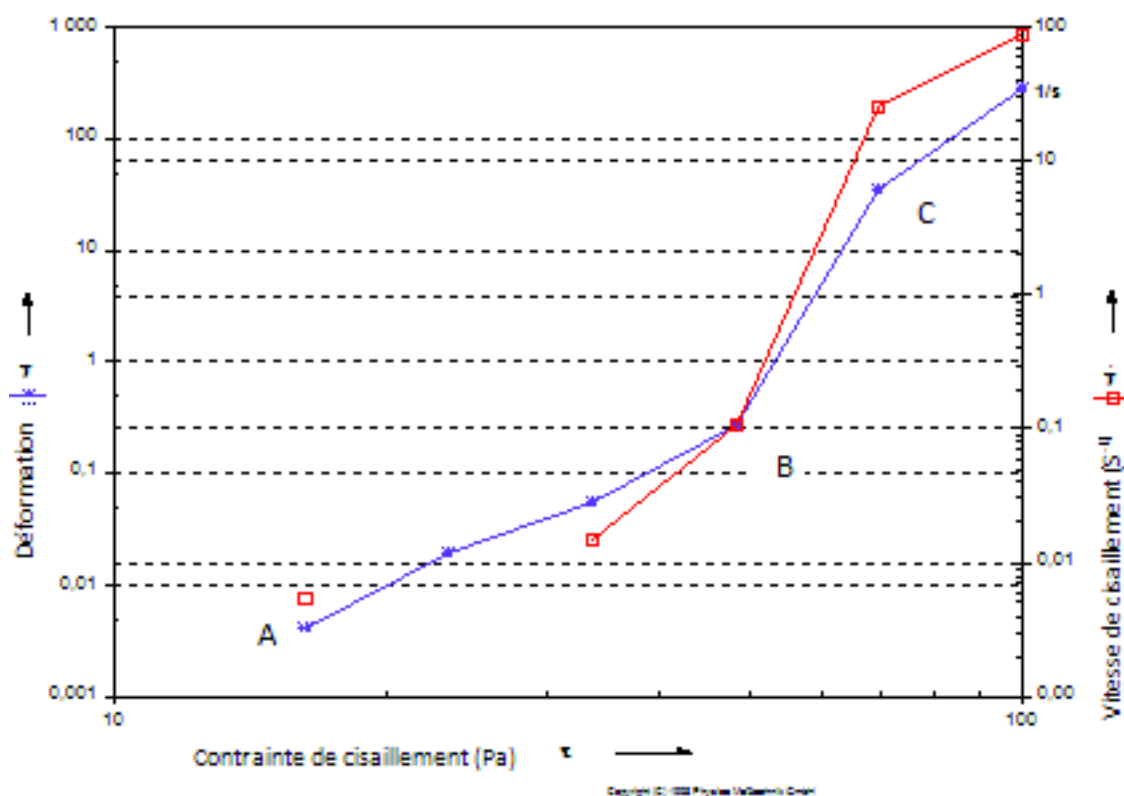
Une forte proportion d'acide oléique, ainsi que la présence de l'acide linoléique contribuent à rendre l'huile idéale pour une application topique. Lors d'un déficit en acides gras essentiels, une diminution importante du pouvoir de barrière hydrique de la peau est observée (Elias et *al.*, 1978). Mais peut être entièrement corrigée par l'application topique d'huiles végétales riches en acide linoléique (Press et *al.*, 1974), ou par l'acide linoléique, ce qui suggère un rôle particulier de cet acide gras dans la biosynthèse des lipides spécifiquement impliqués dans la barrière hydrique cutanée.

### 9.3. Caractérisation rhéologique du produit de la formulation contenant l'huile des graines du Pistachier de l'atlas

Les paramètres utilisés pour caractériser la rhéologie de la crème cosmétique, correspondant à la formulation 4 la plus appréciée lors de l'enquête de satisfaction et dont la composition est donnée sur l'**Annexe 4 (Tableau 2)**, sont : Contrainte seuil, Dépendance au temps et L'écoulement.

#### 9.3.1. Contrainte seuil

L'évolution de la déformation et de la vitesse de cisaillement en fonction de la contrainte seuil est présentée sur la **Figure 17**. Le rhéogramme montre clairement que le produit est caractérisé par une plasticité et une élasticité. Sur le rhéogramme le domaine élastique est compris entre le point A et le point B, et le domaine plastique est compris entre le point B et le point C. La plasticité apparaît pour une contrainte seuil de 42,93 Pas, déterminée par le rhéomètre dont les données sont analysées par un logiciel (Physica US200). A cette valeur la déformation est comprise dans le domaine (0,1-10) où le produit formulé à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas est caractérisé par un comportement entre les phases solides et liquides.

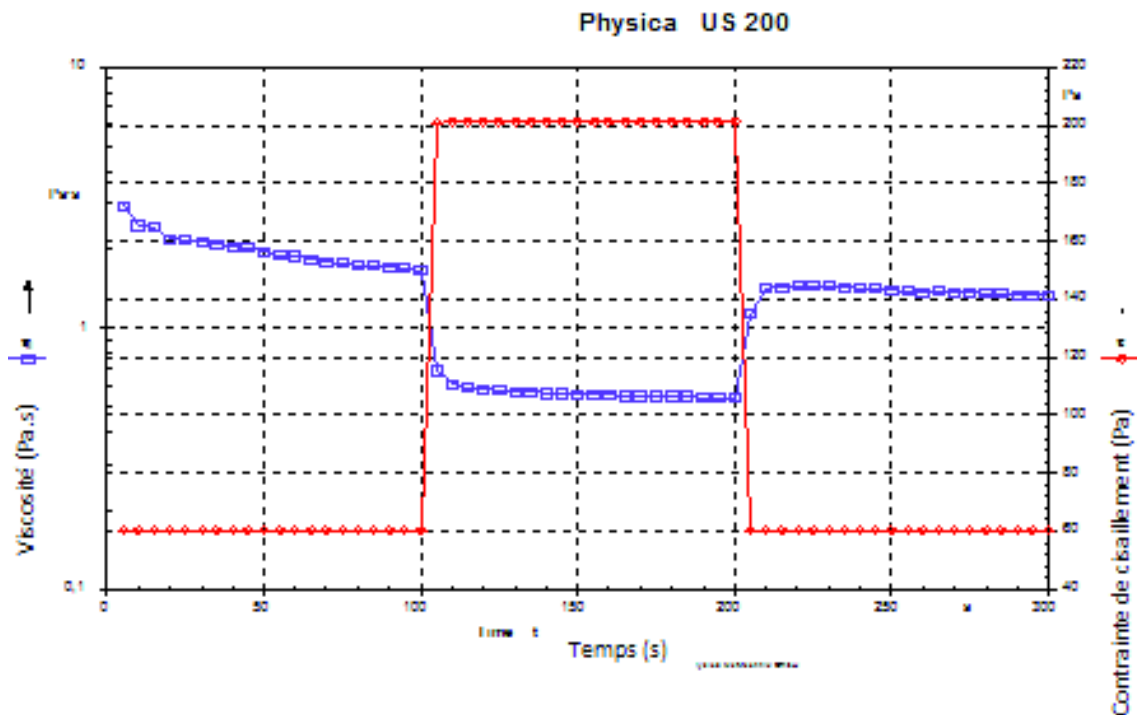


**Figure 17** : Evolution de la déformation et de la vitesse de cisaillement en fonction de la contrainte seuil

### 9.3.2. Dépendance au temps

L'évolution de la viscosité à différents paliers de vitesse de cisaillement est évaluée en fonction de la contrainte de cisaillement en vue de déterminer la Thixotropie. Les résultats de l'évolution de la viscosité en fonction du temps aux divers paliers de la vitesse de cisaillement sont présentés sur la **Figure 18**. On observe une régénération de la structure du produit qui confirme l'existence de Thixotropie dans la formulation contenant 30% d'huile des graines du Pistachier de l'atlas, ce qui est en accord avec Midoux, (2011) qui définit le comportement rhéologique d'un matériau stable comme étant celui qui se liquéfie lorsqu'il est soumis à un cisaillement et qui se raidit une fois laissé au repos. La **Figure 18** montre que la déformation apparaît après 10 secondes de cisaillement, de 100 à 200 secondes on observe une déstructuration et de 200 à 300 secondes on note une régénération de la structure.

En ce qui concerne la viscosité, la **Figure 18** montre que la viscosité décroît légèrement dans le premier intervalle de temps équivalent à une contrainte de cisaillement de 60 Pa, cette décroissance (relaxation) devient brutale lorsqu'on augmente la contrainte à 200 Pa. Par la suite une régénération lente est observée au niveau du troisième intervalle lorsqu'on retourne à la première contrainte appliquée (60 Pa). On peut ainsi affirmer que l'essai de formulation de crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas présente une certaine dépendance au temps. La chute de la viscosité lors de la sollicitation est due principalement à la dispersion rapide des gouttelettes d'huiles ainsi qu'à leurs déformations relatives (phénomène de déstructuration).



**Figure 18:** Evolution de la viscosité en fonction du temps aux divers paliers de la vitesse de cisaillement

### 9.3.3. L'écoulement

La variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement est représentée sur la **Figure 19**. La diminution de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement est justifiée par le fait qu'il s'agit d'un fluide plastique rhéofluidifiant. La vitesse de déformation n'est pas identique pour tous les produits cosmétiques, elle augmente lorsque la viscosité ou la consistance diminue (Waginaire, 1997).

La **Figure 19** montre l'existence du phénomène d'hystérésis et révèle que le produit a les caractéristiques d'un fluide non newtonien plastique. Le comportement rhéologique de la formulation à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas correspond au modèle mathématique de Bingham I dont l'équation est de type :

$$y = a + b.x$$

Les résultats de l'analyse effectuée sur une vingtaine (20) de points par une régression sont :

a : contrainte seuil calculée (Pa)

b : Viscosité (Pa.s)

x : vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ )

y : contrainte de cisaillement (Pa)

avec un coefficient de régression  $R^2$  de 0,985

$$y = 24,333 + 0,426 . x$$

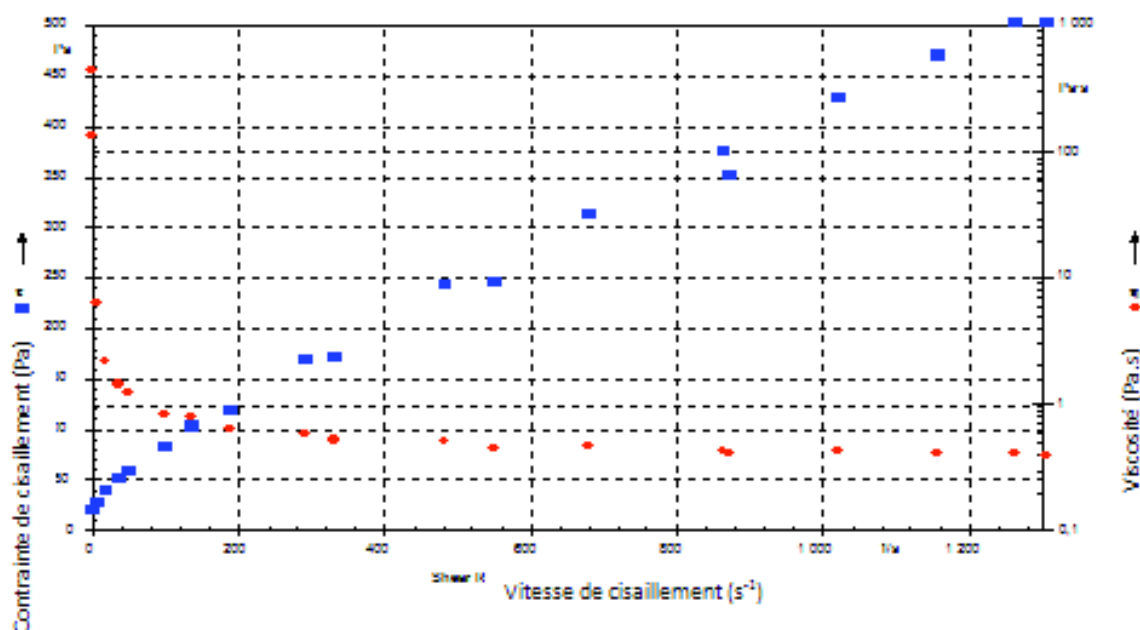


Figure 19: Variation de la viscosité et la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de cisaillement

#### 9.4. Caractéristiques microbiologiques des essais de formulation de crème cosmétique

La recherche des germes aérobies mésophiles totaux (GAMT), a donné des résultats conformes à la norme algérienne NA8287 et la recherche des levures et moisissures a donné aussi des résultats conformes à la norme algérienne NA8285 (Tableau 34).

Germes recherchés	Formulation 1	Formulation 2	Formulation 3	Formulation 4	Norme
GAMT à (32,5±2,5 °C)	< 10 <sup>3</sup>	< 10 <sup>3</sup>	< 10 <sup>3</sup>	< 10 <sup>3</sup>	< 10 <sup>3</sup> UFC/ml ou / g
Levures et Moisissures (20-25°C)	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup>	< 10 <sup>2</sup> UFC/ml ou / g

Tableau 34 : Résultats des analyses microbiologiques des formulations de crèmes cosmétiques à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas

Dans les essais de formulation, le conservateur utilisé est un mélange de sel (NaCl) et de poudre de pierre d'alun (alun de potassium :  $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ ), ainsi les résultats des analyses microbiologiques viennent confirmées le rôle que jouent les conservateurs dans l'inhibition de la prolifération des germes aérobies mésophiles totaux et des levures moisissures, ce qui est en accord avec les travaux de Georgieva et al., (2010) ayant formulé des crèmes cosmétiques à base de 30% d'huile végétale avec 4% de conservateurs.

---

## CONCLUSION

Les résultats du travail de recherche de cette thèse montrent que les drupes du Pistachier de l'atlas constituent une source importante de lipides. La teneur en huile, extraite à l'hexane, est de 52%. La composition biochimique de ce fruit, révèle aussi des teneurs importantes en protéines (14,6%), en cellulose (12%) et en polyphénols (1,81%).

L'huile des graines de *Pistacia atlantica* a des teneurs élevées en acides palmitique (20,42%), oléique (52,68%) et linoléique (22,81%). Les tocophérols présents dans l'huile sont : alpha, bêta+gamma et delta tocophérol avec, les teneurs respectives suivantes : 41,26 ; 140,86 et 113,76 mg/Kg d'huile.

Le rendement d'huile par presse est influencé par l'épaisseur de l'échantillon, la pression, la température, la durée du pressage et la teneur en eau. Un rendement d'huile de 36,5% est obtenu à froid (25°C) dans les conditions de pressage suivantes : 120 bars, épaisseur de l'échantillon de 3,2 cm, une durée de pressage de 60 min et une teneur en eau de 3,97 %.

A 40°C, ce rendement augmente à 44,17% à 120 bars, pour une teneur en eau de 3,97%, une durée de pressage de 60 min et une épaisseur de 3,2 cm.

Les résultats de l'optimisation de l'extraction d'huile des graines du Pistachier de l'atlas montrent que pour les températures supérieures à 40°C, on observe une réduction du taux d'extraction d'huile due à une diminution de la plasticité causée par la perte en eau aux températures élevées.

Le résultat de l'optimisation de l'extraction d'huile par la méthodologie des surfaces de réponses, montre l'influence de la pression ( $P < 0,001$ ), qui est plus importante que celle de la température ( $P < 0,05$ ).

Le raffinage permet d'obtenir une huile conforme à une utilisation cosmétique. Le raffinage a un faible effet sur la teneur en acides gras. Cependant, la désodorisation de l'huile engendre une diminution des teneurs en tocophérols (alpha, bêta et gamma), et une augmentation de l'isomère delta tocophérol considéré comme l'isomère ayant l'activité antioxydante la plus élevée.

La crème cosmétique formulée à base d'huile raffinée des graines du Pistachier de l'atlas est caractérisée par un comportement rhéologique, non newtonien et thixotrope, conforme aux propriétés cosmétiques attendus.

En perspective, il serait intéressant d'approfondir la composition biochimique de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas en étudiant les stérols, les composés phénoliques, les triglycérides, les pigments.

Il serait aussi intéressant d'optimiser le procédé de raffinage afin d'arrêter un protocole améliorant la qualité de l'huile raffinée avec un minimum de pertes en antioxydants, car l'huile des graines du Pistachier de l'atlas est une huile végétale pouvant offrir aux industries cosmétique une possibilité de substituer des antioxydants synthétiques par une huile végétale riche en antioxydants naturels.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

### A

- Abdelkrim, H., 1985** . Les dayates du Sud de l'Atlas Saharien (Algérie). Colloques phytosociologiques (XIII) Végétation et géomorphologie, Bailleul. Page : 361-371.
- Abdelkrim, H., 1989** . Un joyau floristique : L'Oued Idikel, Oued à *Pistacia atlantica* et *Myrtus Nivellei* dans le Hoggar. Documents phytosociologiques N.S., Vol. XIV, Camerino, Octobre 1992 .
- Abidi, S.L., 2000.**Chromatographic analysis of tocol-derived lipid antioxidants. *J. Chromatogr. A* ., 881, 197-216.
- Acar, I., Vijaya Gopal Kakani, V.G., 2010.** The effects of temperature on in vitro pollen germination and pollen tube growth of *Pistacia* spp. *Scientia Horticulturae* 125 , 569–572
- Adeeko, K.A. et Ajibola, O.O., 1990** . Processing factors affecting yield and quality of mechanically expressed groundnut oil. *J.Agric.Eng.Res.* 45, pp. 13-43. In **Yé S., Lebeau, F., Wathelet, J.P., Leemans, V., Destain, M.F., 2007** . Etude des paramètres opératoires de pressage mécanique des amandes de *Vitellaria paradoxa* Gaertn C.F. (karité). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, vol. 11, n. 4, pp. 267-273.
- AFNOR, 2000** : Corps gras, graines oléagineuses, produits dérivés.  
**Tome I** : corps gras et produits dérivés. 643p.  
**Tome II** : graines oléagineuses et tourteaux. 385p.
- Ait Said, S., Fernandez, C., Greff, S., Derridj, A., Gauquelin, T., Mevy J.P., 2011.** Inter-population variability of leaf morpho-anatomical and terpenoid patterns of *Pistacia atlantica* Desf. ssp. *atlantica* growing along an aridity gradient in Algeria. *Flora* 206 , 397–405
- Alasalvar, C., et Pelvan, E., 2011** .Fat-soluble bioactives in nuts . *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 113, 943–949
- Alibert, G., Grison, R., Romestan, M., and Mouloungui, Z., 2001** : Release of fatty acids by enzymatic autolysis of triglycerides of oleo proteaginous seed. *Oilseeds, Fats, Lipids*, 8, pp. 98-102.
- Alpaslan, M., Tepe, S., Simsek, O., 2001.** Effect of refining processes on the total and individual tocopherol content in sunflower oil . *Int J Food Sci Technol* 36: 737-739.
- AL-Saghir, M. G., 2010** . Phylogenetic Analysis of the Genus *Pistacia* L. (Anacardiaceae) Based on Morphological Data . *Asian Journal of Plant Sciences* 9 (1) : 28-35.
- AL-Yafi, J., 1978.** New characters differentiating *Pistacia atlantica* subspecies. *Candollea*, 33 : 201-208
- Anderson, K., Teuber, S.S., Gobeille, A., Cremin, P., Waterhouse, A.L., Steinberg, M., 2001.** Walnut polyphenolics inhibit in vitro human plasma and LDL oxidation. *Journal of Nutrition* 131, 2837–2842.

- Anhwange, B.A., Ikyenge, B.A., Nyiatagher, D.T., Ageh, J.T., 2010 . Chemical analysis of *Citrullus lanatus* (Thunb.), *Cucumeropsis mannii* (Naud.) and *Telfairia occidentalis* (Hook.f.) seed oils. *Journal of Applied Sciences Research* 6, 265-268.
- Anyasor, G.N., Ogunwenmo, K.O., Oyelana, O.A., Ajayi, D., Dangana, J., 2009(a). Chemical analyses of groundnut (*Arachis hypogaea*) oil. *Pakistan Journal of Nutrition* 8, 269-272.
- AOCS, 1998. In D. Firestone (Ed.), Official methods and recommended practices of the American Oil Chemist's Society (5 th edn.) Arlington : AOCS Press, Champaign, IL (USA), p.115.
- Arcan, I., Yemencioğlu, A., 2009. Antioxidant activity and phenolic content of fresh and dry nuts with or without the seed coat. *Journal of Food Composition and Analysis* 22 , 184–188
- Arefi, H.M., Abdi, A., Saydian, S.E., Nasirzadeh, A., Nadushan, H.M., Rad, M.H., Azdoo, Z., Ziedabadi, D.D., 2006. Genetics and breeding of *Pistacia atlantica* in Iran. *Acta Hort.* 726, 77–81.
- Artur, Y., Cals, M.J., Clerc M., Covi, G., Crastes de paulet, A., Cruz-pastor, M., Herbeth, B., Laschi-Loquerie, A., leclercq, M., Maziere, J.C., Mounie, J., Nicolm- Troupel, S., Vernet, M.H., 1994 . Actualisation des données relatives aux tocophérols en biochimie clinique. *Ann. Biol. Clin. Paris*, 52, 9-31.
- Awad, A. B., Fink, C. S., 2000. Phytosterols as anticancer dietary components: Evidence and mechanism of action. *J. Nutr.*, 130, 2127–2130.
- B
- Bacelar, E.A., Santos, D.L., Moutinho-Pereira, J.M., Goncalves, B.C., Ferreira, H.F., Correia, C.M., 2006. Immediate responses and adaptative strategies of three olive cultivars under contrasting water availability regimes: changes on structure and chemical composition of foliage and oxidative damage. *Plant Sci.* 170, 596–605.
- Baranowsky, A., Mccarrey, M., et al. 2001. The relation between well-being, impostor feelings and gender role orientation among Canadian study . *Journal of the surgery* . Volume : 141. Issue : 2. Page : 218-232.
- Balan, K.V., Prince, J., Han, Z., Dimas, K., Cladaras, M., Wyche, J.H., Sitaras, N.M. and Pantazis, P. 2007. Antiproliferative activity and induction of apoptosis in human colon cancer cells treated in vitro with constituents of a product derived from *Pistacia lentiscus* L. var. *chia*. *Phytomedicine* 14, 263–272.
- Balkan, J., Hatipoglu, A., Aykac, -Toker, G., Uysal, M., 2003. Influence on hazelnut oil administration on peroxidation status of erythrocytes and apolipoprotein B 100-containing lipoproteins in rabbits fed on a high cholesterol diet. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 51, 3905–3909.
- Barnes, H.A., Hutton, J.F., Walters, K., 1989. Linear viscoelasticity in : Barnes, H.A., Hitton, J.F., walters, K., (eds.) An introduction to rheology. Volume : 3. Ed Elsevier science publishers BV, Amsterdam . Page : 32-54.
- Barrero, A.F., Herrador, M.M., Arteaga, J .F., Akssira ,M., Millouki, F., Belgarrabbe, A., Blazquez, M.A., 2005 . Chemical composition of the essential oils of *Pistacia atlantica* Desf. *Journal of Essential Oil Research*, 17 (1), pp: 52-54.

- Barry, D.H., Mawdesle, L.E., 1972. Quantitative histochemistry of effect of cosmetics on mouse skin. Toxicology and applied pharmacology. Volume: 22. Issue : 2. Page: 283.
- Barzegar, G., Abdi, A., Ghazi, A., Javanshir, A., et Moghadam, M., 2001. Pistacia is a adaptable species in semi-arid region. Second National Proceeding of Pistacio (Shiraz), pp. 5-6.
- Bell, D., 1982. Parabolic structure activity relationship – a simple pharmacokinetic model. Journal of pharmacy and pharmacology. Volume : 34. Issue : 11. Page : 746-749.
- Belhadj, S., 2001 .Les pistacheraies algériennes : Etat actuel et dégradation. *Option méditerranéennes*. XI<sup>ème</sup> colloque du GREMPA sur le pistachier et l'amandier, vol. 56, pp. 107-109.
- Belhadj, S., 1999 . Pistacio Situation in Algeria FAO. CIHEAM. Nucis Newsletter, 8, pp: 29-30
- Belhadj, S., Derridj, A., Aigouy, T., Gers, C., Gauquelin, T., Mevy, J.P., 2007. Comparative morphology of leaf epidermis in eight populations of atlas pistachio (*Pistacia atlantica* Desf., Anacardiaceae). *Microsc. Res. Technol.* 70, 837–846.
- Belhadj, S., Derridj, A., Auda, Y., Gers, C., Gauquelin, T., 2008. Analyse de la variabilité morphologique chez huit populations spontanées de *Pistacia atlantica* en Algérie. *Can. J. Bot./Rev. Can. Bot.* 86, 520–532.
- Bellakhder, J., 1997. La pharmacopée marocaine traditionnelle; Médecine arabe ancienne et savoir populaire. Ibis Press, Saint Etienne, p. 764.
- Benhassaini ,H., Bendahmane,M.et Benchalgo, N., 2007(a). The chemical composition of fruits of *Pistacia atlantica* Desf. Subsp. *atlantica*.from Algeria. *Chemistry of Natural Compounds*, vol. 43, n.2, pp.103-105
- Benhassaini, H., Mehdadi, Z., Hamel, L., Belkhodja, M., 2007(b) . Phytoécologie de *Pistacia atlantica* Desf. Subsp. *atlantica* dans le Nord-Ouest Algérien. *Sécheresse*, 18(3), pp. 199-205.
- Benhammou, N., Bekkara, F.A., Panovska, T.K., 2008. Antioxidant and antimicrobial activities of the *Pistacia lentiscus* and *Pistacia atlantica* extract. *African Journal of Pharmacology* 2 (2), pp, 22-28.
- Berger, K.H., Heberlein, U., et Moore, M.S., 2004. Rapid and chronic : two distinct forms of ethanol tolerance in drosophila. Alcoholism-clinical and experimental research. Volume : 28. Issue: 10. Page: 1469-1480.
- Bernardini, E. 1983. Bleaching of fats and oils. In. *Oilseeds, oils and fats, vol.2* (pp.171-182). Rome : Publishing House.
- Besbes, S., Blecker, C., Deroanne, C., Drira, N. E., & Attia, H. ,2004. Date seeds: Chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food Chemistry*, 84, 577–584.
- Booth, G.M., Lee, M.L., Nishioka, A. et al. 1988. Identification and mutagenicity of amino-substituted and hydroxyl-substituted nitrogen and sulfur heterocycles in a solvent refined coal liquid. Abstracts of papers of the American chemical society. Volume : 191. Page :9.



- Bonvehi, J.S., Collf, V., Rius, I.A., 2000.** Liquid chromatographic determination of tocopherols and tocotrienols in vegetable oils, formulated preparations, and biscuits. *J. Assoc. Off. Anal. Chem. Int.*, **83**, 627-634.
- Bosabalidis, A.M., Kofidis G.,2002.** Comparative effects of drought stress on leaf anatomy of two olive cultivars. *Plant Sci* 163:375–379.
- Bouzenoune, A., 1984 .** Etude phytogéographique et phytosociologique des groupements végétaux du sud Oranais, wilaya de Saida. Thèse de doctorat troisième cycle en écologie végétal. Université d'Alger. In : **Benhassaini, H., Mehdadi, Z., Hamel, L., Belkhodja, M., 2007 .** Phytoécologie de *Pistacia atlantica* Desf. Subsp. *atlantica* dans le Nord-Ouest Algérien. *Sécheresse*, 18(3), pp. 199-205.
- Brigelius-Flohe, R., Traber ,M.G. ,1999 .** Vitamin E: function and metabolism. *FASEB J* 13:1145–1155
- Brosse, J., 2005 .** Larousse des Arbres : dictionnaire des arbres et des arbustes. *Ed. Larousse*, 576p.
- Burton, G.W., Ingold, K.U., 1981 .**Autoxidation of biological molecules. 1. Antioxidant activity of vitamin E and related chain-breaking phenolic antioxidants in vitro. *J . Am . Chem. Soc.* 103:6472–6477
- Bussotti, F., Bettini, D., Grossoni, P., Mansuino, S., Nibbi, R., Soda, C., Tani, C., 2002.** Structural and functional traits of *Quercus ilex* in response to water availability. *Environ. Exp. Bot.* 47, 11–23.
- C
- **Cabrini, L., Barzanti, V .,Cipollone, M., Fiorentini, D., Grossi, G., Tolomelli, B., Zambonin L., and Landi ,L.,2001.**"Antioxidants and Total Peroxyl Radical-Trapping Ability of Olive and Seed Oils". *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **49** (12): 6026 - 6032.
- Cahuzac, N., Studeny, A., Marshall, K., et al. 2010.** An unusual DNA binding compound, S23906, induces mitotic catastrophe in cultured human cells. *Cancer letters*. Volume: 289. Issue :2. Page : 178-187.
- Carborinneau, M.A., Penchant, E., Sess, D., et al. 1991.** Free and bound malondialdehyde measured as thiobarbituric acid adduct by HPLC in serum and plasma. *Clinical chemistry* . Volume : 37. Issue/ 8. Page: 1423-1429.
- Castola, V., Bighelli, A., Casanova, J., 2000.** Intraspecific chemical variability of the essential oil of *Pistacia lentiscus* L. from Corsica. *Biochem Syst Ecol* 28:79–88.
- Chaba, B., Chraa, O., Khichane, M., 1991 .** Germination, morphogénèse racinaire et rythmes de croissance du Pistachier de l'Atlas (*Pistacia atlantica* Desf.). *Physiologie des Arbres et Arbustes en zones arides et semi-arides*, Groupe d'Etude de l'Arbre-Paris, France, pp. 465-472.
- Cheftel, J.C. et Cheftel, H ., 1984 .** Introduction à la chimie et à la biochimie des aliments ol.1 Paris (France) . *Lavoisier Tec et Doc.* pp :374.
- Cheftel, J.C., 1992 .** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. *Ed. Lavoisier, Paris*, p. 800.
- Chief, R., 1982 .** Les plantes médicinales .*Ed. Solor*, 235p.

- Chivandi, E., Dividson bruce, C., Erlwanger kennedy, H., 2008.** A comparaison of the lipid and fatty acid profiles from the kernels of the fruit (nuts) of *Ximenia caffra* and *Ricinodendron rautanenii* from Zimbabwe. *Industrial crops and products*. Volume : 27. Issue : 1. Page : 29-32.
  - Chomali, N., Stiti, N., Triki,S., Hartmann, M.A., 2007.** Formation of triterponoids throughout olea european fruit ontogenis. *Lipids*. Volume: 42.issue: 1.Page : 55-67.
  - Cmolik, J., Pokorny, J., 2000** . Physical refining of edible oils, *Eur.J.lipid Sci.Technol.*, 102 : 472 -486.
  - Codex Alimentarius Standard 210. 1999
  - Cohen, E., Lavi, U., Spiegel, R., 1989.** Papaya pollen viability and storage. *Sci. Hort.* 40, 317–324.
  - Colaric, M., Veberic, R., Solar, A., Hudina, M., Stampar, F., 2005.** Phenolic acids, syringaldehyde, and juglone in fruits of different cultivars of *Juglans regia* L. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 53, 6390–6396.
  - Costa, R., Speretta, E., Crowther, D.C., et al. 2011.** Testing the therapeutic potential of doxycycline in a drosophila melanogaster model of Alzheimer diseases . *Journal of biological chemistry* . Volume : 286. Issue : 48.Page : 41647-41655.
  - Crossa-Raynaud, P.,1984** .Quelques productions fruitieres dependant d'une pollinisation anemogame: noyer, noisetier olivier, palmier-dattier, pistachier. In P. Pesson & J. Louveaux (Eds), *Pollinisation et productions végétales* (pp. 163–180). Paris: INRA.
- D
- Daneshrad, A. et Aynehchi, Y., 1980** . Chemical Studies of Oil from Pistacia Nuts Growing Wild in Iran. *J.A.O.C.S.*, vol. 57, n. 8, pp. 248-249.
  - De, B.K., Bhattacharyya, D.K., 1998.** Physical refining of rice bran oil in relation to degumming and dewaxing . *J. Am. Oil Chem .Soc.* 75 : 1683 – 1686.
  - Dedoussis, G.V.Z., Kaliora, A.C., Psarras, S., Chiou, A., Mylona, A., Papadopoulos, N.G. and Andrikopoulos, N.K. 2004.** Antiatherogenic effect of *Pistacia lentiscus* via GSH restoration and down regulation of CD36 mRNA expression. *Atherosclerosis* 174, 293–303.
  - Dejong, W.A., Chop, H.M., Saterquist, C.Z., et al. 2003.** NMR and pertechnetate : results of combined experiment and computational studies. *Abstracts of papers of the american society*. Volume : 226, Page : U770-U770.
  - **Delcourt , C., Carrière , I., Delage , M., Barberger-Gateau , P., Schalch , W., 2006** .Plasma lutein ans Zeaxanthin ans other carotenoids as modifiable risk factors for age-related maculopathy ans cataract: the POLA study.
  - Dhifi, W., Maalaoui, B., Zitoun, B., Marzouk, B., 2002** . Influence du système d'extraction sur la qualité organoleptique de l'huile d'Olive de Tunisie . *La Rivista Italiana Delle Sostanze Grasse*, V LXXIX, pp. 245-249
  - Dogan,O., Baslar, S., Aydin,H., Mert ,H.H., 2003:** A study of the soil-plant interactions of *Pistacia lentiscus* L. distributed in the western Anatolian part of Turkey. *Acta. Bot. Croat.* 62 (2) , pp.73-88.

**-Duru, M.E., Cakir, A., Kordali ,S., Zengin, H., Harmandar ,M., Izumid ,S. Hirata ,T., 2003.** Chemical composition and antifungal properties of essential oils of three Pistacia species. *Fitoterapia* 74:170–176.

E

**-Eccleston, G.M., 1997.** Function of mixed emulsifiers and emulsifying waxes in dermatological lotions and creams colloid and surfaces A : physicochemical an engineering aspects . Page : 169-182.

**-Edwards, K., Kwaw, I., Matud, J., Kurtz, I., 1999.** Effect of pistachio nuts on serum lipid levels in patients with moderate hypercholesterolemia. *Journal of the American College of Nutrition* 18, 229–232.

**-Eggink, M. , Stam, W., Schmid, U., Koenen, C.,Rogers,J.,Peilow,A.,Bosley, J. ,2004.** Ximenynic acid compositions, methods for their production and uses thereof. Patent US 2004/0115331 A1.

**-Elias, P.M.,Brown, B.E.,1978 .** The mammalian cutaneous permeability barrier . defective barrier function in essential fatty acid deficiency correlates with the abnormal intercellular lipid deposition . *Lab Invest* , 39, P. : 574-583

**-EL-Oqlah, A.A.,1996 .** Biosystematic Research on the Genus *Pistacia* in Jordan. In : Taxonomy, Distribution, Conservation and Uses of *Pistacia* Genetic Resources, Padulosi, S., T. Caruso and E., Barone (Eds.). Int. *Plant Gen. Res. Inst.*, Palermo, Italy, pp : 12-19.

**-El-tahawi, H.D., Robson, J.R.K., 1987.** Hardness of human nail as an index of nutritional -statuts preliminary communication. *British journal of nutrition* . Volume : 26 . Issue : 2 . Page : 233.

**-Engler ,A., 1881.** Burseraceae et Anacardiaceae. In: De Candolle AC (ed) Monographie *Phanerogamarum*, vol 4. Paris, pp 284–293

**-Erasmus, U.,1993.** Fats that heal, fats that kill: the complete guide to fats, oils, cholesterik and human health, Alive books.

**-Erhardt, A., Theobal, I., Petry, W., et al. 2002.** Hepatocellular carcinoma: rising incidence of hepatitis C virus-associated cases at a university clinic in germany . *Deutsche medizinische wochen schrift*. Volume.; 127.Issue : 50. Page : 2665-2668.

**-Esterbauer, H., Striegl, G., Puhl, H., et al. 1989.** The role of vitamin E and carotenoids in prventing oxidate of low density lipoprotein . *annals of the new york academy os sciences* . Volume / 570. Page : 254-267.

F

**-FAO.1998.** Food and agriculture organisation

**-Farhoosh, R.,Niazmand, R., Rezaei, M. et Sarabi, M., 2008(a).** Kinetic parameter determination of vegetable oil oxidation under Rancimat test conditions. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110, 587-592.

**-Farhoosh, R., Tavakoli, J., Khodaparast ,M.H.H., 2008(b).** Chemical Composition and Oxidative Stability of Kernel Oils from Two Current Subspecies of *Pistacia atlantica* in Iran. *J. Am. Oil Chem. Soc.*, vol. 85, n. 8, pp. 723-729.

- Farhoosh, R., Einafshat, S. et Sharayei, P. 2009.** The effect of commercial refining steps on the rancidity measures of soybean and canola oils. *Food Chemistry*, 115, 933-938.
- Farhoosh, R., and Tavassoli-Kafrani, M.H., 2010.** Frying performance of the hull oil unsaponifiable matter of *Pistacia atlantica* subsp. *Mutica*. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 2010, 112, 343–348.
- Farmer, E.H., Sutton, D.A., (1946.** Peroxidation in relation to olefinic structure. *Trans Faraday Soc* 42:228–232
- Ferguson, L., Sanden, B., Grattan, S., Epstein, L., Klueger, B., 2005.** The orchard. Pistachio rootstocks. In: Ferguson, L., Beede, R. H., Freeman, M.W., Haviland, D.R., Holtz, B.A., Kallsen, C.E., Coviello, J. (Eds.), *Pistachio Production Manual*, 4th Edition, Fruit and Nut Research and Information Center, University of California, USA, pp. 67–73.
- Ferradji, A., Imerzouken, M., Malek, N., Boudour, N., 2001 .** Effet de quelques paramètres sur l'extraction d'huile des amandes de noyaux d'abricot par presse. *Annales de l'Institut National Agronomique*, vol. 22, pp. 49-59.
- Ferrari, R.A., 1996.** Avaliação dos componentes minoritários de óleos vegetais nos processos tecnológicos . Tese de Doutorado em Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas
- Fida, A., 2008.** Control of acetic acid fermentation by quorum sensing via N-acylhomoserine lactones in gluconacetobacter intermedium . *Journal of bacteriology*. Volume . 190. Issue : 7. Page : 2546-2555.
- Fischer, H., 1970.** Reports from international symposium on vasoactive pharmacotherapy in vascular diseases . *Hautarzt* . Volume : 21 . Issue : 2 . page : 97.
- Fukuda, T., Ito, H., Yoshida, T., 2003.** Antioxidative polyphenols from walnuts (*Juglas regia* L.). *Phytochemistry* 63, 795–801.
- G
- Gómez-Meza, N., Ortega-García, J., Noriega-Rodríguez, J.A., Angulo-Guerrero , O. 2000 .** Trans fatty acid composition and tocopherol content in vegetable oils produced in Mexico. *J Am Oil Chem Soc.*, 77, 721–724.
- Gausson, H., Leroy j.f. et Ozenda P., 1982 .** Précis de botanique. 2- les végétaux supérieurs ed. Mason, 2<sup>ème</sup> Edition, 579p.
- Georgieva, S., Karsheva, M., Alexandrova, S., 2010.** Etude des émulsions cosmétiques aux extraits naturels par des méthodes rhéologiques (effet de la température ). *Revue de génie industriel* . Volume : 5. Page : 133-142.
- Ghalem, B.R. et Benhassaini, H., 2007 .** Etude des phytostérols et des acides gras de *Pistacia atlantica*. *Afrique Sciences*, 3 (03), pp 405-412.
- Ghalem, B.R. et Benali, M., 2009.** Bactericidal Activity of *Pistacia atlantica* Desf. Mastic gum against certain pathogens. *African Journal of Plant Science*, 3 (1), pp :13-15.
- Gholami, S., Mohsen-Hosseini, S., et Sayad, E., 2007.** Effect of Soil Sowing Depth and Sowing Date on Growth and Survival of *Pistacia atlantica* Seedlings . *Pakistan Journal of Biological Sciences* 10 (2) , 245-249

- Ghosh, M., 2007.** Review on recent trends in rice bran oil processing . *J .Am. Oil .Chem. Soc* 84 : 315-324.
- Gibon, V., Tirtiaux, A., 1998 .** Un raffinage SOFT , oléagineux corps gras . *lipides* , 5 : 371- 377
- Gimeno, E., Castellote, A. I., Lamuela-Raventos, R. M., de la Torre, M. C., Lopez-Sabater, M. C., 2000.**Rapid determination of vitamin E in vegetables oils by reversed-phase high performance liquid chromatography. *J. Chromatogr. A* , 881, 251–254.
- Gomes, T., Caponio, F., Durante, V., Summo, G., Paradiso, V.M., 2012.** The amountsof oxidized and oligopolymeric triacylglycerols in refined oilve oil as a function of crude oil oxidative level. *LWT-Food Science and Technology* 45, 186-190
- Gourine, N., Yousfi, M., Nadjemi, B., Bombarda, I., 2009.** Chemical composition and antioxidant activity of essential oil of leaves of Pistacia atlantica Desf. from Algeria. *Asian J. Chem.* 21, 1249–1257.
- Grandefeldt, Y. , Bjorck, Y., and Hagander, J. B, 1991.** *Eur. J. Clinic Nutr.*, 45, 489.
- Griel, A. E., Kris-Etherton, P. M., 2006 .**Tree nuts and the lipid profile: A review of clinical studies. *Br. J. Nutr.*, 96, 68S–78S.
- Grundwag ,M., Werker, W.,1976 .** Comparative wood anatomy as an aid to identification of Pistacia species. *Israel J Bot* 25:152–167
- Gulc, M.Z., 2006.** Isolation and antibacterial activity of the compounds from *Ranunculus repens* L. *Journal of the chemical society . Pakistan . Volume :* 28 .issue :3. Page : 271-274
- Guerfel, M., Baccouri, O., Boujnah, D., Chaibi, W., Zarrouk, M., 2009.** Impacts of water stress on gas exchange, water relations, chlorophyll content and leaf structure in the two main Tunisian olive (*Olea europaea* L.) cultivars. *Sci. Hortic.* 119, 257–263.
- Gunduc, N., El, S.N., 2003.** Assessing antioxidant activities of phenolic compounds of common Turkish food and drinks on in vitro low-density lipoprotein oxidation. *Journal of Food Science* 68, 2591–2595.
- Gunstone, F.D., John, L.H., Frd, B.P., 1994.** The lipid handbook Chapman et Hall Chemical Database, United States.
- H
- Hamdan, I. ,and Afifi, F.U., 2004.** Studies on the in vitro and in vivo hypoglycemic activities of some medicinal plants used in treatment of diabetes in Jordanian traditional medicine. *J. Ethnopharmacol.* 93, 117– 121.
- Hammonds, T.W., Harris, R.V. et Head, S.W., 1991 .** The influence of moisture content on the extraction of oil from fresh, grated coconuts. *Trop. Soc.*, 31,pp. 73-81
- Hatipoglu, A., Kanbagl#, O., Balkan, J., Kuc\_uk, M., C\_avikbas , U., Aykac-Toker, G., Berkkan, H., Uysal, M., 2004.** Hazelnut oil administration reduces aortic cholesterol accumulation and lipid peroxides in the plasma, liver, and aorta of rabbits fed a high-cholesterol diet. *Bioscience Biotechnology and Biochemistry* 68, 2050–2057.
- Hamzat, K.O. et Clarke, B. 1993 .** Prediction of oil yield from groundnut using the concept of quasi-equilibrium oil yield. *J. Agric. Eng. Res.*55, pp.79-87. In **Yé**

- S., Lebeau F., Wathelet, J.P., Leemans, V., Destain, M.F., 2007** .Etude des paramètres opératoires de pressage mécanique des amandes de *Vitellaria paradoxa* Gaertn C.F. (karité). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, vol. 11, n. 4, pp. 267-273.
- Helme ,J.P., 1990** . Lipides et cosmetology.*Rev.Fr.corps gras* . N.37,pp.:379-388.
- Hickos, G.H., 1953** . Some Factors Affecting the Hydraulic Extraction of Cotton seed Oil. *J. Am. Chem. Soc.*, n. 11, pp. 481-486.
- Hilali, M., Charrouf, Z., Soulhi, A.E.A., et al. 2005**. Influence of origin and extraction method on argan oil , physico-chemical characteristics and composition. *Journal of agricultural and food chemistry*. Volume : 53. issue : 6. Page: 2081-2087.
- Hoed, V.V., Depaemelaere, G., Ayala J.V., Santiwattana, P., Verhe, R., Greyt, W.D., 2006** . Influence of chemical refining on the major and minor components of rice bran oil. *J Am .Oi lChem. Soc.* 83: 315–321
- Hoed, V., Ayala, J.V., Czarnowska, M., De Greyt, W., Verhe, R., 2010** . Optimization of Physical Refining to Produce Rice Bran Oil with Light Color and High Oryzanol Content . *J .Am .Oil Chem .Soc.*, 87:1227–1234
- Holmes, M.G., Keiller, D.R., 2002**. Effects of pubescence and waxes on the reflectance of leaves in the ultraviolet and photosynthetic wavebands: A comparison of a range of species. *Plant Cell Environ* 25:85–93.
- Hopia, A., 1993**. Analysis of high molecular weight autoxidation products using high performance size exclusion chromatography : II. Changes during processing . *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*, 26, 568-571.
- Hou ,S.Y.E., Mitra ,A.K., Xhite, S.H., et al. 1991** . Membrane structures in normal and essential fatty acids. deficient stratum cornéum . characterization by ruthenium tetroxide staining and X-ray diffraction . *J. Invest*,39,pp.: 574-583.
- Houghton, P.J., Odukoya, O.A., Raman, A., 1999**. Lipoxygenase inhibitors in the seeds of *afframamum danielli* K schum (Zingiberaceae). *Phytomedicine*. Volume :6. Issue:4. Page : 251-256.
- Hore, D., 2004**. Formulation of cosmetics skin lotions using *Adansonia digitata* and *Sclerocarya birrea* oil from Zimbabwe . University of Zimbabwe, Harare.
- Hu, F. B., Stampfer, M. J., 1999** . Nut consumption and risk of coronary heart disease: A review of epidemiologic evidence. *Curr. Atheroscler. Rep.*, 1, 204–209.
- Huang, G., Ouyang, Z., Cooks, R.G., 2009**. *Chemical Communications* 5, 556-558.
- Hui, Y.H., 1996**. *Edible oil and fat products : processing technology*, vol.4. New York : Wiley-Interscience.
- |
- Isfendiyaroglu, M., Ozeker, E., Misirli, A. & Saglam, H. (2001)**. Determination of pollinator characteristics of different *Pistacia* spp. in Manisa-Yunt mountain area. In XI GREMPA Seminar on Pistachios and Almonds. *Cah. Opt. Me´diterr.*, 56, 267–270.
- Isobe,S., Zuber,F., Uemura,K., et al. 1992**. A new twin-screw press design for oil extraction of dehulled sunflower seeds. *Journal of american oil chemists society*. Vol:69.Issue:9.Page : 884-889.

- Jamieson ,G.S., 1932** . A.C.S. Monograph. New York: Chemical Catalog Co., 58,20,1932. In **Lanoisellé J.L., Bouvier H.R., 1994** : Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Jawad, I.M ., S.P. Kochhar , and B. J.F. Hudson , 1983** . Quality characteristics of physically refined soybean oil: effects on component fatty acids and on triglycerides, *Lebensm. Wiss. U. Technol.* 17 , 289–293.
- Jung, M.Y., Yooh, S.H., et Min D.B., 1989**. Effcets of processing steps on the contents of minor compounds and oxidation of soybean oil . *Journal of the American Oil Chemists Society*, 66,118-120.
- K
- Kabri, T., Arab-Tehrany, E., Belhaj, N., et Linder, M., 2011**. Physico-chemical characterization of nano-emulsions in cosmetic matrix enriched on omega-3. *Journal of Nanobiotechnology*, 9 : 41-49
- Kadi-Bennane, S., Ait-Said, S., Smail-Sadoun, N., 2005** .Étude adaptative de trois populations de *Pistacia atlantica Desf.* (Ain Oussera, Messaad, Taissa) par le biais du complexe stomatique. *Option méditerranéenne*. Série A. n.63, PP. 365-368.
- Kafkas, S., et Perl-Treves, R., 2001** . Morphological and molecular phylogeny of *Pistacia* species in Turkey. *Theor.applied Gen.*, 102 : 908-915.
- Kafkas, S., Kafkas, E., et Perl-Treves, R., 2002**.Morphological diversity and a germplasm survey of wild *Pistacia* species in Turkey . *Genet. Res. Crop Evol.*, 49 :261-270.
- Kakani, V.G., Reddy, K.R., Koti,S., et al. 2005**. Differences in vivo pollen germination and pollen tube growth of cotton cultivars in response to high temperature. *Annals of botany* . Volume: 96. Issue : 1.Page : 59-67.
- Kanlayavattanakul, M., Lourith, N., 2011**. Therapeutic agents and herbs in topical application for acne treatment . *International Journal of Cosmetic Science* 33, 289-297.
- Karimi, S., M. Rahemi, M. Maftoun, Eshghi and V. Tavallali, 2009**. Effect of long-term salinity on growth and performance of two pistachio (*Pistacia vera* L.) rootstocks. *Australian journal of Sci*, 3(3): 1630-1639.
- Karleskind, A., 1992**. Analyse des corps gras : Détermination des caractéristiques physiques.Manuel des corps gras, Vol.2: *Lavoisier – paris, Tec et Doc*. pp: 1290 -1302.
- Karlskind, A., Wolff ,J.P., 1992**.Manuel des Corps Gras. Vol. 1. Lavoisier-Paris Tec et Doc. pp. 655-679.
- Kartika ,I.A., 2005** . Nouveau procédé de fractionnement des grains de tournesol: expression et extraction en extracteur bi-vis. Purification par ultra filtration de l'huile de tournesol. Thèse de Doctorat. *Institut National, Polytechnique de Toulouse*, pp: 333.
- Khallouki, F., Spiegelhalder, B., Bartson, H.,and Owen, R.H., 2005**. "Secondary metabolites of the argan tree (Morocco) may have disease prevention properties". *African Journal of Biotechnology* 4 (5):381-388.

- Khan ,L.M. et Hanna ,M.A., 1984 . Expression of soybean oil. *Transaction of the ASAE*, pp. 190-194.
- Kim, M.J., Doh, H.J., Choi,M.K., Chung,S.J., Shim, C.K., Kim, D.D., Kim,J.S., Yong, C.S., Choi, H.G., 2008. Skin permeation enhancement of diclofenac by fatty acids . *Drug Delivery* 15,373-379.
- King, R. R., & Wharton, F. A.,1949. Oxidation effects in adsorption bleaching of vegetable oils. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 26, 201– 207.
- Kirk-Othmer, 1992 . Encyclopedia of Chemical Technology Vol. 10, John Wiley and Sons,New York.
- Klaas- Jan, V.D.B., Jerre, V.D.H., Jaap, J.B., Olof, O.S., 1998. Cis-1,4-poly-bmyrcene; the structure of the polymeric fraction of mastic resin (*Pistacia lentiscus* L.) elucidated. *Tetrahedron Lett.* 39:2645–2648.
- Kleiman, Robert, Brown, J., Hill, J., 2006. Moringa oil: a “new yet old” unique cosmetic emollient. *Information* 17, 739.
- Kleiman,R., Ashley, D.A., Brown, J.H., 2008. Comparison of two seed oils used in cosmetics, moringa and marula . *industrial crops and products* 2 8, 361–364
- Kocyigit, A., Koylu, A.A., Kekes, H., 2006 . Effects of pistachio nuts consumption on plasma lipid profile and oxidative status in healthy volunteers nutrition metabolism and cardiovascular diseases . volume : 16. Issue : 3 . Page : 202-209.
- Kokwaro, J.O., et Gillet, J.B., 1980. Notes on the Anacardiaceae of Eastern Africz . *Kew Bull.*, 34 : 745-760.
- Koo, E.C., 1942 : *Ind. Eng. Chem.* n.3, pp. 342-345. In Lanoisellé J.L., Bouvier H.R., 1994. Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Korhonen, M., Niskanen, H., Kiesvaara, J., Yliruusi, J., 2000. Determination of optimal combinaison of surfactants in creams using rheology measurements . *International journal of pharmaceutics* . Volume : 197. Page : 143-151
- Kornsteiner, M.,Wagner, K., Elmadfa, I., 2006. Tocopherols and total phenolics in 10 different nut types. *Food Chemistry* 98, 381–387.
- Kordali, S., Cakir ,A., Zengin, H., Duru, M.E., 2003 . Antifungal activities of leaves of three *Pistacia* Species grown in Turkey. *Fitoterapia*, 74, pp: 164-167.
- Krak, K., Mraz, P., 2008. Trichomes in the tribe Lactuceae (Asteraceae) – taxonomic implications. *Biologia* 63, 616–630.
- Kris-Etherton, P. M., Hu, F. B., Ros, E., Sabate, J., 2008.The role of tree nuts and peanuts in the prevention of coronary heart disease: Multiple potential mechanisms. *J. Nutr.*, 138, 1746S–1751S.
- Krinsky Normen, I., 2003. Human requirements for fat soluble vitamins and other things concerning thse nutrients . *Molecular aspects of mediueme*. Volume : 24.Issue : 6. Page : 317-324.
- Krishma, A.G.G., Khatoon, S., Shiela, P.M., Sarmandal, C.V., Indira, T.N., Mishra, A., 2001. Effect of refining of crude rice bran oil on the retention of oryzanol in the refined oil . *J .Am. Oil Chem. Soc.* 78 : 127-131.



## L

- Laba, D., 1987** . Rheological properties of cosmetics and toiletries . *Cosmetics and toiletries*, 102, P.: 63-58.
- Laisney, J., 1984** : L'huilerie moderne « Arts et techniques » : *Compagnie Française pour le Développement des Fibres Textiles (C.F.D.T.)*, p. 318.
- Laisney, J., 1992** :Huiles des graines et de noyaux. In **Karleskind, A.** Manuel des corps gras, chapitre IX : Obtention des corps gras. *Lavoisier*, Paris. Vol. 1, pp : 695-730.
- Lampi, A. M. ,and Piironen,V.,1999**. "Dissimilarity of the oxidations of rapeseed and butter oil triacylglycerols and their mixtures in the absence of tocopherols". *Journal of the Science of Food and Agriculture* **79**: 300-306.
- Lanoisellé, J.L., 1994** . Contribution à l'étude du pressage hydraulique des graines oléoprotéagineuses : Mécanisme de pressage et modélisation, Thèse de doctorat, Université Paris XII Val-de-Marne. In **Kartika, I.A., 2005** : Nouveau procédé de fractionnement des grains de tournesol: expression et extraction en extracteur bi-vis. Purification par ultra filtration de l'huile de tournesol. Thèse de Doctorat. *Institut National, Polytechnique de Toulouse*, pp: 333.
- Lanoisellé, J.L., Bouvier ,H.R., 1994** . Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Lavedrine, F., Zmirou, D., Ravel, A., Balducci, F., Alary, J., 1999**.Blood cholesterol and walnut consumption: a cross-sectional survey in France. *Preventive Medicine* **28**, 333–339.
- Lautenschlager, H., 2003**. Essential fatty acids –cosmetic from inside and outside, *Beauty Forum* 2003, 54-56.
- Lee, C.W., Thomas, J.C., Buchmann, S.L., 1985**. Factors affecting germination of jojoba pollen. *J. Am. Soc. Hort. Sci.* **110** (5), 671–676.
- Lecerf, J.M., 2007**. Phytosterols and cardiovascular risk. *Nutrition clinique et métabolisme* . Vol:21. Page : 17-27.
- Lefevre, C., Picard, H., 1989**. On the formulation of discrete epidemicmodels. *Mathematical biosciences*. Volume : 95. Issue : 1. Page: 27-35.
- Leger, C.L., 2000**. La vitamine E : Etat actuel des connaissances, rôle dans la prévention cardiovasculaire, biodisponibilité. *OCL*, Vol. 7, n.3, pp. 258-265.
- Le hir, M., 1990**. Anemia increases 5-nucleotidase in renal cortical fibroblaste . *Kidney international* . Volume : 37. Issue : 4 .Page : 1164-1165.
- Le-neidre, B., 2008**. Viscosité . Définitions et disoisitifs de mesure . *Technique de l'ingénieur*. Constantes physio-chimiques . Base documentaire (K 478).
- Lichtenstein, A., 2009**. Dietary recommendation to reduce cardiovascular disease risk –historical perspective. *Atherosclerosis supplements*. Volume: 10. issue : 2.
- Lin, T.S., Crane, J.C., Ryugo, K., Polito, V.S., et Dejong, T.M., 1984**. Comparative study of leaf morphology, photosynthesis and leaf conductance in selected *Pistachio* species . *J.Am. Soc.Hortic.Sci.*, **109** : 325-330.

- Lubbe, A., Verpoorte, R., 2011. Cultivation of medicinal and aromatic plants for specialty industrial materials . *Industrial Crops and Products* 34, 785-801.
- Loubat-Bouleuc ,N., 2004 . Les esters en cosmetology , généralités et fonctionnalités. *OCL.*, Vol.11,N.8 (Dec-Nov), P.: 454-456.
- Lutjohann, D., Bjorkhem, I., Beil, U.F., Von-Bergmann, k., 1995. Sterol absorption and sterol balance in phytosterolemia evaluated by deuterium-labeled sterols: effect of sitostanol treatment. *J.Lipid Res.*, 36, pp. 176-1773.

M

- Macek, P., Mackova, J., De Bello, F., 2009. Morphological and ecophysiological traits shaping altitudinal distribution of three *Polylepis* treeline species in the dry tropical Andes. *Acta Oecol.* 35, 778–785.
- Manjula, S., Subramanian, R., 2009. Simultaneous degumming dewaxing and decolorizing crude rice bran oil using nonporous membranes . *Sep Purif Technol* 66 :223-228.
- Maria, G.A., Luis, V.J. 2010. Anatomy and fruit development in *schinopsis balansae* (Anacardiaceae) . *Anales del jardin botanico de madrid* . volume : 67. Issue: 2. Page : 103-112.
- Marioda, A., Matthaus, B., Eichner, K.,2004. Fatty acid, tocopherol and sterol composition as wel as oxidative stability of three unusual Sudanese oils; *Journal of foof lipids*. Volume: 11.Issue:3.Page: 179-189.
- Marioda, A., Matthausb, B., Eichnerc, K ;, Hussein, I.H., 2006. Effects of processing on the quality and stability of three unconventional Sudanese oils . *Eur.J.Lipid Sci.Technol.*, 108,298-308.
- Martins, S.M., chapeaurouge, A., ferreira, R.T., 2003. Folding intermediates of the prion protein stabilized by hydrostatic pressure and low temperature . *Journal of biological chemistry* . Volume : 278. Issue : 50. Page : 504449-50455.
- Maza,A., Ormsbee, R.A., Strecker, L.R., 1992 . Effects of deodorization and steam refining parameters on finished oil quality. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 69,1003–1008. 139.
- McCreary, D.D., 1990. Acorn Sowing date affects field performance of blue and valley Oaks. *CA. Tree Planters'Notes* 41 : 6-9.
- Medina-Juarez, L.A., Gamez-Meza, N., Ortega-Garcia, J., Noriega-Rodriguez, J.A., Angulo-Guerrero, O., 2000. *Trans* fatty acid composition and tocopherol content in vegetable oils produced in Mexico. *IAOCS*, 77, 721-724.
- Mezouari, S., Kochlar, S.P., Schwarz, K., et al. 2006. Effect of dewaxing pretreatment on composition and stability of rice bran oil : potential antioxidant activity of wax fraction. *European journal of lipid science and technology*. Volume : 108. Issue : 8 .Page : 679-686.
- Midou, N., 2011 . Mécanique et théologie des fluides . Ecole polytechnique fédérale de Lausanne . Version 6 . P: 213.
- Monjauze, A., 1967 . Note sur la régénération du Bétoum par semis naturel dans la place d'essais de Kef lefaa. *Bull. Soc. Hist. Nat. de l'Afrique du Nord. Alger*, 58 (3-4), pp. 59-65.

- Monjauze, A., 1968** . Répartition et écologie de *Pistacia atlantica Desf.* en Algérie. *Bull. Soc. Hist. Nat. de l'Afrique du Nord*, 60, pp.5-131.
- Monjauze,A., 1980** . Connaissance du Bétoum : *Pistacia atlantica Desf.* Biologie et forêt. *Revue Forestière Française*, 4, pp.357-363.
- Monjauze, A., 1982** . Les pays des dayas et *Pistacia atlantica Desf.* Dans le Sahara Algérien, *Revue Forestière Française*, (4), pp : 277-289.
- Mountasser, A., et El Hadek, M., 1999** . Optimisation des facteurs influençant l'extraction de l'huile d'argan par une presse. *OCL*, vol. 6, n. 3, pp. 273-279.
- Mrema, G.C. et Nc-Nulty, P. B., 1986** . Rapport interne. Department of Agricultural and Food Engineering, *National University of Ireland, Dublin, Ireland*. In **Lanoisellé, J.L., .Bouvier, H.R., 1994**. Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- **Murkovic, M. and Pfannhauser ,M.,2000**."Stability of pumpkin seed oil". *European Journal of Lipid Science and Technology* **102** (10): 607-611.
- Mustafa, Y., Türcan Gürcan, S., and Özdemir, M., 1986** .Oil Composition of Pistachio Nuts (*Pistacia vera* L.) from Turkey, *Fett/Lipid* 3:84–86.
- N
- NA 8285 (1995)**: Norme Algérienne: Dénombrement des levures et moisissures-  
Technique par comptage des colonies à 25°C
- NA 8287 (1995)** : Norme Algérienne: Recherche et Dénombrement des germes  
aérobies mésophiles totaux.
- Narayana, T., Kaimal, B., Vali,S.R., Surya, B.V., Rao, K., Chakrabarti, P.P., Vijayalakshmi, P., Kale, V., Narayana, K;, Rani, P., Rajamma, O., Bhaskar, P.S., Rao, T.C., 2002**. Origin of problems encountered in rice bran oil processing . *Eur. J Lipid Sci. Technol.* 104,: 203-211.
- Nemarundwe, N., Ngorima, G., Welford, L., 2008**. Cash from the commons :  
improving natural product value chains for poverty alleviation . Available at : 12 th  
biennial conference of the International Association for the Study of Commons (IASC)
- Nesterova, O.V., Samylina, I.A., Bobylev, R.V., Miroshnikov, A.I., 1990**. Study of  
physicochemical properties and fatty acid composition of pumpkin oil. *Farmatsiya*, 39,  
75-76.
- NF ISO 6883, 2010**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la  
masse volumique conventionnelle (poids du litre dans l'air).
- NF EN ISO 6320, 2000**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de  
l'indice de refraction.
- NF EN ISO 3656, 2002**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination  
de l'absorbance dans l'ultraviolet exprimée sous la forme d'extinction spécifique en  
lumière ultraviolette.
- NF ISO 15305, 1998**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la  
couleur au lovibond.
- NF EN ISO 663, 2009**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la  
teneur en impuretés insolubles.

- NF ISO 660, 1996** . Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité.
  - NF ISO 663, 2007**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination des matières volatiles et de la teneur en impuretés insolubles
  - NFT 60-205, 1988**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de la teneur en matières insaponifiables
  - NF ISO 3657, 1990**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice de saponification
  - NF ISO 3961, 1999**. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice d'iode
  - NF V03-703, 1997**. Détermination du poids de 1000 grains (Niléma-litre).
  - Nigon, F., Lacrosnière, C.S., Chauvois, D., Neveu, C., Chapman, J. et Bruckert, E., 2000** . Les phytostérols : une nouvelle approche diététique de l'hypercholestérolémie. *Sang, Thrombose, Vaisseaux*, 12 (8), pp. 483-490.
  - Nissinen, M.J., Gylling, H., Miettinen, T.A., 2006** . Effects of plant sterol ester supplied in a fat free milieu by pastilles on cholesterol metabolism in colectomized human subjects. *Nutri. Metab. Cardiovasc. Dis*, 16: 426-439.
  - Nyam, K.L., Tan, C.P., Lai, O.M., Long, K., Che Man, Y.B., 2009**. Physicochemical properties and bioactive compounds of selected seed oils . *LWT-Food and Science Technology* 42, 1396-1403.
- 0
- Odoemelam, S.A., 2005** . Proximate composition and selected physicochemical properties of the seeds of African oil bean (*Pentaclethra marcophylla*). *Pakistan Journal of Nutrition* 6, 382-383.
  - Orhan, I., Kupeli, E., Aslan, M., Kartal, M. and Yesilada, E. 2006**. Bioassay-guided evaluation of anti-inflammatory and antinociceptive activities of pistachio, *Pistacia vera* L. *J. Ethnopharmacol.* 105 , 235–240.
  - Orwa, C., Mutua, A., Kindt, R., Jamnadass, R., Simons, A., 2009(b)**. *Ximania Americana*. Agroforestry database : a tree reference and selection guide version 4.0.
  - Ostlund, R.E., Racette, S.B., Stenson, W.F., 2002** .Phytosterols that are naturally present in commercial corn oil significantly reduce cholesterol absorption in humans. *Ame. J. Clin. Nutri* 75 pp. 1000 -1004
  - Ostlund, L., Bergman, I., Zackrisson, O., 2004**. Trees for food- a 3000 year record of subarctic plant use . *Antiquity* . Volume : 78. Issue : 300. Page : 278-286.
  - Ozeker, E., Isfendiyaroglu, M. & Misirli, A. ,2006**. Comparison of different *Pistacia* spp. in terms of pollination biology in the Yunt Mountains of Manisa Province in Turkey. *Pak. J. Biol. Sci.*, 9, 371–376.
  - Ozenda, P., 1983** . *Flore du Sahara*, Editions CNRS, 622.
- P
- Parfitt, D.E., et Badenes, M.L., 1997**. Phylogeny of the genus *Pistacia* as determined from analysis of the chloroplast genome . *Proc. Natl . Acad. Sci. USA.*, 94 : 7987-7992.

- Parmentier, M., Guillemin, S., Barbar, R., Linder, M., Fanni, J., 2004** . De nouveaux procédés d'extraction des huiles pour des produits finis de haute qualité. *OCL*, vol. 11, n. 6, pp. 377-380.
- Parry, J., Cheng, Z., Moore, J., Yu, L., 2008** .Fatty acid composition, antioxidant properties, and antiproliferative capacity of selected cold-pressed seed flours. *J .Am. Oil Chem. Soc.* 85:457–464
- Patterson, R.P., 1989**. Developmental consequences of water and temperature in the European corn-borer-maize interaction. *Entomologia experimentalis et applicata* . Volume : 53. Issue :3. Page: 287-296.
- Patterson, B.M., Mittendorfer, B., Ostlund, R.E., et al. 2001**. Orlistat inhibits dietary cholesterol absorption .*Obesity research* . Volume : 9 . Issue : 10. Page : 599-604.
- Pekkarinen, S., Hopia, A., Heinonen, M., 1998** .Effect of processing on the oxidative stability of low erucic acid turnip rapeseed (*Brassica rapa*) oil. *Fett/Lipid.*, **100**, 69–74.
- Pelletier, X., Belbraouet, S., Mirabel, D., Morchet, F., Perrin, J. L. , Pages, X., and Debry, G., 1995**. *Ann. Nutr. Metab.*, 39, 291.
- Pestana, V.R., Zambiasi, R.C., Mendonça, R.B.C., Bruscatto, H.M., Lerma-Garcia, M.J., Ramis-Ramos, G., 2008**. Quality Changes and Tocopherols and #-Orizanol Concentrations in rice Bran Oil During the Refining Process
- Peter, J.W., 1991** . *Introduction to Fats and Oils Technology*. AOCS Press, Champaign, IL (USA), pp. 68–69.
- Piironen, V., Lindsay, D.G., Miettinen, T.A., et al. 2000**. Plant sterols : biosynthesis, biological function and their importance to human nutrition. *Journal of the science of food and agriculture* . Volume : 80 . Issue : 7. Page : 939-966.
- Podsedek, A., 2007**. Natural antioxidants and antioxidant capacity of brassica vegetables : A review . *LWT-Food science and technology*. Volume : 40. Issue : 1. Page : 1-11.
- Pokorny, S., Coupek, J., Luan, N.T., et al. 1973**.Gel chromatographic separation of unsaponifiable fractions in fats and oils. *Journal of chromatography*. Volume: 84. Issue:2. Page: 319-328.
- Pourreza, M., Shawb, J.D., Zangeneh, H., 2008**. Sustainability of wild pistachio (*Pistacia atlantica* Desf.) in Zagros forests, Iran . *Forest Ecology and Management* 255 (2008) 3667–3671.
- Porksich, E., Jensen, M., Elias, P.M., 2003** . Skin lipides and epidermal differentiation in atopic dermatitis . *clin. dermatol.* 21,P. : 134-146.
- Press, M., Hartop J., Prottey C., 1974** . Correction of essential fatty acid deficiency in man by the cutaneous application of sunflower-seed oil . *Lancet*, 1 , P. : 597-569.
- Prevot, A.,1971**. Journée d'étude sur quelques aspects analytiques des problèmes d'autoxydation ,ITERG, Marseille p.21.

R

-**Rancurel, A., 2004** . Huiles, corps gras et produits cosmétiques. *OCL.Vol.11,N.6,(Nov-Déc),P. :398-400*.

-**Razavi, S., 2006**. Pistachio production, Iran vs. the World. *Acta Hortic.* 726, 689–694.

- Rechinger, K.H., 1963. Anacardiaceae. In: Rechinger KH (ed) Flora Iranica, vol 63. pp 1–9
- Rezanka, T., Sigler, K., 2007. Identification of very long chain unsaturated fatty acids from *Ximenia* oil by atmospheric pressure chemical ionization liquid chromatography-mass spectroscopy. *Phytochemistry* 68, 925-934.
- Richter, G., 1993. *Metabolisme des Vegetaux, Physiologie et Biochimie*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1993.
- Rodrigues, C.E.C., Pessoa-Filho, P.A., Meirelles, A.J.A., 2004. Phase equilibrium for the system rice bran oil + fatty acids + ethanol + water +  $\alpha$ -oryzanol + tocopherols. *Fluid Phase Equilib* 216 : 271-283.
- Rodrigues, C.E.C., Onoyama, M.M., Mireille, A.J.A. 2006. Optimization of the rice bran oil deacidification process by liquid-liquid extraction. *Journal of food engineering*. Volume: 73. Issue : 4. Page : 370-378.
- Rosi, M., Giannazza, M., Alamprese C. et Stanga, F., 2001. The effects of bleaching and physical refining on color and minor components of palm oil. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 78, 1051-1055
- Rougereau, O., 1981. Dry impregnated tissue. *Cytometry*. Volume : 37. Issue: 4. Page : 267-274.
- Roy, S.K., Ramjiganeser, T., Vega-lopez, S., et al. 1999. Hypocholesterolemic mechanisms of corn fiber oil. *FASEB Journal*. Volume : 13. Issue: 4. Page : 561.
- Ryan, D., Robards, K., et Lavee, S., 1998. Assessment of quality in olive oil. *Olivae* 72: P.23-41.
- S
- Saber-Tehrani, M., Givianrad, M.H., Aberoomand-Azar, P., Waqif-Husain, S., et Jafari-Mohammadi, S.A., 2012. Chemical composition of Iran's *Pistacia atlantica* Cold pressed oil
- Saffarzadeh, A., Vincze, L., and Csapo, J., 2000. *Acta Agraria Kasposvariensis*, 1, 41 (2000).
- Sahli, F., 1997. Note sur deux espèces forestières sahariennes : Cyprès du Tassili et le pistachier des l'Atlas. Journées d'étude sur les zones arides et sahariennes, du 8 au 10 Avril, Wilaya de Ghardaïa. Publication de l'INRF, pp. 25-41.
- Salmaki, Y., Zarre, S., Jamzad, Z., Bräuchler, C., 2009. Trichome micromorphology of Iranian *Stachys* (Lamiaceae) with emphasis on its systematic implication. *Flora* 204, 371–381.
- Santoyo, S., Arellano, A., Ygartua, P., Martin, C., 1995. Penetration enhancer effects on the *in vitro* percutaneous absorption of piroxicam through rat skin. *International Journal of Pharmaceutics*, 117, 219-224.
- Sanchez-perez, A., Delgado-zamarreno, M.M., Bustamante-rangel, M., et al. 2000. Automated analysis of vitamin E isomers in vegetable oils by continuous membrane extraction and liquid chromatography-electrochemical detection. *Journal of chromatography A*. Volume : 881. Issue : 1-2. Page : 229-241.
- Satil, F., Azcan, N., and Baser, K.H.C., 2003. *Chem. Nat. Comp.*, 39, 322 (2003).

- 
- Satue, M.T., Shu-Wen, H., et Frenkel, E.N., 1995.** Effect of natural antioxidants in virgin olive oil on oxidative stability of refined bleached and deodorized olive oil . *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 72, 1131-1137.
- Scavariello, E.M.S., 1997.** Recuperação de  $\alpha$ -orizanol da borra de neutralização de óleo de farelo de arroz. Tese de Mestrado em Tecnologia de Alimentos, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas
- Scher, J., 2006.** Rhéologie . Texture et texturation des produits alimentaires. Techniques de l'ingénieur . F3300.
- Seetharamaiah, G.S., Prabhakar, J.V., 1986.** Oryzanol content of Indian rice bran oil and its extraction from soapstock . *J Food Sci Technol* 23, 270-273.
- Seigne, A., 1985.** La forêt circumméditerranéenne et ses problèmes. In : Techniques Agricoles et Productions Méditerranéennes. G.P. Maisonneuve et Larose-Paris, pp. 137-141.
- Shaheen, N., Ajab, M., Yasmin, G., Hayat, M.Q., 2009.** Diversity of foliar trichomes and their systematic relevance in the genus *Hibiscus* (Malvaceae). *Int. J. Agric. Biol.* 11, 279–284.
- Shin, E.-C., Pegg, R. B., Phillips, R. D., Eitenmiller, R. R., 2010.** Commercial runner peanut cultivars in the USA: Fatty acid composition. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 112, 195–207.
- Singh, M.S., Frasaie, A., Stewart ,L.E., et Douglass, L.W., 1984.** Transaction of the ASEA, pp. 1190-1194. In **Lanoisellé J.L., Bouvier H.R., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Singh, K.K., Wiesenborn, D.P., Tostenson, K., Kangas, N., 2002.** Influence of moisture content and cooking on screw pressing of crambe seed, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 79: 165-170.
- Siquet, C., Paiva-Martins, F., Lima, J.L.F.C., Reis, S., et Borges, F., 2006.** Free radical Res, 40,433.
- Sivala, K., Bhole ,N.G. et Mukherjee ,R.K., 1991.** Effect of moisture on Rice Bran Oil Expression. *J. Agric. Eng. Res.* 50, pp. 81-91.
- Smith, R.L. et Kraybill ,H.R., 1993.** *Ind. Ing. Chem.* 25. Pp. 334-336. In **Lanoisellé J.L., Bouvier ,H.R., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Song, J.H., Fujimoto, K., Miyazawa, T., 2000.** Polyunsaturated (n-3) fatty acids susceptible to peroxidation are increased in plasma and tissue lipids of rats fed docosahexaenoic acid-containing oils. *Journal of nutrition*. Volume : 130. Issue : 12. Page : 3028-3033.
- Somon, E. 1987 :** Arbres, arbustes et arbrisseaux en Algérie. *Office des publications*
- Spann, T.M., Beede, R.H., DeJong, T.M., 2007.** Preformation in vegetative buds of pistachio (*Pistacia vera* L.): relation to shoot morphology, crown architecture and rootstock vigor. *Tree Physiol.* 27, 1189–1196.
-

- Stocker, R., Bowry, V.W., Frei, B., 1991.** Ubiquinol-10 protects human low density lipoprotein more efficiently against lipid peroxidation than does alpha tocopherol. *Proceeding of the national academy of sciences of the united states of america* . Volume : 88. Issue : 5. Page : 1646-1650.
- Sukhvibul, N., Whiley, A.W., Vithanage, V., Smith, M.K., Doogan, V.J., Hetherington, S.E., 2000.** Effect of temperature on pollen germination and pollen tube growth of four cultivars of mango (*Mangifera indica* L.). *J. Hort. Sci. Biotechnol.* 75 (2), 64–68.
- Szydłowska-Czerniak, A., Karlovits, G., Dianoczki, C., Recseg, K., Szlyk, E., 2008.** Comparison of two analytical methods for assessing antioxidant capacity of rapeseed and olive oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.* , 85, 141–149.

## T

- Talcott, S.T., Duncan, C.E., Del Pozo-Insfran, D., Gorbet, D.W., 2005.** Polyphenolic and antioxidant changes during storage of normal, mid, and high oleic acid peanuts . *Food Chemistry* 89, 77-84.
- Tasan, M., Demirci, M., 2005.** Total and individual tocopherol contents of sunflower oil at different steps of refining . *Eur. Food Res. Technol.* 220,251-254.
- Taylor, R.B., 1937.** *Chem. Metall. Eng.*, n. 44, pp. 978-981. In **Lanoisellé J.L., Bouvier H.R., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, vol. 41, n. 3/4, pp. 61-72.
- Tchiégang, C., Dandjouma, A.A.K., Kapseu, C., Parmentier, M., 2005 .** Optimisation des l'extraction de l'huile par pressage des amandes de *Ricinodendron heudelotii* Pierre ex Pax. *Journal of Food Engineering* . 68, pp. 79-87.
- Teixeira, A.C., Nascimento, C.A.O., Guardani, R., et al. 2007.** Industrial waste water treatment by photochemical processes based on solar energy. *Journal of solar energy engineering transactions* . Volume : 129. Issue : 1. Page : 45-52.
- Tokusoglu, O., Unal, M.K., Yemis, F., 2005.** Determination of the phytoalexin resveratrol (3-5-4'-trihydroxystilbene) in peanuts and pistachios by high performance liquid chromatographic diode array (HPLC-DAD) and gas chromatography – mass. *Journal of agricultural and food chemistry* . Volume : 53. Issue : 12. Page : 5003-5009.
- Triantafyllou, A., Chaviaras, N., Sergentanis, T.N., Protopapa, E. and Tsaknis, J. 2007.** *Chios mastic* gum modulates serum biochemical parameters in a human population. *J. Ethnopharmacol.* 111, 43–49.
- Tzakou, O., Bazos, I., Yannitsaros, A. , 2007.** Volatile Metabolites of *Pistacia atlantica* Desf. From Greece . *Flavour Fragr.J.* 22. 358-362.

## U

- Ucciani, E., 1995 .** Nouveau dictionnaire des huiles végétales : Composition en acides gras Ed Lavoisier Tec et Doc. 644p.
- Ustun, G., Kent, L., Cekin, N., and Civeleoglu, H., 1990 :** Investigation of the technological properties of *Nigella sativa* (Black cumin) seed oil. *JAOCS Am. Oil Chem. Soc.* 67, pp.958-960



## V

- Van-Duijn, G., Dumelin, E.E., Trautwein, E.A.,** in : **Williams, C., Buttriss, J. (Eds.), 2006.** Improving the fat Content of Foods, Woodhead publishing Ltd., Cambridge, UK ,pp. 490-507.
- Van-Hoed, V., Depaemelaere, G., Vila-Ayala, J., Santiwattana, P., Verhé, R., De Greyt, W., 2006 .** Influence of chemical refining on the major and minor components of rice bran oil . *J Am . Oil Chem. Soc.* 83, 315-321.
- Vasilakakis, M., Porlingis, I.C., 1985.** Effect of temperature on pollen germination, pollen tube growth, effective pollination period, and fruit set of pear. *Hort. Sci.* 20 (4), 733–735.
- **Verleyen, T.,2002.** Stability of minor components during vegetable oil refining. Applied biological sciences: chemistry. University of Gent. Gant. 277.
- Vermaak, I., Kamatou, G.P.P., Komanes-Mofeskeng, B., et al. 2011.** African seed oils of commercial importance-cosmetic applications . South afriacn journal of botany . Volume : 77. Issue : 4. Page : 920-933.
- Vilela, A.E., and Ravetta, D.A., 2001.** The effect of seed scarification and soil media on ,germination, growth, storage and survival of seedlings of five species of *Prosopis* L. (mimosaceae) . *Arid Environ.* 48 ; 171- 184.
- Vilkas, M., 1994 :** Vitamines: mécanisme d'action chimique. Ed. HERMANN, éditeurs des séances et des arts. 167p.

## W

- Waginaire, L., 1997 .** Analyse rhéologique et évaluation sensorielle. OCL, Vol.4,N.4,P. :281-284 ;*Dossier lipides et cosmétologie.*
- **Warner, K.,Vick, B.A.,Kleingartner, L., Isaak,R., and Doroff,K.,2006.** "Compositions of sunflower,nusun (mid-oleic sunflower) and high oleic sunflower."
- Warner, K., Mounts, T.L. 1990.** Analysis of tocopherols and phytosterols in vegetable oils by HPLC with evaporate light scattering detection. Journal of the american oil chemists society. Volume: 67. Issue : 11. Page : 827-831.
- 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.
- Wilding, M.D., Rice, E.E., Mattil K.F., . 1993 .** The effect of processing conditions upon the nutritional quality of vegetable oils. *J Am Oil Chem Soc.,* 40, 55–56.
- Wolff ,J.P., 1968.** Manuel d'analyse des corps gras. Ed. Azoulay-Paris.
- Wolff, R.L., 1991 .** *trans*-Polyunsaturated fatty acids in French edible rapeseed and soybean oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 68 , 106–110.
- Wolff, J.P., 1992 .** Analyse et dosage des lipides. In. **Multon J.P.,** Technique d'analyse et de contrôle dans les industries agro-alimentaires. Vol. 4 : analyse des constituants alimentaires. pp. 157-199.

## Y

- Yardley, H.J., Summerly R., 1981: Lipid composition and metabolism in normal and diseased epidermis . *Pharmacol ther*, 13, P.: 357-383.
- Yé, S., Lebeau, F., Wathelet, J.P., Leemans, V., Destain, M.F., 2007 : Etude des paramètres opératoires de pressage mécanique des amandes de *Vitellaria paradoxa* Gaertn C.F. (karité). *Biotechnol. Agron. Soc. Environ.*, vol. 11, n. 4, pp. 267-273.
- Yildiz, M., Turcan Gurcan,S., and Ozdemir, M. 1998. *Fett/Lipid*, 100, 3, 84.
- Yousfi, M., Nedjemi ,B., Belal, R., Benbertal, D., Pall,a G., 2002. Fatty Acids and Sterols of *Pistacia atlantica* Fruit Oil. *J.A.O.C.S.*, vol. 79, n. 10, pp. 1049-1050.
- Yousfi, M., Nedjemi, B., Belal, R., Benbertal , D., 2003:Étude des acides gras de l'huile de fruit du pistachier de l'Atlas algérien. *OCL*, vol. 10, n. 5-6, pp. 425-427.
- Yousfi, M., Djeridane, A., Bombarda, I., Hamia, C., Bernard Duhem, B., and Gaydou, E.M., 2009. Isolation and Characterization of a New Hispolone Derivative From Antioxidant Extracts of *Pistacia atlantica* . *Phytother. Res.* 23 , 1237–1242 .
- Yoon,S.H., Kim, S.K., 1994 . Oxidative stability of high-fatty acid rice bran oil at different stages of refining. *J Am. Oil Chem. Soc.*, 71, 227–229.
- Yurttas, H.C., Schafer, H.W., Warthesen, J.J., 2000. Antioxidant activity of nontocopherol hazelnut (*Corylus* spp.) phenolics. *Journal of Food Science* 65, 276–280.
- Yosipovitch, G., Maibach, H.I., 1996. Significance of skin surface PH . *Harefuah*. Volume : 130. Issue : 7. Page : 478-480.
- Z
- Zacchi, P., et Eggers, R., 2008.High-temperature pre-conditioning of rapeseed : A polyphenol-enriched oil and the effect of refined . *European Journal of Lipid Science and Technology*, 110, 111-119.
- Zangeneh, H., 2003. Ecological requirements of *Pistacia atlantica* in Kermanshah Province, Iran. *J. For. Poplar Res. Special issue: The Second National Symposium on Wild Pistachio*. No. 333, pp. 122–130 (in Persian).
- Zhao, X., Sun, H., Hou, A., Zhao, Q., Wei, T. and Xin, W. 2005. Antioxidant properties of two gallotannins isolated from the leaves of *Pistacia weinmannifolia*. *Biochim. Biophys. Acta* 1725 , 103–110.
- Zibaenezhad, M.J., Rezaiezadeh, M.,Mowla, A., Ayatollahi, S.M., Panjehshahin,M.R., 2003. Antihypertriglyceridemic effect of walnut oil. *Angiology* 54, 411–414.
- Ziboh, V.A., Miller, C.C., Cho, Y., 2000. Of polyunsaturated fatty acids by skin epidermal enzymes : generation of anti-inflammatory and antiproliferative metabolites . *American Journal of Clinical Nutrition*, 71, 3615-3665.
- Zimba, N., Wren, S., Stucki, A., 2005. Three major tree nut oils of southern central Africa : their uses and future as commercial base oils . *International Journal of Aromatherapy* 15, 177-182.
- Zohary, M., 1952. A monographical study of the genus *pistacia*. *Palestine Journal Bot. J.*, Series 5, pp.187-228.

**-Zohary, M.,1972** .Pistacia L. Flora Palestine. Isr Acad Sci Humanit Jerus 2:187–228

# ANNEXES

## Publications

**H. Acheheb, R . Aliouane, A. Ferradji (2012)** : Optimization of Oil Extraction from *Pistacia atlantica* Desf. Seeds Using Hydraulic Press . Asian Journal Of Agricultural Research 6 (2) : 73 – 82

**A . Ferradji, H. Acheheb, A. Malek et N. Hadjad (2008)** : Isothermes d'adsorption à 25°C et 45°C des pommes chargées de solutés et séchées. Revue des Energies Renouvelables . Vol. 11, N. 4, pp.29-41.

## Communication

**H. Acheheb, A. Ferradji , H., Meddour, (2012)** : Extraction de l'huile des graines du Pistachier de l'atlas . Atelier régional sur « La valorisation des produits forestiers non ligneux dans les pays du Maghreb » (FAO-ENSA). ENSA (Alger) du 18 au 20 Décembre 2012.

## ANNEXE 1 (1/3)

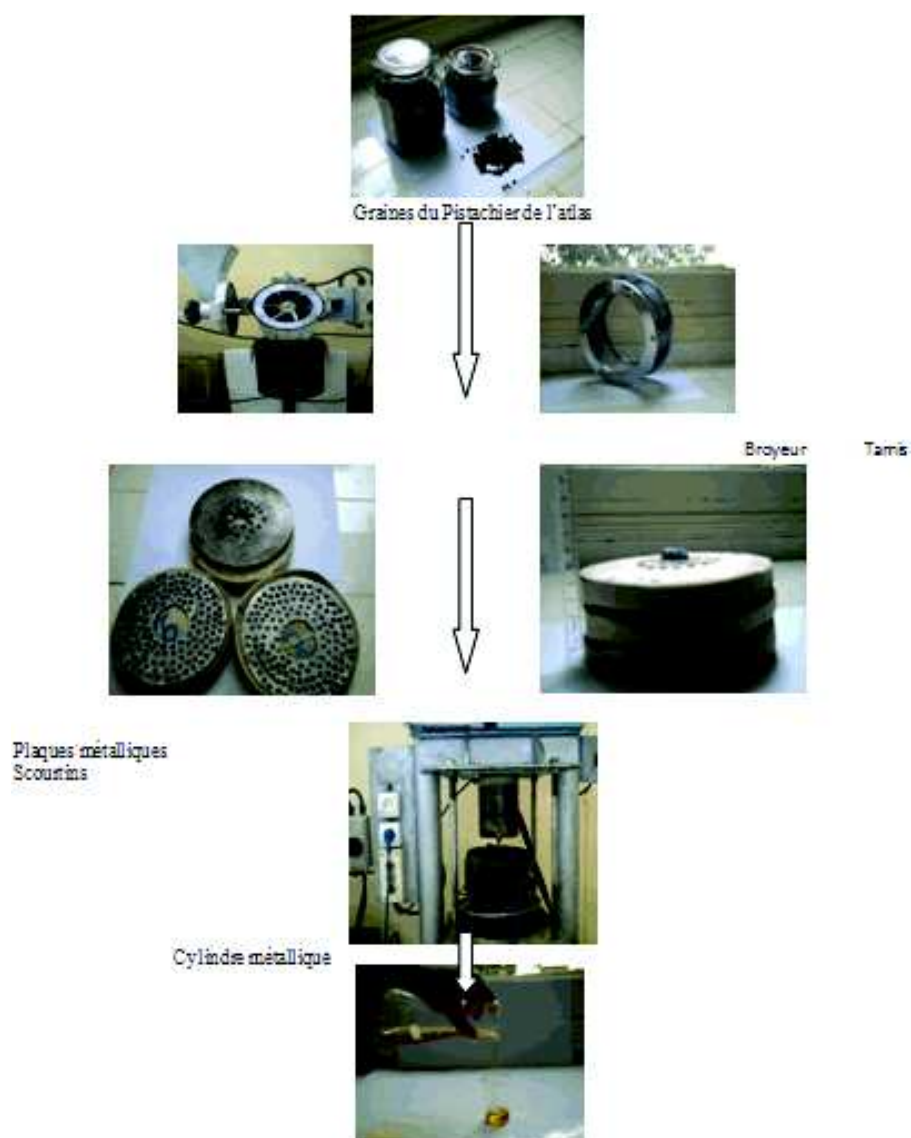


Figure 20 : Pressage hydraulique des graines du pistachier de l'Atlas

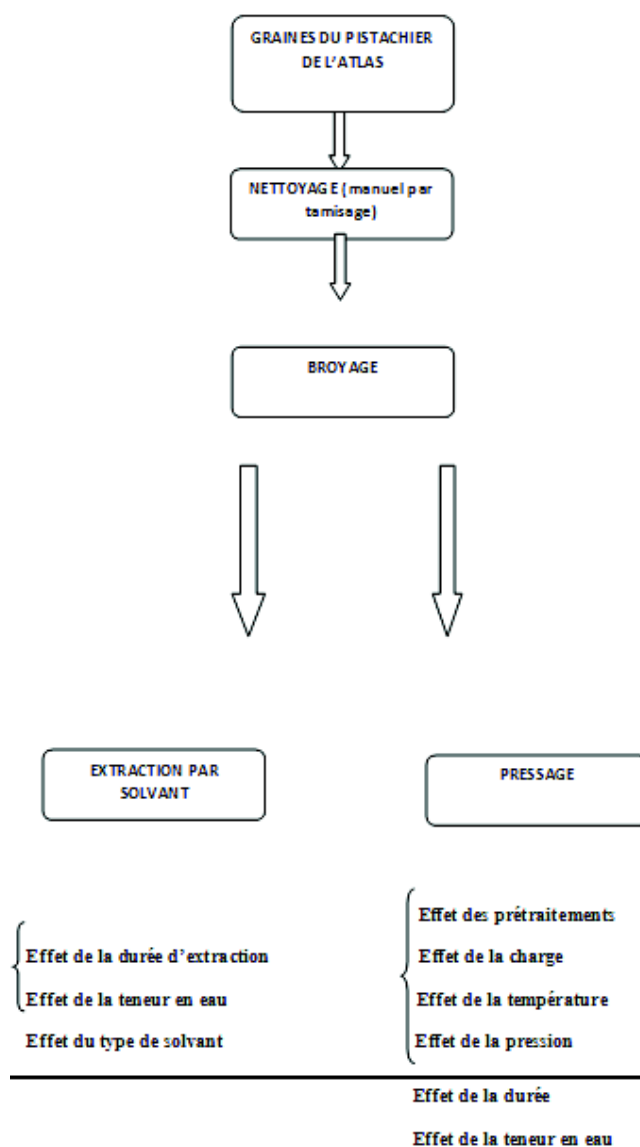
## ANNEXE 1 (2/3)

Nature de la graine	Facteurs étudiés et domaine expérimental	Influence globale	Meilleures conditions	références
Coton	•Épaisseur du gâteau (h) : 5 à 65mm •13,8 Mpa, 60 min, 75-100°C	Teneur résiduelle en huile ↓ → h ↓	Épaisseur du gâteau minimale	Hichox (1953)
• Tournesol entier • Tournesol décortiqué • Tournesol broyé	• Pression (P) : 14, 28, 42, 56, 70 Mpa • Durée (t) : 4, 505, 7,85, 10 min. • Température (T) : 20, 35, 50, 65, 80°C	Teneur résiduelle en huile ↓ → P ↑, t ↑, T ↑	Teneur résiduelle en huile minimale (1%) → Tournesol entier à 6% de teneur en eau, 70 Mpa, 20°C, 7 min.	Singh <i>et al.</i> (1984)
Noix de cajou	• Vitesse de compression (v) : 2 à 0,1 mm/min • Température (T) : 20 à 140°C	Rendement en huile ↑ → T ↑, v ↓	• Température maximale • Vitesse minimale	Mrema et NcNulty (1986)
• Tournesol • Lin • Ricin • Colza	• Pression (P) : 20, 30, 50, 75, 120, bars à 95°C • Température (T) : 35, 55, 75, 95, 115°C à 75 bars • 600 min, 1 mm/s, 200g	Rendement en huile ↑ → P ↑ (colza, lin, ricin) → P ≤ 50 bars (tournesol) → T ↑ (lin, ricin)	• Tournesol : 50 bars, 35°C → Rendement maximum (80%) • Colza : 120 bars, 35°C • Lin et Ricin : 115°C, 120 bars	Lanoisellé (1994)
Colza	• Humidité (H) : 3,58, 6,55, 9,62% • Température (T) : 85, 95, 105 et 115°C • 100 bars, 120 min, 1 mm/s, 200g	Rendement en huile ↑ → T ↑, H ↓	• Température maximale • Humidité minimale	Lanoisellé (1994)
Jajoba	• Pression (P) : 0 à 35,5 Mpa • Température	Rendement en huile ↑ → P ↑	Pression maximale	Abu-Arabi <i>et al.</i> (2000)
	ambiante			

**Tableau 35** : Principaux résultats de l'étude de l'influence des conditions opératoires de pressage d'oléagineux par presse hydraulique.

(Kartika, 2005)

## ANNEXE 2 (1/2)



**Figure 21** : Protocole d'optimisation de l'extraction de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas par presse et par solvant

## ANNEXE 2 (2/2)

Effet des prétraitements			
Traitements mécaniques		Traitements thermiques	
Graines entières	Graines broyées	Graines fraîches	Graines torréfiées

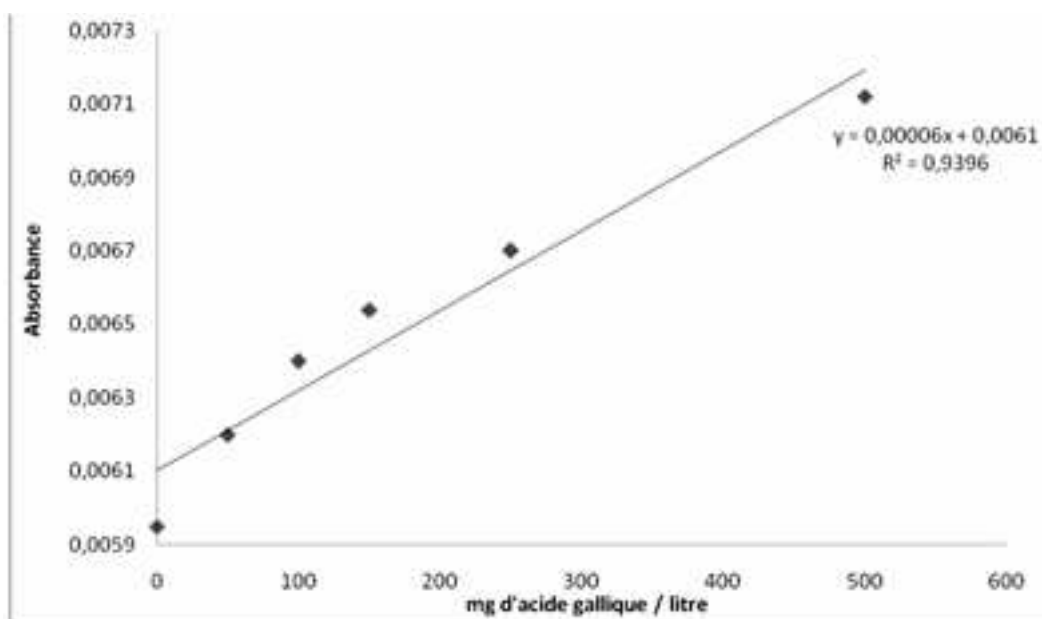
Traitement thermique			
Graines fraîches	Graines séchées à 40°C	Graines séchées à 70°C	Graines torréfiées

**Tableau 36** : Type de prétraitements

Effet de la charge	Effet de la durée	Effet de la pression	Effet de la température
400 g	15 mn	50 bars	23°C
600 g	30 mn	90 bars	40°C
800 g	45 mn	120 bars	60°C
1000 g	60 mn		
	90 mn		
	120 mn		

**Tableau 37**: Les paramètres opératoires de pressage des graines du pistachier de l'Atlas

## ANNEXE 3 (1/1)



**Figure 22** : Courbe d'étalonnage de la solution d'acide gallique



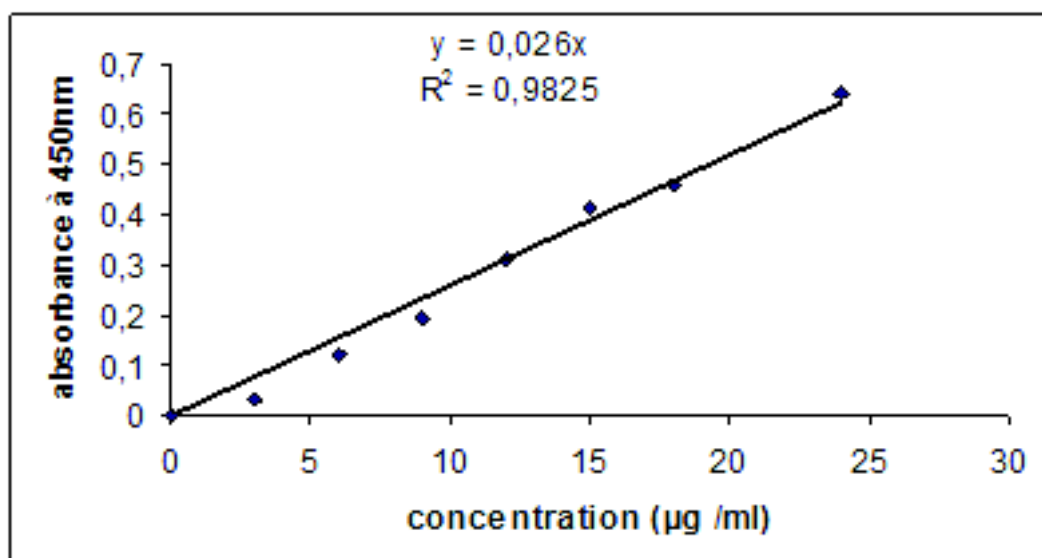


Figure 23 : Courbe d'étalonnage du  $\beta$ -carotène

## ANNEXE 4 (1/1)

Ingrédients (en %)	Formulation 1	Formulation 2	Formulation 3	Formulation 4
Huile brute du Pistachier de l'atlas	80,8	/	30,8	/
Huile raffinée du Pistachier de l'atlas	/	80,8	/	30
Huile d'Amande douce			50,2	50
Emulsifiant naturel	15,2	15,2	15	15
Conservateurs naturels	4	4	4	4
Colorant naturel	/	/	/	1

Tableau 38 : Essais de formulation des crèmes cosmétiques à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas

## ANNEXE 5 (1/6)

### A- Effet de la durée de reflux dans le soxhlet.

	Tests de Student Différences significatives marquées à $p < 0,05$			
	Moyenne	Ecart-Type	ddl	p
Taux d'extraction (%)	47,38	8,43	5	0,000011

ddl : degré de liberté ; p : probabilité ; probabilités significatives  $p < 0.05$  ;

Probabilité hautement significative  $p < 0,01$  ;

### B-Effet de la teneur en eau des graines

	Tests de Student Différences significatives marquées à $p < 0,05$			
	Moyenne	Ecart-Type	ddl	p
Taux d'extraction (%)	46,38	6,84	3	0,000506

ddl : degré de liberté ; p : probabilité ; probabilités significatives  $p < 0.05$  ;

Probabilité hautement significative  $p < 0,01$  ;

### c-Effet de la nature du solvant

	Tests de Student Différences significatives marquées à $p < 0,05$			
	Moyenne	Ecart-Type	ddl	p
Taux d'extraction (%)	46,98	5,00	5	0,000004

ddl : degré de liberté ; p : probabilité ; probabilités significatives  $p < 0.05$  ;

Probabilité hautement significative  $p < 0,01$  ;

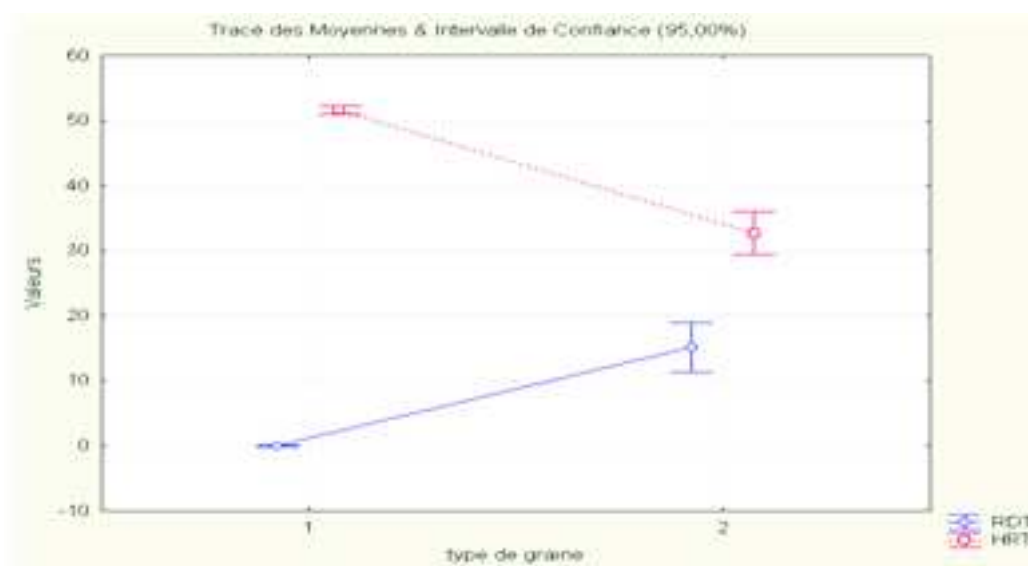
## ANNEXE 5 (2/6)

### D. Effet des prétraitements de la graine

#### 1-Effet du broyage

Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à $p < 0,05$		
	SCE	ddl	p
RDT (%)	1026,50	1	0,000000
HRT (%)	1603,49	1	0,000000

SCE : somme des carrés des écarts.



## 2-Effet du traitement thermique des graines

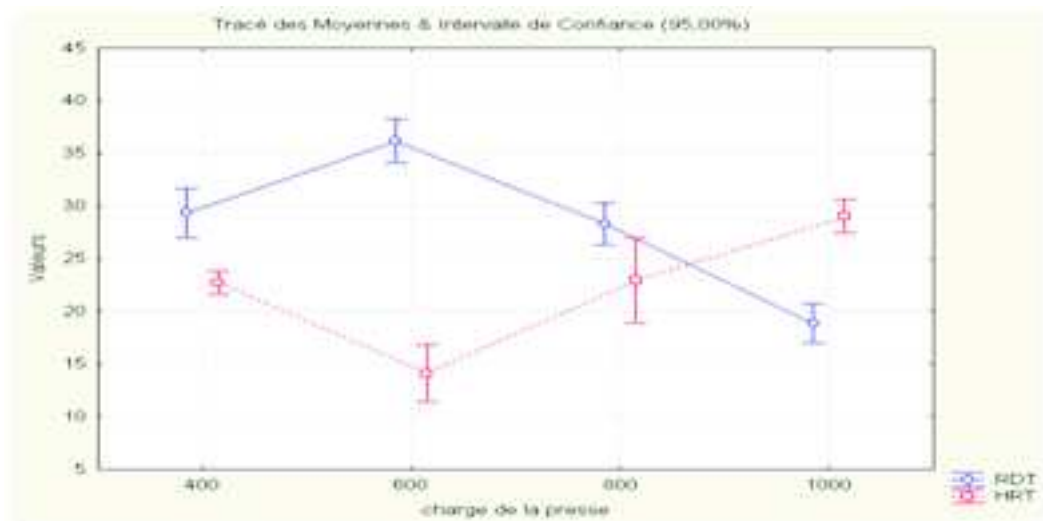
Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à $p < 0,05$		
	SCE	ddl	p
RDT (%)	0,11	1	0,637527
HRT (%)	2,67	1	0,080697

## ANNEXE 5 (3/6)

### E. Effet des paramètres opératoires de pressage

#### 3-Effet de la charge de la presse

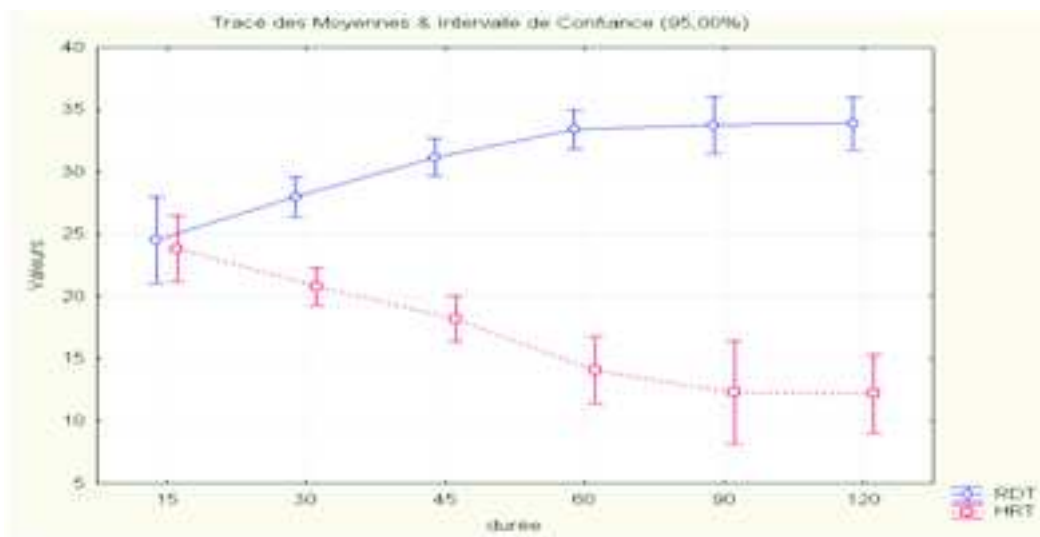
Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à $p < 0,05$		
	SCE	ddl	p
RDT (%)	457,23	3	0,000000
HRT (%)	338,88	3	0,000001



4- Effet de la durée d'application de la pression

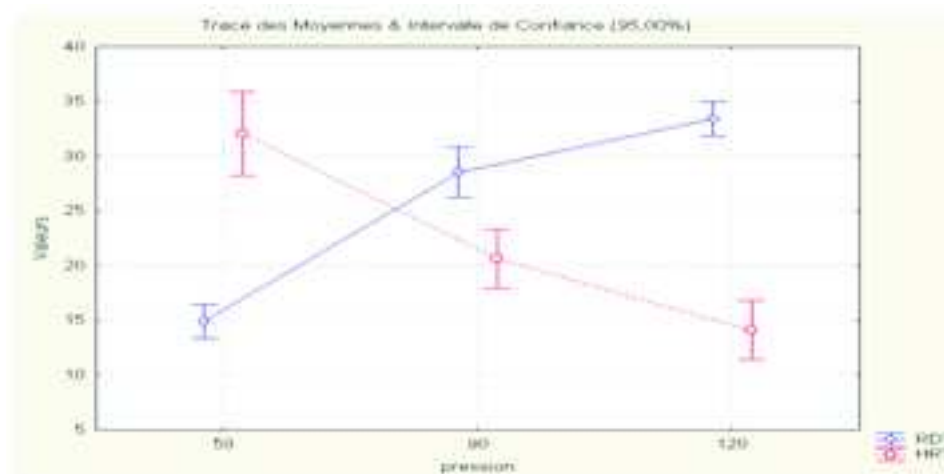
Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à $p < 0,05$		
	SCE	ddl	p
RDT (%)	217,06	5	0,000000
HRT (%)	346,30	5	0,000000

**ANNEXE 5 (4/6)**



5-Effet de la pression

Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à $p < 0,05$		
	Moyenne	ddl	p
RDT (%)	25,60556	6	0,000000
HRT (%)	22,26444	6	0,000007

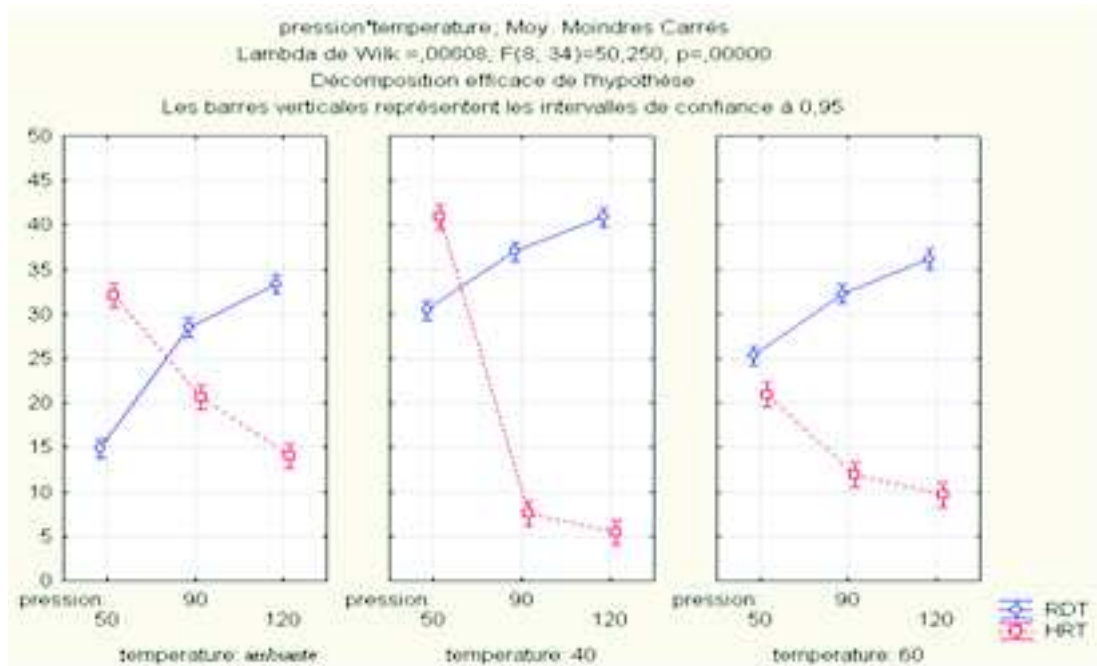


## ANNEXE 5 (5/6)

### 1-Effet de la température sur le rendement en huile et sur la teneur en huile résiduelle des tourteaux à différentes pressions

ANOVA à deux facteurs (température et pression) :

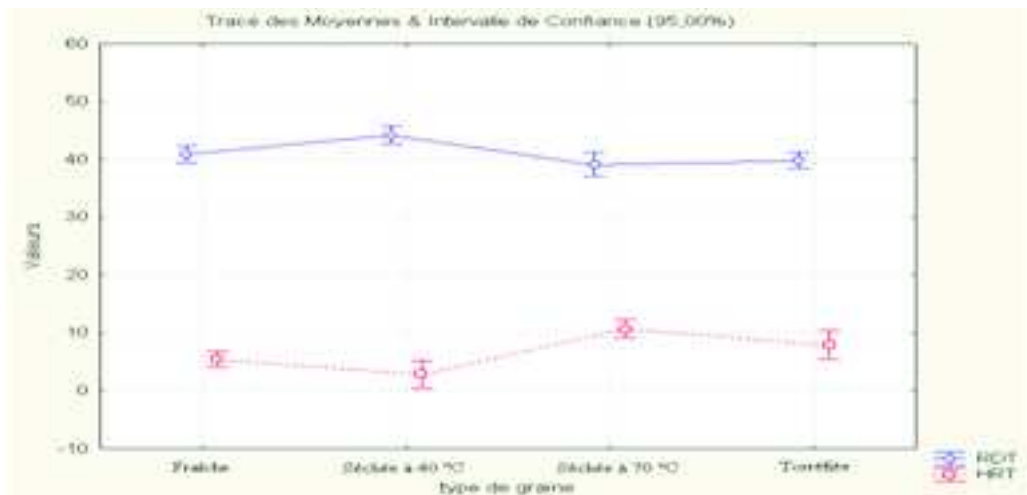
Effet	Tests Multivariés de Significativité Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse				
	Test	Valeur	F	ddl	P
ord. Origine	Wilk	0,000473	17955,36	2	0,000000
Température	Wilk	0,002939	148,28	4	0,000000
Pression	Wilk	0,003163	142,65	4	0,000000
Température * pression	Wilk	0,006081	50,25	8	0,000000



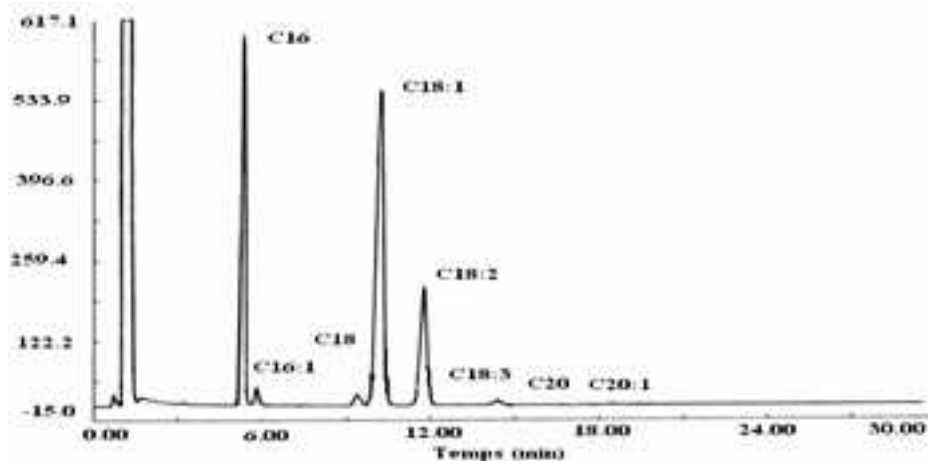
## ANNEXE 5 (6/6)

### A-Effet de la teneur en eau des graines

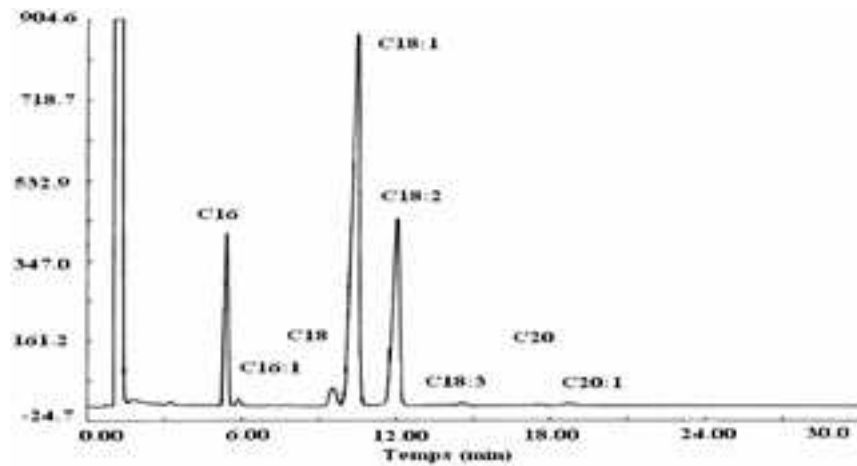
Variables	Analyse de la variance à un facteur Effets significatifs marqués à p < 0,05		
	SCE	ddl	p
RDT (%)	45,8201	3	0,000055
HRT (%)	102,5707	3	0,000013



## ANNEXE 6 (1/2)



*Figure 24 : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite du tégument, obtenu par CPG.*



*Figure 25 : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite du noyau, obtenu par CPG.*

## ANNEXE 6 (2/2)

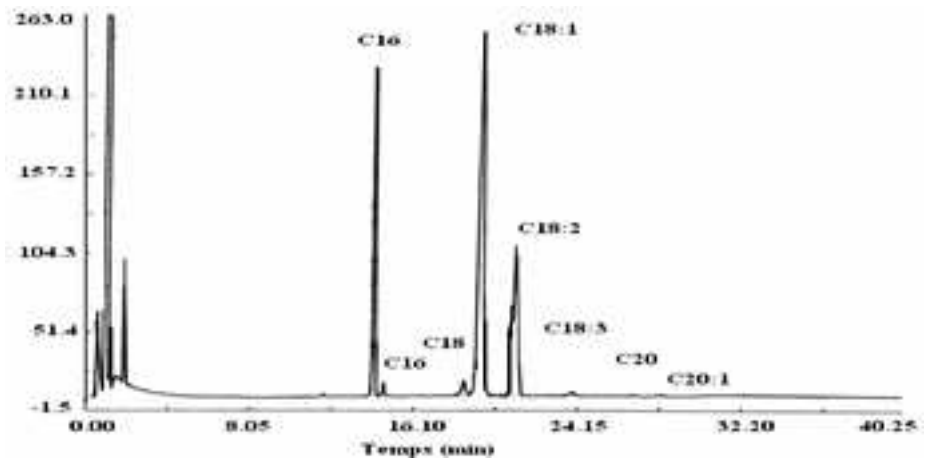


Figure 26 : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite à 25°C, obtenu par CPG.

## ANNEXE 7 (1/1)

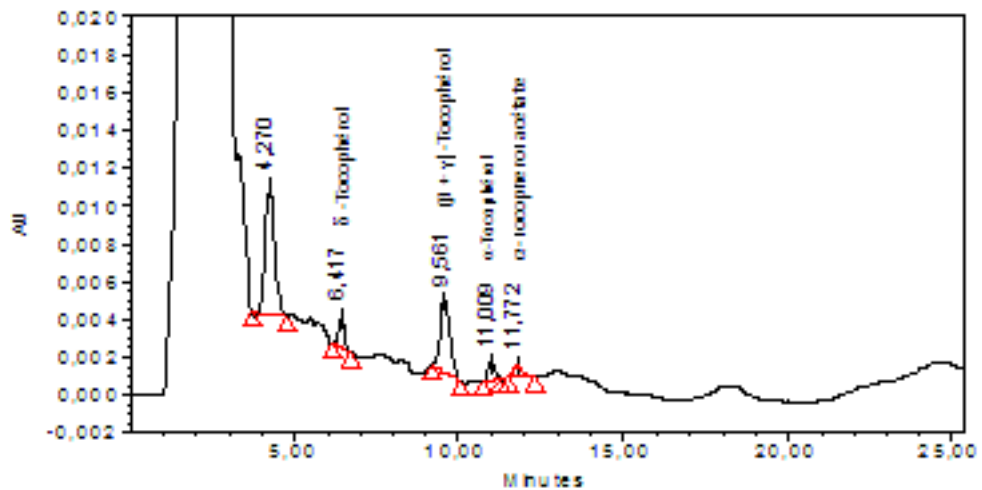


Figure 27 : profil en vitamine E (Tocophérols) de l'huile de pistachier de l'Atlas extraite par presse de la graine

## ANNEXE 8 (1/2)



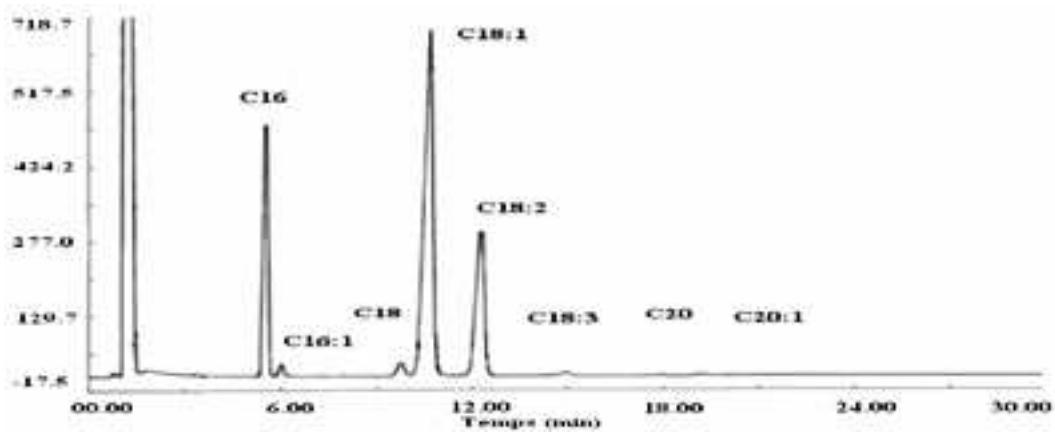
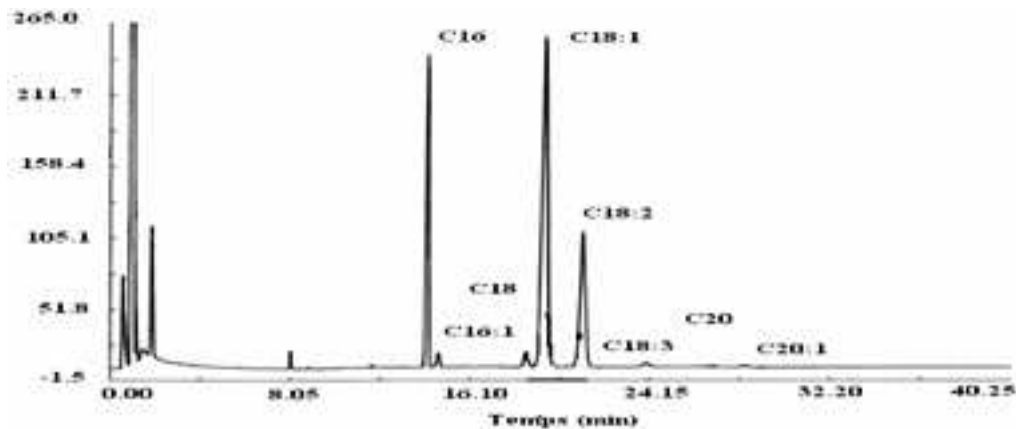


Figure 28 : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite par solvant, obtenu par CPG.

Figure 29 : Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite par presse à 40°C, obtenu par CPG.



## ANNEXE 8 (2/2)

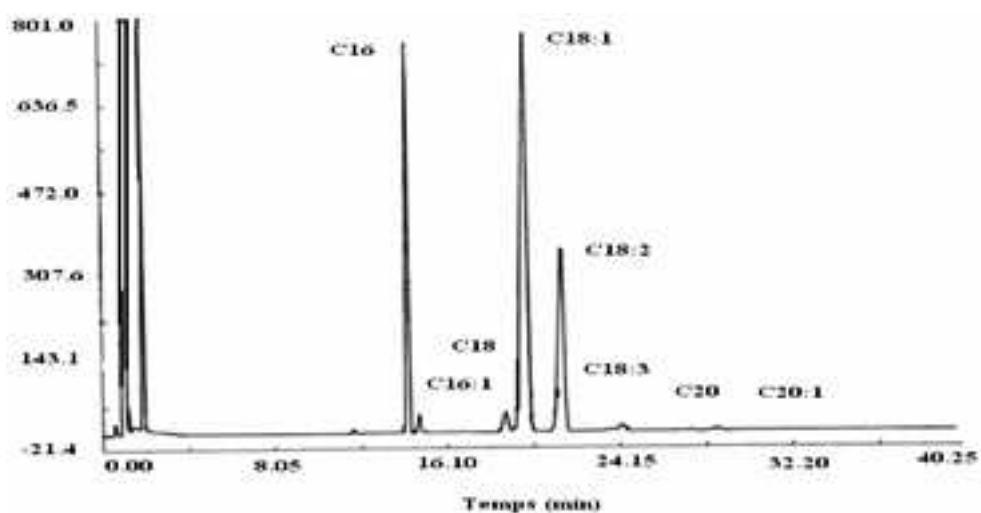


Figure 30: Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas, extraite à 60°C, obtenu par CPG.

## ANNEXE 9 (1/2)

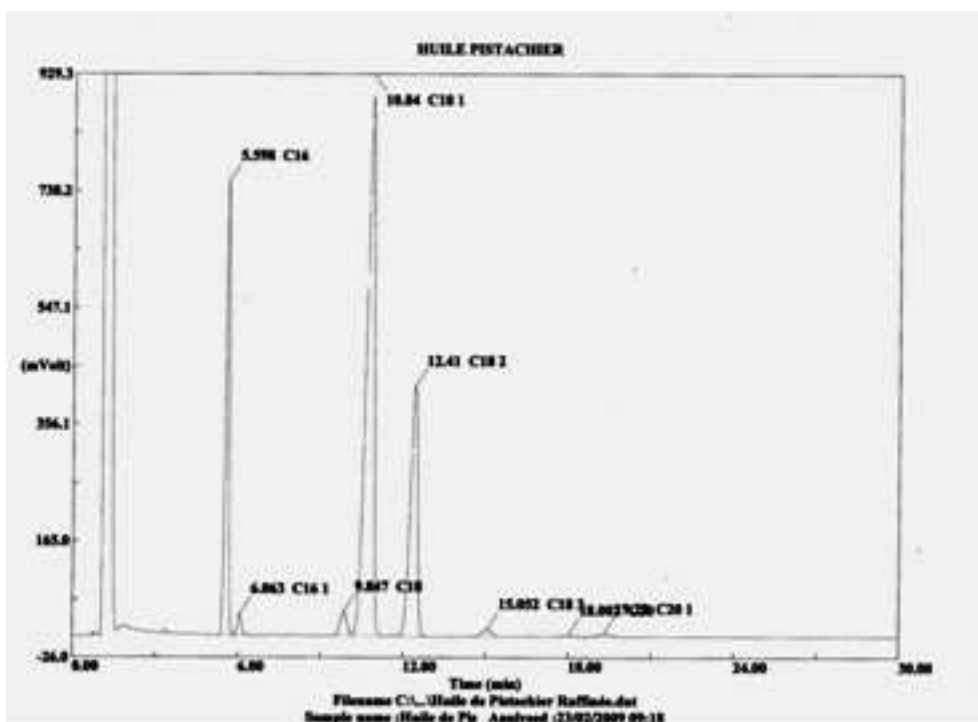


Figure 31: Chromatogramme des esters méthyliques de l'huile des graines du pistachier de l'Atlas raffinée, obtenu par CPG.

## ANNEXE 9 (2/2)

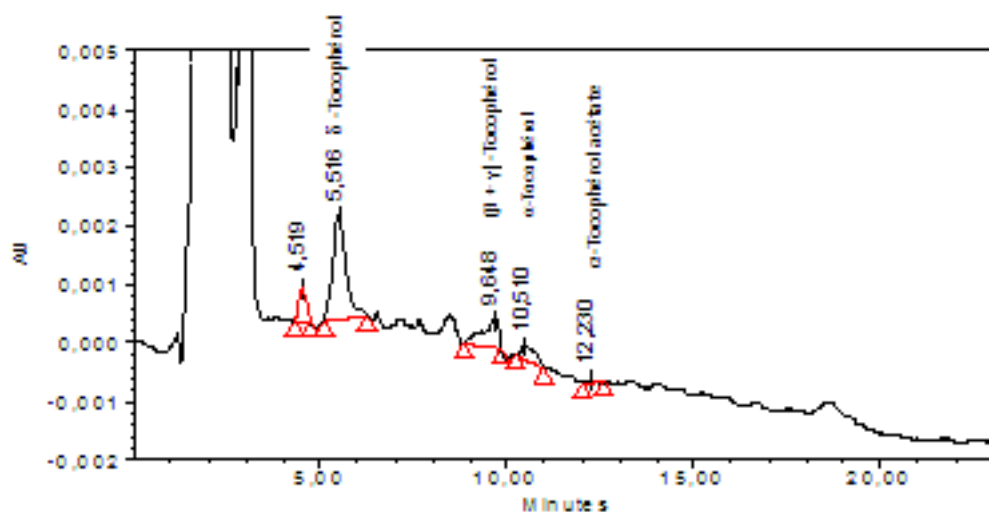


Figure 32 : profil en vitamine E (toco-phérols) de l'huile de pistachier de l'atlas raffinée

## ANNEXE 10 (1/2)

### FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE DU PISTACHIER DE L'ATLAS



**Procédé d'obtention** : Première pression à froid

Organe pressé : Graines

**Nom botanique** : *Pistacia atlantica* Desf.

**Pays d'origine** : Algérie (Laghouat)

**Culture** : Sauvage

**Qualité** : 100% pure et naturelle, vierge, première pression à froid

**Pression** : Mars 2008

**Propriétés organoleptiques** :

Aspect : liquide huileux fluide,

Couleur : jaune à vert,

Odeur : de graines, boisée.

**Conditions de conservation :** Au sec à l'abri de la chaleur et de la lumière

**Densité : 0,920**

**Composition en acides gras :**

**Acides gras essentiels polyinsaturés (AGPI ou AGE) ou vitamine F,**

Acide linoléique (oméga 6) : (26,04 %)

Acide linolénique (oméga 3) : (1,14 %)

**Acides gras monoinsaturés (AGMI),**

Acide oléique (oméga 9) : (46,27 %)

Acide palmitolique (oméga 7) : (2,28 %)

## ANNEXE 10 (2/2)

**Acides gras saturés,**

Acide palmitique : (24,39 %)

Acide stéarique : (2,09%)

**Propriétés cosmétiques des acides gras insaturés : Nourrissantes, protectrices,** adoucissantes assouplissantes, régénératrices, redonnent éclat et souplesse, préservent d'un vieillissement prématuré.

**Autres constituants actifs** :

- Présence de Vitamine E (314,20 mg/Kg d'huile), avec 41,26 ; 140,86 et 113,76 mg/Kg d'huile, respectivement pour Alpha, (bêta+gamme) et delta-Tocophérol.

- Riche en phénols totaux : 41,58 mg d'acide gallique / Kg d'huile brute

**Utilisation de l'huile :**

**Propriétés :** Excellente activité antioxydante, anti-âge puissant, facilite et accélère la cicatrisation de la peau, grand pouvoir émollient, lisse adoucit et assouplit la peau, nourrissante et protectrice, elle protège de la déshydratation

**Indications :** Soins anti-âge et restructurant pour peaux fatiguées, manquant de tonicité, cicatrisation des plaies, crevasses, gerçures et dermatoses.

**Mode d'emploi et conseils d'utilisation :** Pour le dosage elle s'utilise pure localement ou comme actif dans la composition de produits cosmétiques.

## ANNEXE 11 (1/1)

**FICHE TECHNIQUE DE L'HUILE D'AMANDE DOUCE**

**Description** L'huile d'Amande douce est obtenue par le pressage des graisses de l'arbre *Prunus amygdalus*

---

**Caractéristiques**

Densité relative à 20 °C 0.910 - 0.920

Indice d'acide (mg KOH/g) 0,8

Indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub>/kg) < 5

Indice de réfraction à 20 °C 1.461 - 1.473

Indice de saponification (mg KOH/g) 190

Indice d'iode (gI<sub>2</sub>/100g) 92 – 109

Point de congélation (°C) < - 10

Insaponifiable (%) < 1

**Composition en Acides Gras (%)**

C16 3.0 - 9.0%

C18:3 < 0.4%

C16:1 < 2%

C20 < 0.5%

C18 < 3.0 %

C20:1 < 0.5%

C18:1 60 – 86%

C22 < 0.2%

C18:2 20 - 30.0%

- Acides gras essentiels polyinsaturés (AGPI ou AGE) ou vitamine F : acide linoléique (oméga 6) (21.17%)
- Acides gras mono-insaturés (AGMI) : acide oléique (68.03%)
- Acides gras saturés (AGS) : acide palmitique (6.72%), acide stéarique (2.27%)

**Conditionnement**

Fût de 190 Kg, Tonnelet de 50 Kg.

## ANNEXE 12 (1/2)

Questionnaire enquête de satisfaction

Mesdames, Messieurs,

Tout d'abord, nous tenons à vous remercier de prendre quelques minutes de votre temps après une vingtaine de jours d'utilisation afin de répondre à ce questionnaire anonyme, qui a pour but de connaître vos appréciations concernant les essais de formulation de crème cosmétique à base d'huile des graines du Pistachier de l'atlas.

1) Etes-vous :

| Une Femme

| Un Homme

2) Pourriez-vous nous indiquer votre tranche d'âge :

| De 13 à 17 ans ?

| De 18 à 25 ans ?

| De 26 à 35 ans ?

| De 36 à 45 ans ?

| De 46 à 55 ans ?

| De 56 ans et + ?

3) Seriez-vous intéressées (s) par des Soins Esthétiques réalisés avec des Cosmétiques

Biologiques :

| Oui,

| Non,

| Peut-être

4) Sur une échelle de 100, veuillez cochez la réponse qui correspond à votre appréciation :

Bien être de la peau :

Médiocre (1 à 19)

Passable (20 à 39)

Moyen (40 à 59)

Bien (60 à 79)

Très bien (80 à 100)

## **ANNEXE 12 (2/2)**

Protection de la peau :

Médiocre (1 à 19)

Passable (20 à 39)

Moyen (40 à 59)

Bien (60 à 79)

Très bien (80 à 100)

Hydratation de la peau :

Médiocre (1 à 19)

Passable (20 à 39)

Moyen (40 à 59)

Bien (60 à 79)

Très bien (80 à 100)

Lissage de la peau :

Médiocre (1 à 19)

Passable (20 à 39)

Moyen (40 à 59)

Bien (60 à 79)

Très bien (80 à 100)

Douceur de la peau :

Médiocre (1 à 19)

Passable (20 à 39)

Moyen (40 à 59)

Bien (60 à 79)

Très bien (80 à 100)

5) Si vous avez des remarques ou des suggestions, vous pouvez les noter ci-dessous ?

.....