

***Optimisation des paramètres influençant le  
taux d'extraction de l'huile des graines de  
nigelle (Nigella Sativa L.) par pressage***

Réalisé par :

**HADJADJ Naima**

Directeur de thèse :Mr. Ferradji A. Maître de conférence(I.N.A)

Année universitaire : 2007/2008

Jury: Président :Mr. Assami M.KMaître de conférence (INA) Examineurs :Mr. Youyou A.Professeur (I.N.A) Mlle. Zermane N.Maître de conférence (I.N.A)



# Table des matières

Dédicace . . .	5
Remerciements . . .	6
Résumé : . . .	7
Abstract : . . .	8
ص خ لم . . .	9
Liste des abréviations . . .	10
Introduction . . .	12
Chapitre I : Généralités sur la graine de nigelle . . .	13
1. Historique . . .	13
2. Origine . . .	13
3. Description . . .	13
4. Classification botanique . . .	14
5. Composition biochimique . . .	15
6. Utilisation et vertus . . .	16
7. Situation économique actuelle . . .	17
a- Les principaux pays producteurs . . .	17
b- Les principaux pays exportateurs . . .	17
c- Culture en Algérie . . .	17
Chapitre II : Pressage hydraulique des graines oléagineuses . . .	18
1. Paramètres influençant le taux d'extraction d'huile . . .	18
1.1 Influence de la température . . .	18
1.2 Influence de la granulométrie . . .	19
1.3 Influence de la pression . . .	19
1.4 Effet de la teneur en eau . . .	20
1.5 Rôle des prétraitements . . .	21
Chapitre III : Huile de graines de nigelle . . .	22
1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle . . .	22
1.1 Teneur en huiles essentielles . . .	22
1.2 Composition en acides gras . . .	22
1.3 Fractions lipidiques . . .	23
1.4 Composition en phospholipides . . .	24
1.5 Composition en glycolipides . . .	24
1.6 Composition en stérols. . .	25
1.7 Composition en tocophérols . . .	26
2.2. Extraction . . .	27
2.3. Techniques de séparation . . .	27
Chapitre IV : Matériel et Méthodes . . .	30
1. Matériel végétal . . .	30
2. Méthodes analytiques . . .	30
2.1 Caractéristiques physiques de la graine de nigelle . . .	30

3. Localisation des sites producteurs d'huile . .	30
4. Analyses biochimiques de la graine de nigelle. . .	31
4.1 Teneur en eau . .	31
4.2 Teneur en cendre : (NF 503-720) . .	31
4.3 Dosage de l'azote total : (NF V 03-050) . .	31
4.4 Teneur en sucres . .	31
5. Méthodes d'extraction de l'huile . .	31
5.1 Extraction de l'huile par solvant : (NF V 03 905) . .	32
5.2 Extraction de l'huile par presse . .	32
6. Méthodes de détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle . .	37
6.1 Indices physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle . .	37
6.2. Dosage des acides gras de l'huile de graines de nigelle par chromatographie en phase gazeuse . .	40
6.3. Dosage des tocophérols par chromatographie liquide à haute pression (HPLC) . .	41
6.4. Analyse statistique . .	43
Chapitre V : Résultats et discussions . .	44
1. Caractéristiques physiques et botaniques de la graine de nigelle . .	44
1.1. Caractéristiques botaniques de la graine de nigelle . .	44
1.2. Caractéristiques physiques de la graine de nigelle . .	44
2. Localisation et répartition des sites producteurs d'huile dans la graine de nigelle . .	45
3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle extraite par presse hydraulique. . .	46
3.1. Composition en acides gras de l'huile de graines de nigelle . .	47
3.2. Composition en tocophérols de l'huile de graines de nigelle analysées par HPLC . .	47
4. Optimisation des paramètres influençant l'extraction par presse d'huile de graines de nigelle . .	51
4.1 Optimisation de l'extraction de l'huile dans le soxhlet . .	52
4.2 Optimisation des paramètres influençant l'extraction d'huile de graines de nigelle par presse. . .	52
4.3 Extraction d'huile des téguments de la graine de nigelle. . .	58
Conclusion . .	60
Références bibliographiques . .	61
Annexes . .	67
Annexe 1 . .	67
Annexe 2 . .	67
Annexe 3 . .	68
Annexe 4 . .	69

## Dédicace

*Je dédie ce travail : A mes chers parents. A ma très chère fille **Safia** qui a suivi mon travail avec attention, curiosité et patience et m'a accordé de son temps. A ma très chère nièce **Hanane**. A toute la famille **HADJADJ**. A tous ceux que j'aime.*

## Remerciements

Je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la volonté, le courage et la patience pour réaliser ce travail.

Je tiens à exprimer mes sincères gratitudes à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Mes remerciements vont à :

**Mr. ASSAMI M.K.**, Maître de conférences à l'INA, de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.

**Mr. FERRADJI A.**, Maître de conférences à l'INA, pour avoir accepté d'encadrer ce travail et m'avoir dirigée, conseillée, et encouragée, ainsi que pour sa bonne volonté, sa patience et ses précieux conseils, qu'il m'a prodigué tout au long de ce travail.

**Mr. YOUYOU A.**, Professeur à l'INA, d'avoir bien voulu examiner ce travail et être membre du jury.

**Mlle. ZERMANE N.**, Maître de conférences à l'INA pour avoir bien voulu examiner ce travail et de m'avoir toujours encouragée.

Je tiens à remercier également **Nabil** pour son dévouement, ses orientations et ses encouragements, tout au long de ce travail.

Je remercie également, **Mr. ZIKI** et **nacera** du département Zootechnie, **Fazou** du département Foresterie et **Dalila** et **Fatima** du département botanique pour leur aide.

Je ne saurai jamais remercier assez l'équipe de la D.E. et l'équipe compétente et formidable du département documentation pour leur coopération et encouragements durant tout le travail, qu'il me soit permis de leur exprimer ma profonde reconnaissance.

Mes remerciements vont également à tous mes enseignants et tous le personnel du département technologie alimentaire.

Je souhaite exprimer ma gratitude à tous mes amis (es) qui m'ont aidée par leur présence et leur amitié particulièrement **Mourad**.

## Résumé :

L'optimisation du taux d'extraction de l'huile de la graine de nigelle (*Nigella Sativa* L.)

par pressage hydraulique est influencée par la granulométrie la pression et la température.

Le taux d'extraction des graines entières est très faible, un broyage des graines est nécessaire pour faciliter l'extraction. Ce taux augmente avec l'élévation de la température et la pression,

Le meilleur rendement (66%) est obtenu pour une granulométrie inférieure à 1mm, une température de 50°C et une pression de 120 bars. Les analyses de l'huile de graine de Nigelle par (HPLC et CPG) ont révélé respectivement la présence des quatre tocophérols : #,#,#,et # avec la dominance de ce dernier ainsi que la richesse de cette huile en acide gras essentiel (C18 :2 # 6).

**Mots clés :** Huile, graine de nigelle, extraction, pressage hydraulique, optimisation, granulométrie, pression, température.

## Abstract :

The optimization of the rate of extraction of the nigella seeds (*Nigella Sativa L.*) oil by hydraulic pressing is influenced by the granulometry the pressure and temperature. The rate of extraction of the whole seeds is very weak, a crushing of seeds is necessary to facilitate the extraction. This rate augments with the rise of the temperature and the pressure, the best output (66 %) is obtained for a granulometry lower than 1mm, a temperature of 50°C and a pressure of 120 bars. The analyses of the black seed's oil by (HPLC and CPG) revealed respectively the presence of four tocophérols: #, #, #, and # with the dominance of this last as well as the richness of this oil in essential fatty acid (C18:2 # 6).

**Key words:** Oil, nigella seeds, extraction, hydraulic pressing, optimization, granulometry, pressure, temperature.



## ص خ لم

ان امثلة مردود استخلاص لزيت بدور الحبة السوداء بواسطة آلة الضغط الاوتوماتيكية يتوقف على الشروط التالية الضغط. الحرارة و حجم الحبيبات. حيث ان استخلاص الزيت من بدور الحبة السوداء كاماة يعطي مردود ضئيل. و منه اهمية الطحن لتسهيل عملية الاستخلاص. ان مردود الاستخلاص يتدسن بزيادة الضغط المطبق و الحرارة معا حيث ان افضل مردود نحصلنا على 66 بالمئة كان تحت الشروط التالية حجم الحبيبات اقل من 1 مم. الضغط 120 بار. الحرارة 50 درجة. التحليل الكيميائي ب (HPLC et CPG) على التوالي بين ان زيت الحبة السوداء تحوي على الاربعة توكوفيرول التالية  $\alpha, \delta, \gamma, \beta$ . مع سبادة هذا الاخير و كشف ايضا على ان هذا الزيت غني بالحمض الدهني (C18 : 2 ω 6).

**الكلمات المفتاح:** زيت الحبة السوداء. استخلاص. آلة الضغط. امثلة. حجم الحبيبات. الحرارة. الضغط.

## Liste des abréviations

ADN.	Acide désoxyribonucléique
AG.	Acides gras
AGL.	Acides gras libres
AGPI.	Acides gras polyinsaturés
ASG.	Acylate steryl glucoside
CPG.	Chromatographie en phase gazeuse
CCM.	Chromatographie sur couche mince
CER.	Glucocerebrosides
cm.	Centimètre
cm <sup>2</sup> .	Centimètrécarré
cm <sup>3</sup> .	Centimètre cube
DG.	Diglycérides
DGD.	Diglucoxyldiacylglycérol
ES.	Ester de stérols
g.	Gramme
HPLC	Chromatographie en phase liquide haute pression
I/S	Insaturé/saturé
kg.	Kilogramme
L.	Litre
M.	Masse
m.	Mètre
MG.	Monoglycérides
mg.	Milligramme
MGD.	Monoglucoxyldiacylglycerol
min.	Minute
mL.	Millilitre
mm.	Millimètre
MS.	Matière sèche
N.	Normale
ND.	Non détecté
Ø.	Diamètre
ODS.	Octadécylsilice
PPM.	Partie par million
RDT.	Rendement
SG.	Steryglucoside
SL.	Stérols libres
TAI.	Total acides gras insaturés
TAS.	Total acides gras saturés
TG.	Triglycerides
Tot.	Total
UV.	Ultraviolet
α.	Alpha
β.	Bêta
γ.	Gamma
δ.	Delta
µg.	Microgramme
µl.	Microlitre
ω.	Oméga
%.	Pourcentage
SQD.	Sulfoquinovosyldiacylglycérol
<.	Inférieur
>.	Supérieur

## **Introduction**

La graine de nigelle (*Nigella sativa* L.) connue depuis l'Antiquité fut cultivée par les Egyptiens, les Arabes, et les Indiens. Elle a été introduite par la suite dans plusieurs pays d'Europe et d'Afrique.

Les graines de nigelle produites à l'échelle mondiale principalement par l'Inde et le Pakistan constituent une source importante d'huile végétale utilisée dans le domaine pharmaceutique et médicinal.

Le Prophète Mohamed (QSSL) a incité les croyants à son utilisation en insistant sur les bienfaits de cette graine en tant que traitement médicinal 'contre tous les maux', ce qui a constitué une tradition pour le monde musulman en se référant à cette graine et à son huile pour guérir un bon nombre de maladies, de blessures, de brûlures et pour pallier à certains problèmes d'allaitement et d'anémie.

Les vertus médicinales de la *Nigella sativa* L. ont fait l'objet de plusieurs travaux de recherche, principalement pharmacologiques, qui ont effectivement prouvé scientifiquement une bonne partie de ces propriétés curatives (Attia, 2003 ; Ramadan et Morsel, 2004 ; Cheikh Rouhou, 2006 ; Benkaci, 2007).

La culture de la nigelle est peu développée en Algérie, elle est cultivée uniquement à l'échelle traditionnelle principalement dans les régions de Ouargla, Biskra, Timimoun, Adrar, et Skikda. La production nationale des graines oléagineuses est très insuffisante. Les besoins de consommation sont couverts par les importations, à titre d'exemple en 2007 l'Algérie a importé plus de 1700 tonnes de graines oléagineuses dont la nigelle.

L'objectif de notre travail de recherche porte sur une contribution à l'étude de l'optimisation du taux d'extraction d'huile de graines de nigelle cultivée en Algérie par pressage et à l'analyse physico-chimique de cette huile.

Notre étude est constituée de trois parties. La première partie comporte les travaux antérieurs réalisés par plusieurs chercheurs sur les méthodes d'extraction et la qualité nutritionnelle d'huile de nigelle. La deuxième partie est consacrée à la description de la presse hydraulique de laboratoire, à la méthode d'optimisation d'extraction d'huile et à l'analyse physico-chimique de l'huile obtenue. La dernière partie présente les résultats et discussion de notre étude.

# Chapitre I : Généralités sur la graine de nigelle

## 1. Historique

La graine de nigelle remonte à l'histoire très ancienne ; connue depuis l'antiquité romaine, elle fit partie des condiments observés sur les papyrus, les peintures murales et les sculptures de l'Égypte ancienne (Delaveau, 1987 ; Teuscher et *al.*, 2005 ).

Des traces d'huile de graines de nigelle furent récemment retrouvées sur le sarcophage de Toutankhamon (1463-1443 av. J-C) (Linditsch, 2000). Elle fut mentionnée par Hippocrate et dans la Bible, ainsi que dans la médecine coranique par le Prophète Mohamed (QSSL) qui a incité les croyants à son utilisation en insistant sur les bienfaits de cette graine en tant que traitement médicinal : «soignez-vous en utilisant la graine de nigelle, c'est un remède contre tous les maux à l'exception de la mort» (El Boukhari). Ce qui a constitué une tradition pour le monde musulman en se référant à cette graine et à son huile pour guérir un bon nombre de maladies. La nigelle est citée dans la liste des médicaments naturels dans la médecine coranique (Anonyme, 2005). Elle est aussi mentionnée dans l'ordonnement de Charlemagne « *Capitulare de villis* » (rédigé vers 795) (Teuscher et *al.*, 2005) .

Plusieurs savants musulmans se sont intéressés à cette graine; citons Ibn-Sina (Avicenne, 980-1037) qui dans son "Livre de la guérison", a mis en exergue la réputation de cette graine, il mentionne que la graine de nigelle stimule l'énergie du corps ; elle a une action contre la fatigue, les maux de tête, la paralysie faciale, la lèpre, et les calculs rénaux, le désordre digestif et les maladies gynécologiques et respiratoires.

## 2. Origine

La nigelle est originaire de l'Asie occidentale, du Moyen Orient et de l'Inde (Mokkedem, 2004 ; Teuscher et *al.*, 2005).

## 3. Description

C'est une plante annuelle herbacée d'une hauteur moyenne de 30 à 60 cm, de croissance rapide, qui possède des feuilles très découpées avec des rameaux serrés entre eux et un port dressé. Les fleurs sont de couleur blanche en forme étoilée très riche en nectar (figure 1/A et B), le fruit est une capsule d'abord verte puis grise, il contient de nombreuses graines qui sont blanches après la nouaison et prennent une couleur noire à maturité (Gaussen et *al.*, 1982 ; Teuscher et *al.*, 2005).



**Fleurs de *Nigella sativa* L. (A et B)**



**C**

**(C) Capsule de *Nigella sativa* L.**



**D**

**(D) Graines de *Nigella sativa* L.**

*Figure 1 : Nigella sativa L.*

(Gausсен et *al.*, 1982 ; Teuscher et *al.*, 2005). Les graines sont aromatiques, triangulaires, anguleuses, d'un noir intense du latin nigellus (noirâtre), de 2 à 3 mm de long (figure1/D).

## 4. Classification botanique

Règne :	<i>Plantae</i>
Division :	<i>Magnoliophyta</i>
Classe :	<i>Magnoliopsida</i>
Ordre :	<i>Ranunculales</i>
Famille :	<i>Ranunculaceae</i>
Genre :	<i>Nigella</i>
Espèce:	<i>Nigella Sativa L.</i>

La graine de nigelle est connue dans le monde sous différents noms ;

Nom scientifique : *Nigella Sativa L.*

Noms Vernaculaires : Sanouj, sinouj, kemmoun açonel, habba es'souda, kammoun chedhaf, chith, kahta, bounefa, zerara, el khal, tikaminin, habet el Baraka.

Noms allemands : Echter Schwarzkumamel, Römischer hummel.

Noms anglais: Black Cumin, Black seeds, Small garden fennel, Fennelflower.

Noms français : Nigelle cultivée, Cumin noir, Graine noire, Araignée, Tout épice, Nielle, Faux cumin, Quatre épices.

La graine de nigelle possède plusieurs autres espèces telles que la *Nigella damascena* (D'Antuono et al., 2002), la *Nigella arvensis*, la *Nigella gallica*, la *Nigella orientalis* et la *Nigella hispanica*.

Il convient de souligner que la *Nigella sativa* est de loin la plus abondante et la plus cultivée à l'échelle mondiale et locale, dotée de pouvoirs médicinaux importants, elle est très appréciée en tant que condiment sous forme de graine ou d'huile extraite.

Les autres espèces, *Nigella arvensis* et *Nigella damascena*, sont pratiquement indisponibles sur le marché et dans les champs de culture. Elles sont plutôt localisées dans des endroits isolés à l'état sauvage (Benkaci, 2007).

## 5. Composition biochimique

La graine de Nigelle contient plus de cent composants dont beaucoup restent à découvrir. Le tableau 1 regroupe la composition biochimique de la graine de nigelle cultivée dans différents pays.

Tableau 1 : Composition biochimique de la graine de Nigelle.

Caractéristiques	Egypte <sup>1</sup>	Egypte <sup>2</sup>	Tunis <sup>3</sup>	Iran <sup>4</sup>
Humidité (%)	6,4	7,0 ± 0,5	Nd	Nd
Protéine (%)	20,6	20,8 ± 1,1	26,7	22,6
Lipides totaux (%)	37,4	34,8 ± 1,9	28,48	40,35
Cendres	4,8	3,7 ± 0,7	4,86	4,41
Sucres totaux	30,8	33,7 ± 0,5	40,0	32,7

(Source : (1) Abdel-Al et Atta (1993) ; (2) Atta (2003) ; (3) et (4) (Cheikh-Rouhou et al., 2006)).

Les graines de nigelle sont une bonne source de protéines et d'huile. Les valeurs rapportées par Abdel-Al et Atta(1993); Atta (2003); et Cheikh-Rouhou et *al.*, (2006), montrent que le composé majeur de la graine de nigelle sont les lipides avec un taux qui varie entre 28,48 et 40,35 % d'une région géographique à une autre .

## **6. Utilisation et vertus**

Les Orientaux et les Egyptiens en font une grande consommation, car ils pensent qu'en plus de son effet carminative et diurétique, la graine de nigelle renforce le système immunitaire et stimule la lactation. Ils l'utilisent aussi à des fins alimentaires pour assaisonner les fruits et légumes et aromatiser les produits boulangers (Atta, 2003).

En Extrême-Orient, la nigelle constitue un remède contre les maladies respiratoires, l'asthme bronchique, le rhumatisme, les maladies inflammatoires, les problèmes digestifs et parasitaires en cas de raideurs de douleurs articulaires et d'eczéma (Anonyme<sup>1</sup>, 2006 ; Teuscher et *al.*, 2005).

En Europe, la nigelle remplaçait les épices trop coûteuses pour certaines bourses au moyen âge, elle servait à aromatiser le vin et comme aromate de boulangerie (Delaveau, 1987) ; actuellement, elle est utilisée comme plante ornementale pour ses fleurs (Anonyme<sup>2</sup>, 2006).

En Algérie, le pain et les produits boulangers sont aromatisés avec la nigelle et au Sud, principalement dans la région d'Adrar, elle constitue l'épice principale dans la préparation de soupes. Actuellement, elle est employée en médecine traditionnelle comme emménagogue cholagogue, carminatif, vermifuge, diurétique, stimulant de la sécrétion du lait, décontractant des muscles lisses (Zouaghi, 1985 ; Mokkedem, 2004) et grâce à son arôme citronné et légèrement piquant, elle reste présente dans de nombreuses cuisines, comme épice, et arôme pour les produits boulangers (Anonyme, 2005).

La graine de nigelle possède un très large spectre d'utilisations en médecine traditionnelle récemment prouvé par des études pharmacologiques et biologiques.

La haute teneur en composés actifs et en antioxydants tels que les tocophérols (Ramadan et Morsel, 2002), la thymoquinone, le thymol, le carvacrol et le p-cymène (Buritset Bucar, 2000 ; Benkaci, 2007), a amené les chercheurs à tester son effet dans plusieurs domaines médicaux (Goreja, 2003), tels que l'activité gastrique (El-Dakhkhiet *al.*, 2003), et gastro-protectrice (El-Abhar et *al.*, 2003), l'immunopharmacologie (El Kadi et Kandil, 1987) ; (Fararh et *al.*, 2004), la cytogénétique (Aboul-Ela, 2002), l'hématologie (Al-Jishi et Abou Hozafa, 2003 ; Zaoui et *al.*, 2002), l'insulinotropie (Fararh et *al.*, 2002 ; Benhaddou-Andaloussi et *al.*, 2004), la neuropharmacologie (Al-Naggar et *al.*, 2003), la bactériologie (Manoj Nair, et *al.*, 2005 ; El Kamali, 1998), la cardiologie (El-Saleh et *al.*, 2004), les activités anti-inflammatoire, analgésique, antipyrétique et antifongique (Al-Ghamdi, 2001 ; Bourel et *al.*, 1993), la toxicologie (Badary et *al.*, 2000 ; Daba et Abdel-Rahman, 1998), la cancérologie (Novakova et *al.*, 2003 ; Badary, 1999) et le diabète (Meral et *al.*, 2004).

Il est à signaler qu'aux doses usuelles l'usage de la nigelle comme épice ne représente, à notre connaissance, aucun risque de toxicité ni aigu ni chronique. Cependant une prise de 20g de graines provoque chez la femme enceinte des vomissements et est susceptible d'entraîner l'avortement (Teuscher et *al.*, 2005).



## 7. Situation économique actuelle

### a- Les principaux pays producteurs

---

Les principaux pays producteurs de la nigelle sont : les USA, l'Inde, le Pakistan, l'Irak, l'Iran, le Yémen, la Syrie, la Jordanie, l'Éthiopie, le Soudan, l'Égypte, (Jansen, 1981 ; Ben Dekken, 1994 ; Teuscher et *al.*, 2005 ).

### b- Les principaux pays exportateurs

---

Les principaux pays exportateurs de la nigelle sont l'Inde, l'Égypte, le Moyen-Orient, et le sud de l'Europe, (Teuscher et *al.*, 2005).

### c- Culture en Algérie

---

La nigelle est très peu cultivée en Algérie, elle est limitée à l'échelle traditionnelle dans les régions de : Ouargla, Biskra, Timimoun, Adrar, Médéa et Skikda, (Mokkedem, 2004 ; Bousbia, 2004 ; Benkaci, 2007).

L'Algérie importe la nigelle principalement de l'Inde, de la Chine et de la Syrie. A titre d'exemple les importations globales en graines et fruits oléagineux (dont la nigelle) de l'année 2007 sont de l'ordre de 1 737 804 kg (Annexe 1).

# Chapitre II : Pressage hydraulique des graines oléagineuses

Les techniques d'extraction classiques appliquées sur les graines oléagineuses, tels que les pressages discontinus ou manuels et l'extraction par solvants, sont très utilisées en raison de leur simplicité et de leur faible coût de mise en oeuvre.

## 1. Paramètres influençant le taux d'extraction d'huile

L'amélioration du taux d'extraction d'huile des graines oléagineuses par pressage hydraulique, qui est le facteur déterminant de toutes industrialisations (Parmentier et *al.*, 2004), est influencée par certains paramètres tels que : la température, la pression, la granulométrie, la teneur en eau au cours de l'extraction.

### 1.1 Influence de la température

---

Plusieurs travaux de recherche ont montré l'effet positif de l'augmentation de la température sur l'amélioration du rendement d'extraction d'huile des graines oléagineuses.

Les travaux de Taylor (1937), ont montré que la cuisson des graines de coton à des températures supérieures à 130°C permettait d'accroître le rendement d'extraction d'huile.

Par ailleurs, Mrema et McNulty (1979), rapportent que lors du pressage des noix de cajou et de la graine de colza, le taux d'extraction augmente significativement avec l'élévation de la température de 20°C à 140°C.

Norris (1974), a également constaté que la cuisson thermique permet de coaguler les protéines des parois cellulaires pour les rendre perméables à l'huile ; simultanément la cuisson permet la coalescence des petites vésicules d'huiles en larges gouttes en détruisant l'émulsion protéines-lipides; selon cet auteur, cette opération diminue les interactions entre l'huile et la surface solide des graines permettant l'augmentation du rendement en huile lors du pressage.

De même Hammonds et al. (1991), ont constaté qu'un pré-traitement à 60°C de la pâte d'arachide permet d'accroître le rendement en huile, notamment en faible pression. En effet, un traitement à la vapeur de 15 à 90 min à 70-130°C intervient dans certains cas, avant ou après le broyage. Il a l'avantage de faire éclater les cellules qui libèrent l'huile plus facilement, de la rendre plus fluide, et de détruire certaines substances indésirables comme le gossypol présent dans la graine de coton, d'accroître le rendement d'extraction (Cheftel J.C.1992).

Mountasser et El Hadek (1999), ont montré qu'entre 25°C et 75°C, l'effet de la température sur l'extraction d'huile d'Argan paraît faible mais au delà de 75°C le rendement d'huile augmente nettement, il atteint une valeur optimale de 36 % pour une température de

175°C mesurée au niveau de la presse. Ces auteurs expliquent cela par l'augmentation de la fragilité et de la perméabilité des parois des cellules lipidiques en fonction du chauffage, par la suite la libération d'huile stockée à l'intérieur de celles-ci croît lorsque la température est plus élevée.

Les travaux de Ferradji et al. (2001), sur les amandes de noyaux d'abricots, montrent que le traitement thermique permet d'accroître le rendement d'huile. Ils rapportent que le pressage hydraulique de 500 g d'amandes broyées grossièrement, non précuites à la vapeur, donne un faible rendement évalué à 12,33%. Cependant dans le cas des amandes traitées à la vapeur d'eau pendant 40 min, le rendement augmente à 42,8%.

L'augmentation de la température permet l'accroissement de la solubilité et de la diffusivité du soluté et la diminution de la viscosité et facilite par conséquent l'écoulement et l'extraction du substrat sous l'effet de la pression (Lanoisellé, 1994), elle doit être limitée pour éviter les risques de la dégradation thermique du soluté (Leybros et Frémeaux, 1990).

### 1.2 Influence de la granulométrie

---

Le broyage a pour objet de réduire la dimension des amandes afin de faciliter le travail de la presse ou du solvant. De nombreuses études ont été réalisées à ce sujet :

Singh et al. (1984), ont montré que le pressage du tournesol, à partir de graines broyées permet un meilleur rendement d'extraction que les graines entières ou décortiquées. Ces auteurs ont conclu que l'absence de coques fibreuses dans le gâteau nuisait à l'écoulement de l'huile et concourait à augmenter sa résistance spécifique.

Par contre, Mrema et McNulty (1979), rapportent un résultat inverse pour le colza; le broyage de la graine en particules de 0,3 à 0,6 mm tendait à réduire le rendement d'extraction d'huile de 68% à 20%.

Cependant Mountasser et El Hadek (1999), rapportent que le rendement d'huile extraite à partir d'*Argania Spinosa* et le pourcentage des tourteaux restants passent respectivement par des valeurs optimales de 35% et 48% par rapport aux poids des amandes séchées pour une granulométrie de 1000 µm.

Selon ces derniers auteurs les variations du rendement d'huile d'argan extraite et de la quantité du tourteau en fonction de la granulométrie des amandes sont dues à l'action du broyage ; en effet ce dernier permet de réduire et fracturer les amandes en fines particules, ce qui facilite alors le travail de la presse. L'huile sort par simple écrasement des cellules lipidiques.

Ferradji et al. (2001), constatent que la granulométrie a un effet très significatif sur le rendement d'huile de graine d'abricots par pressage hydraulique. Une granulométrie optimale de 1 mm a nettement amélioré le rendement d'huile qui a augmenté à 55,23%.

### 1.3 Influence de la pression

---

Les matières premières oléagineuses sont toujours pressées dans des presses hydrauliques ou des presses continues à vis à haute ou à basse pression (2,5 à 150 bars). L'opération à basse pression donne une huile de meilleure qualité mais avec un rendement de 2/3 environ (Cheftel J.C. 1992, 1992).

Plusieurs travaux de recherche ont montré l'effet positif de l'augmentation de la pression. Parmi ces derniers, on cite ceux de :

Hammonds et al. (1991), qui ont étudié le pressage hydraulique de la pulpe de noix de coco broyée et de la pâte de graine d'arachide ont montré qu'une augmentation de pression permettait d'accroître le rendement d'extraction en huile.

Sivala et al. (1991), ont examiné le pressage du son de riz et notamment le rendement d'extraction en huile en fonction de la pression et du temps de pressage. L'analyse de la variance a montré qu'une augmentation de pression et du temps de pressage permettaient d'accroître de façon importante le rendement d'extraction d'huile.

Mountasser et El Hadek (1999), ont rapporté que lorsque la pression croît, le taux d'huile extraite augmente jusqu'à épuisement total pour des pressions de  $400 \text{ kg/cm}^2$  et ont expliqué que cette augmentation serait due à l'action des forces mécaniques qui fragilise et fragmente les cellules lipidiques.

Selon Ferradji et al. (2001), le rendement maximal (42,8%) en huile des amandes d'abricot broyées grossièrement et précuites à la vapeur pendant 40 min. est obtenu pour une pression de 150 bars. Ce rendement varie faiblement pour des pressions comprises entre 150 et 250 bars.

## **1.4 Effet de la teneur en eau**

---

Les tous premiers travaux sur le pressage hydraulique des graines oléoprotéagineuses indiquent que l'humidité des graines influence de façon importante le rendement d'extraction d'huile (Lanoisellé et Bouvier, 1994).

Ainsi KOO (1942), a observé une diminution du rendement d'extraction à froid de l'huile d'abrasin, lorsque la teneur en eau dépasse 6%.

Le rendement de pressage de la graine de coton est amélioré si l'on fixe la teneur en eau à 7-8 % grâce à une cuisson préalable à  $129,5^\circ\text{C}$  (Taylor, 1937).

Smith et Kraybill (1933), ont obtenu pour la graine de soja le meilleur rendement d'extraction 78,7% avec des graines complètement séchées. La teneur en eau optimale dépend étroitement de la température.

Une teneur résiduelle en huile minimale de 4,5%, pour des conditions de pressage de  $98^\circ\text{C}$  et 6,5% de teneur en eau, a été obtenue par Hickox (1953) pour les graines de coton.

Khan et Hanna (1984), ont confirmé l'interaction humidité température, les meilleurs résultats pour le pressage de soja ont été obtenus à 9,5-10% de teneur en eau.

D'autre part, Sivala et al. (1991), ont montré que le rendement d'extraction augmente lorsque la teneur en eau du son augmente. A pression élevée (25,5 MPa), les auteurs ont mis en évidence une teneur optimale à 10,5%.

Un travail sur la pulpe de noix de coco et la pâte de graines d'arachide a été réalisé par Hammonds et al. (1991), et ils ont également identifié une teneur en eau optimale de l'ordre de 10 à 12 % dans les deux cas quelque soit la pression appliquée. Ces mêmes auteurs ont constaté que la teneur optimale en eau était indépendante du prétraitement thermique (pâte d'arachide) et la taille des particules (pulpe de noix de coco).

En outre, Ferradji et al. (2001), ont constaté que le rendement en huile augmente avec l'accroissement de la teneur en eau, le taux d'extraction est faible (12,33%) pour les amandes non pré-cuites ayant une teneur en eau de 8,34%.

Après un traitement thermique de 40 min., la teneur en eau augmente à 14,66%, et à cette valeur, le rendement d'huile augmente lui aussi à une valeur optimale de 42,8%. Lorsque la teneur en eau est supérieure à 14,66% la teneur en huile diminue.

Ces observations ont permis de conclure que le rendement d'huile est influencé simultanément par le traitement thermique et la teneur en eau. Ce qui est en accord avec les résultats obtenus par Lanoisellé et Bouvier (1994), qui ont signalé l'influence du couple traitement thermique–teneur en eau sur le taux d'extraction d'huile des graines oléagineuses.

### 1.5 Rôle des prétraitements

---

Le prétraitement des graines oléoprotéagineuses qui vise à faciliter l'extractibilité d'huile comprend le plus souvent une opération mécanique et une cuisson thermique (Lanoisellé et Bouvier, 1994).

Le décorticage ou dépelliculage est, selon Laisney (1984 et 1992), l'opération permettant de séparer l'amande de la coque respectivement de la pellicule. Cette opération est précédée d'un cracking permettant de craqueler la coque. Le terme de concassage est réservé à un traitement mécanique permettant d'éclater les graines. Ces dernières une fois concassées peuvent subir un aplatissage ou un laminage. L'objectif de cette opération est d'augmenter le rapport surface / volume. Ainsi, le floconnage est une opération d'aplatissage couplée à un effet thermique permettant d'augmenter la plasticité de la graine. Le prétraitement est indispensable et permet d'accroître les performances du pressage mécanique.

Une comparaison a été faite par Khan et Hanna (1984), sur trois types de prétraitements mécaniques des graines de soja broyées avec coques des graines brutes floconnées par extrusion à 140°C et des graines dépelliculées et aplaties.

Les rendements les plus élevés sont obtenus par pressage hydraulique (les conditions de pressage étaient de 60°C, 9,5-10 % de teneur en eau et 65 Mpa de pression et 6 min. de temps de pressage), ils furent de 85,7 % pour le soja aplati, 60 % pour le soja floconné et 57 % pour le soja broyé.

Il faut noter que dans la comparaison de ces résultats, est inclut l'effet de la présence des coques. D'autre part, les auteurs ont conclu que dans le cas de la graine broyée, la présence de la coque a un effet favorable sur le rendement de pressage.

# Chapitre III : Huile de graines de nigelle

## 1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle

Atta (2003), en étudiant les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle extraite par presse et par solvant, a constaté que le taux d'extraction par solvant (34,78%) est largement supérieur à celui de la presse (24,76%), ceci est expliqué par le fait que le solvant a tendance à extraire la majorité des composés lipidiques (Tableau 2). Ces résultats sont similaires à ceux de Ramadan et Morsel (2002).

Tableau 2 : Propriétés physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle influencées par la méthode d'extraction.

Propriétés	Type d'extraction	
	Presse	Solvant (hexane)
Huile extraite (%)	24,76	34,78
Densité	0,9110 ± 0,0003	0,9210 ± 0,0002
Indice de réfraction (à 22°C)	1,4732 ± 0,0001	1,4721 ± 0,0002
Point de fusion (°C)	1,7 ± 0,6	3,3 ± 0,6
Indice de couleur	R J B 08 42 14	R J B 11 42 81
Indice d'acide (mg KOH/1g huile)	11,0 ± 0,0	6,7 ± 0,4
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg huile)	13,5 ± 0,2	10,7 ± 0,4
Indice d'iode (g I <sub>2</sub> /100 g huile)	115 ± 31	128 ± 21
Indice de saponification (mg KOH / g huile)	192 ± 2,0	203 ± 3,0
Matières Insaponifiables (%)	1,0 ± 0,4	1,8 ± 0,3

(Source : Atta, 2003)

### 1.1 Teneur en huiles essentielles

---

Teuscher et al. (2005), ont rapporté que l'huile de nigelle obtenue par pression à froid renferme certains constituants de l'huile essentielle par exemple jusqu'à 0,2% de thymoquinone, ce qui lui confère une saveur épicée.

### 1.2 Composition en acides gras

---

Le dosage par chromatographie en phase gazeuse de l'huile de graines de nigelle a révélé que les acides gras majeurs sont : l'acide myristique C14 :0 ; l'acide palmitique C16 :0 ; et l'acide stéarique C18 :0 pour les acides gras saturés, l'acide oléique C18 :1 ; l'acide linoléique C18 : 2 ω-6 et l'acide linoléique C18 : 3 ω-3 pour les acides gras insaturés.

Le total des acides gras saturés et insaturés dans l'huile extraite par presse est 29,2% et 69,7% respectivement, leurs valeurs correspondantes dans l'huile extraite par solvant

sont 24,8% et 73,5 %. Le rapport I/S est de 2,4 et 3,0 respectivement pour l'huile extraite par presse et celle par solvant (Atta, 2003), (Tableau 3).

**Tableau 3 : Composition en acides gras de l'huile de graines de nigelle influencée par la méthode d'extraction.**

Acide gras (%)	Extraction par presse	Extraction chimique
C14 : 0	11,1±1,1	9,8 ± 2,1
C14 : 1	Nd	Nd
C16 : 0	12,1 ± 3,4	9,9 ± 3,3
C16 : 1	0,5 ± 0,1	0,7 ± 0,5
C18 : 0	3,7 ± 1,7	3,3 ±1,2
C18 : 1	18,9 ± 5,4	20,1 ± 6,1
C18 : 2	47,5 ± 6,5	49,0 ± 5,7
C18 : 3	2,1± 0,4	2,7 ± 1,1
C20 : 0	1,2 ± 0,8	0,7 ± 0,4
C22 : 0	0,9 ± 0,1	0,8 ±0,2
C22 : 1	0,7 ± 0,1	1,0 ± 0,1
C24: 0	0,2 ± 0,1	0,3 ± 0,1
Tot. AG connus	98,9	98,3
Tot. AI inconnus	1,1	1,7
TAS	29,2	24,8
TAI	69,7	73,5
I / S	2,4	3,0
ω-6 / ω-3	22,6	18,0

(Source : Atta, 2003)

### 1.3 Fractions lipidiques

Atta (2003), a signalé que l'huile extraite par les deux méthodes (presse et solvant) contient les mêmes fractions lipidiques qui sont : les monoacylglycerols les diacylglycerols et les triacylglycerols, les stérols libres, les esters de stérol, et les acides gras libres, avec dominance des triacylglycérols et les acides gras libres (Tableau 4).

**Tableau 4 : Fractions lipidiques de l'huile de graines de nigelle influencées par la méthode d'extraction.**

Classe lipidique	Extraction par presse (g/100g MS)	Extraction chimique ((g/100g MS))
Lipides polaires	3,7 ± 0,2	4,8 ± 0,8
Monoacylglycerols	4,8 ± 0,7	5,7 ± 0,5
Acides gras libres	14,2 ± 0,5	8,3 ± 0,2
Diacylglycerols	5,1 ± 0,7	4,1 ± 0,8
Triacylglycerols	57,5 ± 2	63,2 ± 2,2
Ester de stérols	2,5 ± 0,4	4,4 ± 0,4
Stérols libres	3,0 ± 0,8	5,0 ± 0,6
Inconnus	5,4 ± 0,5	4,5 ± 0,3

(Source: Atta, 2003)



### 1.3.1 Acides gras des fractions lipidiques

Atta (2003), a rapporté que l'acide linoléique (C18 :2) est le principal acide gras essentiel identifié dans les fractions lipidiques suivantes : les triglycérides, et les acides gras libres, respectivement dans les proportions de ; 44,0% ,37% et 30,7%. Le même auteur a constaté que l'acide myristique a des teneurs élevées dans la fraction des monoglycérides (37,8%) et des esters de stérol. (48,7%) (Tableau 5).

Tableau 5 : Profil glyceridique des acides gras de l'huile de graines de nigelle.

Acides gras	AGL (g/100gMS)	MG (g/100gMS)	DG (g/100gMS)	TG (g/100gMS)	ES (g/100gMS)
C14 : 0	9,4	37,8	17,4	5,3	48,7
C16 : 0	11,7	12,6	15,1	17,5	11,5
C16 : 1	Nd	Nd	0,9	1,7	Nd
C18 : 0	8,3	3,3	3,9	6,5	4,8
C18 : 1	28,4	10,3	14,1	15,1	7,2
C18 : 2	30,7	32,0	37,2	44,0	17,1
C18 : 3	0,7	0,5	0,7	1,9	1,1
C20 : 0	3,5	Nd	0,9	1,1	4,3
C22 : 0	Nd	Nd	1,3,	0,9	Nd
C22 : 1	6,6	Nd	4,9	2,8	2,1
Inconnu	0,7	3,6	3,6	3,2	3,2

(Source: Atta, 2003).

Nd : non détecté

Ramadan et Morsel (2003), rapportent que les composants majeurs des fractions lipidiques de l'huile de graines de nigelle sont des lipides neutres, principalement les triglycérides qui sont évalués à 97,2%, suivi par les lipides polaires évalués à 3% entre phospholipides et glycolipides.

Les lipides complexes ont une place fondamentale dans le métabolisme intermédiaire et dans les cellules de certains organes nobles comme le cerveau et le foie.

Les lipides complexes surtout les phospholipides et glycolipides occupent une place fondamentale dans la structure des tissus nerveux et de ses enveloppes. Les glycolipides sont impliqués directement dans le transfert d'information qui contrôle l'activité métabolique cellulaire, ils sont également impliqués en tant que récepteurs de virus, de métabolites régulateurs (hormones, interféron, anticorps, antigènes ...) (Louisot, 1980).

## 1.4 Composition en phospholipides

---

Les fractions de phospholipides, sont constituées dans un ordre décroissant par la phosphatidylcholine (46,48%), la phosphatidylethanolamine, phosphatidylserine la phosphatidylinositol, la phosphatidylglycerol, la lysophosphatidylethanolamine et la lysophosphatidylcholine. Ces trois dernières fractions lipidiques sont isolées à quantité égale (Ramadan et Morsel, 2002).

## 1.5 Composition en glycolipides

---



Ramadan et Morsel (2003), en étudiant la composition d'huile de graines de nigelle en glycolipides, en sucres et en stérols ont montré la présence de six classes de glycolipides où le diglucosyldiacylglycérol (DGD.) a une teneur de 50% suivi par le glucocérebroside (CER.).

L'Acylate steryl glucoside (ASG.), le monoglucosyldiacylglycerol (MGD.) et le sterylglucosyl (SG.) sont trouvés à des quantités égales et représentent ensemble 30% du total du glycolipide. Cependant, les sulfoquinovosyldiacylglycérol (SQD.) ne représentent que 5%.

**Tableau 6 : Sous classes des glycolipides de l'huile de graines de nigelle**

Total glycolipides (g/100 LT)	2,59					
Fractions glycolipidiques	ASG	MGD	SG	CER	DGD	SQD
Taux (g/100g GL)	9,95	7,88	9,45	11,9	55,6	5,08

(Source : Ramadan et Morsel, 2003).

LT : lipides totaux

GL : glycolipides

**Tableau 7 : Acides gras des sous classes des glycolipides de l'huile de graines de nigelle**

Fractions glycolipidiques	ASG	MGD	SG	CER	DGD	SQD
C16:0	19.9	20.1	Nd	20.1	16.9	18.5
C16 :1 ω-7	Nd	Nd	Nd	Nd	Nd	Nd
C18 :0	1.99	1.60	Nd	2.01	2.26	2.01
C18 :1 ω -9	24.9	22.9	Nd	27.2	26.1	23.9
C18 :2 ω -6	50.9	52.7	Nd	48.5	51.7	5.8
C20 :1 ω -9	Nd	0.71	Nd	Nd	0.71	0.41
C20 :2 ω -6	2.31	1.99	Nd	2.19	2.33	2.38

(Source : Ramadan et Morsel, 2003)

Atta, (2003) et Ramadan et Morsel, (2003) en analysant les acides gras des fractions lipidiques par chromatographie sur couche mince et chromatographie en phase gazeuse ont conclu que l'acide linoléique est l'acide gras majoritaire des fractions ; triacylglycérol (44%), diacylglycérol (37, 2%) et les acides gras libres (30,7 %).

Du point de vue nutritionnel Sugawara et Miyazawa (1999), ont mentionné que la moyenne journalière d'apport en glycolipides est de : 140 mg d ASG., 65 mg de SG., 50 mg de CER., 90 mg de MGD. et 220 mg de DGD.

Par conséquent, l'huile de graines de nigelle constitue une excellente source de glycolipides dans l'alimentation humaine (Ramadan et Morsel, 2003).

## 1.6 Composition en stérols.

Atta (2003), a dosé et identifié dans l'huile de graines de nigelle les stérols suivants : le cholestérol, le campestérol, le stigmastérol, le β-sitosterol, et le β-sitostanol dont les teneurs sont présentées dans le tableau 8.

Fractions (mg/100g d'huile).	Extraction par presse	Extraction par solvant
<b>Cholestérol</b>	52 ± 9	94 ± 17
<b>Campestérol</b>	28 ± 6	59 ± 12
<b>Stigmasérol</b>	68 ± 11	124 ± 19
<b>β-sitostérol</b>	636 ± 35	960 ± 60
<b>β-sitostanol</b>	44 ± 10	67 ± 13

(Source: Atta, 2003).

L'huile de graines de nigelle est riche en β sitostérol qui a la propriété d'inhiber l'absorption du cholestérol alimentaire (Moghadasian et Frohlich, 1999).

Cette propriété est confirmée par les travaux d'El Dakhakhny et *al.* (2003), qui ont montré que l'huile de nigelle incorporée dans l'alimentation des rats (à raison de 800 mg / kg d'aliments durant 4 semaines) provoque une réduction significative des taux sanguins de cholestérol, de l'LDL et de triglycérides mais une augmentation de HDL.

## 1.7 Composition en tocophérols

Ramadan et Morsel (2002), ont rapporté que l'huile de graines de nigelle contient une quantité importante de tocophérols. Le tableau 9 présente les teneurs en tocophérols de l'huile de graines de nigelle ainsi que d'autres huiles végétales.

Huile végétale	Tocophérols (µg/ml)			Tocotriénols (µg/ml)			
	α	β	γ	δ	α	γ	δ
<b>Huile de palme</b>	198	Nd	Nd	11	210	408	87
<b>Huile de tournesol</b>	765	Nd	Nd	Nd	Nd	Nd	Nd
<b>Huile de noix</b>	12	Nd	517	61	Nd	Nd	Nd
<b>Huile de noix de coco</b>	3	Nd	Nd	13	8	32	Nd
<b>Huile de noisette</b>	425	Nd	68	17	Nd	Nd	Nd
<b>Huile de maïs</b>	263	Nd	1365	88	Nd	Nd	Nd
<b>Huile de graines de nigelle<sup>1</sup></b>	284	40	225	48	Nd	Nd	Nd

Tableau 9 : Teneurs en tocophérols et tocotriénols de quelques huiles végétales.

(Source : Bonvehi et collaborateurs 2000, (1) Ramadan et Morsel, 2002)

Nd : non déterminé

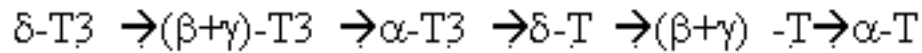


Figure 2 : composition chimique de base des tocophérols et des tocotriénols (X, Y et Z = H OU CH<sub>3</sub>) D'après Abidi et al., (2002).

Substituant du noyau	Tocophérols	Tocotriénols
5-7-8 Triméthyl	$\alpha$ -Tocophérol	$\alpha$ -Tocotriénol
5-8 Diméthyl	$\beta$ -Tocophérol	$\beta$ -Tocotriénol
7-8 Diméthyl	$\gamma$ -Tocophérol	$\gamma$ -Tocotriénol
8-Monométhyl	$\delta$ -Tocophérol	$\delta$ -Tocotriénol

Tableau 10 : Nomenclature des produits tocophéroliques naturels

Les tocophérols se composent d'un cycle chromanol mono-, di-, ou tri-méthylé auquel se trouve rattachée une chaîne carbonée latérale (chaîne phytyl) saturée de 16 carbones (Fernholz, 1938 ; Léger, 2000 ; Cuvelier, 2003 ; Tir, 2005).

Les tocophérols diffèrent entre eux seulement par le nombre et l'arrangement des groupements méthyles autour du cycle benzène du noyau chromanol (figure 2). La structure chimique des tocotriénols se compose également d'un cycle chromanol mono-, di- ou

triméthylé avec chaîne carbonée latérale, mais celle-ci contient 3 doubles liaisons en position 3', 7' et 11' (Tableau 10).

C'est la fonction phénolique qui est responsable de l'action anti-oxygène, protectrice des corps gras, la chaîne isoprénique leur conférant la liposolubilité (Tir, 2005).

## 2.2. Extraction

Les techniques d'extraction dépendent de la nature des échantillons qui peuvent être solides ou liquides et d'origine animale ou végétale.

Les tocophérols doivent être extraits à partir de l'échantillon, et dans de nombreux cas, concentrés avant analyse, à l'exception des huiles végétales qui peuvent être directement analysées, après une dilution, au moyen d'un système de chromatographie liquide de haute performance (Ruperez et al., 2001 ; Ramadan et Morsel, 2002).

## 2.3. Techniques de séparation

L'analyse des tocophérols dans l'extrait brut est réalisée au moyen de techniques chromatographiques (Abidi et al., 2002) principalement :

- La chromatographie liquide de haute performance en phase normale (HPLC en phase normale) ;

- La chromatographie liquide de haute performance en phase inversée (HPLC en phase inversée) ;

La chromatographie en phase liquide à haute pression est la plus utilisée pour les anti-oxydants liposolubles en raison de l'homogénéité de l'échantillon et de la spécificité de la technique. Seule une purification faible de l'échantillon est nécessaire, ce qui évite des pertes indésirables, (Abidi *et al.*, 2002).

La technique HPLC en phase normale a été adoptée par de nombreux chercheurs comme méthode de choix pour l'identification des antioxydants liposolubles tocots, en raison de la séparation relativement facile des isomères  $\beta$  et  $\gamma$  tocophérols et tocotriénols, (Tan et Brzuskiwicz, 1989). A l'opposé la technique de HPLC en phase inversée ne permet pas, quant à elle, de séparer les formes  $\beta$  et  $\gamma$  tocophérols et tocotriénols.

La figure 3 illustre nettement 2 pics distincts dans le chromatogramme A, obtenus par HPLC en phase normale et un pic unique pour le  $\beta$  et le  $\gamma$ -tocophérol dans le chromatogramme B, obtenu par HPLC en phase inversée.

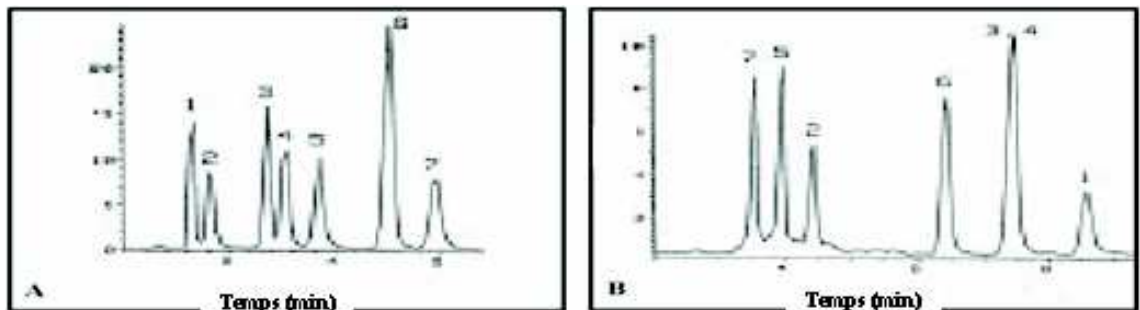
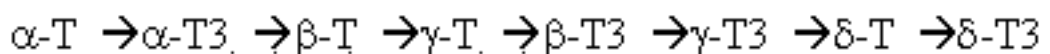


Figure 3 : Analyse des tocophérols et tocotriénols par chromatographie liquide de haute performance en phase normale (A) et en phase inversée (B). 1 correspond à  $\alpha$ -tocophérol, 2 à  $\alpha$ -tocotriénol, 3 au  $\beta$ -tocophérol, 4 au  $\gamma$ -tocophérol, 5 au  $\alpha$ -tocotriénol, 6 au  $\delta$ -tocophérol et 7 au  $\delta$ -tocotriénol, d'après Tan et Brzuskiwicz, 1989

Lors d'une HPLC en phase normale, l'élution se fait par ordre croissant de polarité (Skoog *et al.*, 2003). Ainsi, une colonne en phase normale permet une séparation basée tant sur le nombre de groupements méthyles que sur leur position sur le cycle chromanol.

Cette séparation indique que la polarité des tocophérols et tocotriénols diminue avec l'augmentation du nombre de groupements méthyles (Tan et Brzuskiwicz, 1989).

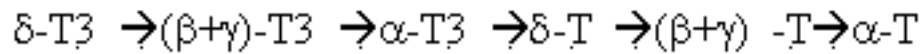
L'élution des tocophérols et tocotriénols dans une phase normale respecte donc l'ordre suivant :



Les tocophérols  $\alpha$  et  $\delta$  sont suivis de leur analogue insaturé (respectivement l' $\alpha$ -tocotriénol et le  $\delta$ -tocotriénol), vraisemblablement à cause des très faibles différences de polarité existant entre ces composés (Abidi, 2000).

Lors d'une HPLC en phase inversée avec phase stationnaire traditionnelle d'octadécylsilice (ODS), une séparation nette des composés à chaîne latérale saturée et insaturée se produit, et ce sont les tocophérols les moins polaires qui sont retenus le plus longtemps dans la phase stationnaire (Skoog *et al.*, 2003).

L'ordre d'éluion dans chaque classe de tocols va ainsi du composé le plus polaire à celui le moins polaire. L'éluion se fait ainsi par ordre croissant d'hydrophobicité :



Où les formes  $\beta$  et  $\gamma$  co-éluent (Tan et Brzuskiwicz, 1989 ; Abidi , 2000).

Bien que ne permettant pas la séparation des isomères  $\beta$  et  $\gamma$ , la technique de HPLC en phase inversée a pourtant été largement utilisée pour les échantillons ne contenant qu'un seul des deux isomères  $\beta/\alpha$ , comme c'est par exemple le cas pour la majorité des huiles végétales dépourvues de  $\beta$ - tocophérol, ainsi que pour l'analyse des échantillons où la séparation de ces formes n'était pas nécessaire pour l'expérience en cours (Cuvelier, 2003).

Cette technique présente cependant certains avantages, tels qu'une bonne reproductibilité des temps de rétention et des pics chromatographiques, une équilibrion plus rapide, une stabilité de colonne plus grande et la possibilité de coupler cette technique avec une méthode de détection performante, la détection électrochimique (Abidi et *al.*, 2002 ; Bonvehi et *al.*, 2000).

# Chapitre IV : Matériel et Méthodes

## 1. Matériel végétal

Les graines de nigelle variété (*Nigella sativa L.*), récoltées durant l'année 2006 proviennent de la wilaya de Skikda.

## 2. Méthodes analytiques

### 2.1 Caractéristiques physiques de la graine de nigelle

---

#### 2.1.1 Densité des graines

La densité apparente, appelée aussi poids spécifique est la masse d'un hectolitre de graines exprimée en kilogrammes et déterminée par l'appareil de mesure appelé le

« Nilema-litre » ou « hectolitre ». (Godon et Loisel, 1997).

#### 2.1.2 Poids de 1000 graines : (NF V 03-703)

La masse des 1000 graines, exprimée en grammes est déterminée par un appareil de mesure appelé « le Numigral ».

## 3. Localisation des sites producteurs d'huile

La localisation des sites producteurs d'huile est déterminée sur des graines entières. La méthode de détermination est décrite comme suit :

1. Une coupe à main levée en utilisant comme support la moelle de sureau ;
2. Un prétraitement dans une solution d'hypochlorite de sodium à 12° pour pouvoir vider les cellules de leur contenu pendant 20 minutes ;
3. Un rinçage dans de l'eau distillée durant 1 à 5 min, puis dans de l'acide acétique à 5% pendant 5 min ;
4. Une coloration des coupes en utilisant le carmino-vert qui donne une coloration rose pour les parois celluliques et une coloration verte pour les parties lignifiées.

Un montage des coupes dans une goutte d'eau distillée entre lame et lamelle est observé immédiatement au microscope photonique doté d'un appareil photo de marque Aus Jena Jenalumar.

Plusieurs coupes ont été observées et les plus intéressantes ont été photographiées.

## 4. Analyses biochimiques de la graine de nigelle.

### 4.1 Teneur en eau

La teneur en eau de graines de nigelle est déterminée par séchage infrarouge par un analyseur d'humidité SARTORIUS MA, à une température de 130°C.

### 4.2 Teneur en cendre : (NF 503-720)

Le principe consiste à l'incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante à une température de  $550 \pm 25^\circ\text{C}$  jusqu'à la combustion complète de la matière organique et peser le résidu obtenu.

#### Expression des résultats

Le taux de cendre ( $T_c$ ) exprimé en pourcentage, en masse, rapporté à la matière sèche, est égal à :

$$T_c = \frac{M_1 \times 100}{M_0} \times \frac{100}{100 - H}$$

Où :

$M_0$  : masse en gramme de la prise d'essai ;

$M_1$  : masse en gramme du résidu ;

H : humidité de l'échantillon exprimé en pourcentage

### 4.3 Dosage de l'azote total : (NF V 03-050)

Le principe consiste en la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium, sous l'action de l'acide sulfurique concentré à chaud, en présence d'un catalyseur approprié selon la méthode de Kjeldahl réalisée en trois étapes :

- Alcalinisation des produits de réaction ;
- Distillation de l'ammoniac libre et titrage ;
- Multiplication du résultat par un facteur de conversion (5.7 pour les graines)

### 4.4 Teneur en sucres

La teneur en sucres a été déterminée par différence ( $100 - (\% \text{ eau} + \% \text{ protéines} + \% \text{ lipides} + \% \text{ cendre})$ ).

## 5. Méthodes d'extraction de l'huile

Durant ce travail, les procédés d'extraction appliqués sont :

1. Extraction de l'huile par solvant
2. Extraction de l'huile par presse

## **5.1 Extraction de l'huile par solvant : (NF V 03 905)**

---

L'extraction se fait par l'hexane dans un soxhlet, pendant six heures. Après élimination du solvant, l'extrait obtenu est évalué par pesée.

### **Expression des résultats**

La teneur en matière grasse totale, exprimée en pourcentage en matière de l'échantillon est donnée par la formule suivante ;

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

Où ;

M<sub>0</sub> : masse en gramme de la prise d'essai

M<sub>1</sub> : masse en gramme du ballon ;

M<sub>2</sub> : masse en gramme du ballon et du résidu ;

H : teneur en eau de l'échantillon ; exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon.

## **5.2 Extraction de l'huile par presse**

---

### **5.2.1 Description de la presse**

L'extraction de l'huile a été réalisée par une presse hydraulique automatisée constituée par les éléments suivants (figure 4):

1. une centrale hydraulique
2. un vérin
3. une enceinte conçue pour contenir des scourtins remplis d'échantillons
4. une sonde pour mesurer la température à cœur du produit
5. un thermostat
6. une résistance pour chauffer l'enceinte
7. un manomètre



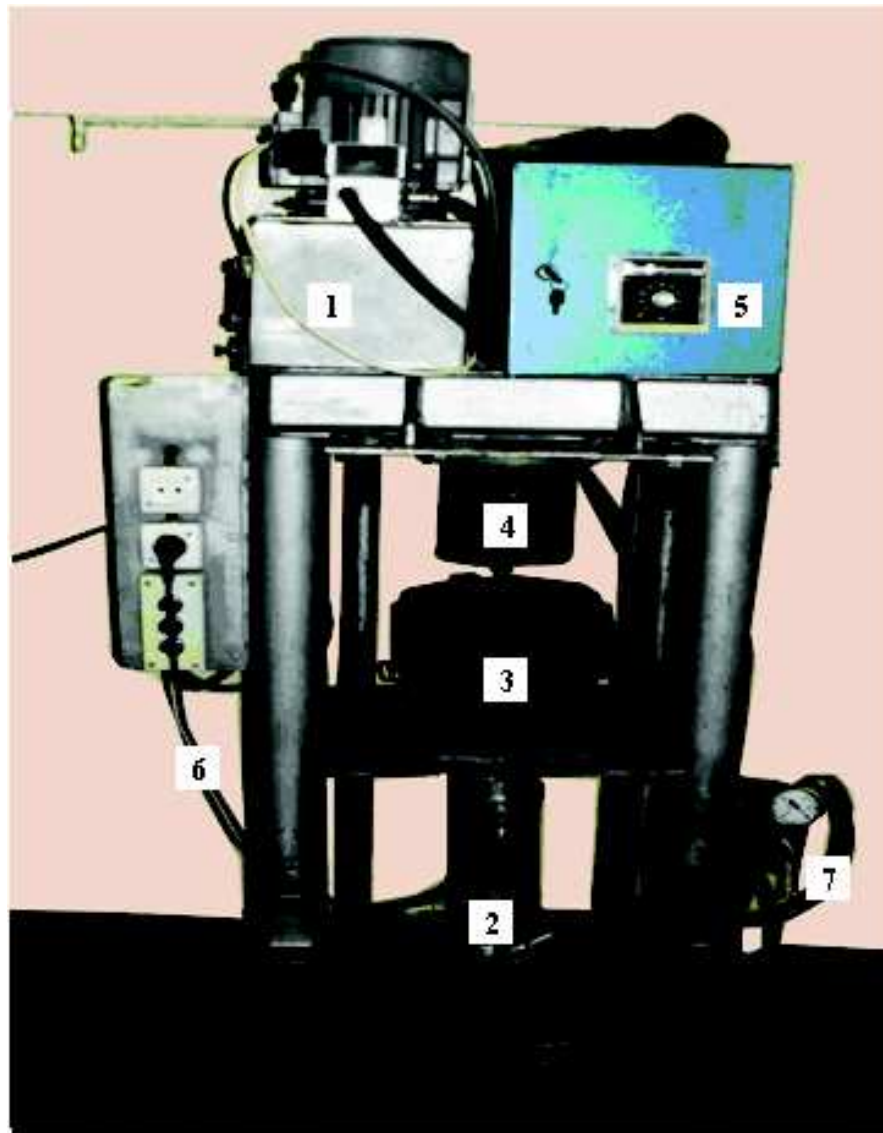


Figure 4 : Presse hydraulique

### 5.2.2 Préparation de l'échantillon

Les graines de nigelle ont subi un broyage afin de les réduire en fines particules et augmenter la surface de contact avec la presse hydraulique, facilitant l'obtention d'huile.

Un tamisage à travers des cribles de 1 mm et 2 mm de diamètre a permis d'homogénéiser la dimension des particules, selon la granulométrie souhaitée (figure 5).

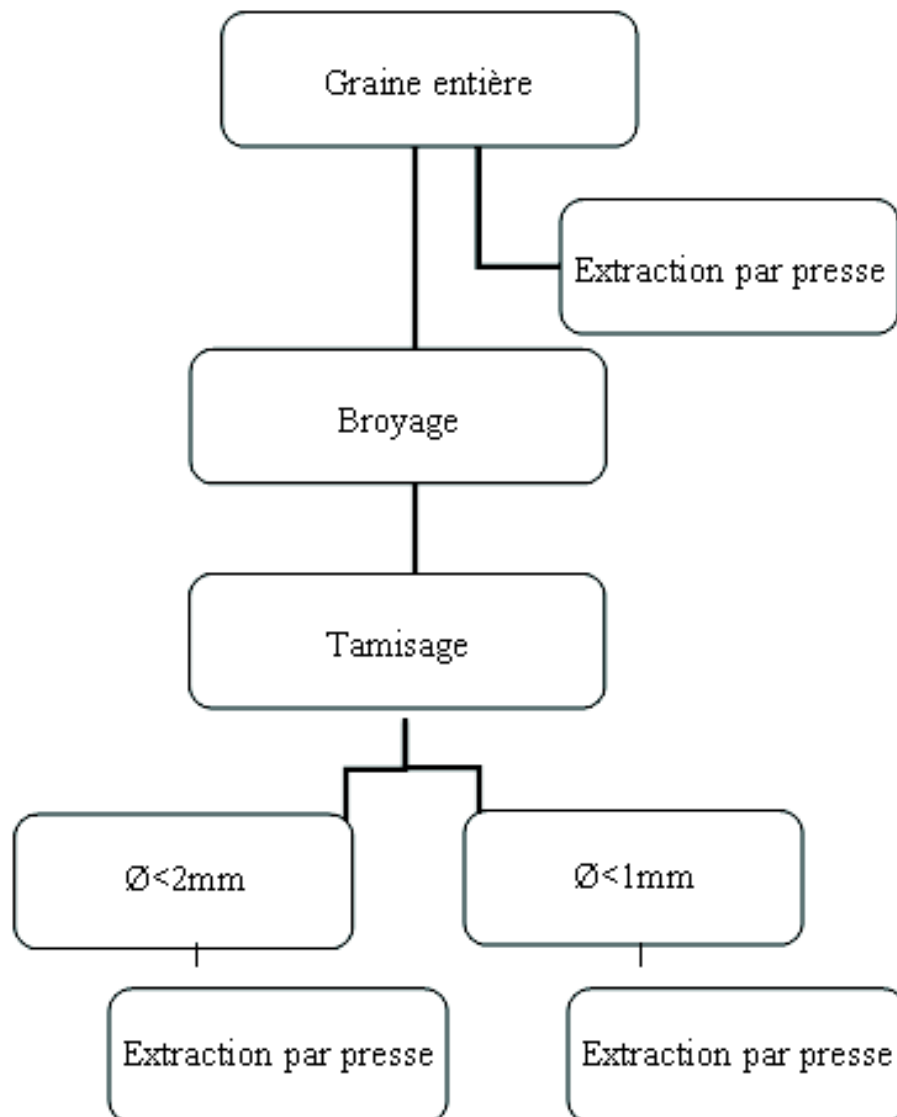


Figure 5 : Préparation de l'échantillon à l'extraction

### 5.2.3 Protocole d'extraction d'huile de graines de nigelle par pressage

L'extraction est effectuée sur un kilogramme de graines de nigelle en variant la pression, la température et la granulométrie selon le procédé d'extraction décrit sur la figure 6.

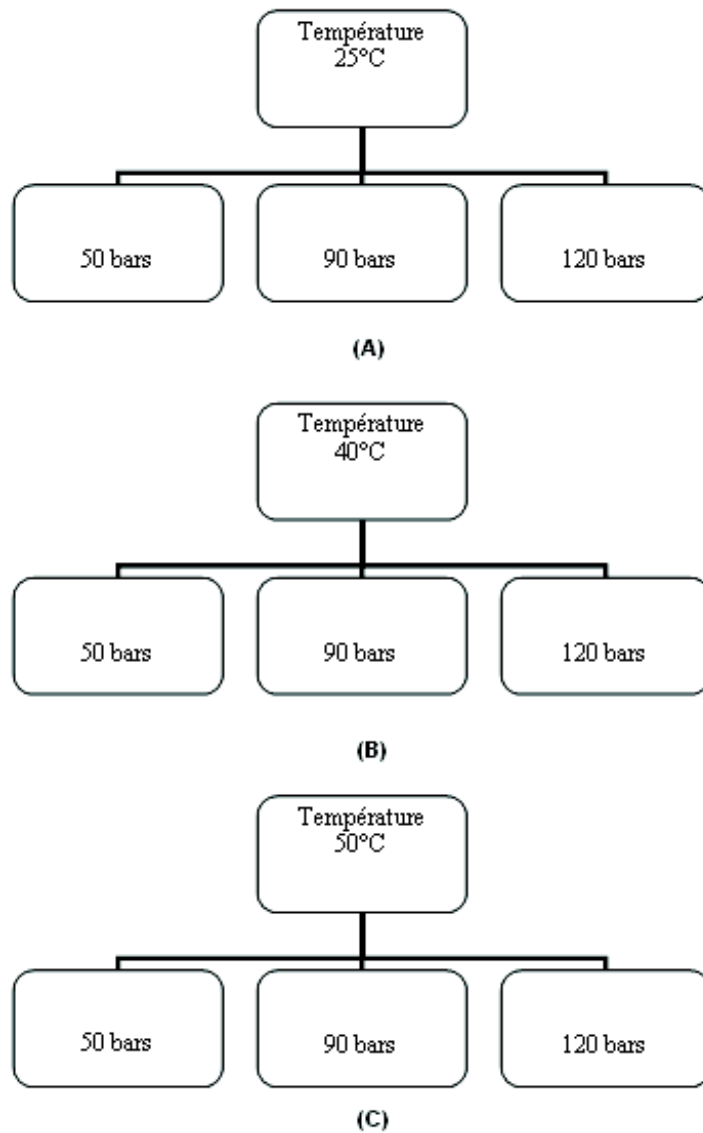


Figure 6 : Procédés d'extraction de graines de nigelle de granulométrie < 2 mm en fonction de la variation de la température et de la pression (A, B, C)

#### Effet de la granulométrie sur le taux d'extraction d'huile

L'influence de la granulométrie sur le taux d'extraction d'huile est déterminée en fixant la température à 50°C et la pression à 120 bars, et en variant la granulométrie de :  $\emptyset > 2$  mm,  $\emptyset < 2$  mm, et de  $\emptyset < 1$  mm (figure 7).

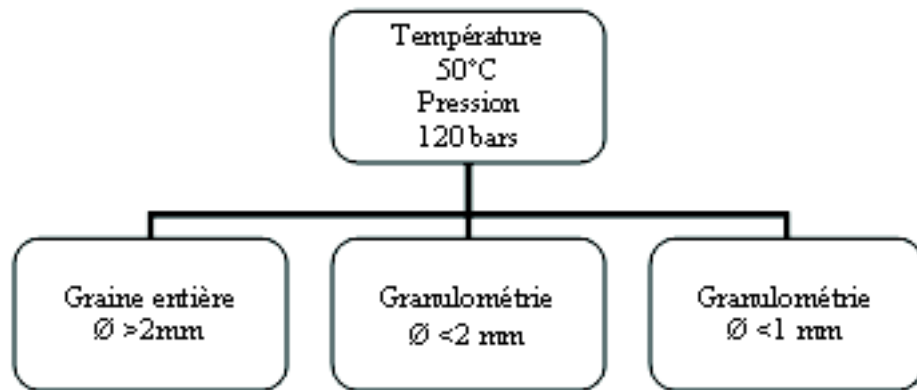


Figure 7: Extraction de l'huile de graines de nigelle en fonction de la granulométrie à une pression de 120 bars et à une température 50°C

#### L'extraction de l'huile des téguments de graines de nigelle

L'huile que renferment les téguments est extraite selon les conditions décrites sur la figure 8.

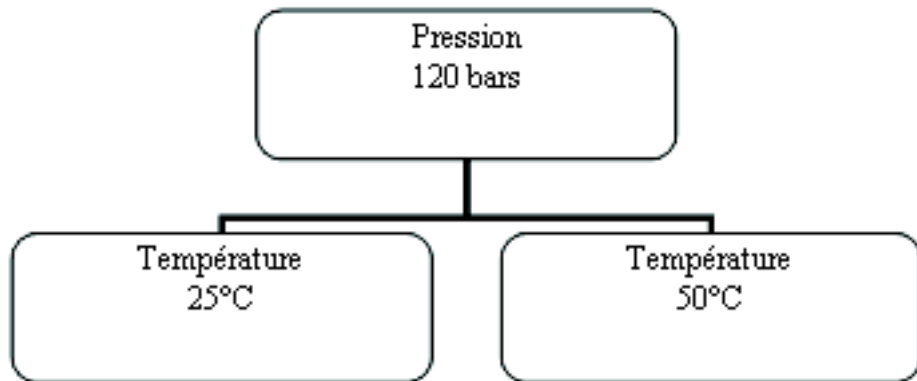


Figure 8 : Extraction de l'huile des téguments de graines de nigelle à une température de 50 °C et à une pression de 120 bars

#### 5.2.4 Expression du rendement de l'extraction d'huile par pressage

Le rendement en huile ( $R_1$ ) est défini comme étant le rapport entre la masse d'huile récupérée ( $M_H$ ) et la masse du produit pressé ( $M_V$ ) exprimée dans la même unité de masse.

$$R_1\% = \frac{M_H}{M_V}$$

Où :

$M_H$  : la masse en gramme d'huile récupérée

$M_V$  : la masse en gramme de la matière végétale

L'efficacité de la presse hydraulique ( $R_2$ ) est évaluée par le rapport du rendement  $R_1$  sur le rendement d'huile extraite par solvant ( $M_2$ ) :

$$R_2\% = \frac{R_1}{M_2}$$

Où ;

$R_1$  : rendement de l'huile par rapport à la matière végétale

$M_2$  : rendement d'extraction par solvant

## 6. Méthodes de détermination des caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle

### 6.1 Indices physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle

Les méthodes utilisées pour déterminer les indices physico-chimiques sont celles indiquées par le recueil de normes de l'Association Française de Normalisation (AFNOR, 1988).

#### 6.1.1 Densité relative à 20°C : (NF T 75-111)

Elle est définie comme étant le rapport de la masse d'un certain volume d'huile à 20° C, à la masse d'un égal volume d'eau distillée à la même température. Cette grandeur est sans dimension et son symbole est:

$$d_{20}^{20}$$

$$d_{20}^{20} = \frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)}$$

Où ;

$m_0$  :est la masse en gramme du pycnomètre vide ;

$m_1$  : est la masse en gramme du pycnomètre rempli d'eau ;

$m_2$  : est la masse en gramme du pycnomètre rempli d'huile ;

#### 6.1.2 Indice de réfraction à 20°C : (NF T 75-112)

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide et dans la substance.

Le principe consiste à mesurer l'angle de réfraction de l'échantillon maintenu dans des conditions de transparence et d'isomorphisme.

Les mesures ont été effectuées à l'aide d'un appareil du type ERMA.

#### Expression des résultats

Quand la détermination est effectuée à une température (T /°C) différente de 20°C, on effectue la correction à 20°C par le biais de la formule :

$$n_D^{20} = n_D^T + 0.0004(T - 20)$$

$n_D^{20}$  : est la valeur de la lecture obtenue à la température T, à laquelle a été effectuée la détermination.

### **6.1.3 Indice d'acide : (NF T 60 204)**

L'indice d'acide est défini comme étant le nombre de milligrammes de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme d'huile. La détermination de l'indice d'acide de l'huile extraite est une mesure qui a souvent une très grande importance commerciale. Elle se fait sur l'huile séchée et pesée.

Le principe consiste à la mise en solution d'une prise d'essai dans un mélange de solvants, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution d'hydroxyde de potassium en présence de phénolphthaléine.

#### **Expression des résultats**

L'indice d'acide ( $I_A$ ) est donné par la relation :

$$I_A = \frac{(V \times 56.1 \times N)}{P}$$

Où :

V : le volume de potasse employé ;

N : la normalité de la solution ;

P : la masse de la prise d'essai.

### **6.1.4 Indice de peroxyde : (NF T 60 220)**

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon, qui oxydent l'iodure de potassium avec libération d'iode dans les conditions de travail décrites.

Le principe se base sur le traitement du corps gras en solution, dans l'acide acétique et le chloroforme, par une solution d'iodure de potassium, et titrage de l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium.

#### **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde ( $I_P$ ), exprimé en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme, est fourni par la formule :

$$I_P = \frac{(V \times T \times 8000)}{m}$$

Où :

V : nombre de millilitres de solution de thiosulfate de sodium normalisée utilisée pour l'essai, corrigée en fonction des résultats de l'essai à blanc ;

T : titre exact de la solution de thiosulfate de sodium utilisée ;

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

### 6.1.5 Indice de saponification : (NF T 60 206)

L'indice de saponification est la quantité de potasse exprimée en milligrammes nécessaire pour saponifier 1 gramme d'huile.

Le principe consiste à mettre l'échantillon à ébullition sous réfrigérant à reflux avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium, l'excès de KOH est titré avec une solution aqueuse d'acide chlorhydrique en présence de phénolphtaléine.

Un essai à blanc est effectué dans les mêmes conditions pour titrer la liqueur alcoolique de potasse.

#### Expression des résultats

L'indice de saponification ( $I_s$ ) est donné par la formule :

$$I_s = \frac{(C_1 - C_2) \times 28}{m}$$

Où :

m : la masse en gramme de la prise d'essai ;

$C_1$  : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai à blanc ;

$C_2$  : le nombre de millilitres d'acide chlorhydrique utilisé dans l'essai avec l'huile.

### 6.1.6 Indice d'iode: (NF T 60 203)

Le principe consiste à additionner, à une prise d'essai en solution dans le chloroforme, un excès d'halogène d'iode ou réactif de wijs, on détermine l'excès d'iode par addition d'iodure de potassium et d'eau distillée, on titre l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (0.1 N) en présence d'empois d'amidon.

#### Expression des résultats

L'indice d'iode ( $I_I$ ) est égal à :

$$I_I = \frac{(12.59 \times C(V_1 - V_2))}{m}$$

Où :

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

$V_1$  : volume, en millilitres, de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisée pour l'essai à blanc ;

$V_2$  : volume, en millilitres, de la solution  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  utilisée pour la détermination ;

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

### 6.1.7 Extraction de l'insaponifiable : (NF 60 205)

On entend par matières insaponifiables d'un corps gras l'ensemble des produits présents dans le corps gras qui, après saponification de celui-ci par hydroxyde alcalin, extraction par solvant spécifié et élimination de ce dernier, restent non volatils dans les conditions opératoires décrites dans la présente norme.

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

#### Expression des résultats

La teneur en insaponifiable en pourcentage de masse, est donnée par :

$$\%insaponifiable = \left( \frac{m}{M} \right) \times 100$$

Où :

M : masse de la prise d'essai ;

m : masse du résidu après séchage

## 6.2. Dosage des acides gras de l'huile de graines de nigelle par chromatographie en phase gazeuse

---

Le dosage par introduction directe des acides gras dans la colonne est possible, mais généralement, ces substances ont des points de fusion assez élevés, alors que leurs esters méthyliques sont bien plus volatils.

Il est donc préférable de procéder à leur méthylation préalable, ce qui permettra de travailler à une température plus basse et d'utiliser des phases polaires qui ne supporteront pas des températures trop élevées.

### 6.2.1 Préparation des esters méthyliques : (NF 60 233)

Le principe est basé sur une saponification des glycérides du corps gras, puis estérification des acides gras libérés en présence de trifluorure de bore.

### 6.2.2 Analyse qualitative des huiles par CPG : (NF 60 233)

L'analyse qualitative par CPG de l'huile de graines de nigelle a été effectuée au laboratoire d'analyse instrumentale du département de technologie alimentaire de l'Institut National Agronomique selon les conditions opératoires suivantes :

### 6.2.3 Conditions opératoires



Appareil de type :	Chrompack. CP 9002 ;
Colonne capillaire :	polaire
Phase stationnaire :	CPSIL 88 cyanopropyle
Longueur :	30 m
Diamètre interne :	0,32 mm ;
Température de l'injecteur :	250°C
Température du détecteur :	256 °C
Température de la colonne :	190 °C
Gaz vecteur :	Azote ;
Débit du gaz vecteur :	1 mL/min ;
Volume injecté :	0,4 µL.

### 6.3. Dosage des tocophérols par chromatographie liquide à haute pression (HPLC)

L'étude qualitative et quantitative des tocophérols dans une huile végétale permet de prévoir la résistance et la stabilité de cette huile lors des différentes étapes de production.

De très nombreuses techniques ont été décrites pour le dosage des tocophérols, nous pouvons citer les méthodes colorimétriques classiques et les méthodes actuelles basées sur la chromatographie liquide ou encore la spectroscopie de masse couplée à la chromatographie en phase gazeuse (Tir, 2005).

La majorité des travaux publiés dans ce domaine consiste à analyser les vitamines liposolubles en trois étapes ; d'abord la saponification de l'échantillon, suivie de l'extraction de la fraction des tocophérols, enfin l'analyse chromatographique proprement dite.

La saponification ou la digestion alcaline préalable de l'échantillon cause l'oxydation des vitamines liposolubles, malgré que quelques études essayent de surmonter cet obstacle par l'ajout des antioxydants comme butyl hydroxy toluène et l'acide ascorbique (Ramadan et Morsel, 2002).

La procédure de saponification est lente et complexe (Ramadan et Morsel, 2002). De ce fait l'injection directe de l'huile végétale offre le double avantage de gain de temps et la stabilité des vitamines au cours des analyses.

L'objectif de l'analyse est l'identification de la présence des tocophérols ;  $\alpha$  ;  $\beta$  ;  $\gamma$ , et  $\delta$ , dans l'huile de graines de nigelle par injection directe de l'huile dans la phase mobile ensuite dans la colonne chromatographique sans saponification préalable de l'huile.

#### 6.3.1 Conditions opératoires

## Optimisation des paramètres influençant le taux d'extraction de l'huile des graines de nigelle (*Nigella Sativa* L.) par pressage

---

Appareil de type :	GILSON
Colonne capillaire :	Inoxydable
Longueur de colonne :	250 mm
Diamètre interne :	4,6 mm
Phase stationnaire :	Inertsil ODS-3 (silice greffée)
Taille des particules :	5 $\mu$ m
Phase mobile (v/v) :	Méthanol/eau : 95 : 5
Longueur d'onde :	292 nm
Débit :	0.6 mL/min
Température :	Ambiante
Pression :	144 bars
Volume injecté :	20 $\mu$ L.
Atténuation :	2
Détecteur :	UV. VIS

La séparation des tocophérols a été réalisée par un chromatographe liquide à haute pression de marque GILSON (figure 9).

### 1. La pompe

La pompe délivre l'éluant à un débit constant et à pression contrôlée. Dans l'appareil de chromatographie liquide à haute pression le débit peut être affiché de 1 à 18 mL/mn avec un maximum de pression tolérable de 300 bars.

### 2. La colonne

Pour la séparation des tocophérols nous avons utilisé une colonne à phase inversée (inertsil ODS), la quantité d'échantillon introduite est de 20  $\mu$ L.

### 3. Le solvant

Le solvant utilisé dans la séparation des tocophérols est un mélange de deux solvants polaire l'eau et le méthanol. Etant donné qu'il était impossible d'utiliser un gradient d'éluant sur l'appareil, une éluant plus polaire (augmentation de la proportion d'eau : 95 % de méthanol et 5 % d'eau) est nécessaire pour séparer les tocophérols.

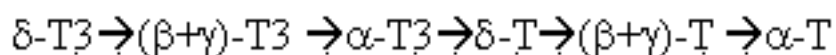
### 4. Le détecteur

A la sortie de la colonne les tocophérols sont détectés par 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 2,0 AUFS (Absorbance Units Full Scale).

Pour identifier les tocophérols à partir des diagrammes il est nécessaire d'injecter des étalons ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\delta$ ,  $\gamma$ ) qui sont détectés à 292 nm et une atténuation de 2.

Lors d'une HPLC en phase inverse avec phase stationnaire d'octadécylsilice (ODS), une séparation nette des composés à chaîne latérale saturée et insaturée se produit, et ce sont les tocophérols les moins polaires qui sont retenus le plus longtemps dans la phase stationnaire (Skoog et al., 2003).

L'ordre d'éluant dans chaque classe de tococls va ainsi du composé le plus polaire à celui le moins polaire. L'éluant se fait ainsi par ordre croissant d'hydrophobicité :



### Mode opératoire

Un gramme d'huile est dilué dans 20 mL d'isopropanol, de cette solution on prend 1 mL qu'on dilue dans 10 mL d'isopropanol, de cette solution on prend 20  $\mu\text{L}$  qui vont constituer le volume injecté.

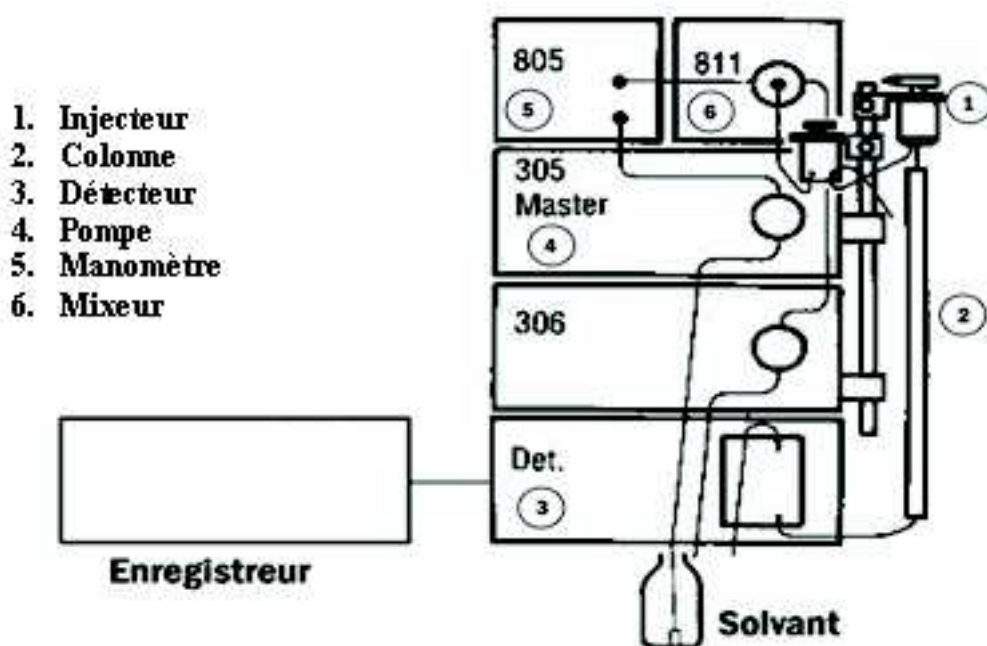


Figure 9 : Schéma de la HPLC marque GILSON

## 6.4. Analyse statistique

Tous les résultats représentent la moyenne  $\pm$  l'écart type de trois répétitions :

Tous les graphes et histogrammes obtenus ont été réalisés en utilisant les deux logiciels : Excel (Microsoft office2003 et Statistica 6.0).

# Chapitre V : Résultats et discussions

## 1. Caractéristiques physiques et botaniques de la graine de nigelle

### 1.1. Caractéristiques botaniques de la graine de nigelle

---

La nigelle appartient à la famille des renonculacées. Le fruit est une capsule globuleuse de forme caractéristique, récoltée avant maturité complète pour conserver les graines. Les graines sont aromatiques, triangulaires, anguleuses d'un noir intense de 2 à 3 mm de longueur (figure 1).

### 1.2. Caractéristiques physiques de la graine de nigelle

---

La détermination des propriétés physiques des graines est indispensable pour maîtriser leur traitement au cours des procédés de fabrication (Juliano et *al.*, 1990).

Les graines de nigelle cultivées en Algérie sont caractérisées par un poids de 1000 grains de  $3.18 \text{ g} \pm 0.17$  et occupent un volume de  $1.71 \text{ cm}^3 \pm 0.042$  par conséquent leur densité est de  $1.85 \pm 0.9$ . Cette caractéristique est très importante car les graines de calibre élevé renferment une teneur en huile importante.

Le poids des 1000 grains est supérieur à celui de la variété Egyptienne, cette différence peut être expliquée par la différence variétale.

Les propriétés physiques de la graine de nigelle sont présentées dans le tableau 11.

Caractéristiques	Valeurs déterminées	Valeurs rapportées par la bibliographie	
		Egypte <sup>1</sup>	Tunisie <sup>2</sup>
<b>Le poids de 1000 graines (g)</b>	$3.18 \pm 0.17$	$2.21 \pm 0.14$	ND
<b>Le volume des graines (cm<sup>3</sup>)</b>	$1.71 \pm 0.042$	$2.76 \pm 0.10$	ND
<b>La densité des graines (g/cm<sup>3</sup>)</b>	$1.85 \pm 0.9$	$0.80 \pm 0.01$	ND
<b>Tégument (%)</b>	$33.71 \pm 1.66$	ND	ND
<b>Amande (%)</b>	$62.13 \pm 1.68$	ND	ND

**Tableau 11** : Caractéristiques physiques de la graine de nigelle.

Source : (1) Atta (2003) ; (2) Cheikh-Rouhou (2006)

ND : non déterminée

Les graines de nigelle renferment  $10,48 \pm 0,43$  % d'eau,  $25,09 \pm 0,36$  % de protéines,  $4,60 \pm 0,29$  % de cendre;  $23,81$  % de sucres totaux et  $36,02 \pm 0,21$  % de lipides. Les lipides constituent donc le composé majeur de graines de nigelle, ce qui lui confère la nomination

d'une graine oléagineuse. Ces résultats sont en accord avec ceux de Atta, (2003) et Cheikh-Rouhou, (2006).

D'Antuono (2002), rapporte que les différences constatées dans les conditions géographiques et climatiques des régions de culture influent considérablement sur la teneur en huile et la composition chimique de la flore.

La composition chimique de la graine de nigelle est représentée dans le tableau 12.

Constituants	Taux (g/100g MS)	Valeurs rapportées par la bibliographie	
		Egypte <sup>1</sup>	Tunisie <sup>2</sup>
Teneur en eau	10,48 ± 0,43	7,0 ± 0,5	8,65 ± 0,26
Teneur en protéines	25,09 ± 0,36	20,8 ± 1,1	26,7 ± 0,35
Teneur en cendres	4,60 ± 0,29	3,7 ± 0,7	4,86 ± 0,06
Sucre totaux (par différence)	23,81	33,7 ± 0,5	40,05 ± 0,46
Lipides totaux	36,02 ± 0,21	34,8 ± 1,9	28,48 ± 0,05
Lipides totaux des téguments	34,59 ± 2,95	ND	ND

**Tableau 12** : Composition biochimique de la graine de nigelle.

Source : (1) Atta (2003) ; (2) Cheikh-Rouhou (2006)

ND : non déterminée

## 2. Localisation et répartition des sites producteurs d'huile dans la graine de nigelle

Les coupes transversales montrent que les graines de nigelle sont composées de téguments internes et externes et d'une couche protectrice (endosta) constituée d'une seule assise de cellules à section rectangulaire à parois transversale et latérale qui protège les réserves en huiles et autres, en empêchant la pénétration de microorganismes ayant une action destructrice sur les parois (figure 10 C .Gr. 25 x 3.2).

La coupe transversale de la graine de nigelle observée au microscope photonique, révèle une concentration des réserves en huiles au centre (figure 10 A. Gr. 6.3x 3.2), et qui ont tendance à se répartir vers la périphérie (figure 10 B .Gr. 12 x 3.2). La graine de nigelle est donc à dépôt endogène nécessitant obligatoirement un broyage pour faciliter l'extraction de l'huile. Ces observations sont en accord avec celles rapportées par Benyoucef, (2001) Bousbia, (2004), et Wagner et al., (2004).

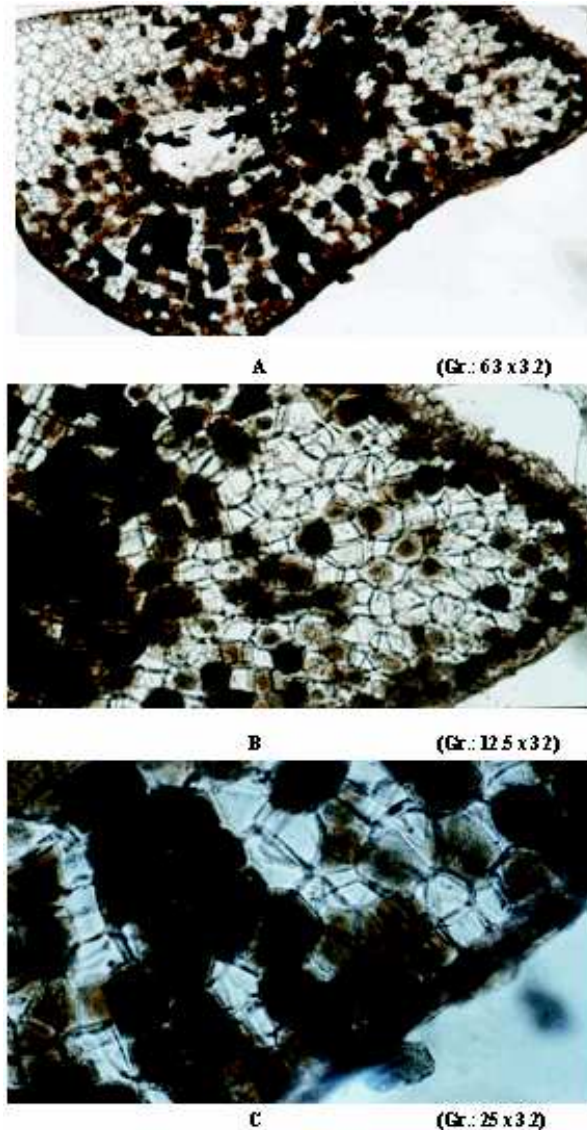


Figure 10 : Coupes transversales de la graine de nigelle (A, B, C)

### 3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle extraite par presse hydraulique.

Les propriétés physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle obtenue par pressage hydraulique, sont présentées dans le tableau 12.

Les valeurs de la densité, de l'indice de réfraction, de l'indice de saponification, de l'indice d'iode du taux de l'insaponifiable, et l'indice de peroxyde sont en accord avec les résultats signalés par Atta (2003), cependant la valeur de l'indice d'acide est supérieure à celle rapportée par ce dernier.

La valeur élevée de l'indice d'acide serait liée à la nature intrinsèque de la graine où certaines huiles végétales (l'huile d'olive et l'huile de palme) sont caractérisées par une acidité élevée (Patterson, 1989), qui est due à la présence des acides gras libérés par l'action des lipases favorisée par le broyage qui mettrait en contact la lipase avec les lipides (Alibert, 2001). Ustun (1990), a signalé que la présence de la lipase dans la graine pourrait augmenter le taux d'acides gras libres à 40 % et plus. Cette valeur élevée d'indice d'acide serait également due aux conditions de culture et de stockage.

Caractéristiques	Huile extraite par presse	Valeurs rapportées par bibliographie
		Huile extraite par presse
Densité	0,917 ± 0,03	0,921
Indice de réfraction à 20 °C	1,466 ± 0,01	1,47
Indice de saponification (mg de KOH/g d'huile)	195,66 ± 0,86	192
Indice d'iode (g de I <sub>2</sub> /100g huile)	118 ± 2,90	115
Taux d'insaponifiable (%)	0,984 ± 0,03	1
Indice d'acide (mg KOH/1g huile)	21,35 ± 0,72	11,0
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /Kg d'huile)	12,53 ± 0,57	13,5

**Tableau 13 :** Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de graines de nigelle. Atta (2003)

### 3.1. Composition en acides gras de l'huile de graines de nigelle

L'analyse par chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques d'acides gras de l'huile de graines de nigelle extraite par presse a révélé la présence de 8 acides gras (Tableau 13, figure 11).

La teneur en acides gras saturés totaux de l'huile de graines de nigelle est de 15,85%, celle des acides gras insaturés totaux est de 83,83%.

L'acide palmitique est l'acide gras saturé majeur ayant une teneur de 12,68%. L'acide oléique et l'acide linoléique sont les deux principaux acides insaturés identifiés dans l'huile de graines de nigelle ayant respectivement des teneurs de 21,72% et 58,87%.

La dominance de l'acide linoléique, qui est un acide gras essentiel, confère à l'huile de graines de nigelle une qualité nutritionnelle élevée. L'acide linoléique est considéré comme précurseur de l'acide arachidonique qui est aussi un acide gras essentiel. Ainsi l'utilisation



de l'huile de nigelle est très recommandée à cause de la présence des acides gras insaturés qui ont la propriété de réduire le cholestérol sérique.

AG (%)	Huile extraite par presse
<b>C12:0</b>	Nd
<b>C14:0</b>	0,13 ± 0,06
<b>C16:0</b>	12,67 ± 0,33
<b>C16:1</b>	0,17 ± 0,12
<b>C18:0</b>	2,90 ± 0,02
<b>C18:1</b>	21,72 ± 0,06
<b>C18:2</b>	58,87 ± 0,22
<b>C18:3</b>	3,07 ± 0,08
<b>TAG</b>	99.59
<b>TAS</b>	15.87
<b>TAI</b>	83.83
<b>TI/TS</b>	5.28

Tableau 14 : Composition en acide gras de l'huile de graines de nigelle

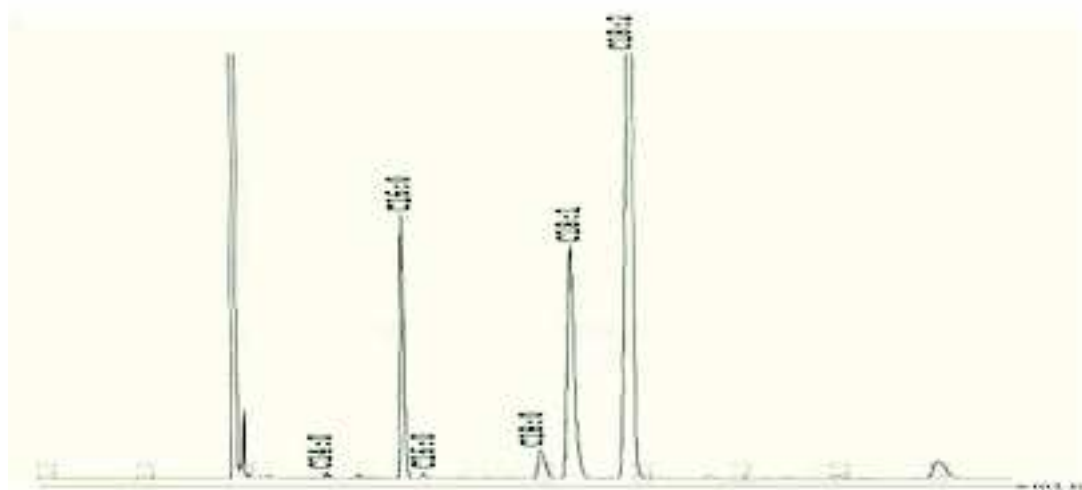


Figure 11: chromatogramme des esters méthyliques de l'huile de graines de nigelle obtenu par CPG

Nos résultats sont légèrement supérieurs à ceux rapportés par Atta, (2003) et Cheikh-Rouhou et al., (2006) (Tableau14).



Acides gras (g/100gMS)	Egypte	Egypte	Tunisie	Iran	Algérie
	HNS (1)	HNP (1)	HNS (2)	HNS (3)	HNS
<b>C12:0</b>	ND	ND	ND	ND	ND
<b>C14:0</b>	9,8 ± 2,1	11.1±1.1	0,35 ± 0,02	0,41±0,05	0,13 ± 0,06
<b>C14 :1</b>	ND	ND	ND	ND	ND
<b>C16:0</b>	9,9 ± 3,3	12.1 ± 3.4	17,2 ± 0,15	18,4 ± 0,25	12,67 ± 0,33
<b>C16:1</b>	0,7 ± 0,5	0.5 ± 0.1	1,15 ± 0,05	0,78 ± 0,25	0,17 ± 0,12
<b>C17 :0</b>	ND	ND	ND	ND	ND
<b>C17 :1</b>	ND	ND	ND	ND	ND
<b>C18:0</b>	3,3 ± 1,2	3.7 ± 1.7	2,84 ± 0,08	3,69 ± 0,12	2,90 ± 0,02
<b>C18:1</b>	20,1 ± 6,1	18.9 ± 5.4	25,0 ± 0,24	23,7 ± 0,06	21,72±0,06
<b>C18:2</b>	49,0 ± 5,7	47.5 ± 6.5	50,31 ± 0,25	49,15 ± 006	58,87 ± 0,22
<b>C18:3</b>	2,7 ± 1,1	2.1 ± 0.4	0,34 ± 0,66	0,32 ± 0,05	3,07 ± 0,08
<b>C20 :0</b>	0,7 ± 0,4	1.2 ± 0.8	0,14 ± 0,02	0,22 ± 0,01	ND
<b>C20 :1</b>	ND	ND	0,32 ± 0,04	0,34 ± 0,04	ND
<b>C22 :0</b>	0,8 ± 0,02	0.9 ± 0.4	1,98 ± 0,08	2,6 ± 0,05	ND
<b>C22 :1</b>	1,0 ± 0,1	0.7 ± 0.4	ND	ND	ND
<b>C24 :0</b>	0,3 ± 0,1	0.2 ± 0.1	ND	ND	ND
<b>TAG</b>	98.3	98.9	ND	ND	99.59
<b>TAS</b>	24,8	29.2	22,7	25,5	15.87
<b>TAI</b>	73,5	73.5	77,3	74,8	83.83
<b>TITS</b>	3,0	2.4	2,96	2,93	5.28

**Tableau 15 :** Composition en acides gras de l'huile de graines de nigelle rapportée par la bibliographie

(Source : (1) Atta (2003) ; (2) et (3) (Cheikh-Rouhou et al., 2006)

ND : non déterminé

L'huile de graines de nigelle constitue une bonne source alternative pour les acides gras essentiels comparée à d'autres huiles végétales (Ramadan et Morsel, 2005) ; (Cheikh-Rouhou et al., 2006).

La composition en acides gras de quelques huiles végétales est présentée dans le tableau 15.

Huile végétale de									
AG (g/100gMS)	nigelle <sup>a</sup>	colza	maïs	palmiste	arachide	sésame	soja	tournesol	olive
C12:0	0,23	-	-	-	-	-	-	-	-
C14:0	0,24		0.0	0.1	0.0	0.1	0.1		0.1 – 0.2
C16:0	12,68	4.8	10.9	43.5	9.5	8.9	10.3	5.4	7 – 16
C16 :1	0,25	0.5	-	0.3	0.1	0.2	0.2	0.2	1.6
C18:0	2,89	1.6	1.8	4.3	2.2	4.8	3.8	3.5	1.3
C18 :1	22,48	53.8	24.2	36.6	44.8	39.3	22.6	45.3	65 – 85
C18 :2	57,75	22.1	58.0	9.1	32	41.3	51.0	39.8	4 – 15
C18 :3	3,07	11.1	0.7	0.2	-	0.3	6.8	0.2	-
C20 :0	-	-	-	-	-	-	--	-	0.1-0.3

**Tableau 16** : Composition en acides gras de quelques huiles végétales.

(Source : Cuvelier et al., 2004) (a) : valeurs déterminées

### 3.2. Composition en tocophérols de l'huile de graines de nigelle analysées par HPLC

Les résultats de l'analyse par chromatographie en phase liquide haute performance de l'huile de graines de nigelle présentées dans le tableau 16, ont révélé la présence de  $\alpha$ -tocophérol,  $\beta$ -tocophérol,  $\gamma$ -tocophérol, et de  $\delta$ -tocophérol. Ces derniers ont été identifiés par rapport aux étalons  $\delta$ -tocophérol et  $\beta$ -tocophérol étudiés dans les mêmes conditions expérimentales (Annexe 2).

$\alpha$ -tocophérol est le composé majeur avec un pourcentage de l'ordre de 43,77 %, par rapport à la surface totale des pics du chromatogramme, suivi par  $\beta$ -tocophérol,  $\gamma$ -tocophérol et  $\delta$ -tocophérol (Tableau 16 et figure 12).

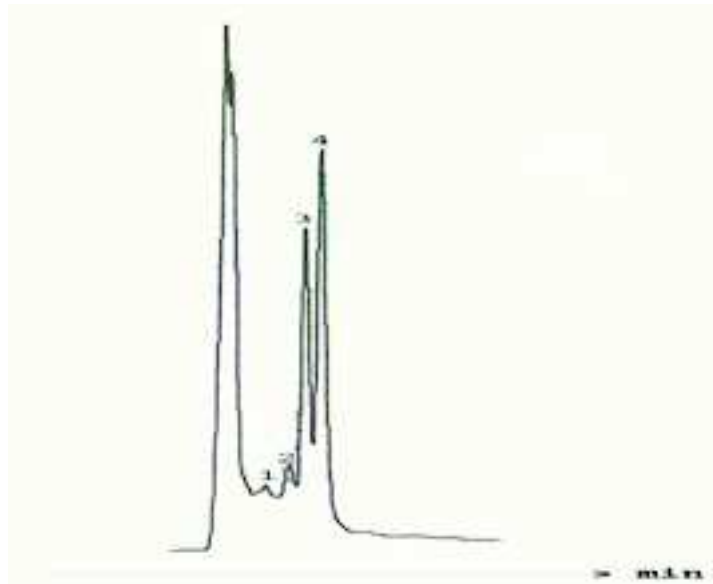


Figure 12 : Chromatogramme des tocophérols de l'huile de graines de nigelle obtenu par HPLC en phase inverse : 1.  $\delta$ -tocophérol ; 2.  $\gamma$ -tocophérol ; 3.  $\beta$ -tocophérol ; 4.  $\alpha$ -tocophérol.

Ramadan et Morsel (2002), ont signalé en effet que  $\alpha$ -tocophérol de graines de nigelle est le composé majeur (48%), (Tableau 17).

Tableau 18 : Teneur en tocophérols de l'huile de graines de nigelle.

Tocophérols	Teneur ( $\mu\text{g/g}$ )	(%)
$\alpha$ -tocophérol	284	47.57
$\beta$ -tocophérol	40	6.7
$\gamma$ -tocophérol	225	37.69
$\delta$ -tocophérol	48	8.04
Total des tocophérols	597	100

(Source : Ramadan et Morsel, 2002)

On constate que les formes  $\beta$  et  $\gamma$ , qui ont une structure très proche, co-éluent et forment un pic unique dans la phase stationnaire inverse (inertsil ODS) (Figure 12). L'ordre d'éluion des tocophérols séparés par une phase stationnaire inverse trouvé lors de notre expérimentation est le suivant : ( $\delta > \beta > \gamma > \alpha$ ), cet ordre a été également confirmé par les travaux de Abidi et *al.*, (2002).

Cependant, ces derniers auteurs et Ramadan et Morsel (2002) ont rapporté que l'éluion des tocophérols par une phase stationnaire normale se fait dans l'ordre contraire à celui obtenu par la phase inverse ( $\alpha > \gamma > \beta > \delta$ ) où les formes  $\beta$  et  $\gamma$  sont nettement séparées.

## 4. Optimisation des paramètres influençant l'extraction par presse d'huile de graines de nigelle

## 4.1 Optimisation de l'extraction de l'huile dans le soxhlet

---

L'extraction d'huile a été effectuée par l'hexane dans un soxhlet à partir de graines de nigelle ayant une humidité de  $10,48 \pm 0,43$  %. Le rendement d'huile atteint sa valeur maximale  $36,02 \pm 0,21$  % pour une durée de 6 heures (figure 13). Nos résultats sont en accord avec ceux trouvés par Cheikh Rouhou, (2006).

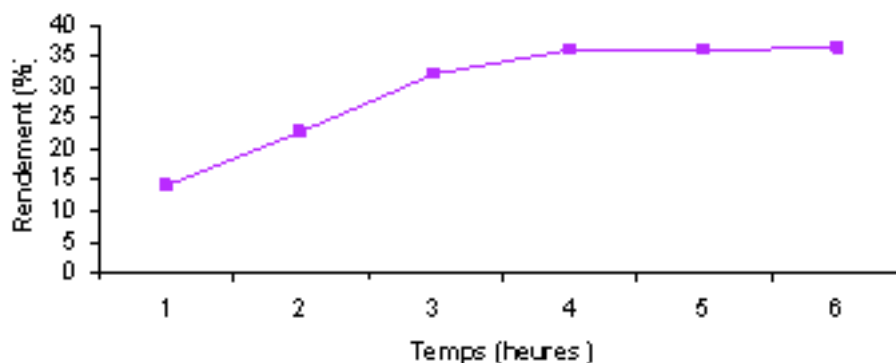


Figure 13 : Effet de la durée de reflux dans le soxhlet sur le taux d'extraction d'huile

## 4.2 Optimisation des paramètres influençant l'extraction d'huile de graines de nigelle par presse.

---

Lors de l'opération du broyage effectué par un broyeur tamiseur (Annexe 3) on a obtenu un mélange de téguments finement broyés et de cotylédons. La récupération des téguments broyés a été réalisée à l'aide d'un tamis placé sur un agitateur vibreur d'où l'idée d'extraire les lipides à partir des téguments broyés et des cotylédons par voies chimique et physique.

### 4.2.1 Procédé d'extraction physique de l'huile de nigelle.

Le procédé d'extraction de l'huile de graines de nigelle a été mis au point selon la méthode suivante : les graines qui subissent en premier lieu un broyage, en traversant le tamis sont entraînées par un rotor tournant à grande vitesse qui sépare des téguments des cotylédons par frottement. Les téguments finement broyés sont séparés des cotylédons à l'aide d'un tamis ( $\varnothing$  de 1mm,  $\varnothing$  de 2 mm) déposé sur un agitateur. Les téguments et les cotylédons subissent un pressage hydraulique en étudiant l'influence de la pression, de la température et de la granulométrie, sur le taux d'extraction d'huile (figure14).

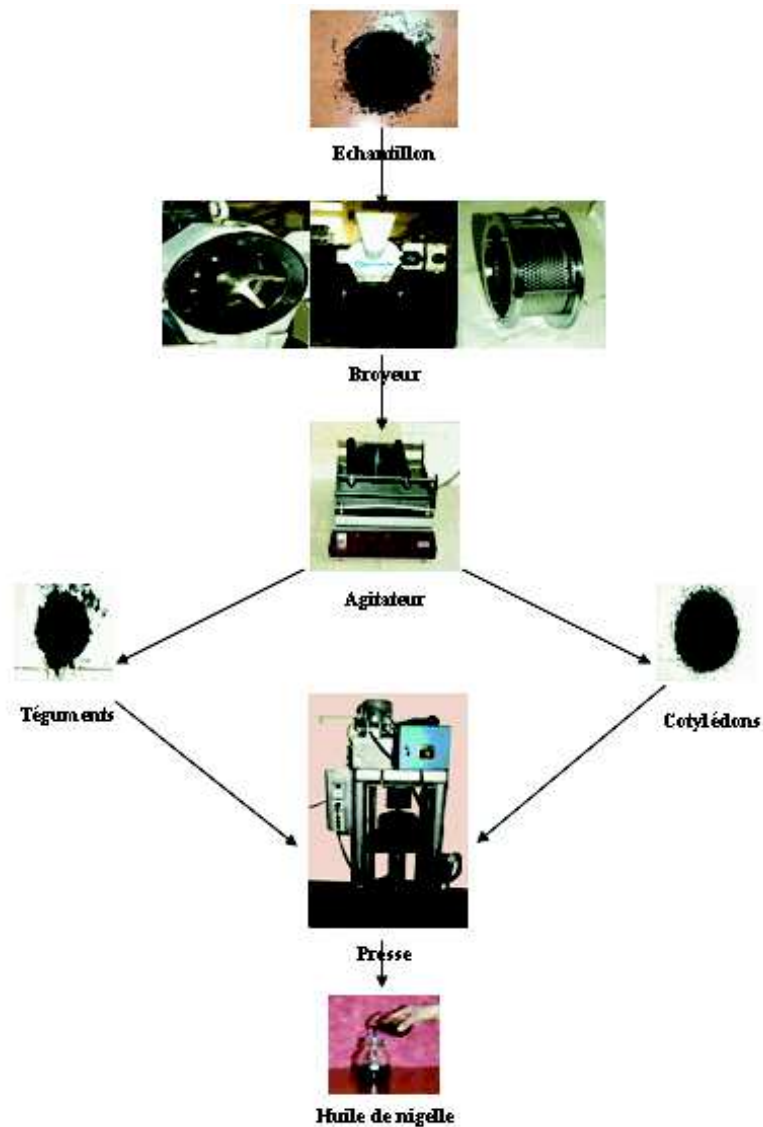


Figure 14 : Procédé d'extraction de l'huile des graines de nigelle

## 4.2.2 Optimisation des paramètres influençant l'extraction d'huile à partir des cotylédons.

### 4.2.2.1 Effet de la pression

L'effet de la variation de la pression sur le rendement d'huile a été étudié à 50, 90 et 120 bars, à 25 °C, 40°C et 50 °C.

#### a- Effet de la pression à 25 °C

Les valeurs des rendements d'huile extraite à 50, 90 et 120 bars sont indiquées dans le tableau 20. On constate que lorsque la pression croît, le taux d'huile extraite augmente ( $18,64 \pm 1,46$  % à 120 bars), et qu'à partir de 90 bars le rendement tend vers une valeur asymptotique (Tableau 18 et figure 15). Ces résultats sont confirmés par l'analyse de la

## Optimisation des paramètres influençant le taux d'extraction de l'huile des graines de nigelle (*Nigella Sativa* L.) par pressage

variance ( $p > 0,05$ ) (Annexe 4/B) et en accord avec ceux de Hammonds *et al.*, (1991) et Mountasser et El Hadek, (1999).

Tableau 19 : Taux d'extraction de l'huile des cotylédons de nigelle à 25 °C

Pressions (bars)	50	90	120
Rendement (%)	$0.27 \pm 0.13$	$18.41 \pm 0.38$	$18.64 \pm 1.46$

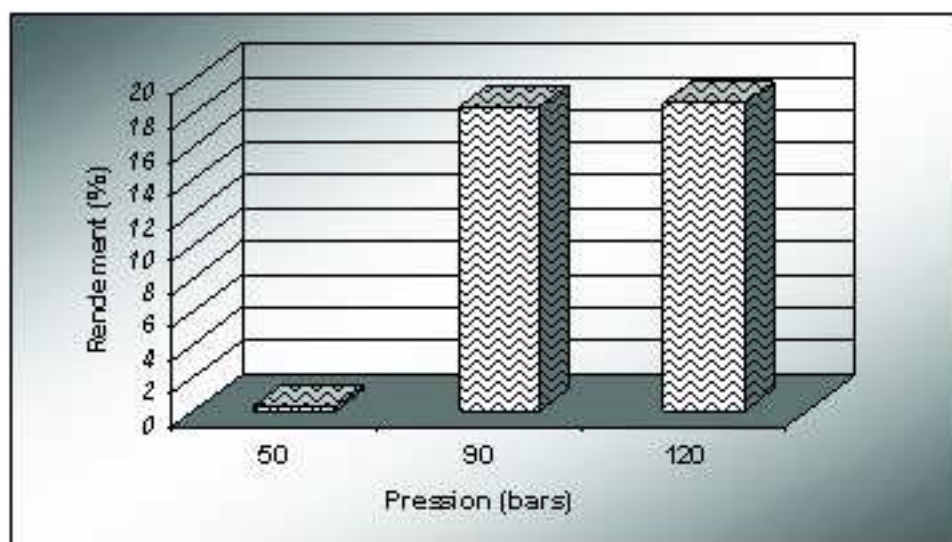


Figure 15 : Variation du taux d'extraction d'huile des cotylédons à 25 °C en fonction de la pression exercée

### b- Effet de la pression à 40°C

A 40°C le rendement d'huile des cotylédons augmente nettement. La quantité d'huile extraite atteint une valeur optimale de  $37,72 \pm 0,73$  % à 120 bars. L'augmentation du rendement à température élevée serait due à l'augmentation de la perméabilité des parois des cellules lipidiques en fonction du traitement thermique. (Tableau 20 et figure 16).

Tableau 20 : Taux d'extraction de l'huile des cotylédons de nigelle à 40°C

Pressions (bars)	50	90	120
Rendement (%)	$28.82 \pm 1.81$	$34.37 \pm 0.19$	$37.72 \pm 0.7$

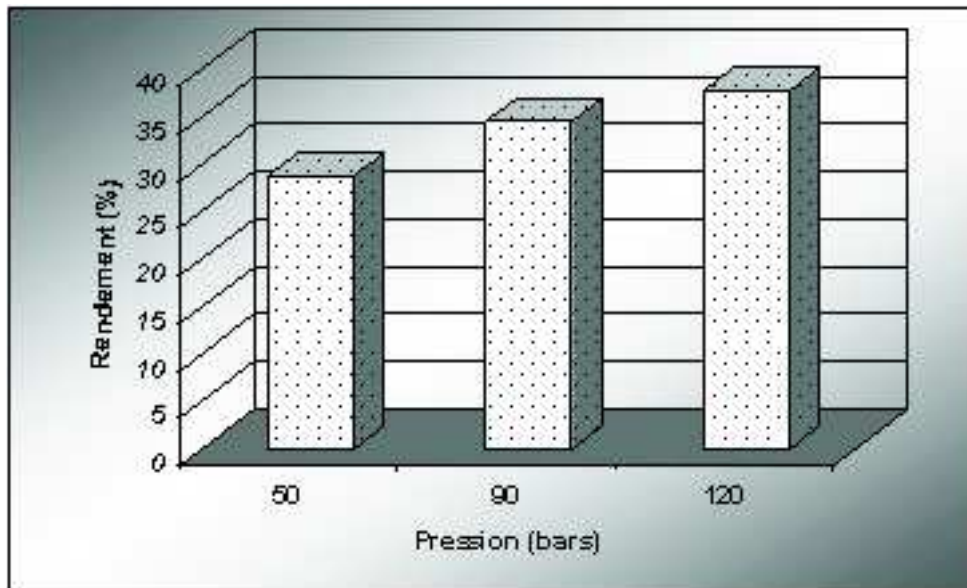


Figure 16 : Variation du taux d'extraction d'huile des cotylédons à 40°C en fonction de la pression exercée

### c- Effet de la pression à 50 °C

En fixant la température à 50 °C, mesurée à cœur de l'échantillon, on note une nette amélioration du rendement qui atteint une valeur maximale de  $43,23 \pm 1,27\%$  à 120 bars, (Tableau 20 et figure 17).

Tableau 21 : Taux d'extraction de l'huile des cotylédons de nigelle à 50°C.

Pressions (bars)	50	90	120
Rendement (%)	$39.24 \pm 1.02$	$40.51 \pm 1.95$	$43.23 \pm 1.27$

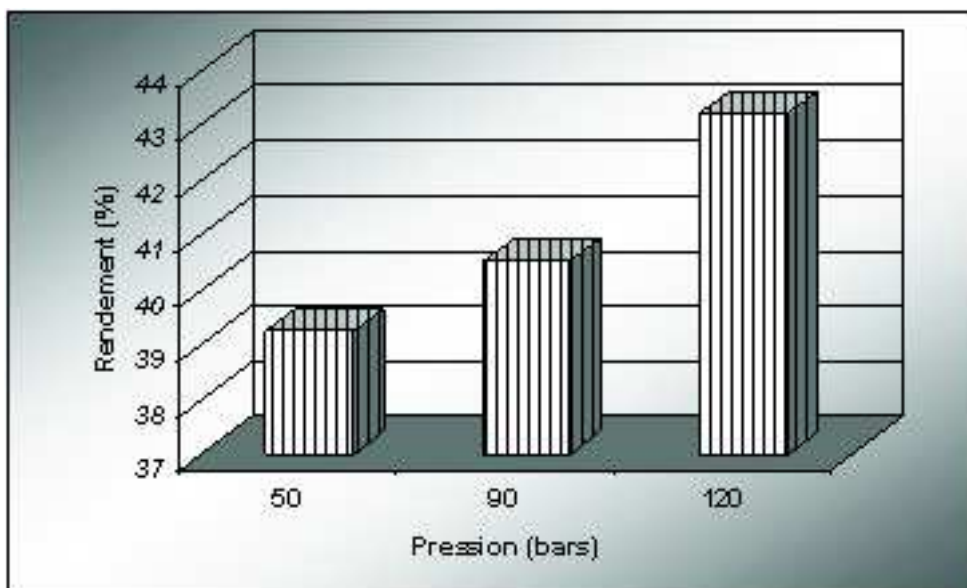


Figure 17: Variation du taux d'extraction d'huile des cotylédons à 50°C en fonction de la pression exercée



#### 4.2.2.2 Effet de la température

A 25 °C et à 50 °C bars, l'effet de la température sur le taux d'extraction est très faible (0,27%). L'extraction d'huile effectuée à 25 °C à 90 bars et à 120 bars permet d'augmenter l'huile à seulement 18 %. Aux températures 40 °C et 50 °C le taux d'extraction est significativement amélioré ( $p < 0,05$ ) (Annexe 4/C) pour les trois pressions : 50, 90, 120 bars (figure 18).

On constate également que le rendement atteint une valeur asymptotique aux pressions élevées. La température élevée tend à diminuer la viscosité de l'huile et par conséquent elle facilite son écoulement et son extraction de l'échantillon sous l'effet de la pression.

Nos résultats sont similaires à ceux rapportés par Hammonds *et al.* (1991), qui ont observé qu'un préchauffage à 60°C de la pâte d'arachide permettait d'accroître notablement le rendement en huile. Mountasser et El Hadek (1999), et Selma El Hadj (2007), ont rapporté également que la température a un effet positif sur l'augmentation du taux d'extraction de l'huile d'Argan.

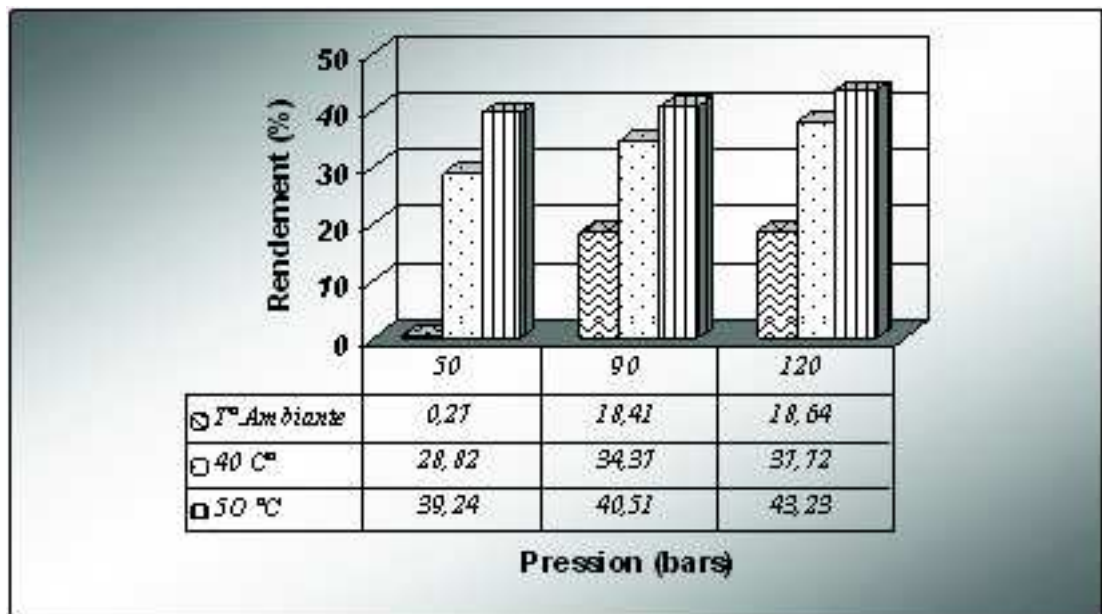


Figure 18 : Effet de la température sur le taux d'extraction d'huile des cotylédons de graines de nigelle

#### 4.2.2.3 Effet de la granulométrie

##### a- Effet de la granulométrie sur le taux d'extraction de l'huile de graines de nigelle

Le broyage des graines permet d'obtenir un meilleur rendement que les graines entières. L'étude a porté sur le pressage de graines de nigelle à partir des graines entières ( $\varnothing > 2$  mm), des graines grossièrement et finement broyées ayant respectivement des particules de  $\varnothing < 2$  mm et  $\varnothing < 1$  mm.



Les valeurs moyennes des résultats et leurs écarts sont présentés dans le tableau 21 et la figure 19, on constate que pour les graines entières le taux d'extraction est nul. Ce résultat confirme les observations de Othmer et Agrwal (1987), qui ont rapporté qu'il est impossible de recueillir l'huile à partir des graines de soja entières, et que cela montre clairement que la paroi cellulaire est étanche à l'huile. Cependant pour les granulométries ( $\varnothing < 2$  mm) et ( $\varnothing < 1$  mm) l'augmentation du taux d'extraction d'huile est hautement significative ( $p < 0,05$ ) (Annexe 4/D).

Plusieurs études ont rapporté qu'il existe une granulométrie optimale pour chaque catégorie de graines oléagineuses. Le pressage des graines broyées grossièrement ( $\varnothing < 2$  mm) et finement ( $\varnothing < 1$  mm) a été effectué à une pression de 120 bars et une température de 50 °C à cœur de l'échantillon. Les résultats montrent que le taux d'extraction d'huile atteint 66% pour une granulométrie optimale  $\varnothing < 1$  mm Ce résultat qui confirme l'existence d'une valeur optimale de la granulométrie, est en accord avec celui rapporté par Moutasser et El Hadek, (1999) ; Ferradji et *al.*, (2001) qui ont travaillé respectivement sur l'argan et les amandes des noyaux d'abricots.

Granulométrie (mm)	Rendement (%)
$\varnothing > 2$ mm*	0
$\varnothing < 2$ mm	53.74 ± 1.60
$\varnothing < 1$ mm	66.28 ± 1.67

**Tableau 22** : Taux d'extraction de l'huile de graines de nigelle à 120 bars et à 50 °C avec différentes granulométries.

\* Graine entière

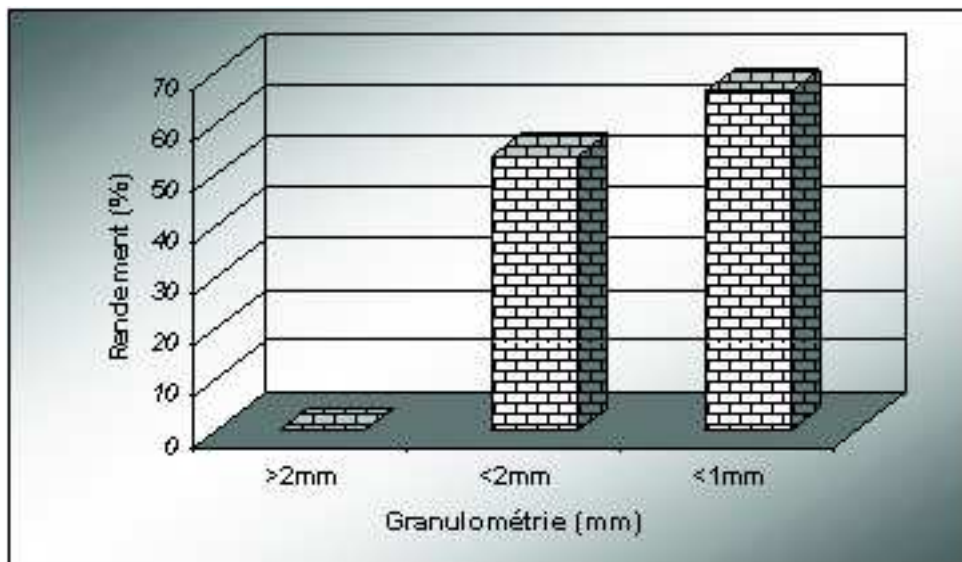


Figure 19 : Variation du taux d'extraction d'huile à 120 bars et à 50 °C en fonction de la granulométrie

### b- Effet de la granulométrie sur la teneur en huile résiduelle

Les résultats montrent que pour les graines broyées à une granulométrie inférieure à 1 mm le taux d'extraction est élevé, ( $66.28 \pm 1.67$  %) correspondant à une teneur résiduelle en huile de  $18,65 \pm 0,95$  % pour les conditions opératoires suivantes : pression de 120 bars, température de  $50^\circ\text{C}$  (Tableau 22 et figure 20).

Granulométrie (mm)	$\emptyset > 2 \text{ mm}^*$	$\emptyset < 2 \text{ mm}$	$\emptyset < 1 \text{ mm}$
Huile extraite (%)	0	$53.74 \pm 1.60$	$66.28 \pm 1.67$
Huile résiduelle (%)	$36,02 \pm 0,21$	$23,94 \pm 1,24$	$18,65 \pm 0,95$

**Tableau 23** : Taux d'extraction d'huile à 120 bars et à  $50^\circ\text{C}$  et taux d'huile résiduelle correspondant à différentes granulométries

\*Graine entière

Nos résultats sont en accord avec ceux de Singh et *al.* (1984), qui ont rapporté que pour les graines de tournesol entières, grossièrement et finement broyées (taille moyenne respective des particules de 0,88 et 0,70 mm) généralement les graines broyées avaient un meilleur rendement d'extraction avec une teneur résiduelle en huile de l'ordre de 21, 7% que les graines entières où la teneur résiduelle en huile est équivalente à 30,3%.

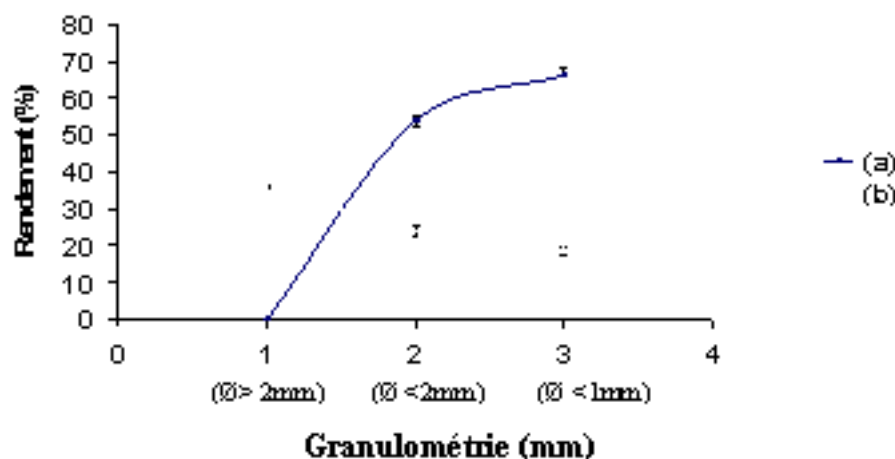


Figure 20 : Variation du taux d'huile extraite (a) et d'huile résiduelle (b) à 120 bars et à  $50^\circ\text{C}$  en fonction de la granulométrie

### 4.3 Extraction d'huile des téguments de la graine de nigelle.

#### 4.3.1 Extraction chimique

L'extraction chimique d'huile à partir des téguments a été effectuée par l'hexane dans un soxhlet. La teneur en lipides des téguments est de  $34,59 \pm 2.95\%$ . Ce résultat montre que les téguments de graines de nigelle contiennent également des lipides. Il en découle que les graines de nigelle doivent être broyées sans éliminer les téguments.

La présence des lipides dans l'enveloppe serait due à l'effet du broyage qui a libéré les gouttelettes lipidiques localisées dans la périphérie de la graine (Tableau 23).

Tableau 24 : Teneur en lipides totaux des téguments de graines de nigelle extraits par soxhlet.

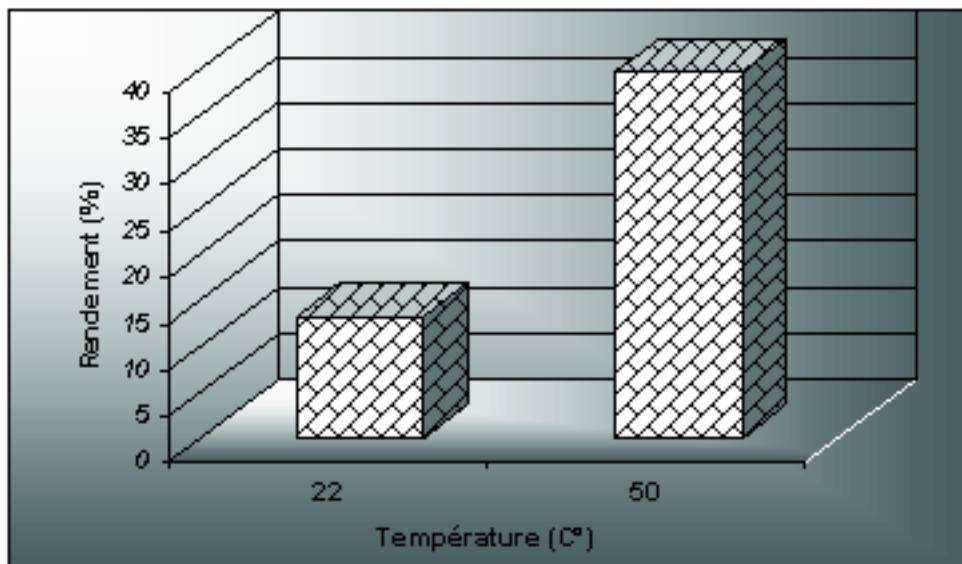
Caractéristique	<b>Téguments</b>
Lipides totaux (%)	34.59 ± 2.95

### 4.3.2 Extraction par presse hydraulique

Le pressage hydraulique des téguments a été effectué à 25 °C et à 50°C en exerçant une pression de 120 bars. Les résultats montrent qu'à 25 °C le rendement d'huile est de 12,04 ± 1,87%, en élevant la température à 50°C le taux augmente significativement à 39,67 ± 1,66 % ( $p < 0,05$ ) (Tableau 24 ; figure 21; Annexe 3/E).

Téguments de graines de nigelle	Taux d'extraction à 120 bars	
	22°C	12,04 ± 1,87%
	50°C	39,67 ± 1,66%

**Tableau 25** : Extraction d'huile des téguments par presse.



**Figure 21** : Variation du taux d'extraction d'huile des téguments à 120 bars en fonction de la température

## Conclusion

En Algérie l'industrie de trituration des graines oléagineuses est quasiment inexistante. Les industriels de la filière des corps gras importent actuellement de l'huile brute extraite de tournesol, colza et soja et procèdent uniquement au raffinage et au conditionnement de l'huile.

C'est dans ce contexte que nous avons réalisé le présent travail de recherche afin de contribuer au développement d'un procédé de trituration de la graine oléagineuse de nigelle (*Nigella sativa L.*).

La presse hydraulique mise au point au niveau du laboratoire en vue d'extraire l'huile de graines de nigelle est caractérisée par les performances suivantes :

- Maîtrise de la variation de la température à cœur du produit (températures minimales : 25 °C - températures maximales : 60 °C).
- Maîtrise de la variation de la pression (pressions minimales : 10 bars - pressions maximales : 120 bars)
- Le poids maximal de l'échantillon traité est de 2 kilogrammes.

Des résultats intéressants ont été obtenus en ce qui concerne l'influence de la température, de la pression et de la granulométrie sur le rendement de l'huile.

Les résultats ont montré que le taux d'extraction de l'huile de graine entière de nigelle est très faible. Un broyage des graines est donc nécessaire pour faciliter l'extraction de l'huile. La granulométrie optimale correspondant à un rendement élevé (66%) est inférieure à 1 mm.

Le taux d'extraction de l'huile augmente avec l'élévation de la température et de la pression. Le meilleur taux d'extraction (66%) est obtenu dans les conditions expérimentales suivantes :

- Granulométrie < 1mm
- Température : 50 °C
- Pression : 120 bars

Les résultats de la composition en acides gras de l'huile de graines de nigelle montrent une teneur importante en acide linoléique (C18:2  $\omega$  6) qui est de 58%. L'analyse des tocophérols par HPLC a révélé la présence des quatre tocophérols :  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\delta$ , dont l'alpha – tocophérols est majoritaire. Ces résultats confirment la qualité nutritionnelle de l'huile de graines de nigelle et l'intérêt bénéfique de son utilisation en alimentation humaine

Pour les prochains travaux de recherche il serait intéressant d'orienter l'étude sur le procédé d'extraction de l'huile de graines de nigelle ou autres graines oléagineuses en utilisant une presse en continu à l'échelle pilote et sur l'optimisation des paramètres influençant le taux d'extraction d'huile.

# Références bibliographiques

- Abdel-Al E.S.M., R.S. Attia, 1993.** Characterization of black cumin (*Nigella sativa*) seeds. 2-Proteins. . *Alex Sci. Exch.* n. 14, pp. 483-496.
- Abidi S.L., 2000.** Chromatographic analysis of tocol-derived lipid antioxidants. *J. Chromatogr. A*, n. 881, pp. 197-216.
- Abidi S.L., Thiam S., Warner I.M., 2002.** Elution behaviour of unsaponifiable lipids with various capillary electrochromatographic stationary phases. *J. chromatography.A.* n.949, pp. 195-207.
- Aboul-Ela E. I., 2002.** Cytogenetic studies on *Nigella sativa* seeds extract and thymoquinone on mouse cells infected with schistosomiasis using karyotyping Mutation. *Research/Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis*, vol. 516, n. 1-2, pp. 11-17.
- AFNOR, 1988.** Association Française de Normalisation. Recueil de Normes Françaises Corps gras : graines oléagineuses et produits dérivés, AFNOR, Paris, 531 p.
- Othmer, D.F., et Agarwal J.C., 1987.** Analysis of the oil extraction process in soybeans: A new continuous procedure. *Journal of the American Oil Chemists' Society* , vol.64, n.3, pp. 402-406.
- Al-Ghamdi M. S., 2001.** The anti-inflammatory, analgesic and antipyretic activity of *Nigella sativa*. *Journal Of Ethnopharmacology*, vol. 76, n.1, pp. 45-48.
- Alibert G., Mouloungui Z., Grison R., Romestan M., 2001.** Oléagineux, corps gras. *Lipides*, vol. 8, pp.98-102.
- Al-Jishi A. and Abou Hozafa B., 2003.** Effect of *Nigella sativa* on blood hemostatic function in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 85, n.1, pp. 7-14,
- Al-Naggar T. B., G # mez-Serranillos M. P., Carretero and M. E., Villar A. M., 2003.** Neuropharmacological activity of *Nigella sativa* L. extracts, *Journal of Ethnopharmacology*, vol.88, n.1, pp. 63-68.
- Anonyme, 2005.** *Nigella sativa* [http://en.wikipedia.org/wiki/Nigella\\_sativa](http://en.wikipedia.org/wiki/Nigella_sativa)
- Anonyme <sup>1</sup> , 2006.** La graine de nigelle : les preuves scientifiques, [http://www.mamansmusulmanes.net/nigelle\\_preuves.htm](http://www.mamansmusulmanes.net/nigelle_preuves.htm)
- Anonyme <sup>2</sup> , 2006.** Nigelle. [http://www.toildepices.com/index.php?url=/fr/plantes/angio\\_dic/renonculacee/nigella/\\_sp.php](http://www.toildepices.com/index.php?url=/fr/plantes/angio_dic/renonculacee/nigella/_sp.php)
- Anonyme, 2004.** L'huile de cumin noir. [http://www.habasawda.com/l\\_huile.htm](http://www.habasawda.com/l_huile.htm)
- Hans Wagner et al. , trad. 2004.** Black seed oil <http://www.amazingherbs.com/arblacseedoi.html>
- Atta M. B., 2003.** Some characteristics of nigella (*Nigella sativa* L.) seed cultivated in Egypt and its lipid profile. *Food Chemistry*, vol. 83, n. 1, pp. 63-68.

- Badary O. A., 1999.** Thymoquinone attenuates ifosfamide-induced Fanconi syndrome in rats and enhances its antitumor activity in mice. *Journal of Ethnopharmacology*, vol.67, n. 2, pp. 35-42.
- Badary O. A., Abdel-Naim A. B., H. Abdel-Wahab M., Hamada F. M. A, 2000.** The influence of thymoquinone on doxorubicin-induced hyperlipidemic nephropathy in rats *Toxicology*, vol. 143, n. 3, pp. 219-226.
- Bendekken M., 1994.** Extraction de l'essence de nigelle par solvants volatils et par hydrodistillation. *Thèse d'ingénieur en génie chimie, Ecole Nationale polytechnique, El Harrach*, 85 p.
- Benhaddou-Andaloussi A., Elimadi A., Settaf A., Cherrah Y., Haddad P. S., 2004.** The petroleum ether extract of *Nigella sativa* exerts lipid-lowering and insulin-sensitizing actions in the rats. *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 94, n. 2-3, pp. 251-259.
- Benkaci-Ali F., 2007.** Etude de la composition chimique de la *Nigella sativa* originaire d'Algérie. *Thèse de doctorat d'état en chimie organique appliquée, USTHB*, 216 .p.
- Benyoucef E.H., 2001.** Développement des procédés d'extraction des essences de coriandre et de nigelle : étude de leurs processus et applications. *Thèse de doctorat d'état, Ecole Nationale polytechnique, El Harrach* 198 p.
- Bonvehi J.S., Coll F.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.* n. 83, pp. 627-634.
- Bourel C., Vilarem G., Perinau F., 1993.** Etude des composés aromatiques de graines de nigelle (*Nigella sativa L.*), évaluation des propriétés antibactérienne et antifongique, *Rivista Italiana EPPOS*, vol. 10, pp. 21-27.
- Bousbia, N., 2004.** Extraction et identification de quelques huiles essentielles (Nigelle, Coriandre, Origan, Thym, Romarin) : étude de leurs activités antimicrobiennes. *Thèse de magister en sciences alimentaires, (INA), El Harrach*, 130 p.
- Burits M., Bucar F., 2000.** Antioxidant activity of *Nigella sativa* essential oil, *Institute of Pharmacognosy, phytotherapy Research*, n.14, pp.323-328.
- Cheftel J.C.1992 J.C., 1992.** Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments, *Ed. Lavoisier, Paris*, 800 p.
- Cheikh-Rouhou S., Besbes S., Hentati B., Blecker C., Deroanne C., Attia H., 2006.** *Nigella sativa L.*: chemical composition and physicochemical characteristics of lipid fraction, *J. Food chem.* 02, 022, pp 1-13.
- Cuvelier C., Dotreppe O., Istasse L., 2003.** Chimie, sources alimentaires et dosage de la vitamine E. *Ann. Méd. Vét.* n. 147, pp. 315-324
- Cuvelier C., Cabaraux J.F., Dufresne I., Hornick J.L. Istasse L., 2004 .**Acides gras : nomenclature et sources alimentaires. *Ann. Méd. Vét.*, n. 148, pp. 133-140.
- D'Antuono L. F., Moretti A., Lovato F. S, 2002.** Seed yield, yield components, oil content and essential oil content and composition of *Nigella sativa L.* and *Nigella Damascena L.*, *Industrial crops and products*, 15, 59-69, 2002.
- Daba M. H., Abdel-Rahman M. S. , 1998.** Hepatoprotective activity of thymoquinone in isolated rat hepatocyte, *Toxicology Letters*, vol. 95, n.1, pp. 23-29, 1998



- Delaveau P., 1987.** Les épices, description et usage des différentes épices, aromates et condiments; *Ed Albin Michel*, pp.14, 24 et 250.
- Ibn-Sina A.** Ghanoon dar Teb, Vol. 2, 3rd Ed. Translated by A. Sharafkandi Soroosh Press:Teheran, 314 p., 1988.
- El-Boukhari,** Extrait des recueils de hadith. Sahih el boukhari..
- El-Kadi A., Kandil O., 1987.**The black seed (*Nigella sativa*), and immunity: its effect on human T-cell subset, Federation. Proceeding, n.46, p.1222,
- El-Kamali H. H., 1998.** Antibacterial properties of essential oils from *Nigella sativa* seeds, Cymbopogon Citratus Leaves and Puligaria Undulata Aerial Parts. *Fitoterapia*, vol. 119, n. 1,2.
- El-Abhar H. S., Abdallah D. M. and Saleh S., 2003.** Gastroprotective activity of *Nigella sativa*oil and its constituent, thymoquinone, against gastric mucosal injury induced by ischaemia/reperfusion in rats *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 84, n. 2-3, pp. 251-258.
- El-Dakhakhny M., Barakat M., Abd El-Halim M., Alfy S. M., 2003.**Effects of *Nigella sativa* oil on gastric secretion and ethanol induced ulcer in rats, *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 72, n. 1-2, pp. 299-304.
- El-Saleh S. C., Al-Sagair O. A., Al-Khalaf M. I., 2004.**Thymoquinone and *Nigella sativa* oil protection against methionine-induced hyperhomocysteinemia in rats, *International Journal of Cardiol.* vol. 93, n.1, pp.19-23.
- Fararh K. M., Atoji Y., Shimizu Y. and Takewaki T., 2002.**Insulinotropic properties of *Nigella sativa* oil in Streptozotocin plus Nicotinamide Diabetic hamster, *Research in Veterinary Science*, vol.73, n. 3, pp. 279-282.
- Fararh K. M., Atoji Y., Shimizu Y, Shiina T., Nikami H., Takewaki T., 2004.**Mechanisms of the hypoglycaemic and immunopotentiating effects of *Nigella sativa* L.oil in Streptozotocin-induced diabetic hamsters, *Research in Veterinary Science*, vol. 77, n. 2,1pp. 23-129.
- Fernholz E.J., 1938.** Constitution of Alfa-tocopherol. *J. Am. Chem. Soc.*, n. 60, pp.700-710
- Ferradji A., Imerzouken M., Malek N., Boudour N., 2001.** Effet de quelques paramètres sur l'extraction d'huile des amandes d'abricot par pressage. *Annales de l'Institut National Agronomique*, vol. 22, pp. 49-59.
- Gausсен, H., Leroy, J.F. et Ozenda, P., 1982.** Précis de Botanique. 2. Les Végétaux Supérieurs,. *Ed. Masson*, Paris, 2éd. pp. 221-241.
- Godon B., Loisel W., 1997.** Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales. *Ed. Lavoisier*, Paris, 2éd. 819 p.
- Goreja W. G., 2003.** Black Seed-Nature's Miracle Remedy, *Amazing Herbs Press*, New York,
- Hammonds T.W., Harris R.V., Head S.W., 1991.** The influence of moisture content on the extraction of oil from fresh, grated coconuts. *Trop. Sci.*, n°31, pp. 73-81.
- Hickox G.H, 1953.**Some Factors Affecting the Hydraulic Extraction of Cottonseed Oil,*J. Am. Oil chem. Soc.*, n. 11, pp. 481-486.

- Jansen P. C. M., 1981.** Spices, Condiments and Medicinal Plants in Ethiopia, their Taxonomy and Agricultural Significance. *Center for Agricultural Publishing and Documentation*, Addis Ababa, pp. 76-85
- Juliano B.O., Perez C.M., Ard M.K., 1990.** Grain quality characteristics of export rice in selected markets. *Cereal Chem.* n.67, pp.192-197.
- Karleskind A., 1992.** Manuel des corps gras. *Ed. Lavoisier*, Paris. vol.1, 787 p.
- Khan.L.M. et Hanna.M.A., 1984.** Expression of soybean oil. *Transaction of the ASAE*, pp.190-194
- Koo. E.C; 1942** :*Ind. Eng.Chem.*, n.3, pp. 342-345 in **Lanoisellé J.L. et Bouvier J.M., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, n. 3,4, 1994, pp. 61-72
- Laisney.J.,1984.** L'huilerie moderne "Art et techniques" *Compagnie Francaise pour le Developpement des Fibres Textiles*, Paris.1984. 318 p.
- Laisney.J., 1992.** Principes généraux de la trituration .In Karleskind Manuel des corps gras. *Ed. Lavoisier*, Paris. vol.1, 787 p.
- Lanoisellé J.L., et Bouvier J.M., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, n. 3,4, 1994, pp. 61-72.
- Leybros J. ; Fremeaux P., 1990.** Extraction solide-liquide, aspect théorique. *Techniques de l'ingénieur J; n: 2780; pp. 7-8.*
- Léger C.L., 2000.** La vitamine E : état actuel des connaissances, rôle dans la prévention cardiovasculaire, biodisponibilité. *OCL*, vol. 7, n. 3, pp. 258-265.
- Louisot P., 1980.** Biochimie: générale et médicale / structurale, métabolique, séméiologique, *Simep*, Villeurbanne, vol. 2. 437 p.
- Linditsch J., 2000.** ABC des Shwarzkümmels Heilanwendungen, Ed. Erd, pp.1-116
- Manoj Nair M. K. M., Vasudevan P., Venkitanarayanan K. M.K.M, 2005.**Antibacterial effect of black seed oil on *Listeria monocytogenes* . *Food Control*. vol.16, pp. 395-398.
- Meral I., Donmez N., Baydas B., Belge F., Kanter M., 2004.**Effet of *Nigella sativa* L. on heart rate and some hematological values of alloxan-induced diabetic rabbits; *Scandinavian Journal of Clinical and Laboratory Investigation.*, vol.31, n. 1.
- Moghadasian M.H., Frohlich J.J., 1999.**Effect of dietary phytosterols on cholestérol metabolism and atherosclerosis: clinical and experimental evidence. *Am.J. Med.*,n. 107, pp, 588-594.
- Mokkedem A., 2004.** Guide pratique des cultures en secs de quelques plantes médicinales, condimentaires et aromatiques. *INRAA*, El-harrach, 10 p.
- Mountasser A., El Hadek M., 1999.** Optimisation des facteurs influençant l'extraction de l'huile d'argan par une presse. *OCL*, vol.6, n.3, 1999, pp. 273-279.
- Mrema G.C., McNulty P.B., 1979.** Mechanisms of Mechanical Oil Expression from Rapeseed and Cashew, *P.H.D. Thesis, National University of Ireland, Dublin.*
- Nergiz C., Otles S., 1993.** Chemical composition of *Nigella sativa* L. Seeds. *Food chemistry*, n. 48, pp. 259-261.



- Norris F.A., 1974.** Extraction of fats and oils. In Bailey's Industrial oil and fat products. Daniel Swan, *chap.15*, pp.637-718
- Novakova O., Chen H., Vrana O., Rodger A., Sadler P. J., Brabec V., 2003.**DNA interactions of monofunctional organometallic ruthenium (II) antitumor complexes in cell-free media, *Biochemistry*, vol. 42, n. 39, pp. 44-54,
- 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. 377-389.
- Patterson A.B.W., 1989.** Handling and storage of oil seeds, oils, fats and meal. *Elsevier Applied Science*, London, pp. 83–85.
- Ramadan M. F., Kroh L.W., Mörsel J.T., 2003.**Radical scavenging activity of black cumin (*Nigella sativa L.*), coriander (*Coriandrum sativum L.*), and Niger (*Guizotia abyssinica Cass.*) Crude seed oils and oil fractions. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, n.51, pp. 6961-6969.
- Ramadan M.F., Mörsel J.T., 2002.**Direct isocratic normal Phase assay of fat–soluble vitamins and B-Carotene in oilseeds. *European Food Research and Technology*, n. 214, pp. 521-527
- Ramadan M.F., Mörsel J.T., 2002.**Neutral lipid classes of black cumin (*Nigella sativa L.*) seed oils. *Eur Food Res Technol*, n. 214, pp. 202-206.
- Ramadan M.F., Mörsel J.T., 2003.**Analysis of glycolipids from black cumin (*Nigella sativa L.*), coriander (*Coriandrum sativum L.*) and niger (*Guizotia abyssinica Cass* oilseeds. *Food chemistry*, n.80, pp. 197-204.
- Ramadan M.F., Mörsel J.T., 2004.**Oxidative stability of black cumin (*Nigella sativa L.*), coriander (*Coriandrum sativum L.*) and niger (*Guizotia abyssinica Cass.*) crude seed oils upon stripping. *European journal of lipid science and technology*, n.1, pp. 35-43
- Ramadan M.F., Sharanabasappa G., Seetaram Y.N., Seshagiri M. and Mörsel J.T., 2005.** Characterization of fatty acids and bioactive compounds of Kachnar (*Bauhinia purpurea L.*) seed oil. *Food chemistry*° 98, pp 359-365.
- Ruperez F.J., Martin D., Herrera E., Barbas C., 2001.** Chromatographic analysis of Alfa-tocopherol and related compounds in various matrices. *J. Chromatogr. A*, n. 935, pp.45-69.
- Selma El Hadj M. S, 2007.** Etude de l'huile d'argan (*Argania Spinosa*) extraction et qualité de l'huile. *Thèse de magister en sciences alimentaires* (INA), El Harrach, 87p.
- Sivala K., Bhole N.G. et Mukherjee R.K., 1991.**Effect of Moisture on Rice Bran Oil Expression, *J. Agric. Eng. Res.*, n. 50, pp. 81-91.
- Singh M.S., Farsaie A., Stewart L.E., Douglass L.W., 1984.** Transaction of the ASAE, pp. 1190-1194.
- Skoog A.D., Holler F.J., Nieman T.A., 2003.** Principes d'analyse instrumentale. *Ed. De Boeck Diffusion*, Paris, 956 p.
- Smith R.L. et Kraybill.** Ind.Ing.Chem.25, 1933, pp, 334-336. in **Lanoisellé J.L. et Bouvier J.M., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, n. 3,4, 1994, pp. 61-72

- Sugawara T., Miyazawa T., 1999.** Separation and determination of glycolipids from edible plant by high-performance liquid chromatography and light -scattering detection. *Lipids*, n. 34, pp. 1231-1237.
- Tan B., Brzuskiwicz L., 1989.** Separation of tocopherol and tocotrienol isomers using normal- and reverse-phase liquid chromatography. *Anal. Biochem*, vol. 180, n 2, 1989, pp. 368-373.
- Taylor R.B., 1937.** Chem. Metall. Eng, n. 44,1937, pp.978-981. in **Lanoisellé et Bouvier J.L., Bouvier, J.M., 1994.** Le pressage hydraulique des oléagineux : mise au point. *Revue française des corps gras*, n. 3,4, 1994, pp. 61-72
- Teuscher E. , Anton R., Lobstein A., 2005.**Plantes aromatiques : épices, aromates, condiments et huiles essentielles. Ed. *Lavoisier, Paris*, 522 p.
- Tir R., 2005** Extraction et analyse de l'huile de graines de sésame. *Thèse de magister en chimie* (USTHB), Alger, 123 p.
- Ustun G., Kent L., Cekin N., Clivelekoglu H., 1990.**Investigation of technological properties of *Nigalla Sativa* L. (Black Cumin) seed oil., *Journal of the american oil , Chemists society, USA*, vol.67, n. 12, pp. 958-960
- Wagner G.J., Smepered R.W., 2004.** New approaches for studying and exploiting an old Protuberance, the plant trichone . *Annals of botany*, vol. 93, n. 1, pp. 3-11.
- Zaoui A., Cherrah Y., Alaoui K., Mahassine N., Amarouch H. and Hassar M., 2002.**Effects of *Nigella sativa* fixed oil on blood homeostasis in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, vol. 79, n.1, pp. 23-26,
- Zouaghi, N., 1985.** Extraction des huiles essentielles des grains de *Nigella Sativa* par entraînement à la vapeur d'eau.*Thèse d'ingénieur en génie chimie (ENP)*, El Harrach, 96 p.

# Annexes

## Annexe 1

### Statistiques deS Importations Annuelles Par Partenaires

Période : Années 2006,2007 & le 1er Trimestre 2008

Produit : 12079900 Graines et fruits oléagineux ;

Origines	Année 2006		Année 2007		1er Trimestre 2008	
	Valeurs Usd	Poids Kg	Valeurs Usd	Poids Kg	Valeurs Usd	Poids Kg
EGYPTE	1 947	10 270	0	0	0	0
ETHIOPIE	44 118	29 280	394 019	490 913	0	0
CHINE	27 529	46 000	131 717	314 650	26 528	75 750
EMIRATS ARABES UNIS	40 059	32 150	0	0	0	0
INDE	14 175	31 575	115 611	152 165	122	19
IRAN	9 710	16 480	0	0	8 760	29 860
JAPON	0	0	3	85	9 498	735
PAKISTAN	0	0	0	0	3 276	5 000
SYRIE	232 628	385 600	387 423	719 110	79 266	158 800
BELGIQUE	4 746	10 500	3 912	2 250	0	0
ESPAGNE	39 963	44 025	55 057	97 375	23 233	25 030
FRANCE	0	0	24 060	256	0	0
UKRAINE	0	0	3 742	21 000	0	0
TOTAL	414 874	605 880	1 115 545	1 737 804	150 683	295 194

Statistiques des importations Algériennes annuelles des graines et fruits oléagineux.

Source : Centre National de l'Informatique et des Statistiques (CNIS)

## Annexe 2



**( $\delta$ -tocophérol)**



**( $\beta$ -tocophérol)**

**Etalons internes des tocophérols**

## Annexe 3



**Broyeur tamiseur RETSC**

## Annexe 4

**Optimisation des paramètres influençant le taux d'extraction de l'huile des graines de nigelle (Nigella Sativa L.) par pressage**

Tests Univariés de Significativité pour RDT (f) Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse					
Effet	SC	Degr. de Liberté	MC	F	p
ord. origine	22998,4	1	22998,4	647,895	0,000
température	4107,4	2	2053,7	57,856	0,000
Erreur	851,9	24	35,50		

**(A)**

Tests Univariés de Significativité pour RDT (f) Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse					
Effet	SC	Degr. de Liberté	MC	F	p
ord. origine	22998,4	1	22998,4	125,629	0,000
pression	565,8	2	282,90	1,545	0,233
Erreur	4393,5	24	183,07		

**(B)**

Tests Univariés de Significativité pour RDT (f) Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse					
Effet	SC	Degr. de Liberté	MC	F	p
ord. origine	22998,4	1	22998,4	1768,35	0,000
température	4107,4	2	2053,7	157,91	0,000
pression	565,8	2	282,90	21,75	0,000
Erreur	286,1	22	13,0		

**(C)**

Tests Univariés de Significativité pour RDT (f) Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse					
Effet	SC	Degr. de Liberté	MC	F	p
ord. origine	15421,8	1	15421,8	7106,70	0,000
granulométri	7829,7	2	3914,8	1804,05	0,000
Erreur	13,0	6	2,17		

**(D)**

Tests Univariés de Significativité pour RDT (f) Paramétrisation sigma-restreinte Décomposition efficace de l'hypothèse					
Effet	SC	Degr. de Liberté	MC	F	p
ord. origine	4010,62	1	4010,62	472,808	0,000
téguments	1145,48	1	1145,48	135,039	0,000
Erreur	33,93	4	8,48		

**(E)**

*Rapports de l'analyse de la variance à un facteur (A, B, D, E) et à deux facteurs (C)*