REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES



Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de **Master**

En Sciences de la nature et de la vie

Spécialité : Microbiologie Appliquée

Par :

Hocine CHAIR & Smail Abdelhafid HADJADJ

Thème :

Caractérisation physico-chimique, évaluation de l'activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile de pépin de raisin, et formulation d'une crème dermique

Soutenue publiquement le : 25 /06 /2025., Devant le jury composé de :

Mme BOUMEDIENE F	**Grade : MCB**	U.Médéa	Président
Mme DIF S	**Grade : MCB**	U.Médéa	Examinateur
Mme CHAOUATI K	**Grade : MAA**	U.Médéa	Encadreur

Année universitaire 2024/2025

"Caractérisation physico-chimique, évaluation de l'activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile de pépin de raisin, et formulation d'une crème dermique"

Résumé.

Ce travail porte sur l'étude de l'huile de pépins de raisin provenant de deux régions algériennes (Tipaza et Aïn Témouchent). Après extraction, ses caractéristiques physicochimiques (densité, indice de réfraction, iode, saponification, acidité, peroxyde) ont été déterminées, puis son chimiotype a été exploré par CCM révélant notamment la présence de vitamine E.

L'huile a fait l'objet d'évaluations de son activité antioxydante (test DPPH) et antimicrobienne (méthode de diffusion sur gélose contre cinq bactéries pathogènes et deux champignons). Enfin, une crème dermique anti-âge à base de cette huile riche en composés bioactifs a été formulée et soumise à des contrôles de pH, conductivité, homogénéité, stabilité et consistance.

Les meilleurs résultats montrent que les deux huiles partagent un indice de réfraction optimal (1,73) et une forte teneur en vitamine E (CCM), tandis que l'huile de Tipaza (HT) se distingue par une exceptionnelle activité antioxydante (pourcentages d'inhibition de 71,87 % pour HA et 90,15 % pour HT) et une bonne efficacité antimicrobienne contre *Staphylococcus aureus*, et l'huile d'Aïn Témouchent (HA) par une inhibition notable de *Salmonella thyphimurium*. La crème dermique formulée à partir de ces huiles présente par ailleurs un pH cutanéo-compatible, une homogénéité, une stabilité et une consistance idéales, confirmant leur potentiel pour des cosmétiques anti-âge de haute qualité.

Mots-clés : huile de pépins de raisin, chromatographie en couche mince, activité antioxydante, activité antimicrobienne.

"Physico-chemical characterization, evaluation of the antimicrobial and antioxidant activity of grape seed oil, and formulation of a dermal cream."

Abstract.

This study focuses on grape seed oil extracted from two Algerian regions (Tipaza and Aïn Témouchent). After extraction, the oil's physicochemical characteristics (density, refractive index, iodine value, saponification value, acidity, and peroxide value) were determined. Its chemotype was then explored by thin-layer chromatography (TLC), which revealed the presence of vitamin E.

The antioxidant activity of the oil was evaluated using the DPPH assay, and its antimicrobial activity was assessed by the agar diffusion method against five pathogenic bacteria and two fungi. Finally, an anti-aging dermal cream based on this bioactive compound-rich oil was formulated and subjected to quality control tests including pH, conductivity, homogeneity, stability, and consistency.

The best results showed that both oils share an optimal refractive index (1.73) and a high vitamin E content (TLC). However, the oil from Tipaza (HT) stood out for its exceptional antioxidant activity (inhibition rates of 71.87% for HA and 90.15% for HT) and showed good antimicrobial efficacy against *Staphylococcus aureus*, while the oil from Aïn Témouchent (HA) showed notable inhibition of *Salmonella typhimurium*. The dermal cream formulated with these oils exhibited skin-compatible pH, as well as ideal homogeneity, stability, and consistency, confirming their potential for high-quality anti-aging cosmetic applications.

Keywords: grape seed oil, thin-layer chromatography, antioxidant activity, antimicrobial activity

"التوصيف الفيزيائي-الكيميائي، وتقييم النشاط المضاد للميكروبات والمضاد للأكسدة لزيت بذور العنب، وتحضير تركيبة كريم جلدي."

الملخص.

يتناول هذا العمل دراسة زيت بذور العنب المستخرج من منطقتين جزائريتين (تيبازة وعين تموشنت). بعد عملية الاستخلاص، تم تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية للزيت، والتي شملت الكثافة، معامل الانكسار، رقم الأيود، رقم التصبن، الحموضة، ورقم البيروكسيد. كما تم دراسة النمط الكيميائي للزيت باستخدام تقنية الكروماتوغرافيا على الطبقة الرقيقة(CCM) ، والتي كشفت بشكل خاص عن وجود فيتامين E .

تم تقييم النشاط المضاد للأكسدة للزيت باستخدام اختبارDPPH ، بالإضافة إلى دراسة نشاطه المضاد للميكروبات باستخدام طريقة الانتشار على الوسط المغذي ضد خمس سلالات بكتيرية ممرِضة وسلالتين من الفطريات. وفي المرحلة الأخيرة، تم تصنيع كريم جلدي مضاد لعلامات التقدم في السن اعتماداً على هذا الزيت الغني بالمركبات الحيوية، وخضع هذا الكريم لاختبارات الجودة شملت قياس درجة الحموضة، الناقلية ، التجانس، الثبات، والقوام.

أظهرت أفضل النتائج أن كلا الزيتين يشتركان في معامل انكسار مثالي (1.73) واحتواء مرتفع على فيتامين E وفقاً لتحليل(CCM ، بينما تميز زيت تيبازة (HT) بنشاط مضاد للأكسدة استثنائي (بنسب تثبيط بلغت 71.87٪ لزيت عين تموشنت و90.15٪ لزيت تيبازة)، وفعالية جيدة ضد *Staphylococcus aureus*.أما زيت عين تموشنت(HA) ، فقد أظهر فعالية ملحوظة ضد *Salmonella typhimurium* .كما أظهر الكريم الجلدي المصنّع خصائص مثالية من حيث توافقه مع البشرة من حيثpH ، وتجانسه، وثباته، وقوامه، مما يؤكد إمكاناته في تطوير مستحضرات تجميل مضادة لعلامات الشيخوخة ذات جودة عالية.

الكلمات المفتاحية :زيت بذور العنب، الكروماتوغرافيا على الطبقة الرقيقة، النشاط المضاد للأكسدة، النشاط المضاد للميكروبات

Remerciements

Dieu'''اللهmerci pour nous avoir donné la santé, la volonté et le courage sans lesquels ce travail n'aurait pas été réalisé.

Tout d'abord, nous exprimons notre gratitude et nos remerciements à notre promotrice, Madame Karima Chaouati, pour ses conseils constants, pour avoir dirigé ce travail de recherche ainsi que pour son aide précieuse tout au long de sa réalisation.

Nous tenons à exprimer notre gratitude aux membres du jury :

Mme **B**OUMEDIENE **F** , Mme DIF **S,** d'avoir accepté de juger ce travail

Nous remercions toutes l'équipe de SAIDAL qui nous ont accueillies chaleureusement surtout Mr Hadjadj Riyad, Mr Zouambia Fouad, Kerrashe Oummar, Dahlouk Zaki, Mr. Karim laidi, Mr Mohamed, Oussama et Hamza, Mme Khelil Hayate, Mme Najat Ben Amir, Mme Karima, Mme Chaïma et Abir, Mme Sarah et Salma Chikhtouhami. pour leurs encouragements, leur disponibilité, leur assistance et leurs conseils judicieux. C'est un honneur pour nous d'avoir travaillé avec eux.

Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce
travail.

Hocine & Smail

Dédicace

Grâce à Dieu Tout-Puissant, je tiens à dédier ce modeste travail à tous ceux qui me sont chers.

♥ *À ma chère mère*

Aucune dédicace ne saurait pleinement exprimer le profond respect, l'amour éternel et la reconnaissance infinie que je ressens pour les sacrifices que vous avez consentis afin de m'offrir une éducation et un bien-être exemplaires.
Je vous remercie du fond du cœur pour tout le soutien et l'amour inconditionnel que vous m'avez toujours témoigné depuis mon enfance.
Que votre bénédiction m'accompagne tout au long de ma vie.
Puisse Dieu, le Très-Haut, vous accorder santé, bonheur et une longue vie remplie de sérénité.

♥ *À mon cher père « Mohamed»*

Qu'Allah te bénisse, te protège et t'élève en degrés dans ce monde et dans l'au-delà.
Tu as été pour moi un pilier, un guide et un exemple de piété et de patience.
Que toutes tes prières, tes efforts et tes sacrifices soient récompensés par le Très-Miséricordieux.

♥ *À ma chère sœur « Oum Jana »*

Merci infiniment pour ton soutien précieux.
Merci pour ton grand cœur et toutes tes qualités, bien trop nombreuses pour être citées ici.

♥ À mes chers frères

Ma vie ne serait pas aussi belle sans votre présence, votre amour et votre complicité.

♥ *À mon cher ami et binôme « Smail »*

Tu as été plus qu'un ami durant ces années partagées.
J'espère que notre amitié perdurera encore longtemps.

♥ À mes chers amis et aux enfants de mes frères :

«Mahfoudh, Misoum, Madjide, Oussama, Halim, Hytham, Fares, Mouhibe, et Louay»

Merci pour votre amitié sincère, votre soutien constant et votre présence précieuse.
Que Dieu vous bénisse, vous protège et préserve notre lien dans Sa miséricorde.

♥ …HOCINE

Dédicace

Louange à Dieu, le Tout Puissant, qui nous a permis de mener à bien ce modeste travail. On dit « les mots s'envolent, seuls les écrits restent » c'est pour cela que je vous écris ces petits mots À mon cher père « Riad » et À ma mère «Hafida». Qui ont toujours été là pour nous, nous les remercions pour leurs sacrifices, leurs amour, leurs tendresse, leurs soutien et leurs prières tout au long de notre cheminement scolaire depuis l'enfance jusqu'à ce stade, que dieu vous prolonge son vie et les rendre toujours fiers de nous Que Dieu le Tout Puissant vous garde. A Mes frères ; Zakaria, Mohamed, et Sadjed ... Et Mes sœurs ; Rania, et Rayane.

Smail


بسم الله الرحمن الرحيم

LISTE DES FIGURES

Numéros	Titres des figures	Pages
I.1	Schéma représentative de l'anatomie de la plante de la vigne	4
I.2	Structure des principaux types de graisses saturées, monoinsaturées et polyinsaturées	7
I.3	Squelette de base des stérols et des phytostérols, structure du cholestérol et des principaux phytostérols (β-sitostérol, stigmastérol et campestérol)	8
I.4	Structures et positions méthyles des tocophérols et tocotriénols	8
I.5	Représentation schématique de l'extraction mécanique d'huile végétale à l'aide d'une presse à vis	10
I.6	Schéma du dispositif expérimental de pressage à froid	10
I.7	Représentation des différents composants d'une baie de raisin	12
I.8	Structure des acides gras présents dans l'huile de pépins de raisins	14
I.9	Structure du β-sitostérol et du Stigmastérol	16
II.1	Présentation de l'huile de pépins de raisin étudiée	23
II.2	Principe de la réfraction de la lumière	25
II.3	Cuve de chromatographie en couche mince (CCM)	31
II.4	Transformation du radical DPPH• en DPPHH (diphenyl-picryl hydrazine a diphenyl-picryl hydrazyl)	32
II.5	teste de DPPH de deux espèces d'huile a t=0 min	34
II.6	Processus d'antibiogramme	35
III.1	l'indice de réfraction des huiles de pépins de raisin	40
III.2	La densité des huiles de pépins de raisin	42
III.3	l'indice d'acidité des huiles de pépins de raisin	44
III.4	l'indice de peroxyde des huiles de pépins de raisin	45
III.5	l'indice de d'iode des huiles de pépins de raisin	47
III.6	l'indice de saponification des huiles de pépins de raisin	48
III.7	Chromatographie sur couche mince (CCM) montrant la présence d'alpha-tocophérol dans les huiles de pépins de raisin d'Aïn Témouchent (AT) et de Tipaza (T).	50
III.8	Activité antioxydante (IC_{50}) des huiles de pépins de raisin provenant de Aïn Témouchent et Tipaza	51
III.9	L'effet de huile pépins de raisin sur les souches bactériennes	54
III.10	Diamètre de zone d'inhibition (DZI) des huiles de pépins de raisin sur les bactéries testés.	54
III.11	L'effet de huile pépins de raisin sur les souches fongique	56
III.12	Observation après centrifugation (1500 tr/min, 10 min) pour évaluation de la stabilité de la crème	58
III.13	Lecture de la conductivité électrique de la crème à l'aide d'un conductimètre	58
III.14	Aspect macroscopique de la crème formulée à base d'huile de pépins de raisin appliquée sur lame Superfrost	59
III.15	observation microscopique (optique) d'une émulsion huile-dans-eau formulée à base d'huile de pépin de raisin	59

LISTE DES TABLEAUX

Numéros	Titre des tableaux	Pages
I 1	Profil lipidique de l'huile de pépins de raisin	13
I.2	Composition en Tocophérols et Tocotriénols en mg/Kg d'huile de pépins de raisins	15
I.3	L'huile de pépins de raisin renferme les phytostérols principaux suivants	16
II.1	Les souches de référence bactérienne utilisées	23
II.2	Les souches fongiques de références utilisées	24
II.3	Liste des réactifs et solutions utilisés dans l'étude	24
II.4	Formule centésimale de la crème anti-âge	37
III.1	Rapport frontal (Rf) des huiles de pépins de raisin d'Aïn Témouchent (AT) et de Tipaza (T), comparé au standard de la vitamine E (alpha-tocophérol).	50
III.2	Résultats des tests de contrôle de qualité de la crème dermique anti-âge formulée à base d'huile de pépins de raisin	57

TABLE DES MATIÈRES

Introduction 01

CHAPITRE 1. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUES

I.1. La plante de vigne (Vitis vinifera L) 03

I.1.1 Généralité 03

I.1.2. Systématique de l'espèce de *Vitis vinifira* 03

I.1.3. Description botanique 03

I.1.4. Composition chimique 04

I.1.4.1. Composition primaires 04

I.1.4.2. Composition secondaires 05

I.2. Les huiles végétales 05

I.2.1. Généralités 05

I.2.2. Classification des huiles végétales 06

I.2.2.1. Les composés majeurs 06

I.2.2.2. Les composants mineurs 07

I.2.3. Les types d'huiles végétales 09

I.2.3.1. Les huiles vierges extraites par pressage à froid 09

I.2.3.2. Les huiles raffinées 09

I.3. Les méthodes d'extraction d'huile végétale 09

I.3.1. Extraction par pressage mécanique 09

I.3.1.1 Extraction par pressage à froid 10

I.3.1.2. Extraction par pressage à chaud 11

I.3.2. Extraction par solvant 11

I.4. Huile de pépins de raisin 11

I.4.1. Généralité 11

I.4.2. La structure de la baie de raisin 11

I.4.3. Composition des huiles de pépins de raisin 12

I.4.3.1. Les acides gras 12

I.4.3.2. Les polyphénols 14

I.4.3.3. Tocophérols et tocotriénols : La vitamine E essentielle 14

I.4.3.4. Les stérols 15
I.4.4. Paramètre physico chimiques de l'huile de pépins de raisin 17
I.4.5. Activités biologiques de l'huile de pépins de raisin 17
I.4.5.1. Activité antioxydante 17
I.4.5.2. Activité antimicrobienne 17
I.4.5.3. Activité antitumorale 18
I.4.5.4. Activité anti-inflammatoire 18
I.4.5.5. Activité cardio-protecteur 19
I.4.5.6. Activité neuro-protecteur 19
I.4.5.7. Activité antidiabétique 19
I.4.5.8.Activité anti-ulcéreuse 20
I.4.6. Utilisation des huiles de pépins de raisin 20
I.4.6.1. Utilisation en cosmétique 20
I.4.6.2. Utilisation en alimentation 21

CHAPITRE II PRODUITS, MATERIELS & METHODES

II.1. Matériel 22
II.1.1 Période et lieu d'étude 22
II.1.2. Objectif 22
II.1.3. Matériel biologique 22
II.1.3.1. L'huile de pépins de raisin (origine) 22
II.1.3.2. Souches microbiennes 23
II.1.4. Réactif Solution 24
II.2 Méthodes 25
II.2.1. Caractérisation physico-chimique 25
II.2.1.1. Analyse physique 25
II.2.1.1.1. Indice de réfraction 25
II.2.1.1.2. La Densité 26
II.2.1.2. Analyse chimique 26
II.2.1.2.1. Indice d'acide 26
II.2.1.2.2. Indice de saponification 27
II.2.1.2.3. Indice de peroxyde 28
II.2.1.2.4. Indice d'iode 29
II.2.1.3. Étude de chimio-type d'huile (ou "chimiotype" d'huile) 29

II.2.2. Évaluation des activités biologiques d'huile des pépins de raisin 31
II.2.2.1. Activité antioxydante 31
II.2.2.2. Évaluation de l'activité antimicrobienne 34
II.2.2.2.1 L'activité antibactérienne 34
II.2.3. Formulation d'une crème anti-âge à base d'huile 36
II.2.3.1. Critères de choix des excipients 36
II.2.3.2. Formule centésimale de la crème anti-âge 36
II.2.3.3 Contrôle physico-chimie de la crème obtenue 37

CHAPITRE 3. RESULTATS & DISCUSSION

III.1. Caractérisation physique et chimique de deux huiles de pépin de raisin provenant de deux régions 40
III.1.1. Indice de réfraction 40
III.1.2. La densité 42
III.1.3. l'indice d'acide 43
III.1.4. Indice de peroxyde 45
III.1.5. Indice d'iode 46
III.1.6. indice de saponification 47
III.1.7. Étude de chimio-type d'huile (ou "chimiotype" d'huile) 49
III.1.7.1 Résultat de chromatographie sur couche mince (CCM) 49
III.2 Evaluation de l'activité biologique de deux huiles de pépin de raisin provenant de deux régions 51
III.2.1. Résultats de l'activité antioxydante 51
III.2.2. Résultats de l'activité antimicrobienne contre les bactéries 52
III.2.3. Résultats de l'activité antimicrobienne contre les champignons 52
III.3. Contrôle physico-chimie de la crème formulation 55
III.3. Résultats 56
CONCLUSION GENERALE 61
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES
ANNEXES

LISTE DES ABREVIATIONS & NOMENCLATURES

DPPH	*2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle*
HT	l'huile de pépins de raisin Tipaza
HA	l'huile de pépins de raisin Aïn Témouchent
M	Molarité
DO	Densité Optique
%	Pourcentage
λ	Longueur d'onde
ml	Millilitre
mg	Milligram
°C	degré Celsius
g	gramme
KOH	Potasse caustique
Ia	Indice d'acide
m	masse (en grammes)
UV	Rayonnement Ultraviolet
N	normalité de la solution
v	volume
Is	indice de saponification
Ip	Indice de peroxyde
Ii	Indice d'iode
L	Litre
µL	Microlitre
CCM	Chromatographie sur couche mince
nm	nanomètre
DMSO	Dimethylsulfoxyde
IC50	la concentration inhibitrice médiane
rp	Rapport frontal

INTRODUCTION GENERALE

Introduction

À l'échelle mondiale, les infections microbiennes représentent un enjeu sanitaire majeur, en particulier en raison de l'émergence croissante de la résistance aux antibiotiques. Ce phénomène compromet considérablement l'efficacité des traitements classiques, et contribue à une morbidité et une mortalité accrues. En 2013, les infections ont été responsables de 9,2 millions de décès, soit environ 17 % de la mortalité globale . Cette réalité alarmante a conduit les chercheurs à explorer de nouvelles stratégies pour pallier l'inefficacité croissante des antibiotiques. L'une des approches les plus étudiées consiste à associer ces antibiotiques à d'autres molécules susceptibles de potentialiser leur activité, voire de restaurer leur efficacité **(Wright, 2016 ; Aminov, 2010).**

Ces molécules peuvent inclure des composés non antibiotiques ayant une action antimicrobienne intrinsèque, ouvrant la voie à de nouvelles perspectives thérapeutiques. Dans cette optique, les substances phytochimiques ont démontré des propriétés remarquables, et de nombreux travaux ont mis en évidence le rôle prometteur des produits naturels dans la lutte contre la résistance bactérienne **(Khameneh et al., 2019).**

Les huiles végétales sont largement reconnues comme des composants de base dans de nombreux régimes alimentaires, notamment le régime méditerranéen, en raison de leur richesse en composés bioactifs bénéfiques pour la santé **(Ribeiro et al., 2022).** En plus de leur valeur nutritionnelle, elles contiennent des biomolécules naturelles aux propriétés biologiques variées, telles que l'activité antioxydante, antibactérienne, anti-inflammatoire ou encore antitumorale **(Petropoulos et al., 2021).** Ces caractéristiques font des huiles végétales des candidates idéales pour le développement d'applications biomédicales et cosmétiques innovantes.

Les pépins de raisin, sous‑produit souvent délaissé de l'industrie viticole, représentent 38 à 52 % de la matière sèche du marc. Ce dernier constitue une matrice complexe d'environ 40 % de fibres, 16 % d'huile, 11 % de protéines, auxquels s'ajoutent divers composés phénoliques, sucres et minéraux **(Ovcharova et al., 2016 ; Campos et al., 2008).**

Cependant, malgré la richesse variétale de la vigne en Algérie, les cépages locaux demeurent peu explorés scientifiquement, ce qui représente une lacune notable **(Labri et al., 2020)**. La valorisation de ces ressources locales pourrait donc offrir une double opportunité : d'une part, contribuer à une meilleure gestion des sous-produits agricoles, et d'autre part, soutenir le développement de solutions biomédicales naturelles et durables.

Dans ce contexte, une problématique centrale se pose :

« Comment caractériser les propriétés physico ⁻chimiques et l'activité antimicrobienne et antioxydante de l'huile de pépins de raisin de cépages algériens, et comment exploiter ces résultats pour formuler une crème dermique ? »

Pour répondre à cette problématique, notre étude adopte une démarche multidisciplinaire visant à :

- Caractériser les propriétés physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin ;
- Identifier ses composés bioactifs par chromatographie en couche mince (CCM) ;
- Evaluer son pouvoir antioxydant via le test de piégeage du radical DPPH et son activité antimicrobienne contre plusieurs souches pathogènes ;
- Formuler et optimiser une crème dermique anti-âge à base de cette huile.

Pour la restitution de nos résultats, ce document est scindé en trois chapitres qui sont composés d'une introduction et suivis d'une conclusion et des perspectives.

- ✓ Ainsi, le premier chapitre est consacré à la synthèse bibliographique sur pépins de raisin .
- ✓ Le deuxième chapitre porte sur la partie expérimentale avec une présentation des Techniques d'études en terrain, d'extractions, techniques d'analyse utilisées et des méthodes d'évaluation les activités biologiques.
- ✓ Le troisième chapitre présente les résultats de l'étude des métabolites secondaires des extraits des deux espèces et les résultats de l'évaluation des propriétés biologiques des métabolites secondaires de l'huile de pépins de raisin.

CHAPITRE 1. SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUES

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1. La plante de vigne (*Vitis vinifera* L)

I.1.1 Généralité

La *Vitis vinifera* L., plus connue sous le nom de vigne, est une espèce végétale d'une grande importance avec des utilisations diversifiées, allant de la nutrition à la pharmacologie et aux produits cosmétiques **(Sharafan et al., 2023)** . Elle se classe dans le genre Vitis de la famille Vitaceae et trouve ses origines en Asie occidentale et en Europe du Sud (**Parihar & Sharma, 2021).**

I.1.2. Systématique de l'espèce de *Vitis vinifira :*

Vitis vinifera est classé selon la systématique suivante:

Clade	Angiospermes
Sous clade	Rosidées.
Ordre	Vitales.
Famille	Vitaceae
Genre	vitis
Espèce	*vitis vinifera*

I.1.3. Description botanique :

La vigne (Vitis vinifera) est une liane pérenne dont la tige présente à la fois des caractères herbacés et ligneux selon son stade de développement : les jeunes pousses, souples et vertes, deviennent avec l'âge ligneuses et pourvues d'une écorce coriace **(Shangguan et al., 2012 ; Hizal & Koçer, 2023) (Figure I.1.).**

Les feuilles, larges et palmées avec des lobes plus ou moins prononcés selon les cépages, se distinguent par leur architecture surfacelle complexe, **(Konlechner & Sauer, 2016).** Pour s'élever, la vigne développe des vrilles émanant des nœuds, organes fine et spiralés qui lui permettent de s'accrocher et de grimper **(Shangguan et al., 2012).** Les fleurs, pentamère, très petite (2–7 mm), verdâtres regroupées Sen panicules dont la densité dépend du cépage et de la position sur le rameau (**Palumbo et al., 2019 ; Ramos et al., 2016).** Enfin, le fruit, appelé baie

ou raisin, varie en taille, couleur et teneur en sucre selon la variété **(Maghradze et al., 2021 ; Bouquet et al., 2006)**

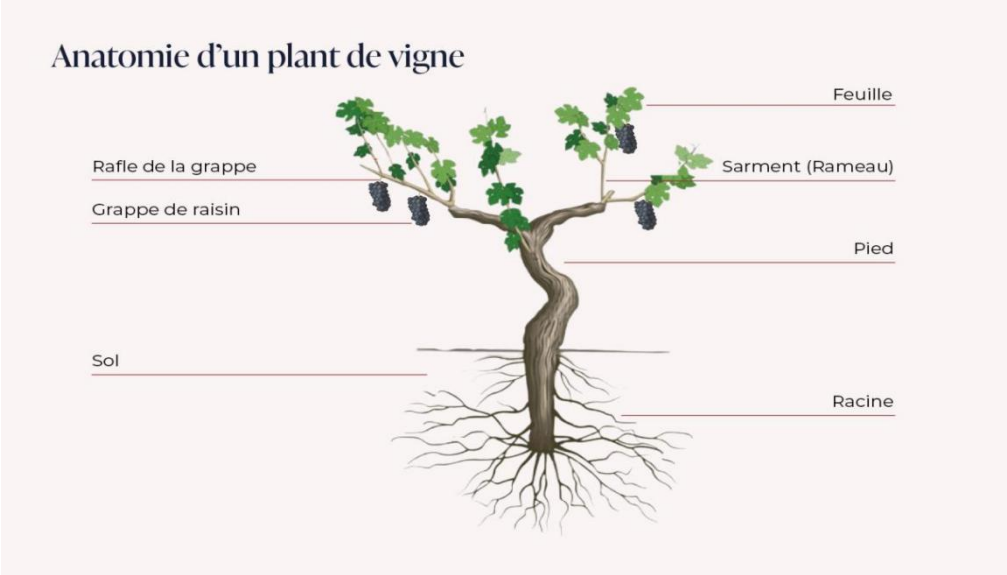


Figure I.1. : Schéma représentative de l'anatomie de la plante de la vigne.

(https://www.aveine.com/fr/pages/vigne)

I.1.4. Composition chimique

La vigne (*Vitis vinifera*) présente une composition chimique complexe qui fluctue en fonction des différentes parties de la plante, des variétés, des conditions environnementales et des méthodes agricoles (**Bambina et al., 2024)**. La vigne contient de nombreux métabolites primaires et secondaires, qui ajoutent à sa valeur nutritive, ses caractéristiques organoleptiques et ses actions biologiques **(Sharafan et al., 2023).**

I.1.4.1. Composition primaires :

- ✓ **Sucres :** Le glucose et le fructose, qui sont les sucres majeurs présents dans les raisins, définissent le potentiel d'alcoolisation du vin **(Diéguez et al., 2003).**
- ✓ **Acides Organiques** : L'acide tartrique, l'acide malique et l'acide citrique participent à l'acidité du raisin et du vin **(Girardello et al., 2019).**
- ✓ **Acides Aminés :** La proline et l'arginine, essentielles à la nutrition des levures durant la fermentation **(Li et al., 2025).**
- ✓ **Lipides :** Bien qu'ils se trouvent en quantités minimes dans les pépins, ceux-ci peuvent être isolés pour fabriquer de l'huile de pépins de raisin **(Souza et al., 2022).**

I.1.4.2. Composition secondaires :

- ✓ **Composé polyphénolique :** Les polyphénols figurent parmi les composés de la vigne les plus examinés, grâce à leurs vertus antioxydantes et à leurs impacts positifs sur la santé **(Nzekoue et al., 2022).** Ils englobent les flavonoïdes (comme les anthocyanines, flavanols, flavonols) et les non-flavonoïdes (tels que les stilbènes, acides phénoliques) **(Fernandes et al., 2013).**
- ✓ **Terpène :** Les terpènes sont des substances organiques qui jouent un rôle essentiel dans les propriétés organoleptiques (odeur et goût) du raisin (*Vitis vinifera*) et du vin **(Yang et al., 2019).**
- ✓ **Caroténoïdes et les tocophérols** : Les caroténoïdes et les tocophérols sont des substances bioactives que l'on trouve dans différentes parties de la plante Vitis vinifera (vigne), y compris les feuilles, les graines et les baies **(Nzekoue et al., 2022).**
- ✓ **Autres Composants:**
  - **Minéraux :** Potassium, calcium, magnésium et phosphore sont cruciaux pour le développement de la plante et se retrouvent dans les feuilles ainsi que dans les tiges **(Fernandes et al., 2013).**
  - **Vitamines :** Vitamine C, vitamine E et vitamines du groupe B, présentes dans les fruits et les feuilles **(qizi et al., 2024) .**
  - **Fibres** : Abondantes dans le résidu de raisin (peaux, pépins et rafles), elles peuvent servir de supplément nutritionnel **(Souza et al., 2022).**

I.2. Les huiles végétales :

I.2.1. Généralités

Les huiles végétales, également appelées huiles comestibles, sont des lipides d'origine végétale largement utilisées en alimentation, en industrie et en médecine traditionnelle **(Jiménez-Sanchidrián & Ruiz, 2016 ; Jagtap & Jagtap, 2023).** Elles sont extraites de diverses parties de la plante (graines, fruits ou noix) par des procédés variés comme la pression à froid ou l'extraction par solvant (hexane), qui influencent leur profil chimique et leur qualité finale **(Guneser & Yilmaz, 2017).**

Parmi les huiles alimentaires les plus courantes figurent celles de soja, tournesol, colza (canola), palme, coton, arachide, coprah (noix de coco) et olive **(Echeverria et al., 2021 ; Gunstone, 2013).** En parallèle, certaines espèces non comestibles telles qu'Atropha curcas et Pongamia glabra offrent des rendements importants en huile végétale destinée à la production de biodiesel, soulignant ainsi leur intérêt pour les filières énergétiques renouvelables **(Patil & Deng, 2009 ; Ndana et al., 2011).**

I.2.2. Classification des huiles végétales :

I.2.2.1. Les composés majeurs :

La composition en acides gras d'une huile végétale correspond aux types et aux proportions relatives d'acides gras qui la constituent **(Orsavova et al., 2015)**. On les classe habituellement en trois grandes catégories **(figure I.2) :**

- **Acides gras saturés (AGS) :** Les AGS sont caractérisés par l'absence de toute double liaison dans leur chaîne carbonée. Parmi les plus courants figurent l'acide palmitique (C16:0) et l'acide stéarique (C18:0), présents en forte proportion dans l'huile de palme et l'huile de noix de coco (**Orsavova et al., 2015 ; Terekhina & Shcherbakov, 2023).**
- **Acides gras mono-insaturés (AGMI) :** Ces acides gras possèdent une seule double liaison. L'exemple le plus emblématique est l'acide oléique, qui compose une grande part du profil d'acides gras de l'huile d'olive (jusqu'à 70-80 %) **(Siudem et al., 2022 ; Ayuba et al., 2024**
- **Acides gras polyinsaturés (AGPI) :** Dotés de deux doubles liaisons ou plus, les AGPI incluent notamment l'acide linoléique (C18:2, oméga-6) et l'acide alpha-linolénique (C18:3, oméga-3), considérés comme essentiels car l'organisme ne peut pas les synthétiser (**Orsavova et al., 2015 ; Terekhina & Shcherbakov, 2023)**. L'huile de tournesol et l'huile de soja sont particulièrement riches en acide linoléique, tandis que l'huile de lin constitue une source majeure d'acide alpha-**linolénique (Tomé-Rodríguez et al., 2023).**

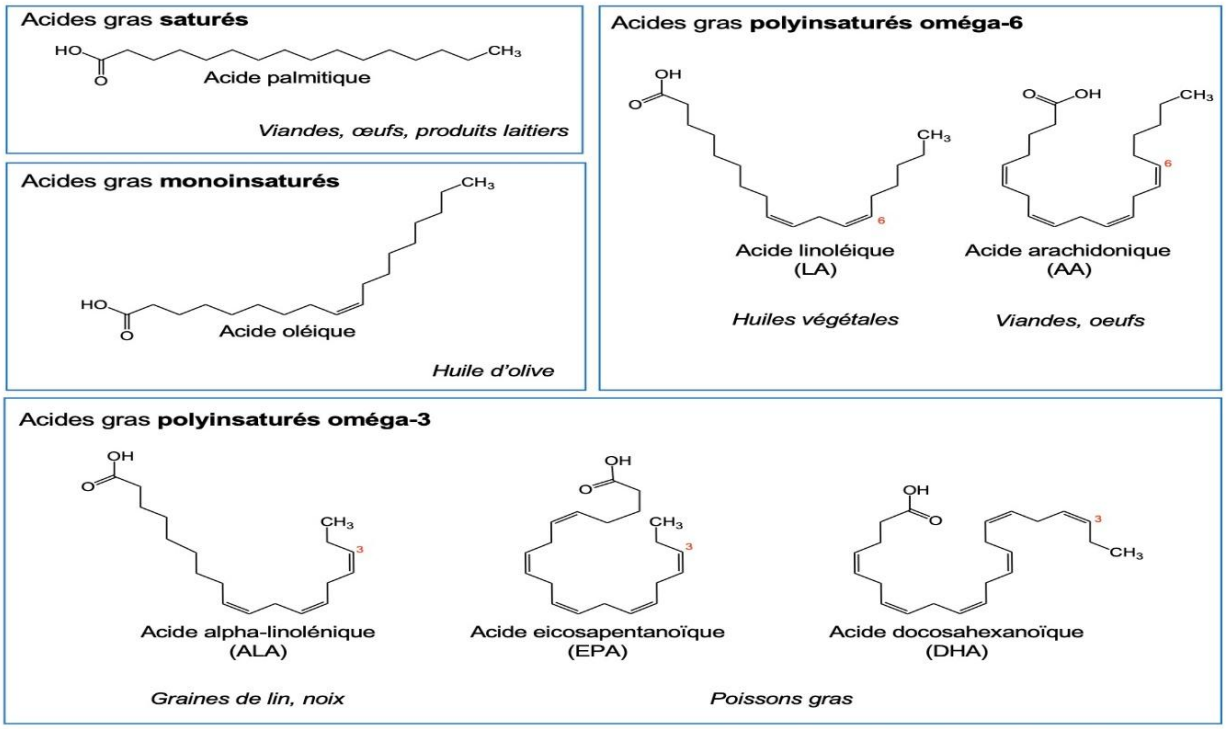


Figure I.2. : Structure des principaux types de graisses saturées, monoinsaturées et polyinsaturées **(https://2u.pw/rsBik)**

I.2.2.2. Les composants mineurs :

- ✓ **Les composés phénoliques :**

Les huiles végétales renferment une diversité de composés phénoliques, tels que les phénols simples, flavonoïdes, acides phénoliques et sécoiridoïdes **(Brenes et al., 1999 ; Xiang et al., 2023)**. Les profils phénoliques varient fortement d'une huile à l'autre, influençant leur stabilité oxydative, leur amertume et leurs bénéfices pour la santé (**Janu et al., 2013 ; Geana et al., 2023).**

- ✓ **Les phytostérols :**

Les phytostérols, ou stérols végétaux, sont des alcools stéroïdiens structuraux analogues au cholestérol animal, essentiels à la fluidité et à la perméabilité des membranes végétales **(Bacchetti et al., 2011 ; Zheng et al., 2024).** Ils sont abondants dans les huiles, les graines, les noix et les légumineuses **(Alberici et al., 2016).** Les principaux représentants sont le β-sitostérol, le campestérol et le stigmastérol, chacun contribuant à des effets hypocholestérolémiants et anti-inflammatoires lorsqu'ils sont consommés dans l'alimentation humaine **(Yang et al., 2019 ; Silva et al., 2020) (Figure I.3).**

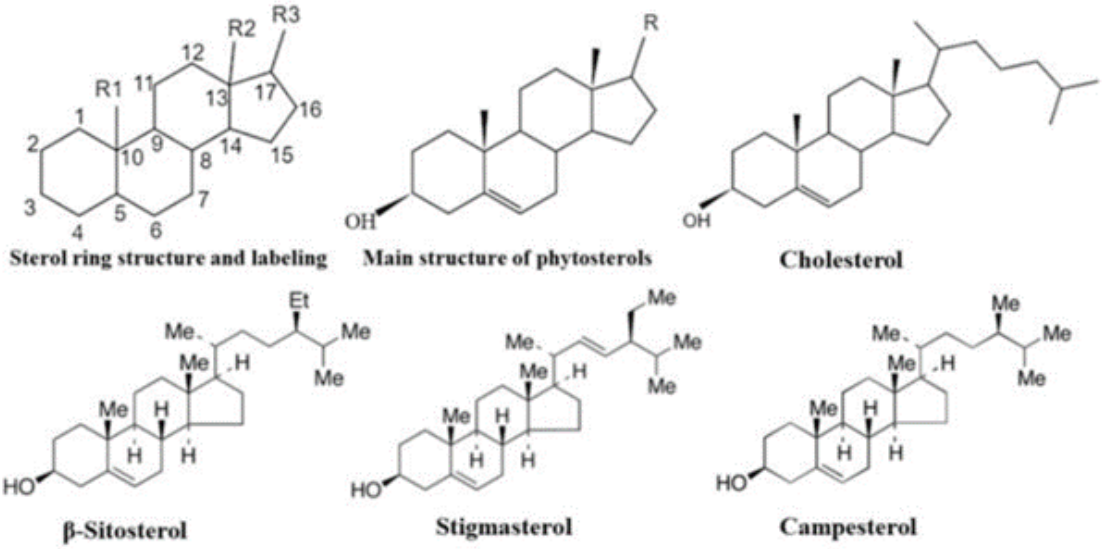


Figure I.3 :. Squelette de base des stérols et des phytostérols, structure du cholestérol et des principaux phytostérols (β-sitostérol, stigmastérol et campestérol) **(Shen et al., 2024).**

- ✓ **Les tocophérols et tocotriénols (Vitamine E) :**

Regroupés sous le terme générique de tocols, les tocophérols et tocotriénols constituent la vitamine E, un ensemble de huit isomères liposolubles (α-, β-, γ- et δ-tocophérols ; α-, β-, γ- et δ-tocotriénols) caractérisés par un noyau chroman et une longue chaîne latérale alkyle en position C-2 (**Ahsan et al., 2015 ; Fu et al., 2017) (figure I.4).**

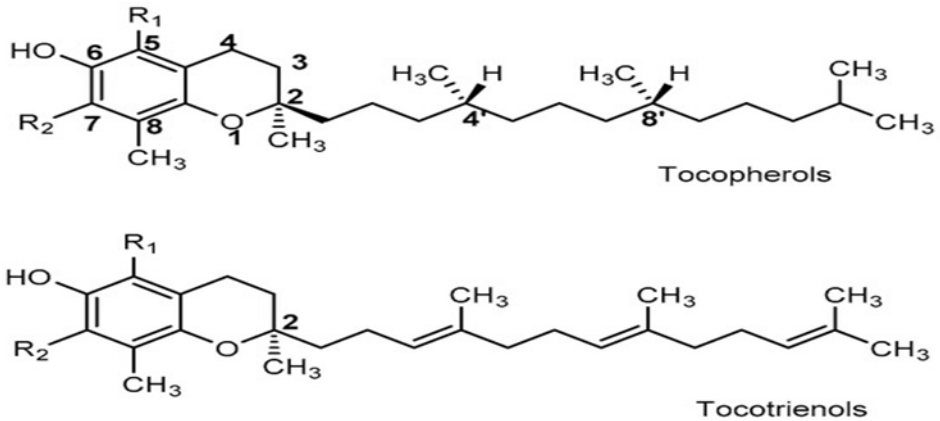


Figure I.4. Structures et positions méthyles des tocophérols et tocotriénols **(Fu et al.,2017).**

I.2.3. Les types d'huiles végétales

Il est également possible de distinguer les huiles végétales alimentaires en fonction de leurs méthodes de production et de leur niveau de raffinage. **(Rombaut, 2013):**

I.2.3.1. Les huiles vierges extraites par pressage à froid :

Les huiles vierges, obtenues par des procédés mécaniques tels que le pressage à froid (qui consiste à extraire l'huile sans apport de chaleur ni usage de solvants chimiques) se caractérisent par un traitement minimal préservant leurs composés bioactifs naturels et leurs qualités sensorielles **(Stefanidis et al., 2023 ; Sookwong et al., 2024).**

I.2.3.2. Les huiles raffinées :

Les huiles raffinées, ou huiles végétales raffinées, subissent un traitement visant à éliminer impuretés et substances indésirables ; elles sont le plus souvent extraites des graines ou d'autres matières végétales à l'aide de solvants **(Gharby, 2022).**

I.3. Les méthodes d'extraction d'huile végétale :

L'extraction des huiles végétales constitue une étape cruciale pour obtenir des huiles à partir de différents oléagineux, et plusieurs techniques sont employées, chacune présentant ses atouts et ses limites **(Kemper, 2020).** Parmi elles, on distingue notamment l'extraction mécanique, l'extraction par solvant et l'extraction aqueuse enzymatique **(Omilakin et al., 2023 ; Busto & Vera, 2019).**

I.3.1. Extraction par pressage mécanique :

La méthode d'extraction mécanique inclut tant la pression à froid que la pression à chaud, chaque technique présentant des bénéfices spécifiques dans l'obtention de l'huile végétale **(Kemper, 2020) (Figure I.5.).**

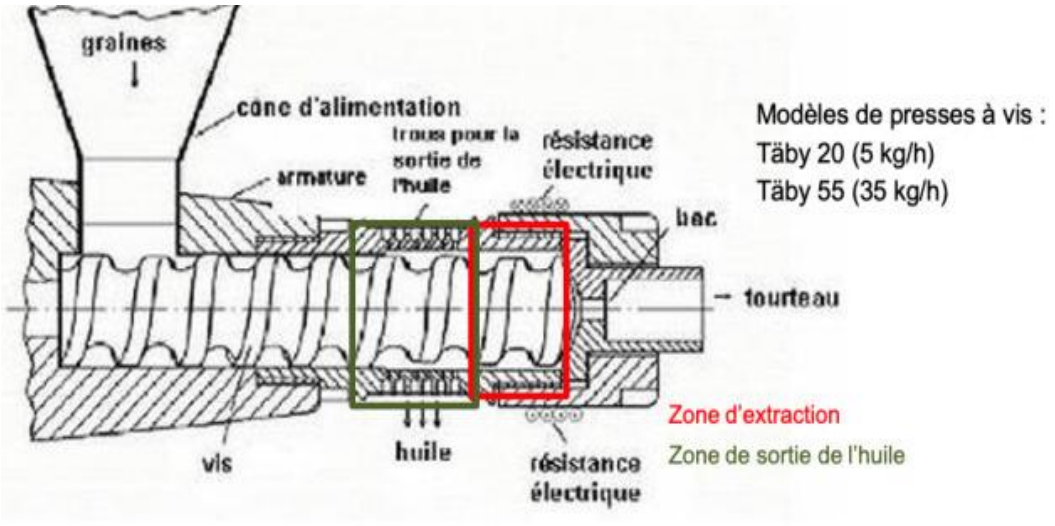


Figure I.5 : Représentation schématique de l'extraction mécanique d'huile végétale à l'aide d'une presse à vis **(https://2u.pw/2ypPg)**

I.3.1.1 Extraction par pressage à froid :

L'extraction mécanique à froid consiste à obtenir l'huile des graines ou des noix sans apport de chaleur externe **(Chew, 2020).** Cette technique repose généralement sur la compression ou le pressurage de la matière première à température ambiante (le plus souvent inférieure à 49 °C) afin de limiter la production de chaleur **(Zeng et al., 2024) (Figure I.6.).**

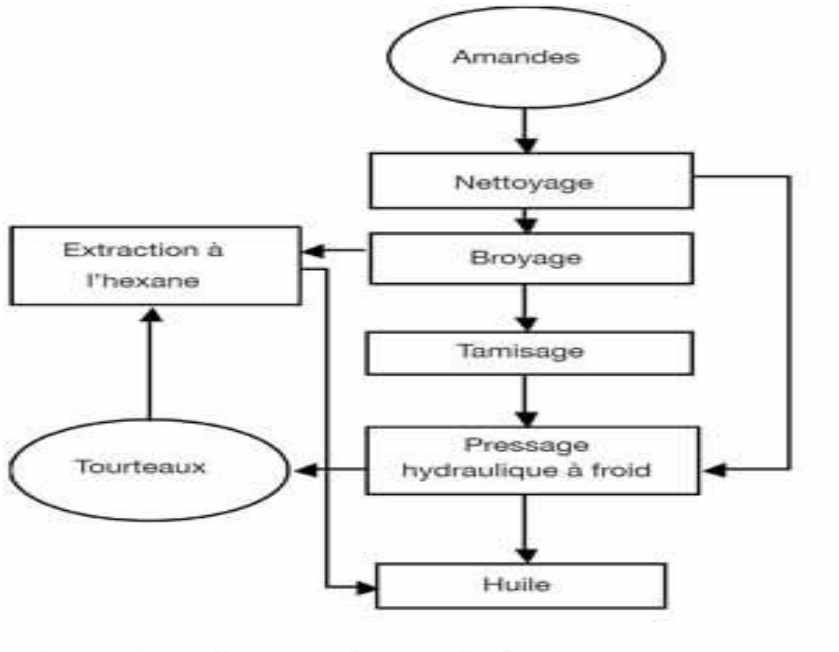


Figure I.6 : Schéma du dispositif expérimental de pressage à froid **(Nitièma-Yefanova et al., 2012).**

I.3.1.2. Extraction par pressage à chaud :

Le pressage à chaud, méthode classique d'extraction des huiles végétales, repose sur un préchauffage des graines oléagineuses à haute température avant leur compression mécanique. Appréciée pour la simplicité de son matériel et sa grande polyvalence d'emploi **(Ayu et al., 2024)**, cette technique voit les graines traitées à des températures variant de 60 à 120 °C, selon l'espèce et les caractéristiques d'huile visées **(Abedinzadeh et al., 2024).**

I.3.2. Extraction par solvant :

L'extraction par solvant repose sur la solubilité sélective des lipides dans un solvant organique, permettant ainsi de transférer l'huile de la matrice végétale vers le solvant **(Prasad & Sirkar, 1992)**. Cette technique, largement employée dans le secteur agroalimentaire, est utilisée pour isoler les huiles de diverses sources telles que les graines oléagineuses et les fruits à coque (**Gagnon et al., 2021).**

I.4. Huile de pépins de raisin :

I.4.1. Généralité :

L'huile de pépins de raisin est une huile végétale haut de gamme obtenue à partir des pépins de raisin, qui sont des sous-produits de l'industrie du vin et du jus **(Vasilyev & Resnyanskaya, 2024)**. L'augmentation de la demande pour cette huile est due à sa grande activité biologique et à sa composition unique, ce qui en fait un ingrédient prisé dans les secteurs alimentaire, cosmétique et pharmaceutique **(Zhou et al., 2022).**

I.4.2. La structure de la baie de raisin :

La baie de raisin est une structure complexe dont les différentes composantes subissent d'importantes transformations durant la croissance et la maturation **(Ollat et al., 2002).** Comprendre cette architecture est crucial pour la viticulture, l'œnologie et les études nutritionnelles **(Kurt et al., 2018).** La *Vitis vinifera* L. est la variété la plus répandue, et son fruit se compose de deux éléments indissociables : la rafle et la baie ;

La rafle, qui forme le support de la grappe, représente généralement entre 3 et 6 % de son poids total. La baie, quant à elle, constitue 94 à 97 % de la masse de la grappe et se subdivise en trois parties :

-La pulpe, qui pèse 75 à 85 % de la baie,

-La peau, soit 15 à 20 %,

-Et les pépins, qui représentent 3 à 6 % **(Rombaut, 2013) (Figure I.7.).**

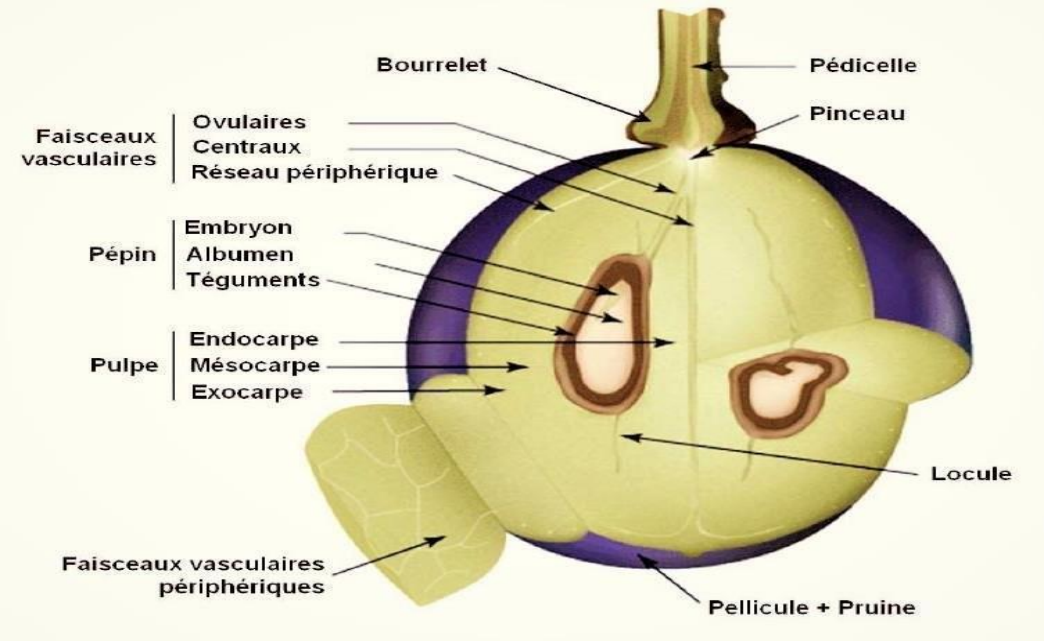


Figure I.7 : Représentation des différents composants d'une baie de raisin **(Rousserie, 2019).**

I.4.3. Composition des huiles de pépins de raisin :

I.4.3.1. Les acides gras :

Plusieurs travaux **(Tableau I.1)** ont souligné l'intérêt croissant porté à l'huile de pépins de raisin, notamment grâce à sa richesse en acides gras essentiels et à son profil lipidique favorable **(Fediol, 2016 ; Garavaglia et al., 2016 ; Martin et al., 2020)**. Cette huile se distingue en particulier par une teneur majoritaire en acide linoléique, suivie d'acide oléique, tandis que les acides palmitique et stéarique y sont présents à des niveaux plus modestes. Ces caractéristiques lui confèrent des applications prometteuses en agroalimentaire, en nutrition et en biomédecine **(Yang et al., 2021 ; Tociu et al., 2018) (Figure I.8)**.

Tableau I.1 :. Profil lipidique de l'huile de pépins de raisin **(Fediol, 2016)**

(Garavaglia et al., 2016)

Acide gras	**%(Fediol, 2016)**	**% (Garavaglia et al., 2016)**	**%(Martin et al., 2020)**
C6:0	Max. 0,05	Nd	-
C8:0	Max. 0,05	0,1	0,01
C10:0	Max. 0,05	Nd	-
C12:0	Max. 0,05	0,01	0,01
C14 :0	Max. 0,03	0,05	0,05
C15 :0	-	0,01	0,01
C16 :0	5,5-11,0	6,6	6,7
C16 :1	Max. 1,2	0,08	0,2
C17 :0	Max. 0,2	0,06	0,06
C17 :1	Max. 0,1	Nd	Nd
C18 :0	3,0-6,5	3,5	3,8
C18 :1	12,0-28	14,3 (cis)	14,8 (cis n-9)
C18 :2	65,0-78,0	74,7	74,2 (cis n-6)
C18 :3	Max. 1,0	0,15	0,11 (n-3)
C20 :0	Max. 1,0	0,16	0,16
C20 :1	Max. 0,3	0,40	-
C22 :0	Max. 0,2	Nd	Nd
C22 :1	Max. 0,3	-	-
C24 :0	Max. 0,4	-	-
Acides gras saturés	-	10,5	10,6
Acides gras mono insaturés		14,8	14,9
Acides gras poly insaturés	-	74,9	74,3

Nd: non-detecté

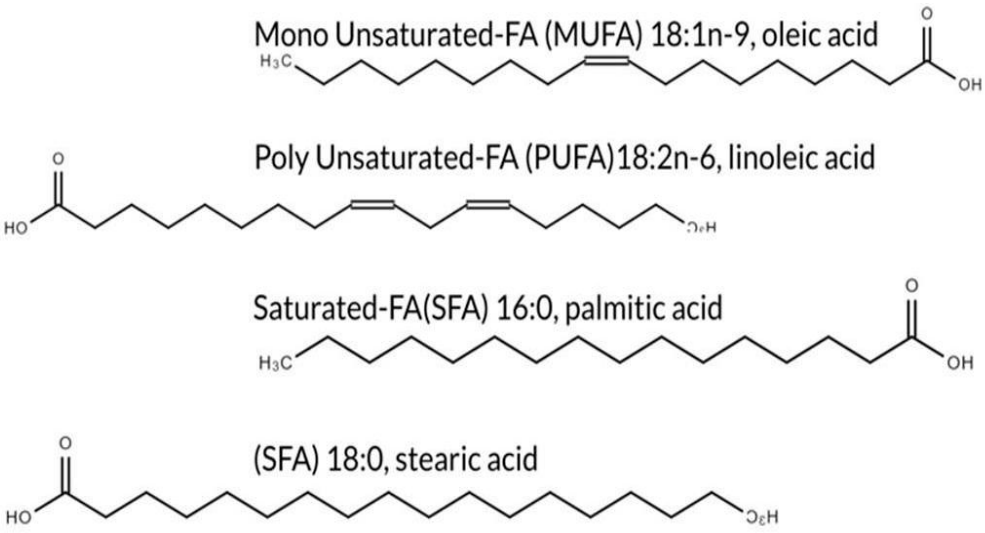


Figure I.8 : Structure des acides gras présents dans l'huile de pépins de raisins **(Martin et *al.*, 2020).**

I.4.3.2. Les polyphénols :

L'huile de pépins de raisin est particulièrement riche en polyphénols, extraits lors de sa fabrication à partir des pépins. Ces composés hydrophiles, qui représentent 60 à 70 % de la fraction soluble de l'huile **(Martin et al., 2020),** incluent flavonoïdes, caroténoïdes, acides phénoliques, tanins et stilbènes **(Duba et al., 2015).** On y trouve notamment de l'acide gallique, de la catéchine, de l'épicatéchine, des oligomères proanthocyanidoliques (OPC) et du trans-résvératrol, reconnus pour leurs puissantes activités antioxydantes, anti-inflammatoires, cardioprotectrices, antimicrobiennes et anticancéreuses **(Garavaglia et al., 2016).** Outre leur rôle dans la santé, ces polyphénols assurent la stabilité de l'huile en retardant son oxydation et contribuent à améliorer sa qualité nutritionnelle et organoleptique **(Rombaut et al., 2015).**

I.4.3.3. Tocophérols et tocotriénols : La vitamine E essentielle

Des recherches ont démontré que l'huile de pépins de raisin **(tableau I.2)** peut être une source intéressante de γ-tocotriénol, d'α-tocophérol et d'α-tocotriénol. La concentration de ces composés peut fluctuer selon le type de raisin et la technique d'extraction utilisée **(Fernandes et al., 2013).**

Tableau.I.2 : Composition en Tocophérols et Tocotriénols en mg/Kg d'huile de pépins de raisins **(Shinagawa et *al.*, 2015).**

Composé		Navas (2009)	Fernandes et al. (2013)	Crews et al. (2006)		
				France	Italy	Espagne
Tocophérols	α-Tocophérol	47–56	86–244	18–229	14–160	tr–75
	β-Tocophérol	38–48	nd	nd–109	nd–133	nd–127
	γ-Tocophérol	17–29	3–28	nd–61	nd–119	nd–168
	δ-Tocophérol	nd–3	tr–1	nd–47	nd	nd–69
Tocotriénols	α-Tocotriénol	216–278	69–319	nd–163	nd–352	nd–60
	β-Tocotriénol	–	4–18	nd–67	nd–22	nd–125
	γ-Tocotriénol	482–556	499–1 575	nd–500	nd–785	nd–399
	δ-Tocotriénol	13–17	6–18	nd	nd	nd–82

Nd: non-detecté; tr: trace.

I.4.3.4. Les stérols :

Les phytostérols sont des composés lipophiles présents dans l'huile de pépins de raisin, à des concentrations comprises entre 2 et 11 mg par gramme d'huile (**Martin *et al.*, 2020)** (**Figure I.9**). Comme pour l'ensemble des constituants biochimiques, leur teneur est influencée par plusieurs facteurs, notamment la méthode d'extraction utilisée ainsi que les conditions environnementales. Le **bêta-sitostérol** est le phytostérol prédominant, représentant environ 65 % de la composition totale, suivi du **stigmastérol** (10 %) et du **sitostanol** (4 %) **(tableau I.3).** Par ailleurs, les phytostérols sont dotés de propriétés antioxydantes et présentent des effets bénéfiques, notamment anti-inflammatoires et cardioprotecteurs **(Garavaglia *et al.*, 2016).**

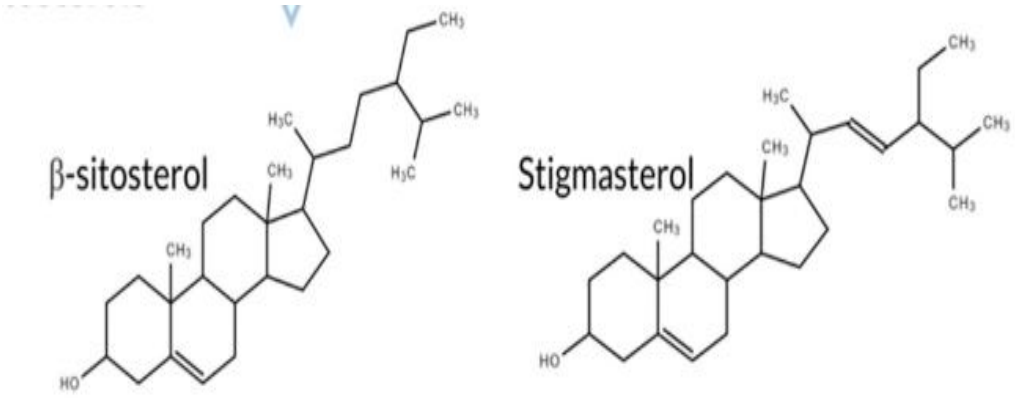


Figure I.9. : Structure du β-sitostérol et du Stigmastérol **(Martin et al., 2020).**

Tableau I.3 : L'huile de pépins de raisin renferme les phytostérols principaux suivants. **(Garavaglia et al., 2016).**

Phytostérols	**mg/kg/huile**
Cholestérol	Nd-0,10
Cholestanol	Nd
Brassicastérol	0,6-0,9
2,4 methylencholstérol	Nd-0,18
Campestérol	0,1-9,3
Campestanol	-
Stigmastérol	10,2-10,8
Δ-7 campestérol	0,16-0,27
Δ-5 2,3 stigmastadiénol	-
Clerostérol	0,90-0,94
β -sitostérol	66,6-67,4
Sitostanol	3,92-4,70
Δ-5 avenastérol	1,98-2,09
Δ-5 2,4 stigmastadiénol	0,41-0,47
Δ-7 estigmasténol	1,99-2,30
Δ-7 avenastérol	0,98-1,10

Nd: non-detecté

I.4.4. Paramètre physico chimiques de l'huile de pépins de raisin :

Les paramètres physico-chimiques de l'huile de pépins de raisin présentent des caractéristiques particulièrement favorables sur les plans qualitatif et fonctionnel. Cette huile se distingue par une faible teneur en acides gras libres, une densité modérée, une viscosité relativement stable ainsi qu'un indice de réfraction indicatif d'une bonne pureté **(Gómez et al., 1996 ; Zhao et al., 2019).** L'analyse comparative des méthodes d'extraction révèle également des variations notables sur plusieurs de ces paramètres, notamment en ce qui concerne l'indice de peroxyde, l'indice de saponification et la fraction insaponifiable, qui influencent la stabilité et la durabilité de l'huile **(Gómez et al., 1996).** Les données rapportées par **Bui et al. (2022)** viennent renforcer ces observations en fournissant des valeurs de référence précises, telles qu'une densité moyenne de 0,965 g/mL, un indice de réfraction de 1,55 et une teneur en matières insaponifiables de 2,2 g/kg.

I.4.5. Activités biologiques de l'huile de pépins de raisin :

I.4.5.1. Activité antioxydante :

L'huile de pépins de raisin est largement reconnue pour son fort potentiel antioxydant, qui lui confère des applications prometteuses dans les secteurs de l'alimentation, de la cosmétique et de la santé. Cette activité est principalement attribuée à sa richesse en composés phénoliques, notamment les proanthocyanidines, qui agissent comme piégeurs de radicaux libres, protégeant ainsi les cellules et les lipides contre l'oxydation **(Martin et al., 2020).**

Elle contient également d'autres composés bioactifs tels que les phytostérols et les tocophérols, renforçant ses propriétés antioxydantes et cardioprotectrices. Issue des graines de raisin, un sous-produit de l'industrie vinicole, cette huile est particulièrement riche en acides gras polyinsaturés, en particulier en acide linoléique, ce qui la rend sensible à l'oxydation. Pour améliorer sa stabilité, elle peut être enrichie en extraits antioxydants naturels **(Gurev et al., 2023).**

Par ailleurs, elle favorise l'activité des enzymes antioxydantes endogènes telles que la superoxyde dismutase (SOD) et la glutathion peroxydase (GSH-Px), contribuant ainsi à la défense cellulaire contre le stress oxydatif **(Balu et al., 2005).**

I.4.5.2. Activité antimicrobienne :

L'huile de pépins de raisin présente une activité antimicrobienne significative, attribuée à sa teneur élevée en composés phénoliques, en acides gras et en vitamines **(Garavaglia et al., 2016)**. Des recherches ont montré son efficacité contre un large spectre de micro-organismes, incluant des bactéries Gram-positives et Gram-négatives, des champignons, et certains virus **(Amankwaah et al., 2020).**

Elle a démontré une action inhibitrice sur des pathogènes tels que *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, ainsi que sur des levures pathogènes comme *Candida albicans*, connues pour causer des intoxications alimentaires et des infections opportunistes **(Shrestha et al., 2012).**

I.4.5.3. Activité antitumorale :

Plusieurs études ont mis en évidence les effets anticancéreux de certains constituants de l'huile de pépins de raisin, notamment les proanthocyanidines et les tocotriénols. Ces composés se sont révélés efficaces pour inhiber la prolifération des cellules cancéreuses. Par exemple, un traitement à base de proanthocyanidines extraites des pépins de raisin (GSP : Grape Seed Proanthocyanidins) a permis d'inhiber la croissance de xénogreffes tumorales du côlon humain (cellules SW620) implantées sur la membrane chorioallantoïque de l'embryon de poulet, en bloquant le processus d'angiogenèse **(Huang et al., 2012)**.

I.4.5.4. Activité anti-inflammatoire

L'huile de pépins de raisin présente une activité anti-inflammatoire significative, largement étudiée à travers des travaux in vitro et in vivo. Cette propriété est principalement liée à sa richesse en composés bioactifs, notamment les acides gras polyinsaturés, les polyphénols (tels que les proanthocyanidines) et diverses vitamines **(Abd El-Hack et al., 2024).**

Les études in vivo ont démontré son efficacité dans plusieurs modèles expérimentaux. **Zarev et al. (2023)** ont rapporté une réduction marquée de l'inflammation dans un modèle murin d'inflammation induite par la carragénine. Par ailleurs, **Wang et al. (2017)** ont montré que les proanthocyanidines extraites des pépins de raisin atténuaient les lésions rénales inflammatoires provoquées par le trioxyde d'arsenic chez la souris. Chez l'être humain, **Irandoost et al. (2013)** ont mis en évidence une diminution des marqueurs inflammatoires et une amélioration de la sensibilité à l'insuline chez des femmes en surpoids ou obèses après supplémentation en huile de pépins de raisin.

Ces observations sont soutenues par des résultats in vitro. **Millan-Linares et al. (2018)** ont démontré que la fraction insaponifiable de cette huile réduisait les réponses oxydatives et inflammatoires dans les monocytes humains. De plus, **Harbeoui et al. (2019)** ont montré que l'extrait de pépins de raisin inhibait l'activation des voies de signalisation NF-κB et MAPK dans des macrophages RAW264.7 stimulés par le LPS, contribuant ainsi à la régulation de l'inflammation.

I.4.5.5. Activité cardio-protecteur :

L'huile de pépins de raisin présente une activité cardio-protectrice notable, en grande partie grâce à ses propriétés antiagrégantes plaquettaires. Selon **Olas et al. (2012),** elle montre une efficacité supérieure à celle du resvératrol dans l'inhibition de l'agrégation plaquettaire, ce qui en fait un candidat intéressant pour la prévention non médicamenteuse des troubles cardiovasculaires. Sa forte teneur en acide linoléique lui confère également la capacité de réduire le cholestérol total sanguin, contribuant ainsi à la protection contre les maladies coronariennes **(Wijendran et al., 2004).** Par ailleurs, des études cliniques ont révélé que sa consommation régulière chez l'homme permet d'augmenter le taux de HDL-cholestérol (le "bon" cholestérol) de 13 % tout en réduisant celui de LDL-cholestérol (le "mauvais" cholestérol) de 7 % **(Garavaglia et al., 2016).**

I.4.5.6. Activité neuro-protecteur :

L'huile de pépins de raisin présente un effet neuroprotecteur significatif, mis en évidence dans plusieurs modèles animaux. **Ismail et al. (2015)** ont montré que, chez le rat, cette huile atténue les lésions cérébrales induites par le tétrachlorure de carbone (CCl_4). Ce mécanisme protecteur serait lié à sa capacité à neutraliser les radicaux libres, à activer les enzymes antioxydantes (telles que la superoxyde dismutase et la catalase), à inhiber l'expression des gènes codant pour la xanthine oxydase (XO) et l'iNOS (synthase de l'oxyde nitrique inductible), ainsi qu'à réduire les taux de cytokines pro-inflammatoires (TNF-α, IL-6, TGF-β1).

Par ailleurs, **Berahmand et al. (2020)** ont démontré, dans un modèle de maladie d'Alzheimer induite par la scopolamine, que l'administration d'huile de pépins de raisin améliore significativement la mémoire spatiale, augmente les niveaux d'acétylcholine et favorise la survie cellulaire. Ces résultats sont comparables à ceux obtenus avec le donepezil, un traitement de référence pour la maladie d'Alzheimer, soulignant ainsi le potentiel thérapeutique de cette huile dans les troubles neurodégénératifs.

I.4.5.7. Activité antidiabétique :

L'huile de pépins de raisin présente un effet antidiabétique notable, attribué principalement à sa richesse en tocotriénols et en composés phénoliques. Selon **Irandoost et al. (2013)**, sa consommation permet de réduire l'inflammation systémique et d'améliorer la sensibilité à l'insuline. Par ailleurs, **Pinent et al. (2004)** ont mis en évidence les propriétés insulinomimétiques des procyanidines extraites des pépins de raisin, aussi bien in vivo qu'in vitro. Ces composés ont induit une diminution significative de la glycémie chez des animaux modèles déficients en insuline. Leurs effets seraient liés à l'augmentation de l'expression des transporteurs de glucose insulino-dépendants (GLUT-4), facilitant ainsi l'absorption du glucose par les cellules.

I.4.5.8.Activité anti-ulcéreuse :

L'huile de pépins de raisin présente une activité anti-ulcéreuse notable, mise en évidence par **Niknami et al. (2020)** à travers un modèle expérimental de colite induite par l'acide acétique chez le rat. L'administration orale de l'huile a entraîné une réduction significative du poids du côlon, de l'indice d'ulcère, de l'indice global de colite, ainsi que de l'activité de la myéloperoxydase. Par ailleurs, une diminution du taux de malondialdéhyde, marqueur du stress oxydatif, a été observée. Ces résultats soulignent le potentiel protecteur de l'huile de pépins de raisin contre les lésions inflammatoires et oxydatives du côlon..

I.4.6. Utilisation des huiles de pépins de raisin :

L'huile de pépins de raisin est largement utilisée dans divers domaines en raison de sa composition riche en composés bioactifs tels que les acides gras polyinsaturés, les polyphénols, les tocophérols et les phytostérols.

I.4.6.1. Utilisation en cosmétique :

L'huile de pépins de raisin est largement utilisée dans l'industrie cosmétique pour ses nombreuses propriétés bénéfiques pour la peau et les cheveux. Sa richesse en acide linoléique, en antioxydants et en composés anti-inflammatoires en fait un allié efficace contre les imperfections cutanées telles que l'acné. Elle contribue également à atténuer les cernes sous les yeux, souvent liés à des facteurs comme l'exposition solaire, la déshydratation ou la consommation d'alcool **(Sotiropoulou et al., 2017).**

Grâce à ses propriétés astringentes, cette huile resserre les pores et favorise la cicatrisation cutanée **(Khanna et al., 2002).** Par ailleurs, ses polyphénols lui confèrent une capacité à neutraliser les radicaux libres, responsables du vieillissement prématuré de la peau, et offrent une certaine protection contre les rayons UV **(Korać et al., 2011).** Sa texture légère, facilement absorbée par la peau, et son faible potentiel allergène en font un soin idéal pour les peaux sensibles, sèches ou réactives. En dermatologie capillaire, l'huile de pépins de raisin est également explorée pour le traitement de l'alopécie androgénétique, principale cause de la perte de cheveux chez les hommes de plus de 50 ans **(Sotiropoulou et al., 2017).**

I4.6.2. Utilisation en alimentation :

L'huile de pépins de raisin se distingue par sa stabilité thermique et son point de fumée élevé, ce qui en fait une excellente option pour la cuisson à haute température, notamment pour les fritures. Sa texture légère, sa capacité d'émulsification et son absence d'odeur en font également un ingrédient de choix pour la préparation de sauces et de vinaigrettes.

Elle est également utilisée dans le traitement des viandes et des saucisses, où elle contribue à améliorer la qualité nutritionnelle et organoleptique des produits tout en les rendant plus sains **(Martin et al., 2020).** Grâce à sa richesse en acides gras insaturés et en composés antioxydants, cette huile s'intègre parfaitement aux régimes alimentaires visant à soutenir la santé cardiovasculaire, notamment par son effet favorable sur les taux de cholestérol.

Dans l'industrie agroalimentaire, ses polyphénols sont valorisés pour leurs propriétés de conservation et de coloration naturelle, et sont intégrés à divers produits destinés à la consommation **(Rombaut, 2013).**

CHAPITRE 2. MATERIELS & METHODES

Chapitre II : Matériel & Méthodes

II.1. Matériel :

II.1.1 Période et lieu d'étude :

Notre travail a été réalisé au laboratoire de contrôle de qualité dans le département microbiologie et le département physico-chimique de site de production Médéa groupe saidal durant la période allant de février à mars 2025.

II.1.2. Objectif :

- Caractérisation des paramètres physiques et chimiques de l'huile de pépins de raisin.
- Étude de chimio-type d'huile (ou "chimiotype" d'huile) pour Identifier quelques composés chimiques spécifique d'une huile par chromatographie en couche mince.
- L'évaluation de l'activité antioxydant d'une huile selon la méthode du piégeage du radical libre DPPH.
- L'évaluation de l'activité antimicrobienne.
- Formulation d'une crème anti-âge à base d'une huile.

II.1.3. Matériel biologique :

II.1.3.1. L'huile de pépins de raisin (origine) :

L'huile de pépins de raisin fournie par l'Institut de Technologie Moyenne Agricole Spécialisée d'Aïn Témouchent.

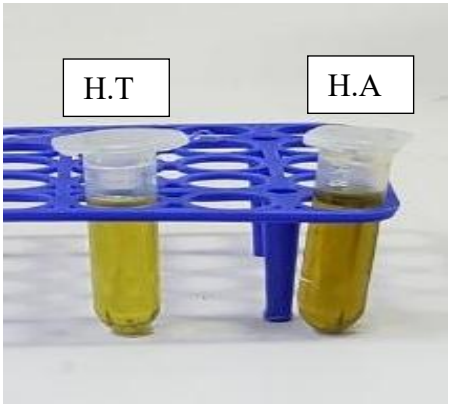


Figure II.1. Présentation de l'huile de pépins de raisin étudiée

II.1.3.2. Souches microbiennes :

Les souches utilisées sont cinq souches bactériennes et deux souches de champignons qui ont été choisies pour leur haute pathogénicité et leur multirésistance envers les antibiotiques. Ces souches nous ont été fournies par le laboratoire de Saidal (Médéa).

Tableau II.1 : Les souches de référence bactérienne utilisées.

Souches	Gram	Références
Salmonella thyphimurium	Négative	ATCC 14028
Bacillus subtilis	Positive	ATCC 6633
Staphylococcus aureus	Positive	ATCC 6538
Escherichia coli	Négative	ATCC 8739
Pseudomonas aeruginosa	Négative	ATCC 9027

Tableau II.2 : Les souches fongiques de références utilisées.

Souches	Référence
Candidats albicans	ATCC 10231
Aspergillus brasiliensis	ATCC 16404

II.1.4. Réactif Solution :

Le tableau ci-dessous présente la liste des principaux réactifs et solutions utilisés au cours des différentes étapes expérimentales de notre étude.

Tableau II.3: Liste des réactifs et solutions utilisés dans l'étude

Réactif	**Solution**
Éthanol (96 %)	hydroxyde de potassium 0,1 M
Éther de pétrole R3	Solution d'iodure de potassium saturée
Phénolphtaléine	thiosulfate de sodium 0,01 M
Acide acétique glacial	Solution d'amidon 1%
Chloroforme	solution de bromure d'iode R
Bromure d'iode R	solution iodure de potassium R
iodure de potassium	thiosulfate de sodium 0,1 M thiosulfate de sodium 0,1 M
Iodure de mercure	
Thiosulfate de sodium	
Carbonate De Sodium	

II.2 Méthodes

II.2.1. Caractérisation physico-chimique :

II.2.1.1. Analyse physique :

II.2.1.1.1. Indice de réfraction (Méthode Pharmacopée européenne)

L'indice de réfraction d'un milieu par rapport à l'air est égal au rapport entre le sinus de l'angle d'incidence d'un faisceau lumineux dans l'air et le sinus de l'angle de réfraction du faisceau réfracté dans le milieu considéré.

Sauf indication contraire, l'indice de réfraction est mesuré à 20 ± 0,5 °C, par rapport à la longueur d'onde de la raie D du sodium (λ = 589,3 nm) ; le symbole est alors n_D^{20}.

Les réfractomètres déterminent généralement l'angle critique. Dans ces appareils, l'élément essentiel est un prisme d'indice de réfraction connu en contact avec le liquide à examiner.

Étalonner l'appareil à l'aide de matériaux de référence certifiés.

La mesure de l'indice de réfraction permet d'avoir très rapidement une idée de la composition d'un mélange liquide.

- **Principe**

La lumière quand elle change de milieu (en traversant par exemple l'interface entre l'air et l'eau) change légèrement de direction ; l'angle que fait le rayon incident avec l'horizontal (angle i) est plus grand que celui que fait le rayon réfracté (angle r) .

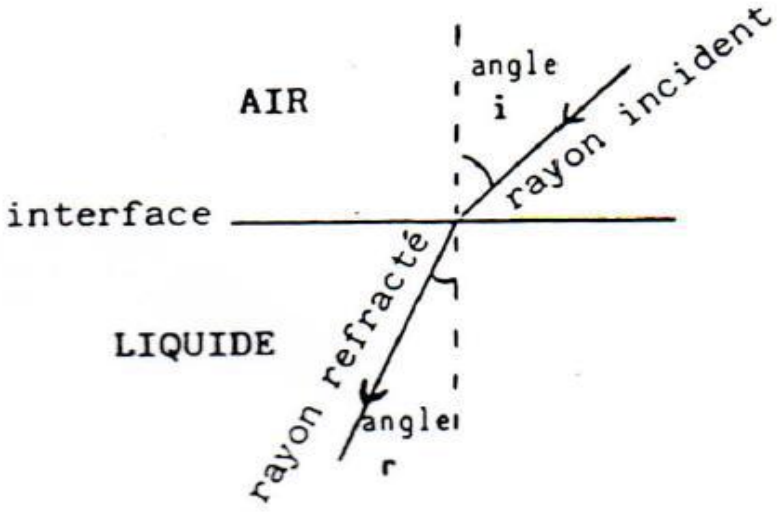


Figure II.2 : Principe de la réfraction de la lumière

Pour une température et un liquide donné, le rapport des sinus des angles i et r est constant quelque soit l'angle avec lequel le rayon incident arrive sur l'interface. Ce rapport est appelé indice de réfraction par rapport à l'air du liquide considéré et on le note "n".il est caractéristique d'un liquide qu'il soit pur ou mélange.

- **Mode opératoire**

Une goutte de liquide à tester (environ 0,5ml) est déposé sur le prisme principal du réfractomètre (1) qui a préalablement été nettoyé scrupuleusement. Le couvercle du réfractomètre (2) est alors refermé puis l'opérateur tourne la molette (3) de l'appareil jusqu'à ce que la ligne (de séparation entre la zone claire et la zone obscure) qu'il regarde par l'oculaire "visée" (4) soit en correspondance avec le réticule (5). il lit alors l'indice de réfraction par l'autre oculaire (6) où il voit une échelle directement graduée en indice de réfraction (7). I1 note la valeur de n pour la température de l'essai.

II.2.1.1.2. La Densité (Méthode Pharmacopée européenne)

- **Méthode** :

1. Ouvrir le couvercle du compartiment des piles à l'arrière du 30 PX.
2. Retirer le support de piles.
3. Mettre en place les piles en veillant à leur polarité.
4. Engager le support de piles en veillant à ce que les contacts soient tournés vers l'appareil.
5. Fermer le couvercle du compartiment des piles. L'appareil se met en marche automatiquement.
6. Maintenir la touche est enfoncée jusqu'à ce que l'afficheur s'allume ; l'appareil est prêt à l'emploi.
7. Presser à fond le bouton de vidange à l'aide du pouce.
8. S'assurer que le tuyau plonge dans l'étalon de masse volumique fourni ou dans de l'eau distillée.

II.2.1.2. Analyse chimique :

II.2.1.2.1. Indice d'acide (Méthode Pharmacopée européenne)

- **Principe :**

L'indice d'acide I_A est le nombre qui exprime, en milligrammes, la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides libres présents dans 1 g de la substance.

- **Méthode**

Dissoudre 10,00 g de la substance à examiner, ou la quantité prescrite (mg), dans 50 ml d'un mélange à volumes égaux d'éthanol (96 %) R et d'éther de pétrole R3, préalablement neutralisé par de l'hydroxyde de potassium 0,1 M ou de l'hydroxyde de sodium 0,1 M, sauf indication contraire, en utilisant 0,5 ml de solution de phénolphtaléine R1 comme indicateur. Si nécessaire, chauffer à environ 90 °C pour dissoudre la substance à examiner. Une fois la substance à examiner dissoute, titrer avec de l'hydroxyde de potassium 0,1 M ou de l'hydroxyde de sodium 0,1 M jusqu'à ce que la couleur rose persiste pendant au moins 15 s (n ml de solution titrée). Lorsqu'un chauffage a été appliqué pour faciliter la dissolution, maintenir la température à environ 90 °C pendant le titrage.

$$I_A = \frac{n * 56.11 * N}{m}$$

I_A indice d'acide, exprimé en mg de KOH par gramme de substance.

n : volume (en ml) de solution de KOH 0,1 M utilisé lors du titrage.

56.11 : masse molaire de l'hydroxyde de potassium en g/mol.

N : normalité de la solution titrée en eq/l.

m : masse (en grammes) de la substance analysée.

II.2.1.2.2. Indice de saponification : (Méthode Pharmacopée européenne)

- **Principe :**

L'indice de saponification I_S est le nombre qui exprime en milligrammes la quantité d'hydroxyde de potassium nécessaire à la neutralisation des acides libres et à la saponification des esters présents dans 1 g de substance.

- **Mode opératoire :**

Dans une fiole de 250 ml de verre borosilicaté et munie d'un réfrigérant à reflux, introduisez la prise d'essai (*m*g). Ajoutez 25,0 ml d'hydroxyde de potassium alcoolique 0,5 M et quelques billes de verre. Adaptez-le réfrigérant et chauffez à reflux pendant 30 min, sauf indication contraire. Ajoutez 1 ml de solution de phénolphtaléine R1 et titrez

immédiatement (alors que la solution est encore chaude) par l'acide chlorhydrique 0,5 M (n_1 ml d'acide chlorhydrique 0,5 M). Effectuez un essai à blanc dans les mêmes conditions (n_2 ml d'acide chlorhydrique 0,5 M).

$$I_S = \frac{28,05(n_2 - n_1)}{m}$$

I_s : indice de saponification, exprimé en mg de KOH par gramme de substance.

28.05 : équivalent gramme de l'hydroxyde de potassium en eq/mol.

n_2 : volume de HCL 0.5M utilisé lors du titrage de blanc en ml.

n_1 : volume de HCL 0.5M utilisé lors du titrage de l'échantillon en ml.

m : masse (en grammes) de la substance analysée.

II.2.1.2.3. Indice de peroxyde (Méthode Pharmacopée européenne)

- **Principe :**

L'indice de peroxyde est le nombre qui exprime en milliéquivalents d'oxygène actif la quantité de peroxyde contenue dans 1000 g de la substance, telle que déterminée par les méthodes décrites ci-dessous.

- **Mode opératoire**

Placer 5,00 g de la substance à examiner (mg) dans une fiole conique de 250 ml munie d'un bouchon rodé. Ajouter 30 ml d'un mélange de 2 volumes de chloroforme R et 3 volumes d'acide acétique glacial R. Agiter pour dissoudre la substance et ajouter 0,5 ml de solution saturée d'iodure de potassium R. Agiter pendant exactement 1 minute, puis ajouter 30 ml d'eau R. Titrer avec du thiosulfate de sodium 0,01 M, en ajoutant lentement le titrant sous agitation vigoureuse continue, jusqu'à disparition quasi complète de la couleur jaune. Ajouter 5 ml de solution d'amidon R et poursuivre le titrage sous agitation vigoureuse jusqu'à disparition de la couleur (n1 ml de thiosulfate de sodium 0,01 M). Réaliser un essai à blanc dans les mêmes conditions (n2 ml de thiosulfate de sodium 0,01 M). Le volume de thiosulfate de sodium 0,01 M utilisé pour le titrage à blanc ne doit pas dépasser 0,1 ml.

$$IP = \frac{10 \times (n_1 - n_2)}{m}$$

où :

- **n_1** = volume de thiosulfate utilisé pour l'échantillon (ml)
- **n_2** = volume de thiosulfate utilisé pour le blanc (ml)
- **m** = masse de l'échantillon (g)

II.2.1.2.4. Indice d'iode (Méthode Pharmacopée européenne)

- **Principe :**

L'indice d'iode est le nombre qui exprime en grammes la quantité d'halogène, calculée en iode, qui peut être fixée dans les conditions prescrites par 100 g de substance.

- **Mode opératoire** :

Introduire la quantité prescrite de la substance à examiner (mg) dans un ballon de 250 ml muni d'un bouchon rodé et préalablement séché ou rincé à l'acide acétique glacial R, et le dissoudre dans 15 ml de chloroforme R, sauf indication contraire. Ajouter très lentement 25,0 ml de solution de bromure d'iode R. Fermer le ballon et le maintenir à l'obscurité pendant 30 min, sauf indication contraire, en agitant fréquemment. Ajouter 10 ml d'une solution à 100 g/l d'iodure de potassium R et 100 ml d'eau R. Titrer avec du thiosulfate de sodium 0,1 M, en agitant vigoureusement jusqu'à ce que la couleur jaune soit presque dissipée. Ajouter 5 ml de solution d'amidon R et poursuivre le titrage en ajoutant goutte à goutte le thiosulfate de sodium 0,1 M jusqu'à ce que la couleur disparaisse (n1 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M). Effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions (n2 ml de thiosulfate de sodium 0,1 M).

$$II = \frac{1{,}269 \times (n_1 - n_2)}{m}$$

où :

- **n_1** = volume de thiosulfate utilisé pour l'échantillon (ml)
- **n_2** = volume de thiosulfate utilisé pour le blanc (ml)
- **m** = masse de l'échantillon (g)

II.2.1.3. Étude de chimio-type d'huile (ou "chimiotype" d'huile) : (Méthode Pharmacopée européenne)

Pour Identifier quelques composés chimiques spécifique d'une huile par chromatographie en couche mince.

- **Mode opératoire :**

dans un ballon à fond rond, introduisez 4,00 g d'huile, ajoutez 5 ml d'une solution récemment préparée d'acide ascorbique R à 100 g/L, 10 ml d'une solution récemment préparée d'hydroxyde de potassium R à 800 g/L et 100 ml d'éthanol anhydre R. Chauffez à reflux au bain-marie pendant 30 min. Ajoutez 100 ml d'une solution de chlorure de sodium Rà 10 g/L et refroidissez à température ambiante. Transvasez la solution dans une ampoule à décanter de 500 ml en rinçant le ballon au moyen d'environ 75 ml d'une solution de chlorure de sodium R à 10 g/L, puis de 150 ml d'un mélange à volumes égaux d'éther R et d'éther de pétrole R1. Agitez pendant 1 min. Lorsque les phases sont complètement séparées, éliminez la phase inférieure et lavez la phase supérieure d'abord avec 50 ml d'une solution d'hydroxyde de potassium R à 30 g/L dans une solution d'éthanol anhydre R à 10 pour cent *V/V*, puis avec 3 fois 50 ml d'une solution de chlorure de sodium R à 10 g/L. Filtrez la phase supérieure sur 5 g de sulfate de sodium anhydre R sur un filtre rapide et recueillez le filtrat dans un flacon de 250 ml destiné à un évaporateur rotatif. Lavez l'ampoule avec 10 ml du mélange d'extraction récemment préparé, puis filtrez et réunissez les phases supérieures. Evaporez la phase supérieure par distillation à une température ne dépassant pas 30 °C sous pression réduite (trompe à eau), en complétant avec de l'azote R . Dissolvez le résidu dans 2 ml cyclohexane R

Solution témoin. Dissolvez 10 mg d'α-tocophérol SCR dans 2 ml de cyclohexane R.

Plaque : plaque au gel de silice F_{254} pour CCM R.

Phase mobile : éther R, cyclohexane R (20:80 *V/V*).

Dépôt : 10 µL.

Développement : sur les 2/3 de la plaque.

Séchage : dans un courant d'air.

Détection : examinez en lumière ultraviolette à 254 nm.

Résultats : la tâche principale du chromatogramme obtenu avec la solution à examiner est semblable quant à sa position et ses dimensions à la tâche principale du chromatogramme obtenu avec la solution témoin.



Figure II.3 : Cuve de chromatographie en couche mince (CCM)

II.2.2. Évaluation des activités biologiques d'huile des pépins de raisin :

II.2.2.1. Activité antioxydante :

Test de DPPH (2, 2-diphényl-1-picrylhydrazyl)

- **Principe :**

La méthode du radical de DPPH, utilisée dans cette étude, est une approche courante où l'activité antioxydant de l'échantillon est évaluée par la diminution de la couleur de la solution de DPPH.

Lorsque le DPPH réagit avec une substance pouvant fournir un atome d'hydrogène, il se réduit, perdant sa couleur violette. La réduction est proportionnelle au nombre de protons captés conduit à l'apparition d'une couleur jaunâtre, mesurable par l'absorbance à 517 nm, offrant ainsi une évaluation du pouvoir antioxydant de l'extrait étudié **(Gulçin et al., 2010)** (**Figure II.4**).

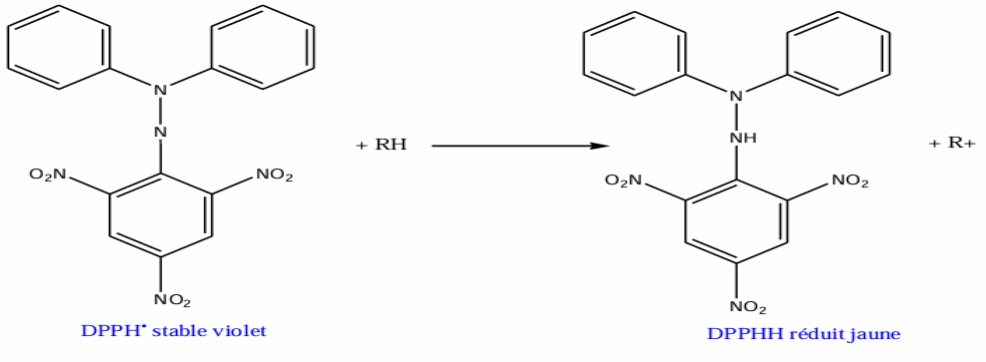


Figure II.4 :Transformation du radical DPPH• en DPPHH (diphenyl-picryl hydrazine a diphenyl-picryl hydrazyl)

- **Protocole** :

Le test a été réalisé selon la méthode décrite par **(Blois., 1958).**

- **Préparation des Solutions de travail :**

1. **Solution de DPPH 0.004% (m/v) :** dans une fiole jauge et ambré de 100 ml, dissoudre 4 mg de DPPH dans 50 ml éthanol agiter jusqu'à dissolution total puis complété au trait jauge avec le même solvant agiter et conservé à labri de la lumière.
2. **Solutions d'échantillons :** préparer pour chaque espece d'huile une série de 07 solutions de différentes concentrations dans l'éthanol : (91.5 ;183.0 ;366.0 ;457.5 ; 549.0 ; 732.0 et 915.0) mg/ml.
3. **Solutions d'acide ascorbique** : préparer une série de 07 solutions de différentes concentrations dans l'eau : (0.02 ;0.04 ;0.06 ;0.08 ; 0.10 ; 0.12 ;0.14) mg/ml.

- **Préparation des Solutions de lancement de test :**

1. **Solution contrôle (solution témoin) :** dans un tube à essai mélangé 3.9 ml de la solution DPPH 0.004% et 0.1ml éthanol, puis à l'aide d'un appareil spectrophotométrie UV-VISIBLE vérifier λ max soit environ 517nm et absorbance a cette longueur d'onde ≤1.0, utiliser éthanol comme blanc (conservé à labri de la lumière).
2. **Solutions d'échantillons testés :** pour chaque espèce préparé 07 tube à essai pour chaque concentration d'échantillon, prélevez 0.1ml de chaque concentration et mélangé avec 3.9 ml de la solution DPPH a 0.004% puis les incubés à l'abri de la lumière pendant 30 min, après à l'aide spectrophotométrie

UV-VISIBLE enregistrer l'absorbance a λ max du DPPH= 517nm, utiliser éthanol comme blanc.

3. **Solutions blanches d'échantillons testés :** pour chaque espèce préparé 07 tube à essai pour chaque concentration d'échantillon, prélevez 0.1ml de chaque concentration et mélangé avec 3.9 ml éthanol, puis à l'aide spectrophotométrie UV-VISIBLE enregistrer l'absorbance a λ max du DPPH= 517nm, utiliser éthanol comme blanc.
4. **Solutions d'acide ascorbique testés :** préparé 07 tube à essai pour chaque concentration d'acide ascorbique, prélevez 0.1ml de chaque concentration et mélangé avec 3.9 ml de la solution DPPH a 0.004% puis les incubés à l'abri de la lumière pendant 30 min, après à l'aide spectrophotométrie UV-VISIBLE enregistrer l'absorbance a λ max du DPPH= 517nm, utiliser un mélange de 0.1 ml eau et 3.9 ml éthanol comme blanc.

Le pourcentage d'inhibition (I%), d'où le pourcentage d'inhibition du DPPH (I%) est calculé par la formule suivante :

$$I(\%) = \frac{\left(Abs_{sc} - (Abs_{ech} - Abs_b)\right) * 100}{Abs_{sc}}$$

Tels que :

$I(\%)$: pourcentage d'inhibition en %.

Abs_{sc}=absorbance de la solution contrôle à 517nm.

Abs_{ech}=absorbance de la solution échantillon à 517nm.

Abs_b=absorbance de la solution blanc échantillon à 517nm.

La concentration inhibitrice 50% (IC50) a été déterminée par la régression linéaire où l'abscisse (x) est représentée par la concentration de l'échantillon testé (mg/ml) et l'ordonnée (y) par le pourcentage d'inhibition (I%),

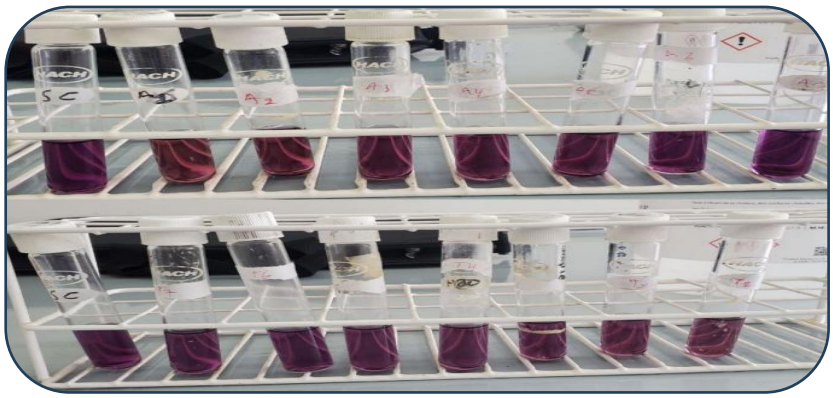


Figure II.5 : teste de DPPH de deux espèces d'huile a t=0 min

II.2.2.2. Évaluation de l'activité antimicrobienne :

L'évaluation de l'activité antimicrobienne a été réalisée par la méthode de diffusion sur disque pour tester la sensibilité des souches.

- **Principe de l'antibiogramme :**

L'antibiogramme est un outil essentiel en microbiologie clinique qui permet de déterminer la sensibilité d'une souche bactérienne isolée d'un patient vis-à-vis de différents antibiotiques **(Khatri et al., 2024).**

Le principe de l'antibiogramme repose sur la mise en contact d'une culture pure de la bactérie à tester avec une série d'antibiotiques. L'objectif est d'observer si la bactérie est inhibée ou non par chaque antibiotique **(Horvat, 2010).**

II.2.2.2.1 L'activité antibactérienne :

Cette étude a été menée avec un total de cinq souches bactériennes. D'après la méthode exposée par **Falleh et al. (2008)**, l'approche de diffusion en disque a été mise en œuvre pour examiner l'activité antibactérienne des huiles testées. Effectivement, on procède à un échantillonnage d'une ou plusieurs colonies de chaque culture pure à l'aide d'une boucle en platine dans des tubes contenant de l'eau physiologique pour obtenir des suspensions microbiennes présentant une turbidité correspondante à 0,5 Mc Farland, équivalente à une concentration bactérienne de 10^8 UFC/ml. Après, nous avons réalisé un tapis bactérien sur des boîtes de Petri, contenant la gélose appropriée pour chaque souche.

Ensuite, des disques vierges (stériles) de 6 mm de diamètre préalablement imbibés dans l'huile diluée par (eau-DMSO) (pure, 1g de l'huile dans 1ml DMSO, 1g d'huile dans 2ml DMSO, 1g de l'huile dans 4ml DMSO) soigneusement sur les boîtes de Petri. L'antibiotique de référence Amoxicilline a été utilisé comme témoin positif et des disques vierges imprégnés de solution (eau-DMSO) ont été utilisés comme témoin négatif. Les boîtes de Petri sont incubées à 37°C pendant 24 h. Les diamètres des zones d'inhibition formées autour des disques sont mesurés et enregistrés. L'expérience a été effectuée en deux répétitions.

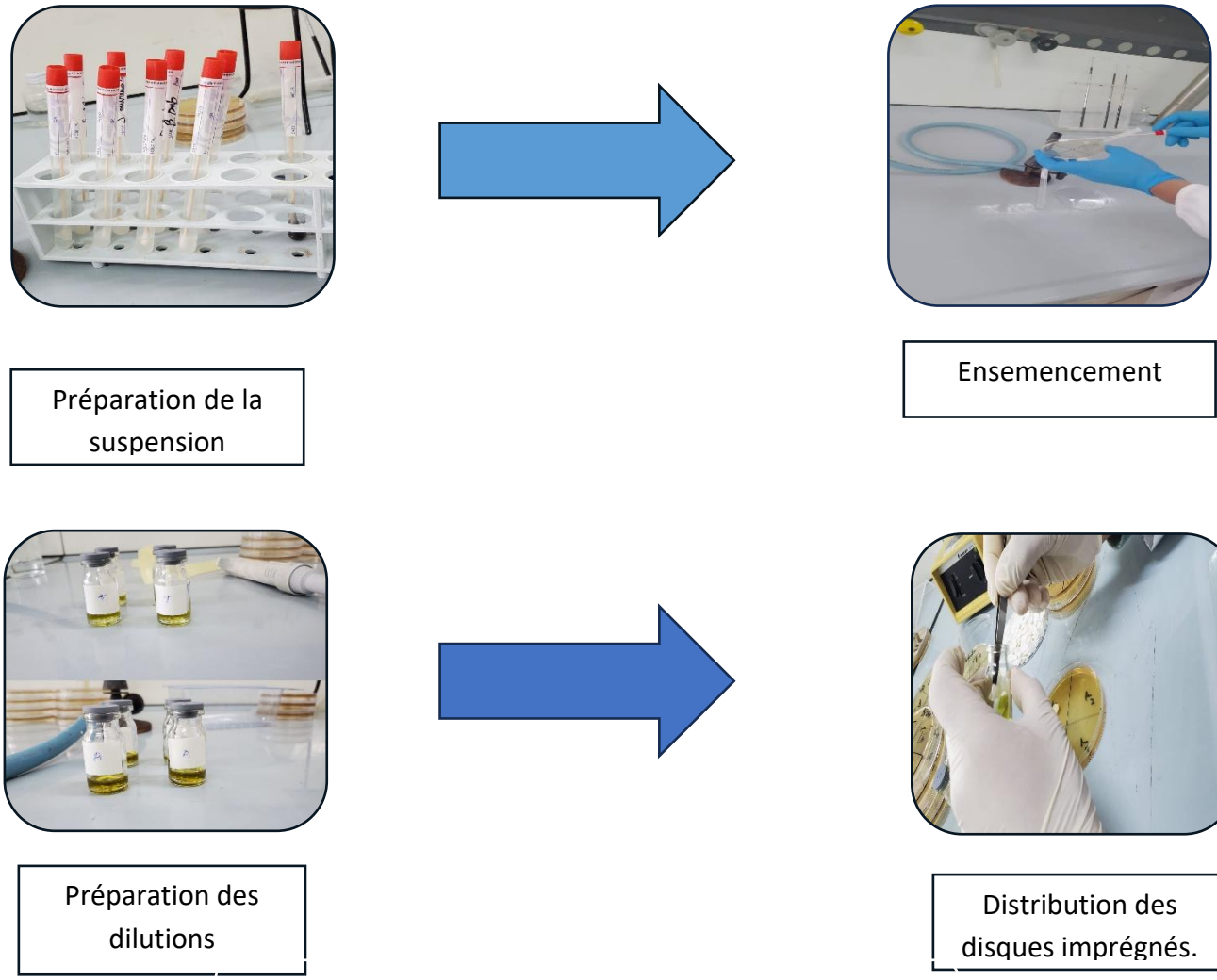


Figure II6 : Processus d'antibiogramme.

II.2.3. Formulation d'une crème anti-âge à base d'huile :(Méthode Aroma-Zone et Pharmacopée américain)

Le choix des excipients pour une crème dépend de plusieurs facteurs, notamment le type de crème souhaité (crème hydratante, crème anti-âge, etc.), le type de peau cible, et les principes actifs contenus dans la crème. Les excipients jouent un rôle crucial dans la texture, la stabilité, et l'efficacité de la crème.

II.2.3.1. Critères de choix des excipients :

- Il doit avoir une consistance convenable pour permettre un étalement facile.
- Il doit être bien toléré et son pouvoir allergisant doit être faible.
- Il doit présenter le moins d'incompatibilités possibles avec les autres constituants de la crème et le conditionnement.
- Il doit faciliter la pénétration des principes actifs dans les tissus.
- Il doit être suffisamment stable pour permettre une bonne conservation.
- Il doit être si possible lavable à l'eau et ne tache pas le linge.
- Il doit être si possible stérilisable.

II.2.3.2. Formule centésimale de la crème anti-âge :

Le tableau suivant présente la composition centésimale de la crème anti-âge. regroupe les matières premières utilisées, classées selon leur nature, ainsi que leur pourcentage dans la formulation.

Tableau II.4 : Formule centésimale de la crème anti-âge

Matières premières	Classe	Formule centésimale (%)
huile de pépins de raisin	Huile végétale	3.44
Vaseline blanche	Règlementé, Huile minérale	10,96
Huile de vaseline	Huile minérale	10,44
Propyléne glycol	Glycol	11,50
Alcool stéarylique	Alcool gras	14,10
Mono Stéarate se Sorbitane	Tension actif non ionique	1,00
Polysorbate 60	Composé éthoxylé , Tension actif non ionique	5,00
Sorbate de Potassium	Conservateur	0,15
Acide Ascorbique	Antioxydant	0.1
Huile essentielle de citron	Huile essentielle	0.02
Eau purifiée (QSP)		43,73

- **Mode opératoire de la formulation d'une crème anti-âge :**

1. **Préparation de la phase huileuse :**

   - Dans un bécher en verre de 100 ml Faire fondre la vaseline blanche avec l'huile de vaseline et l'huile de pépins de raisin à une température environ 70°C à l'aide d'un agitateur a plaque chauffante jusqu'à ce qu'ils soient fondus et homogènes.
   - Ajouter les ingrédients solides (en poudre ou en flocons) tels que : alcool stéarylique, mono-stéarate de sorbitane a la même température (70°C) chauffer et agiter jusqu'à ce qu'ils soient fondus et homogènes.

2. **Préparation de la phase aqueuse :**

   - Dans un bécher en verre de 100 ml, Chauffé l'eau a la même température de la phase huileuse (70°C) à l'aide d'un agitateur a plaque chauffante.

- Ajouter à la quantité de l'eau chauffé les ingrédients hydrosolubles tels que : propylène glycol, polysorbate 60, sorbate de potassium et acide ascorbique ; agiter jusqu'à la dissolution complète.

3. **Emulsification** : la phase aqueuse est ajoutée progressivement à la phase huileuse, en agitant vigoureusement a température 70°C, ajouter la quantité d'huile essentiel de citron prescrite dans le tableau, puis à l'aide d'un homogénéisateur agiter vigoureusement a 18000 tour/minute jusqu'à obtention d'une émulsion homogène, puis laissez-la refroidir.

II.2.3.3 Contrôle physico-chimie de la crème obtenue :

1. **Homogénéité :**

- **Macroscopique** : étalement en couche mince sur une surface plane par une spatule
- **Microscopique :** contrôle de la dispersion des particules et des gouttelettes

2. **PH**

Il s'agit du pH de la phase aqueuse qui peut être séparée plus ou moins facilement
Suivant les cas par contact, avec papier filtre, par rupture de l'émulsion au bain marie,
Ou par centrifugation.

3. **Conductivité :**

Introduction :

La présence d'eau, qui est un bon conducteur d'électricité, influence la conductivité de la crème. Les émulsions huile-dans-eau (H/E) sont généralement plus conductrices que les émulsions eau-dans-huile (E/H), car l'eau constitue la phase continue dans les premières

1. Préparation de l'échantillon :

- **Homogénéisation:**

Avant la mesure, il est crucial de bien homogénéiser la crème pour éviter des variations de conductivité dues à une distribution non uniforme des composants.

- **Température:**

Assurez-vous que la température de l'échantillon est stable et connue. La conductivité est influencée par la température, donc une température uniforme est essentielle pour des mesures précises.

- **Prélèvement:**

Prélevez un volume d'échantillon suffisant pour immerger complètement les électrodes du conductimètre.

2. Mesure avec le conductimètre :

- **Choix du calibre:**

Sélectionnez le calibre du conductimètre approprié à l'échelle de conductivité attendue.

Rinçage de la cellule:

Avant de plonger la cellule dans la crème, rincez-la avec un peu de la solution à analyser afin de garantir une mesure précise.

- **Immerssion:**

Plongez délicatement la cellule dans l'échantillon, sans créer de bulles d'air.

- **Lecture:**

Laissez la lecture de la conductivité se stabiliser, puis enregistrez la valeur.

4. Stabilité de L'émulsion :

La centrifugation est un test utilisé pour évaluer la stabilité d'une émulsion en soumettant celle-ci a une force centrifuge, si l'émulsion reste homogène après centrifugation, elle est considérée comme stable.

Mode opératoire :

1- Placer une quantité de crème dans tube a hémolyse.

2- Le tube est placé dans une centrifugeuse et centrifugé pendant une période déterminée (environ 10min) a une vitesse spécifique 1500 tour/min.

5. Dureté (contrôle de la consistance) :

Il s'agit de mesurer l'enfoncement d'un mobile en général conique dans le produit Semi-solide (à l'aide d'un pénétrom

CHAPITRE 3. RESULTATS & DISCUSSION

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Caractérisation physique et chimique de deux huiles de pépin de raisin provenant de deux régions :

Les propriétés physico-chimiques tels que : la densité, l'indice de réfraction, ‘‘indice d'acide, l'indice d'ester et l'indice de saponification...constituent un moyen de vérification et de contrôle de qualité des huiles.

III.1.1. Indice de réfraction :

L'indice de réfraction est l'un des paramètres physiques utilisés dans l'identification des graisses et des huiles. L'indice de réfraction mesuré pour les huiles de pépins de raisin des régions d'Aïn Témouchent et de Tipaza est identique **(Figure III.1)** , avec une valeur de 1,473 à 20 °C, ce qui est conforme aux valeurs rapportées dans la littérature pour les huiles végétales riches en acides gras insaturés, notamment l'acide linoléique. Cette similarité suggère une composition chimique comparable entre les deux huiles, en particulier en ce qui concerne la proportion d'acides gras insaturés. La constance de cette valeur dans les deux échantillons reflète également une bonne qualité et une faible altération des huiles, traduisant leur pureté et leur stabilité.

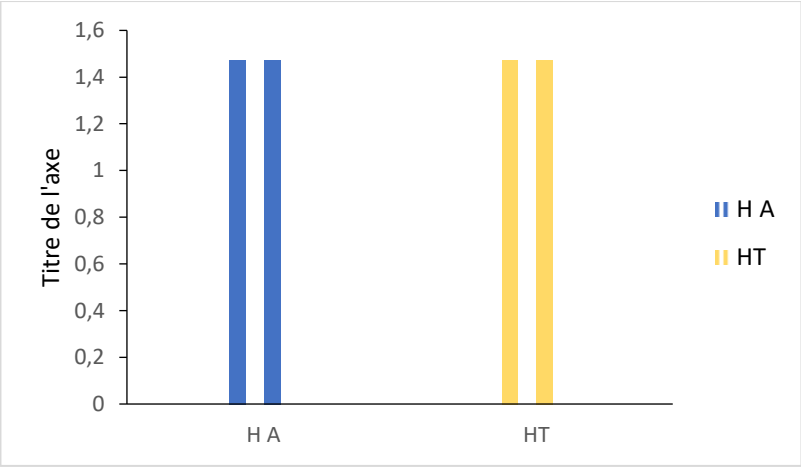


Figure III.1 : l'indice de réfraction des huiles de pépins de raisin

❖ **Discussion :**

L'indice de réfraction constitue un paramètre physico-chimique essentiel dans l'évaluation de la pureté et de la composition des huiles végétales, notamment en ce qui concerne la proportion des acides gras insaturés. Dans le cadre de cette étude, les indices de

réfraction mesurés pour les huiles de pépins de raisin issues des régions algériennes d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT) sont identiques, avec une valeur de 1,473 à 20 °C.

Ces résultats sont en parfaite concordance avec les données rapportées par **Hussein et Abdrabba (2015),** qui ont obtenu un indice de réfraction de 1,4731 à 20 °C pour une huile de pépins de raisin libyenne. Cette similitude suggère une certaine homogénéité dans la composition lipidique des huiles de pépins de raisin d'Afrique du Nord, probablement en raison de proximités variétales et climatiques.

Par ailleurs, l'étude de **Fernandes et al. (2024)** rapporte un indice légèrement inférieur (1,470 à 40 °C), ce qui est conforme aux variations attendues en fonction de la température, puisque l'indice de réfraction diminue généralement avec l'augmentation de celle-ci. Ainsi, les légères divergences observées peuvent être attribuées à l'effet thermique sur la densité optique de l'huile.

En revanche, l'huile de pépins de raisin vietnamienne étudiée par **Bui et al. (2022)** présente un indice de réfraction nettement plus élevé (1,550 à 25 °C). Cette valeur se distingue de manière significative des autres études, y compris de la présente analyse. Plusieurs hypothèses peuvent être formulées à ce sujet : il pourrait s'agir d'une variété spécifique de raisin aux caractéristiques chimiques différentes, d'une huile enrichie en composés spécifiques (esters, stérols, ou substances phénoliques), ou encore d'un raffinage ou d'une méthodologie de mesure différente.

Globalement, les valeurs obtenues pour les échantillons HA et HT se situent dans la plage standard rapportée pour les huiles de pépins de raisin (1,470 – 1,475 à 20 °C), témoignant d'une qualité adéquate et d'une composition lipidique typique, notamment une forte teneur en acides gras polyinsaturés, principalement l'acide linoléique. Le fait que deux zones géographiques distinctes présentent des valeurs identiques suggère également une bonne stabilité régionale de ce paramètre, malgré les variations pédoclimatiques.

Ces résultats confortent donc l'idée que les huiles extraites dans les régions d'Aïn Témouchent et de Tipaza peuvent répondre aux normes de qualité internationales, et présentent un intérêt potentiel pour les industries alimentaire, cosmétique ou pharmaceutique**.**

III.1.2. La densité:

La densité est l'un des paramètres utilisés dans l'identification des graisses et des huiles. Les résultats des recherches présentés dans la **Figure (III.2)**

La figure compare la densité de l'huile de pépins de raisin extraite dans deux wilayas algériennes : Aïn Témouchent (HA) et Tipaza (HT). On observe que l'échantillon de Tipaza présente une densité légèrement plus élevée (0,918) que celui d'Aïn Témouchent (0,915).

Cette différence peut s'expliquer par les caractéristiques géographiques et climatiques propres à chacune des deux régions. Le climat méditerranéen de Tipaza, avec une humidité plus modérée et des températures relativement stables, pourrait favoriser une composition lipidique distincte de celle d'Aïn Témouchent, bien que cette dernière soumise à d'autres microclimats et conditions agroécologiques.

Ainsi, ces résultats suggèrent que l'origine géographique influe de manière mesurable sur les propriétés physiques de l'huile de pépins de raisin.

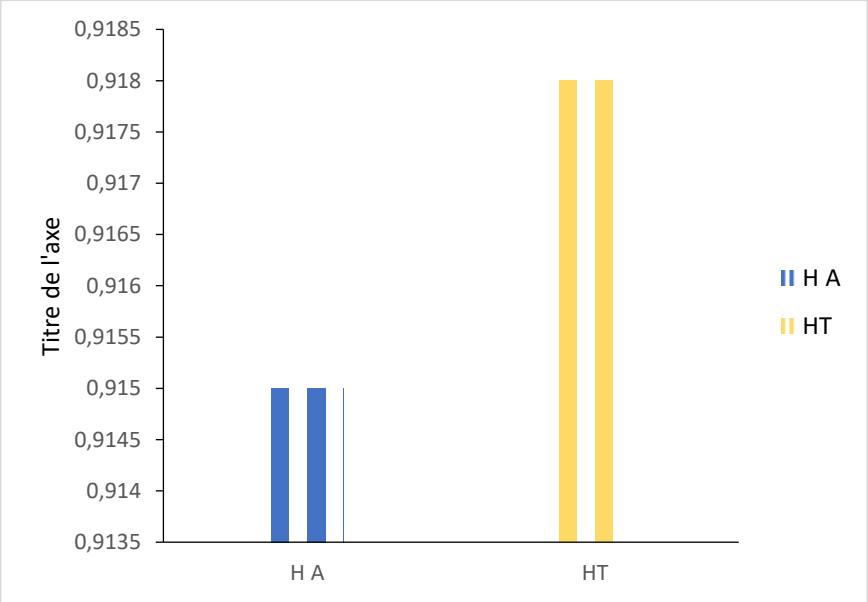


Figure III.2: La densité des huiles de pépins de raisin .

❖ **Discussion :**

Les densités mesurées des huiles de pépins de raisin issues des régions algériennes d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT) sont respectivement de 0,915 g/cm³ et 0,918 g/cm³ à 20 °C. Ces valeurs indiquent une huile légère et fluide, typique des huiles végétales riches en acides gras insaturés, notamment en acide linoléique. En comparaison, **Fernandes et al. (2024)** ont rapporté une densité légèrement inférieure de 0,910 g/cm³, ce qui reste dans un intervalle

cohérent, possiblement influencé par une température de mesure non précisée ou une composition lipidique légèrement différente. En revanche, la densité rapportée par **Bui et al. (2022),** soit 0,965 g/cm³, est nettement plus élevée, ce qui pourrait être attribué à une variété de raisin spécifique (Cardinal), à une plus grande concentration en composés lourds comme les stérols ou les pigments. Globalement, les résultats obtenus pour les échantillons algériens sont conformes aux normes usuelles pour l'huile de pépins de raisin, traduisant une qualité satisfaisante et une composition typique des huiles obtenues dans un climat méditerranéen semi-aride. La légère variation entre HA et HT peut être attribuée à des facteurs agro-climatiques locaux, sans altérer significativement les propriétés physiques ou nutritionnelles de l'huile.

III.1.3. l'indice d'acide :

L'indice d'acidité constitue un paramètre clé pour caractériser les graisses et les huiles. Les résultats, présentés à la **Figure (III.3)**, comparent cet indice pour deux huiles de pépins de raisin provenant des wilayas d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT). On observe que l'échantillon d'Aïn Témouchent affiche un indice d'acidité nettement plus élevé (19) que celui de Tipaza (16,5).

Cette différence traduit une variation qualitative marquée entre les deux échantillons. Plusieurs facteurs peuvent l'expliquer : conditions pédoclimatiques distinctes, pratiques culturales divergentes, méthodes d'extraction différentes ou encore le laps de temps écoulé entre la récolte des pépins et leur transformation. D'un point de vue qualité analytique, l'huile de Tipaza apparaît plus favorable en termes de fraîcheur et de stabilité oxydative. Ces observations invitent à approfondir l'étude des procédés de production dans chaque région afin d'optimiser les paramètres influençant la qualité des huiles végétales locales.

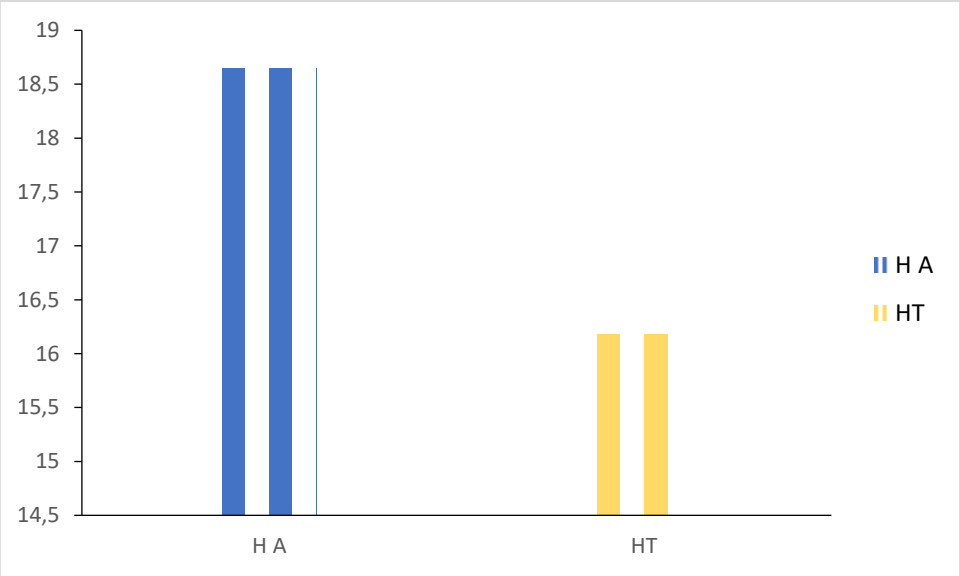


Figure III.3 : l'indice d'acidité des huiles de pépins de raisin.

❖ **Discussion :**

L'indice d'acide mesuré pour l'huile de pépins de raisin est de 19mg KOH/g pour l'échantillon issu de la région d'Aïn Témouchent (HA) et de 16,5 mg KOH/g pour celui de Tipaza (HT). Ces valeurs sont nettement plus élevées que celles rapportées dans la littérature. En effet, **Fernandes et al. (2024)** ont obtenu un indice d'acide de 1,2 mg KOH/g, tandis que **Bui et al. (2022)** rapportent une valeur de 2,25 mg KOH/g pour une huile extraite de la variété Cardinal au Vietnam. Cette différence marquée peut s'expliquer par plusieurs facteurs : tout d'abord, un stockage prolongé ou inadéquat des graines avant l'extraction peut favoriser l'hydrolyse des triglycérides en acides gras libres, ce qui augmente l'acidité. De plus, l'utilisation d'une méthode d'extraction artisanale ou non raffinée, comme la pression à froid sans purification, peut également conduire à un indice d'acide plus élevé en raison de la conservation des acides gras libres naturellement présents. Par ailleurs, des conditions climatiques chaudes, comme celles observées dans les régions algériennes semi-arides, peuvent accélérer les réactions d'oxydation et de dégradation enzymatique. Bien que les valeurs obtenues dans notre étude soient au-dessus des seuils recommandés pour une huile alimentaire de première qualité, elles peuvent encore être acceptables dans certains usages cosmétiques ou industriels. Néanmoins, ces résultats suggèrent la nécessité d'améliorer les conditions de récolte, de stockage et de traitement post-récolte afin de produire une huile plus stable et conforme aux standards internationaux de qualité.

III.1.4. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde constitue un paramètre physique essentiel pour caractériser les graisses et les huiles. Les résultats obtenus, illustrés à la **Figure (III.4),** portent sur un échantillon d'huile de pépins de raisin prélevé dans la wilaya d'Aïn Témouchent (HA). Cet indice reflète la qualité oxydative de l'huile : plus sa valeur est élevée, plus l'huile est avancée dans son processus d'oxydation. Dans notre cas, l'indice de peroxyde est de 45,978 meq O_2/kg, ce qui excède largement les seuils habituellement admis pour une huile fraîche. Une telle élévation peut résulter de plusieurs facteurs, notamment des conditions de stockage inadéquates (température, exposition à la lumière, contact avec l'oxygène), un délai prolongé entre l'extraction et l'analyse, ou la présence de catalyseurs pro-oxydants (comme certaines traces métalliques)

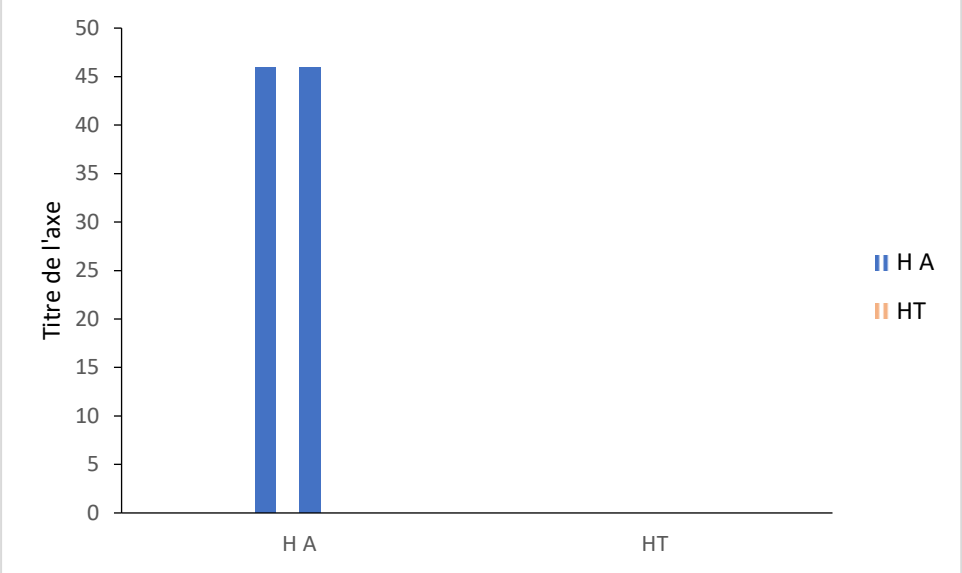


Figure III.4: l'indice de peroxyde des huiles de pépins de raisin .

❖ **Discussion :**

L'indice de peroxyde mesuré pour l'huile de pépins de raisin de la région de Tipaza (HT) est de 45,978 meq O_2/kg, ce qui est nettement supérieur aux valeurs rapportées dans la littérature. En effet, **Fernandes et al. (2024)** ont indiqué une valeur de 6,5 meq O_2/kg, tandis que **Bui et al. (2022)** rapportent une valeur encore plus faible, à 0,82 meq O_2/kg, pour l'huile extraite de pépins de raisin de la variété Cardinal. L'indice de peroxyde est un indicateur fondamental de l'état d'oxydation primaire des lipides ; une valeur élevée reflète une

dégradation oxydative avancée, résultant en la formation d'hydroperoxydes, qui sont les premiers produits de l'oxydation des acides gras insaturés.

Plusieurs facteurs peuvent expliquer le niveau élevé observé dans notre échantillon HT. D'une part, une exposition prolongée à l'oxygène, à la lumière ou à des températures élevées pendant ou après l'extraction pourrait accélérer les réactions d'oxydation. D'autre part, des conditions de stockage inappropriées des graines ou de l'huile elle-même (humidité, chaleur, durée) peuvent également contribuer à l'élévation de cet indice.

III.1.5. Indice d'iode :

L'indice d'iode constitue l'un des indicateurs clés pour caractériser les graisses et les huiles. Les résultats, illustrés à la **Figure (III.5)** comparent cet indice pour deux huiles de pépins de raisin issues de régions distinctes : Aïn Témouchent (HA) et Tipaza (HT).

L'indice d'iode, reflet du degré d'insaturation des acides gras contenus dans une huile, révèle que l'échantillon de Tipaza affiche une valeur légèrement supérieure (54,887) à celle d'Aïn Témouchent (52,58).

Cette différence suggère que l'huile de Tipaza serait enrichie en acides gras insaturés. Plusieurs facteurs peuvent expliquer cette variation, notamment les disparités pédoclimatiques, les cépages utilisés, ou encore les techniques d'extraction propres à chaque région. D'un point de vue qualitatif, une teneur plus élevée en insaturés est souvent associée à une meilleure valeur nutritionnelle. Cependant, une insaturation accrue peut aussi rendre l'huile plus susceptible à l'oxydation, impliquant ainsi une vigilance particulière lors de son stockage pour préserver sa stabilité au fil du temps.

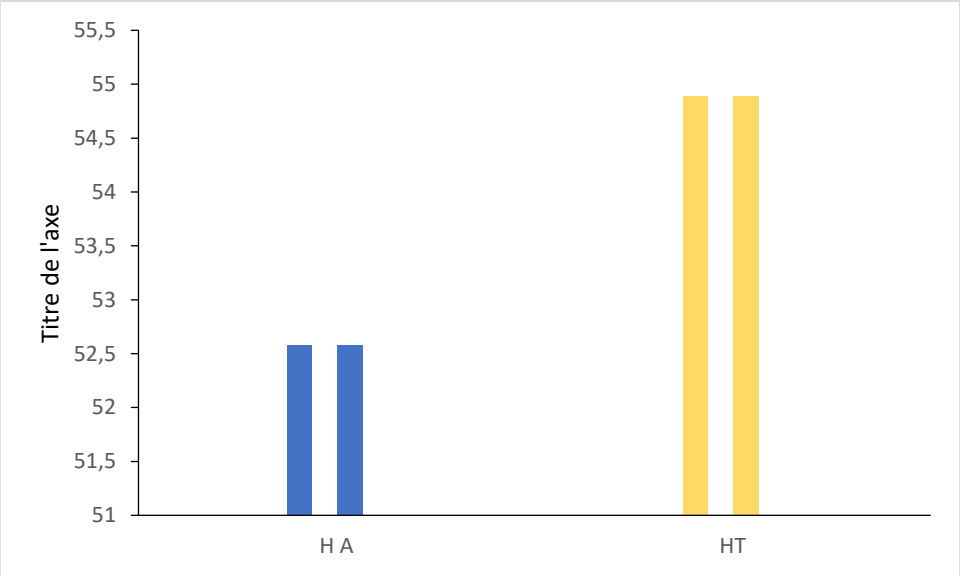


Figure III.5 : l'indice de d'iode des huiles de pépins de raisin

III.1.6. indice de saponification :

Comme illustré dans la **Figure (III.6**), une différence a été observée entre les indices de saponification des huiles de pépin de raisin extraites des deux régions étudiées. L'échantillon HA (Aïn Témouchent) présente une valeur plus élevée (191,4 mg KOH/g) comparativement à l'échantillon HT (Tipaza), dont la valeur est légèrement inférieure (188,6 mg KOH/g).Cette variation peut être attribuée à une différence dans la composition en acides gras des deux huiles. En effet, une valeur plus élevée de l'indice de saponification suggère une proportion plus importante d'acides gras à chaîne courte ou moyenne, tandis qu'une valeur plus faible indique une prédominance d'acides gras à chaîne longue. Ces différences peuvent résulter de facteurs environnementaux tels que le climat, la nature du sol, la variété du raisin ou encore les conditions de culture propres à chaque région**.** Ainsi, les résultats obtenus mettent en évidence l'impact de l'origine géographique sur les propriétés physico-chimiques des huiles végétales, soulignant l'importance de ce paramètre dans l'évaluation de leur qualité et de leur aptitude technologique.

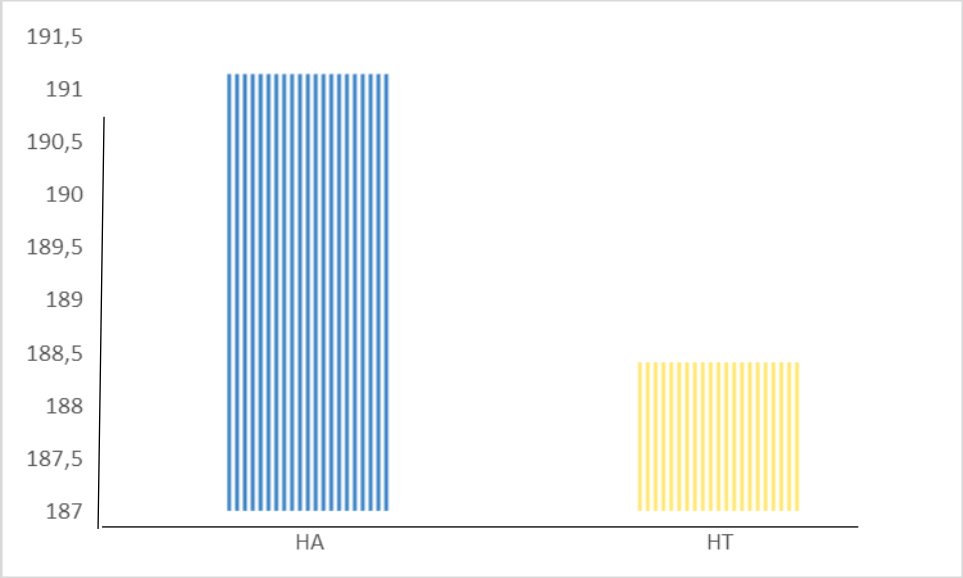


Figure III.6 : l'indice de saponification des huiles de pépins de raisin

❖ **Discussion : Indice de saponification et d'iode**

L'huile de pépins de raisin extraite des régions algériennes d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT) présente des indices de saponification de 191,12 mg KOH/g (HA) et 188,40 mg KOH/g (HT), et des indices d'iode respectifs de 52,58 (HA) et 54,887 (HT). Les valeurs de saponification obtenues sont globalement comparables à celles rapportées dans la littérature : **Fernandes et al. (2024)** ont mesuré un indice de saponification de 192 mg KOH/g, **Hussein et Abdrabba (2015)** rapportent 192,21 mg KOH/g, tandis que **Bui et al. (2022)** notent une valeur légèrement inférieure de 185,5 mg KOH/g. Ces résultats confirment que les huiles analysées dans notre étude sont riches en acides gras à chaîne moyenne ou longue, caractéristiques des huiles végétales, et qu'elles conservent une structure lipidique relativement stable.

En revanche, les indices d'iode mesurés dans nos échantillons sont nettement plus faibles que ceux rapportés dans les études précédentes. Les valeurs de **Fernandes et al. (2024), Hussein et Abdrabba (2015),** et **Bui et al. (2022)** sont respectivement de 122,71, 165,5 et 176,4, ce qui reflète une teneur beaucoup plus élevée en acides gras insaturés, notamment en acide linoléique. La faible valeur d'indice d'iode dans nos échantillons pourrait s'expliquer par une variation variétale, un stade de maturité différent des graines, ou encore par des conditions climatiques locales qui influencent la composition lipidique des raisins. De plus, une oxydation préalable des acides gras insaturés ou un temps de stockage prolongé pourrait avoir réduit leur proportion, conduisant à une diminution de l'indice d'iode.

Ainsi, si les indices de saponification indiquent une qualité comparable à d'autres huiles de pépins de raisin, les indices d'iode révèlent une moindre insaturation, ce qui pourrait réduire la valeur nutritionnelle de l'huile mais accroître sa stabilité oxydative, ce qui est favorable pour des applications techniques ou cosmétiques. Ces résultats montrent que les caractéristiques physico-chimiques de l'huile sont fortement influencées par les facteurs agro-climatiques, les pratiques post-récolte .

III.1.7. Étude de chimio-type d'huile (ou "chimiotype" d'huile) :

III.1.7.1 Résultat de chromatographie sur couche mince (CCM) :

L'analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) a été effectuée dans le but de vérifier la présence de la vitamine E (alpha-tocophérol) dans les huiles de pépins de raisin extraites des régions d'Aïn Témouchent (AT) et de Tipaza (T). L'analyse par chromatographie sur couche mince (CCM) des huiles de pépins de raisin révélé la présence de composés ayant une migration comparable à celle du standard α-tocophérol (vitamine E), dont la valeur de Rf est de 0,303. Comme l'illustre la **Figure (III.7),** les taches fluorescentes observées sous UV dans les deux extraits apparaissent à des hauteurs similaires à celle du témoin, ce qui suggère une composition chimique proche. Cette observation est appuyée par les données du **Tableau (III.1),** où l'huile de Tipaza présente une valeur de Rf identique à celle du standard (0,303), tandis que l'huile d'Aïn Témouchent montre une valeur légèrement supérieure (0,310), indiquant la probable présence de vitamine E ou de composés analogues. Ces résultats témoignent de la richesse antioxydante des deux huiles, avec une légère variation selon l'origine géographique

Tableux III.1 : Rapport frontal (Rf) des huiles de pépins de raisin d'Aïn Témouchent (AT) et de Tipaza (T), comparé au standard de la vitamine E (alpha-tocophérol).

Échantillon	**Valeur Rf (rapport frontale)**
Huile T (Tipaza)	0.303
Huile AT (Aïn Témouchent)	0.310
Standard Vitamine E	0.303

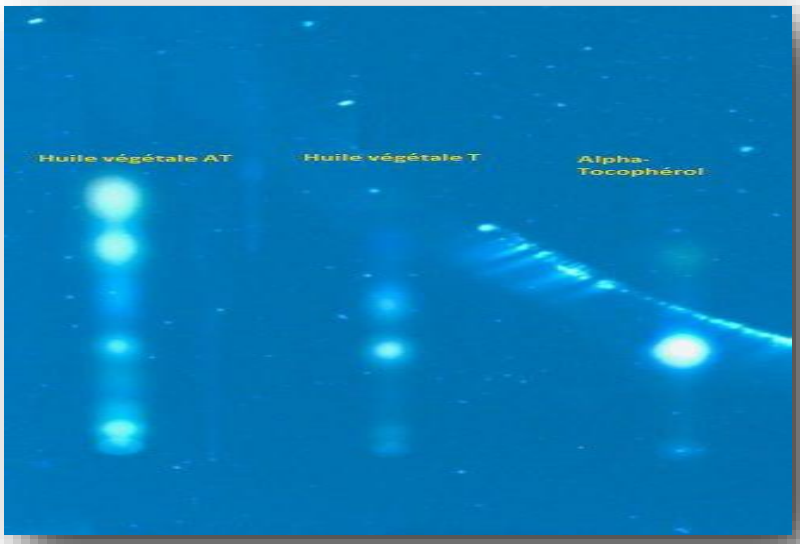


Figure III.7: Chromatographie sur couche mince (CCM) montrant la présence d'alpha-tocophérol dans les huiles de pépins de raisin d'Aïn Témouchent (AT) et de Tipaza (T).

- **Discussion :** Les résultats de la CCM montrent que les huiles de pépins de raisin de Tipaza et d'Aïn Témouchent présentent des composés ayant des valeurs de Rf proches de celle du standard α-tocophérol (0,303), suggérant la présence de vitamine E ou de molécules similaires. La similitude des taches observées sous UV et les valeurs de Rf

rapportées confirment cette hypothèse. La légère différence entre les deux huiles peut être liée à des facteurs environnementaux influençant la composition en antioxydants. Ces résultats soulignent le potentiel antioxydant naturel des huiles analysées.

III.2 Evaluation de l'activité biologique de deux huiles de pépin de raisin provenant de deux régions :

III.2.1. Résultats de l'activité antioxydante :

L'activité antioxydante des huiles de pépins de raisin issues des régions de Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT), exprimée en valeurs d'IC_{50}, met en évidence une différence significative entre les deux échantillons. Comme présenté dans la **Figure (III.8)** .L'huile de la région de Tipaza affiche une valeur d'IC_{50} plus élevée de 90,15 µg/mL), comparée à celle de Aïn Témouchent qui enregistre une valeur de 71,87 **µg/mL**. Il est important de souligner que la valeur d'IC_{50} est inversement proportionnelle à l'efficacité antioxydante : plus l'IC_{50} est faible, plus l'activité antioxydante est importante. Ainsi, ces résultats indiquent clairement que l'huile extraite des pépins de raisin de la région de Aïn Témouchent présente une activité antioxydante supérieure à celle de Tipaza.Cette supériorité pourrait être attribuée à une concentration plus élevée en composés phénoliques ou en flavonoïdes, molécules reconnues pour leur fort pouvoir antioxydant. Les différences observées peuvent résulter des conditions agro-climatiques locales, de la nature du sol, du cépage utilisé, ainsi que des méthodes de culture ou de récolte propres à chaque région

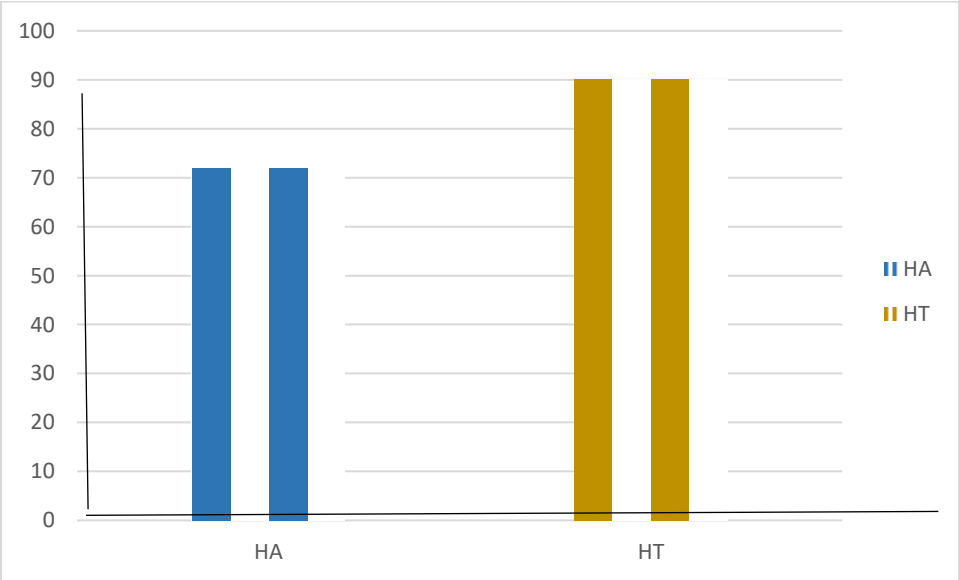


Figure III.8: Activité antioxydante (IC_{50}) des huiles de pépins de raisin provenant de Aïn Témouchent et Tipaza

❖ **Discussion :**

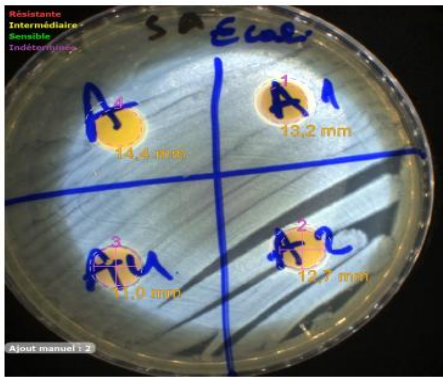
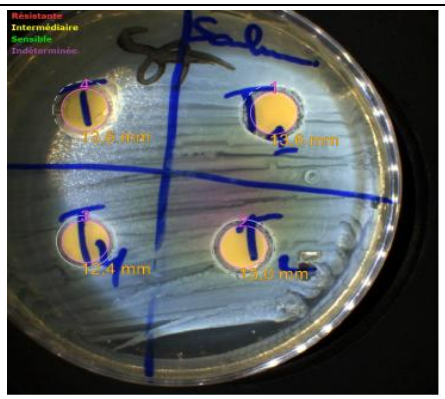
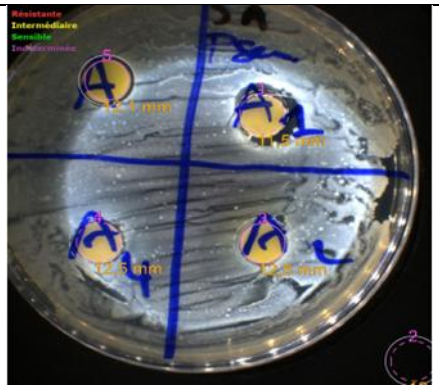
L'activité antioxydante de deux échantillons d'huile de pépins de raisin a été évaluée par la méthode DPPH. Les valeurs d'IC_{50} obtenues sont de 71,87 µg/mL pour l'échantillon HA (région de Ain Témouchent) et de 90,15 µg/mL pour l'échantillon HT (région de Tipaza), ce qui traduit une capacité antioxydante modérée à faible, l'huile de HA étant légèrement plus active. En comparaison, **Bui et al. (2022)** ont rapporté une IC_{50} de 25 µg/mL pour l'huile de pépins de raisin de la variété Cardinal cultivée au Vietnam, ce qui démontre une activité antioxydante significativement plus élevée. Cette différence peut être liée à plusieurs facteurs : variété du raisin, conditions agroclimatiques, méthodes d'extraction ou richesse en composés phénoliques. De même, **Malik (2016),** dans une étude comparative sur les pépins de raisin rouges et verts, a rapporté une IC_{50} de 60,947 µg/mL pour les pépins rouges et 33,937 µg/mL pour les pépins verts, ce qui montre encore une fois une activité antioxydante plus importante que celle observée dans nos huiles. Cette disparité peut s'expliquer par le fait que Malik a étudié directement les extraits de graines, souvent plus concentrés en polyphénols que les huiles. Globalement, ces comparaisons suggèrent que l'huile de pépins de raisin issue des régions algériennes présente un potentiel antioxydant réel, mais inférieur à celui de certaines variétés asiatiques ou des extraits hydroalcooliques de graines. L'origine botanique, les méthodes de traitement et l'état des matières premières sont autant de facteurs susceptibles d'influencer l'efficacité antioxydante finale.

III.2.2. Résultats de l'activité antimicrobienne contre les bactéries :

L'activité antimicrobienne des deux huiles de pépins de raisin, issues des régions d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT), a été évaluée en mesurant le diamètre des zones d'inhibition. Les résultats, présentés à la **Figure (III.9),** montrent que ces huiles exercent toutes deux un effet inhibiteur variable selon la dose et la souche bactérienne testée. D'après la figure **(Figure III.10)** l'efficacité des huiles de deux échantillons manifestent une inhibition notable, à l'exception de l'échantillon Ai D4 qui ne génère aucune zone d'inhibition, laissant supposer une possible dégradation ou une perte d'efficacité de l'huile. L'huile de Tipaza affiche une activité légèrement supérieure, notamment aux jours D1 et D2, comparativement à celle d'Aïn Témouchent. Parmi les bactéries testées, *Escherichia coli et Staphylococcus* montrent la plus forte sensibilité, avec des zones d'inhibition souvent supérieures à 13 mm. En revanche, *Pseudomonas* présente une résistance plus marquée, particulièrement pour l'échantillon T.Au

final, l'activité antimicrobienne diminue progressivement lorsque la dose passe de D1 à D4, ce qui suggère qu'une concentration plus élevée renforce l'efficacité antibactérienne.

Toutefois, selon les résultats de l'antibiogramme, la souche *E.coli, S. typhimurium, Pseudomonas aeruginosa, Bacillus subtilis* et *S.aureus* ont manifesté une sensibilité (11,7mm, 42 mm, 37,9mm, 11,5mm et 55,1mm) aux antibiotique Amoxicilline voir (annexe 3).

Souche	**Zone d'inhibition**
E.coli	
S. typhimurium	
P.aeruginosa	

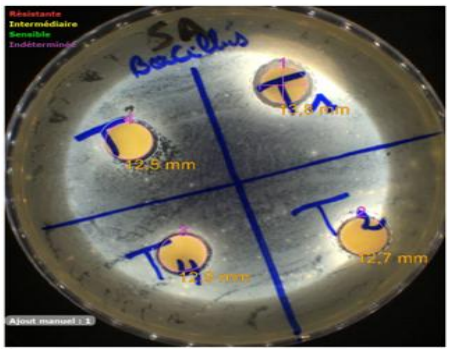
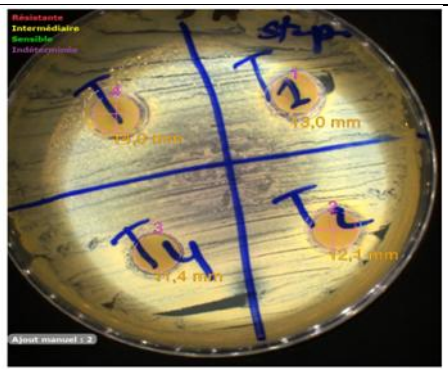
B.subtilis	
S. aureus	

Figure III.9 : L'effet de huile pépins de raisin sur les souches bactériennes.

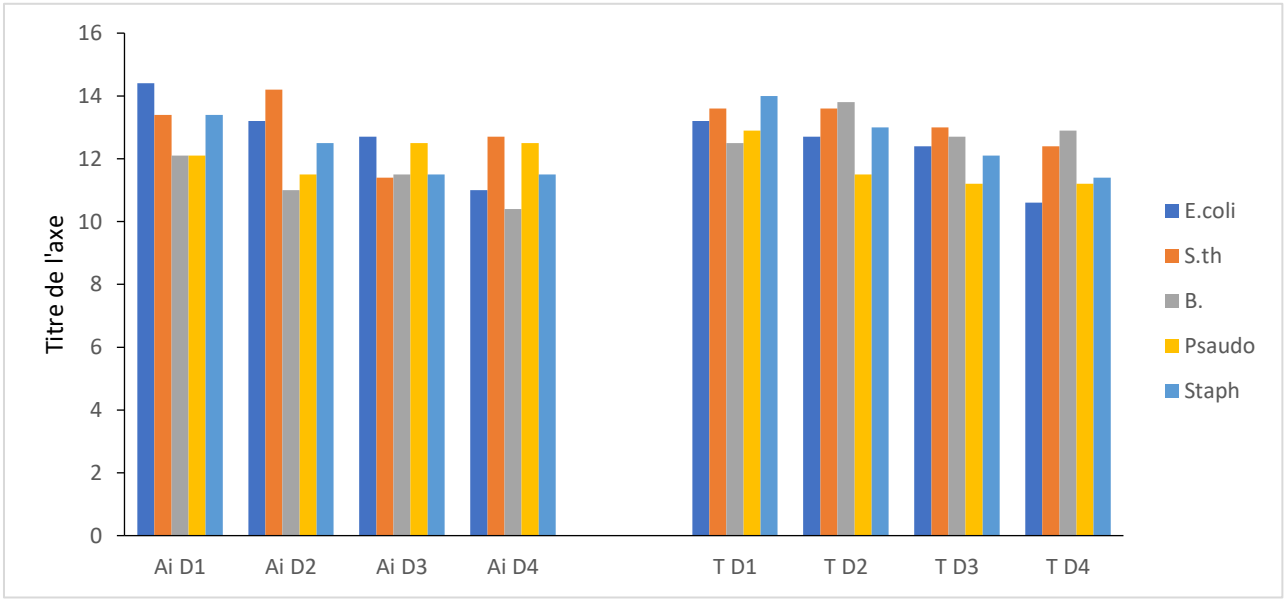


Figure III.10 : Diamètre de zone d'inhibition (DZI) des huiles de pépins de raisin sur les bactéries testés.

❖ **Discussion :**

L'huile végétale testée a démontré une activité antimicrobienne notable contre plusieurs souches bactériennes, notamment Escherichia coli (14,4 mm), Salmonella spp. (13,6 mm), Bacillus subtilis (13,8 mm), Staphylococcus aureus (14 mm) et Pseudomonas aeruginosa (12,9 mm). Ces résultats sont comparables à ceux rapportés par **Sofi et al. (2016),** qui ont observé des zones d'inhibition de 15,13 mm pour E. coli et 13,01 mm pour Salmonella spp. avec des extraits de graines de raisin. En revanche, pour Bacillus subtilis et Staphylococcus aureus, les zones d'inhibition obtenues par ces auteurs (30,03 mm et 27,04 mm respectivement) sont nettement plus élevées, suggérant une activité antimicrobienne plus marquée de leurs extraits polyphénoliques. **Kandasamy et al. (2016)** ont également rapporté des résultats similaires, avec des zones allant jusqu'à 14 mm pour E. coli, 13 mm pour S. aureus et 12,6 mm pour P. aeruginosa, ce qui confirme l'efficacité de notre huile.

III.2.3. Résultats de l'activité antimicrobienne contre les champignons :

Pour *Candida albicans* et *Aspergillus brasiliensis*, les huiles de pépins de raisin issues des régions d'Aïn Témouchent (HA) et de Tipaza (HT) n'ont exercé aucun effet antifongique, comme en témoigne un diamètre de zone d'inhibition (DZI) nul (0 mm) pour toutes les doses testées comme presenté dans la **Figure (III.11)**. Ce qui suggère que, dans les conditions expérimentales appliquées, l'huile de pépins de raisin ne présente pas d'activité antifongique détectable.

❖ **Discussion :**

L'évaluation de l'activité antifongique contre Candida albicans a révélé une zone d'inhibition nulle (0 mm), indiquant une absence d'effet antifongique mesurable de l'huile de pépin de raisin dans les conditions expérimentales utilisées.

Ce résultat est en accord avec les observations rapportées par **Mahmoud et Abdelmoniem (2022),** qui ont également constaté une zone d'inhibition de 0 mm pour l'huile de pépin de raisin testée contre Candida albicans. Cette concordance confirme que l'huile de pépin de raisin, dans les concentrations et conditions testées, ne manifeste pas d'activité antifongique significative contre cette souche de Candida

L'Activité antifongique contre *Aspergillus brasiliensis*, donne une zone d'inhibition nulle. Ce résultat diffère de ceux rapportés par **Cheteaoui et al. (2004**) où des extraits phénoliques de *Vitis vinifera L.* ont montré des zones d'inhibition de 1,6 à 2 mm contre *A. niger* et *A. fumigatus*. Cette divergence s'explique par la différence de nature des produits testés : les extraits utilisés

dans leur étude sont riches en composés phénoliques hydrosolubles à forte activité antifongique, contrairement à l'huile brute, lipophile et faiblement diffusible dans les milieux de culture. Ainsi, notre absence d'activité antifongique pourrait être liée à la faible concentration en composés actifs dans l'huile et à leur mauvaise diffusion.

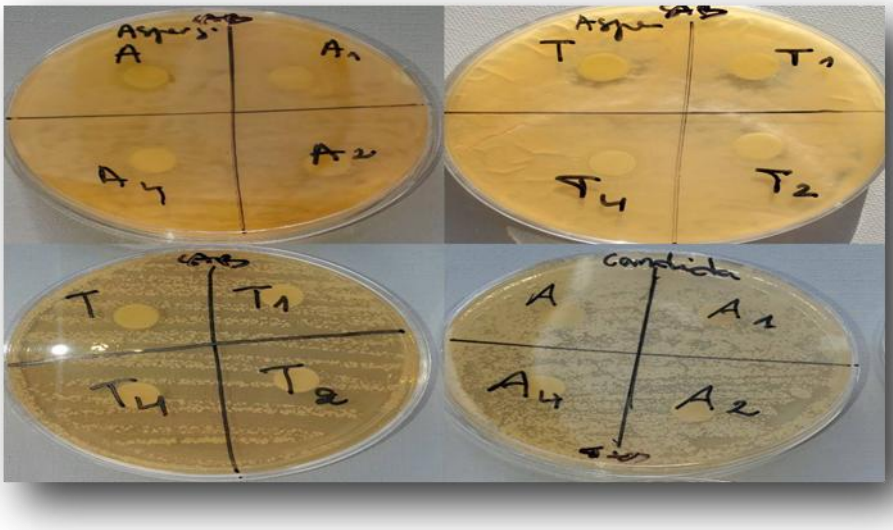


Figure III.11 : L'effet de huile pépins de raisin sur les souches fongique

III.3. Contrôle physico-chimie de la crème formulation :

III.3.1. Résultats :

Dans le cadre de ce travail, une crème dermique à effet anti-âge a été développée à partir de l'huile de pépins de raisin, reconnue pour ses propriétés antioxydantes suivi par une série de contrôles garantir la qualité et la stabilité de la formulation. Les résultats présentés dans le Tableu **(III.2)** témoignent de la qualité globale satisfaisante de la crème dermique formulée à base d'huile de pépins de raisin.. Le pH de 6,57, légèrement alcalin, reste proche du pH cutané. Une bonne tolérance est probable, bien qu'un ajustement puisse être envisagé pour les peaux sensibles. La conductivité électrique, estimée à 7,25 µS/cm, indique une faible teneur en ions libres dans la formulation, ce qui est généralement favorable à la stabilité des émulsions et à une moindre réactivité chimique. Cela peut également refléter une bonne pureté des ingrédients aqueux utilisés. Concernant l'homogénéité, l'observation visuelle et tactile révèle une texture homogène, sans phase séparée ni grumeaux, ce qui traduit un bon processus d'émulsification et

un mélange réussi des constituants huileux et aqueux. La stabilité évaluée par centrifugation à 1500 tr/min pendant 10 minutes indique également une bonne stabilité physique, avec absence de séparation de phase, critère essentiel pour garantir la durée de conservation et l'aspect du produit final. Enfin, la consistance, jugée semi-ferme, suggère une crème facile à appliquer avec une bonne étalabilité, caractéristique recherchée pour assurer un confort d'utilisation et une absorption efficace des actifs (**Figure III.12 ,III.13,III.14,III.15 et III.16 et III.17).**

Tableux III.2 : Résultats des tests de contrôle de qualité de la crème dermique anti-âge formulée à base d'huile de pépins de raisin

Paramètre analysé	**Résultat obtenu**	**Observation**
PH	6,57	Légèrement alcalin par rapport au pH physiologique de la peau (≈ 5,5), ce qui pourrait altérer légèrement l'équilibre cutané chez les peaux sensibles
Conductivité électrique	7,25 µS/cm	Faible conductivité, suggérant une faible teneur en ions libres
Homogénéité	Homogène	Absence de grumeaux ou séparation
Stabilité	Stable	Absence de séparation de phase
Dureté (consistance)	240 UP	Bonne étalabilité



Figure III.12 : Observation après centrifugation (1500 tr/min, 10 min) pour évaluation de la stabilité de la crème



Figure III.13 : Lecture de la conductivité électrique de la crème à l'aide d'un conductimètre



Figure III.14 : Aspect macroscopique de la crème formulée à base d'huile de pépins de raisin appliquée sur lame Superfrost

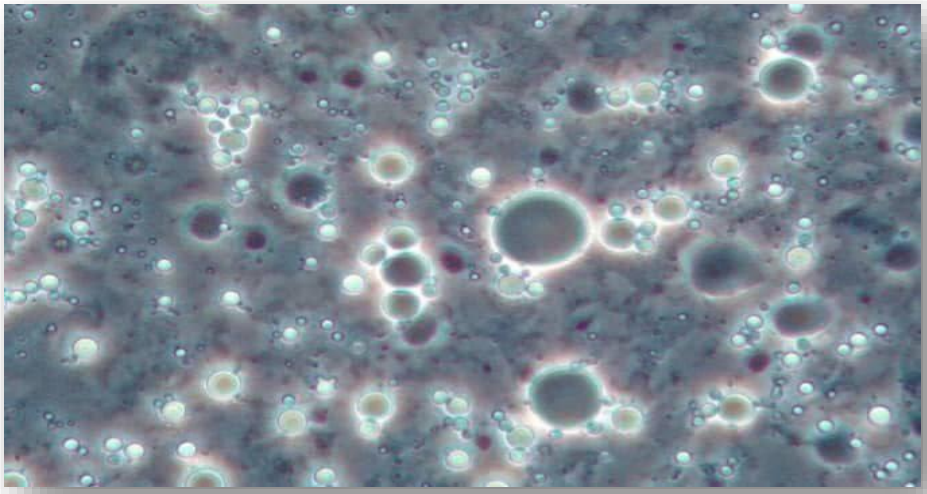


Figure III.15 : observation microscopique (optique) d'une émulsion huile-dans-eau formulée à base d'huile de pépin de raisin

❖ **Discussion :**

L'évaluation des paramètres physico-chimiques de la crème dermique anti-âge formulée à base d'huile de pépins de raisin, présentée dans le **Tableau (III.2)** , a permis de juger de la qualité globale du produit. Le pH, bien qu'ayant présenté une variation allant de 6,57, reste en majorité compatible avec le pH physiologique cutané, garantissant une tolérance acceptable pour la peau. La conductivité électrique, relativement faible (7,25 µS/cm), traduit une faible teneur en ions libres, favorable à la stabilité de l'émulsion. L'observation macroscopique de la crème révèle une texture globalement homogène, témoignant d'une bonne stabilité de l'émulsion, malgré quelques irrégularités mineures liées à des inclusions d'air ou à une dispersion imparfaite. Cette évaluation visuelle apporte des indications préliminaires sur la qualité physique du produit, tandis que l'aspect microscopique observe une distribution relativement homogène des globules huileux dispersés dans la phase aqueuse, avec des tailles variables allant de petites à moyennes gouttelettes. Cette microstructure indique une bonne dispersion de la phase huileuse, essentielle pour assurer la stabilité physique et l'efficacité d'une crème dermique. La présence de globules sphériques bien définis reflète une émulsification efficace, probablement due à l'action combinée des émulsifiants utilisés. Toutefois, quelques gouttelettes plus grosses peuvent suggérer un début de coalescence ou une distribution polydispersée. Par ailleurs, La mesure de la dureté de la crème formulée a donné une valeur de 240 unités pénétrométriques (UP), ce qui reflète une consistance semi-ferme. Selon les normes couramment admises en formulation cosmétique, une crème dont la dureté se situe entre 200 et 300 UP présente généralement une bonne stabilité physique tout en conservant une texture favorable à l'étalement. L'ensemble de ces résultats suggère que la formulation développée présente des caractéristiques techniques prometteuses pour une application dermocosmétique, tout en mettant en évidence la nécessité de contrôler le pH pour garantir une parfaite compatibilité cutanée.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion

Ce travail a pour objectif de caractériser physico-chimiquement l'huile de pépins de raisin issue des régions de Tipaza (HT) et d'Aïn Témouchent (HA), d'en évaluer les activités biologiques, puis de formuler une crème anti-âge à partir de ces huiles..

Dans un premier temps, une caractérisation physique-chimique d'huile de pépins de raisin extraite des régions de Tipaza (HT) et Aïn Témouchent (HA) a été menée afin d'évaluer présente des caractéristiques physico-chimiques favorables, avec un indice de réfraction de 1,73 pour les deux huiles, une densité de 0,918 g/cm³ pour HT et 0,915 g/cm³ pour HA, ainsi que des indices d'iode de 54,78 et 52,58 g I_2/100 g respectivement, indiquant une teneur modérée en acides gras insaturés. Les indices de saponification (188,40 mg KOH/g pour HT et 191,12 mg KOH/g pour HA) et d'acidité (16,18 mg KOH/g pour HT et 18,65 mg KOH/g pour HA) confirment la qualité de ces huiles, bien que l'indice de peroxyde élevé pour HA (45,98 meq O_2/kg) révèle un certain degré d'oxydation.

L'analyse chromatographique a mis en évidence une forte présence de vitamine E. L'activité antioxydante, évaluée par la méthode DPPH, a montré des pourcentages d'inhibition (IC50) de (90,15 % pour HT et 71,87 % pour HA).

Concernant l'activité antimicrobienne, une sensibilité notable a été observée contre *Salmonella typhi* pour HA et *Staphylococcus aureus* pour HT, tandis que les deux huiles ont montré une résistance aux champignons *Candida albicans* et *Aspergillus brasiliensis*.

Enfin, la crème dermique anti-âge formulée à base de ces huiles a révélé une bonne homogénéité, un pH adapté, une stabilité satisfaisante et une consistance convenable.

Les résultats de cette étude ouvrent des perspectives prometteuses pour la valorisation de l'huile de pépins de raisin, notamment dans l'industrie pharmaceutique comme ingrédient naturel prometteur pour les applications cosmétiques

Explorer des procédés respectueux de l'environnement (ultrasons, micro‑ondes, CO_2 supercritique) pour maximiser le rendement d'extraction tout en préservant les composés bioactifs.

Mettre au point et comparer différentes formulations (nano‑émulsions, liposomes, etc.) et agents de texture afin de garantir une diffusion maîtrisée des antioxydants et d'optimiser leur absorption cutanée.

Réaliser des essais précliniques sur modèles animaux, associés à des études de tolérance cutanée (patch tests et suivi dermatologique), pour valider la sécurité et l'efficacité anti‑âge de la crème.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Pharmacopée erupéenne
- Pharmacopée américain
- Aroma-Zone
- Abd El-Hack, M. E., Khafaga, A. F., Abu-Hiamed, H. A., Almarkhan, W. D., Alharbi, N. A., Alhassani, W. E., Alkholy, S. O., Khalifa, N. E., Khojah, H., Moustafa, M., Al-Shehri, M., & Ismail, I. E. (2024). Grape Seed Oil: Health Benefits and Useful Impacts on Livestock Performance and Products Quality – A Review. Annals of Animal Science, 24(3), 749–765. https://doi.org/10.2478/aoas-2023-0094
- Abedinzadeh, S., Torbati, M., Azadmard-Damirchi, S., & Hashempour-Baltork, F. (2024). Changes in the quality of oil extracted by hot pressing from black cumin (Nigella sativa) seeds and by solvent from the obtained cake during refining. Food Science & Nutrition, 12(5), 3563–3573. https://doi.org/10.1002/fsn3.4025
- Ahsan, H., Ahad, A., & Siddiqui, W. A. (2015). A review of characterization of tocotrienols from plant oils and foods. Journal of Chemical Biology, 8(2), 45–59. https://doi.org/10.1007/s12154-014-0127-8
- Aminov, R. I. (2010). A brief history of the antibiotic era: lessons learned and challenges for the future. Frontiers in microbiology, 1, 134.
- Alberici, R. M., Fernandes, G. D., Porcari, A. M., Eberlin, M. N., Barrera-Arellano, D., & Fernández, F. M. (2016). Rapid fingerprinting of sterols and related compounds in vegetable and animal oils and phytosterol enriched- margarines by transmission mode direct analysis in real time mass spectrometry. Food Chemistry, 211, 661–668. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.05.057
- Amankwaah, C., Li, J., Lee, J., & Pascall, M. A. (2020). Development of antiviral and bacteriostatic chitosan-based food packaging material with grape seed extract for murine norovirus, Escherichia coli and Listeria innocua control. Food Science & Nutrition, 8(11), 6174–6181. https://doi.org/10.1002/fsn3.1910
- Ayu, L. R., Aliwarga, L., & Adisasmito, S. (2024). Mechanical and Solvent Extraction of Moringa Oleifera Seeds for Vegetable Oil. Key Engineering Materials, 989, 99–107. https://doi.org/10.4028/p-BYR9lq
- Azimova, A. Q. qizi, Islomov, A. X., Maulyanov, S. A., Abdugafurova, D. G., Mahmudov, L. U., o`g`li Abdullaev, I. Z., Ishmuratova, A. S., Siddikova, S. Q. qizi, & Askarov, I. R. (2024). Determination of Vitamins and Pharmacological Properties of Vitis vinifera L.

Plant Fruit Part (Mixed Varieties) Syrup-Honey. Biomedical and Pharmacology Journal, 17(4), 2779–2786. https://doi.org/10.13005/bpj/3067

- Bacchetti, T., Masciangelo, S., Bicchiega, V., Bertoli, E., & Ferretti, G. (2011). Phytosterols, phytostanols and their esters: from natural to functional foods. Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism, 4(3), 165–172. https://doi.org/10.3233/s12349-010-0049-0
- Balu, M., Sangeetha, P., Haripriya, D., & Panneerselvam, C. (2005). Rejuvenation of antioxidant system in central nervous system of aged rats by grape seed extract. Neuroscience Letters, 383(3), 295–300. https://doi.org/10.1016/j.neulet.2005.04.042
- Bambina, P., Pollon, M., Vitaggio, C., Papa, G. L., Conte, P., Cinquanta, L., & Corona, O. (2024). Effect of soil type on some composition parameters of Vitis vinifera L. cv. Nero d'Avola grapes at different stages of ripening. International Journal of Food Science & Technology, 59(4), 2361–2374. https://doi.org/10.1111/ijfs.16964
- Berahmand F., Anoush G., Hosseini M-J. and Anoush M. (2020). Grape Seed Oil as a Natural Therapy in Male Rats with Alzheimer's Diseases.Advanced Pharmaceutical Bulletin, 10(3): 430-436
- BLOIS, M. Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical. Nature 181, 1199–1200 (1958). https://doi.org/10.1038/1811199a0
- Bouquet, A., Torregrosa, L., Iocco, P., & Thomas, M. R. (2006). Grapevine (Vitis vinifera L.). In Agrobacterium Protocols Volume 2 (pp. 273–285). Humana Press. https://doi.org/10.1385/1-59745-131-2:273
- Brenes, M., García, A., García, P., Rios, J. J., & Garrido, A. (1999). Phenolic Compounds in Spanish Olive Oils. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 47(9), 3535–3540. https://doi.org/10.1021/jf990009o
- Bui, N. H., Nguyen, B. V., Nguyen, T. N. L., Tran, T. T. T., & Mai, H. C. (2022). Physicochemical properties of seed oil of the cardinal grape (Vitis vinifera L.) originated in Vietnam. Food Research, 6(5), 161–167. https://doi.org/10.26656/fr.2017.6(5).582 https://www.myfoodresearch.com/uploads/8/4/8/5/84855864/_18__fr-2021-582_bui.pdf
- Busto, M., & Vera, C. R. (2019). Deacidification of vegetable oil by extraction with solvent recovery. Adsorption, 25(7), 1397–1407. https://doi.org/10.1007/s10450-019-00102-9
- Campos De LM, Leimann FV, Pedrosa RC et Ferreira SR, (2008), Radicaux libre récupération des extraits de marc de raisin du cabernet sauvingnon (Vitis vinifera). BioresourTechnol 99 : 8413 –8420

- Chew, S. C. (2020). Cold-pressed rapeseed (Brassica napus) oil: Chemistry and functionality. Food Research International, 131, 108997. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.108997
- Dariya Ayuba, Confidence Moses Kush, & Blessing Ndaks. (2024). Fatty Acid Composition Of Different Commercially Sold Vegetable Oils Within Southern Kaduna, Kaduna State, Nigeria. International Journal of Nature and Science Advance Research. https://doi.org/10.70382/mejnsar.v6i9.005
- Diakou-Verdin, P., Carde, J.-P., Gaudillère, J.-P., Barrieu, F., Ollat, N., & Moing, A. (2002). Grape berry development : A review. OENO One, 36(3), 109. https://doi.org/10.20870/oeno-one.2002.36.3.970
- Diéguez, S. C., Lois, L. C., Gómez, E. F., & de la Peña, M. L. G. (2003). Aromatic composition of the Vitis vinifera grape Albariño. LWT - Food Science and Technology, 36(6), 585–590. https://doi.org/10.1016/s0023-6438(03)00064-1
- Duba, K. S., Casazza, A. A., Mohamed, H. B., Perego, P., & Fiori, L. (2015). Extraction of polyphenols from grape skins and defatted grape seeds using subcritical water: Experiments and modeling. Food and bioproducts processing, 94, 29-38.
- Echeverria, G., Leclerc, C., Giné-Bordonaba, J., & Romero, A. (2021). Sensorial Evaluation and Aroma of Vegetable Oils. In Oil and Oilseed Processing (pp. 245–278). Wiley. https://doi.org/10.1002/9781119575313.ch12
- FEDIOL. (2016). Specifications for grapeseed oil. Disponible sur: http://www.fediol.be/data/16SPEC212%20FEDIOL%20specifications%20for%20grapeseed%20oil%20FINAL.pdf
- Fernandes, F., Ramalhosa, E., Pires, P., Verdial, J., Valentão, P., Andrade, P., Bento, A., & Pereira, J. A. (2013). Vitis vinifera leaves towards bioactivity. Industrial Crops and Products, 43, 434–440. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.07.031
- Fernandes, L., Casal, S., Cruz, R., Pereira, J. A., & Ramalhosa, E. (2013). Seed oils of ten traditional Portuguese grape varieties with interesting chemical and antioxidant properties. Food Research International, 50(1), 161–166. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.09.039
- Fu, J.-Y., Htar, T.-T., De Silva, L., Tan, D., & Chuah, L.-H. (2017). Chromatographic Separation of Vitamin E Enantiomers. Molecules, 22(2), 233. https://doi.org/10.3390/molecules22020233

- Gagnon, Y., Mhemdi, H., Delbecq, F., & Van Hecke, E. (2021). Extended surfactants and their tailored applications for vegetable oils extraction: An overview. OCL, 28, 7. https://doi.org/10.1051/ocl/2020062
- Garavaglia, J., Markoski, M. M., Oliveira, A., & Marcadenti, A. (2016). Grape Seed Oil Compounds: Biological and Chemical Actions for Health. Nutrition and Metabolic Insights, 9. https://doi.org/10.4137/nmi.s32910
- Geana, E.-I., Ciucure, C. T., Apetrei, I. M., Clodoveo, M. L., & Apetrei, C. (2023). Discrimination of Olive Oil and Extra-Virgin Olive Oil from Other Vegetable Oils by Targeted and Untargeted HRMS Profiling of Phenolic and Triterpenic Compounds Combined with Chemometrics. International Journal of Molecular Sciences, 24(6), 5292. https://doi.org/10.3390/ijms24065292
- Gharby, S. (2022). Refining Vegetable Oils: Chemical and Physical Refining. The Scientific World Journal, 2022, 1–10. https://doi.org/10.1155/2022/6627013
- Girardello, R. C., Cooper, M. L., Smith, R. J., Lerno, L. A., Bruce, R. C., Eridon, S., & Oberholster, A. (2019). Impact of Grapevine Red Blotch Disease on Grape Composition of Vitis vinifera Cabernet Sauvignon, Merlot, and Chardonnay. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 67(19), 5496–5511. https://doi.org/10.1021/acs.jafc.9b01125
- Gülçin I, Bursal E, Sehitoğlu MH, Bilsel M, Gören AC. Polyphenol contents and antioxidant activity of lyophilized aqueous extract of propolis from Erzurum, Turkey. Food Chem Toxicol. 2010 Aug-Sep;48(8-9):2227-38. doi: 10.1016/j.fct.2010.05.053.
- Guneser, B. A., & Yilmaz, E. (2017). Bioactives, Aromatics and Sensory Properties of Cold-Pressed and Hexane-Extracted Lemon (Citrus Limon L.) Seed Oils. Journal of the American Oil Chemists' Society, 94(5), 723–731. https://doi.org/10.1007/s11746-017-2977-z
- Gunstone, F. D. (2013). Composition and Properties of Edible Oils. In Edible Oil Processing (pp. 1–39). Wiley. https://doi.org/10.1002/9781118535202.ch1
- Gurev, A., Dragancea, V., Sturza, R., Haritonov, S., Netreba, N., & Boeștean, O. (2023). EFFECT OF GRAPE SEED OIL FORTIFICATION WITH EXTRACTS OF NATURAL ANTIOXIDANTS. Journal of Engineering Science, 30(2), 173–184. https://doi.org/10.52326/jes.utm.2023.30(2).15
- Harbeoui, H., Hichami, A., Wannes, W. A., Lemput, J., Tounsi, M. S., & Khan, N. A. (2019). Anti-inflammatory effect of grape (Vitis vinifera L.) seed extract through the downregulation of NF-κB and MAPK pathways in LPS-induced RAW264.7 macrophages. South African Journal of Botany, 125, 1–8. https://doi.org/10.1016/j.sajb.2019.06.026

- Horvat, R. T. (2010). Review of Antibiogram Preparation and Susceptibility Testing Systems. Hospital Pharmacy, 45(11_suppl), 6–9. https://doi.org/10.1310/hpj4511-s6
- Huang S., Yang N., Liu Y., Gao J., Huang T., Hu L., Zhao J., Li Y., Li C. and Zhang X. (2012). Grape seed proanthocyanidins inhibit colon cancer-induced angiogenesis through suppressing the expression of VEGF and Angl. International Journal of Molecular Medicine, 30(6): 1410–1416.
- Irandoost, P., Ebrahimi-Mameghani, M., & Pirouzpanah, S. (2013). Does grape seed oil improve inflammation and insulin resistance in overweight or obese women? International Journal of Food Sciences and Nutrition, 64(6), 706–710. https://doi.org/10.3109/09637486.2013.775228
- Ismail, A. F. M., Moawed, F. S. M., & Mohamed, M. A. (2015). Protective mechanism of grape seed oil on carbon tetrachloride-induced brain damage in γ-irradiated rats. Journal of Photochemistry and Photobiology B: Biology, 153, 317–323.
- Janu, C., Kumar, D. R. S., Reshma, M. V., Jayamurthy, P., Sundaresan, A., & Nisha, P. (2013). Comparative Study on the Total Phenolic Content and Radical Scavenging Activity of Common Edible Vegetable Oils. Journal of Food Biochemistry, 38(1), 38–49. https://doi.org/10.1111/jfbc.12023
- Jiménez-Sanchidrián, C., & Ruiz, J. R. (2016). Use of Raman spectroscopy for analyzing edible vegetable oils. Applied Spectroscopy Reviews, 51(5), 417–430. https://doi.org/10.1080/05704928.2016.1141292
- Jyoti Jagtap, & Manoj Jagtap. (2023). A Review of Taila Varga (Edible Vegetable Oils) According to Bruhat Trayi. International Journal of Ayurveda and Pharma Research, 33–38. https://doi.org/10.47070/ijapr.v11isuppl4.2938
- Kemper, T. G. (2020). Oil Extraction. In Bailey's Industrial Oil and Fat Products (pp. 1–38). Wiley. https://doi.org/10.1002/047167849x.bio013.pub2
- Khameneh B, Iranshahy M, Soheili V, Fazly Bazzaz BS. Review on plant antimicrobials: a mechanistic viewpoint. Antimicrob Resist Infect Control. 2019 Jul 16;8:118. doi: 10.1186/s13756-019-0559-6.
- Khanna S., Venojarvi M., Roy S., Sharma N., Trikha P., Bagchi D., Sen C.K. (2002). Dermal wound healing properties of redox-active grape seed proanthocyanidins. Free Radical Biology and Medicine, 33(8): 1089–1096.
- Khatri, D., Freeman, C., Falconer, N., de Camargo Catapan, S., Gray, L. C., & Paterson, D. L. (2024). Clinical impact of antibiograms as an intervention to optimize antimicrobial prescribing and patient outcomes—A systematic review. American Journal of Infection Control, 52(1), 107–122. https://doi.org/10.1016/j.ajic.2023.08.013

- Konlechner, C., & Sauer, U. (2016). Ultrastructural leave features of grapevine cultivars (Vitis vinifera L. ssp. vinifera). OENO One, 50(4). https://doi.org/10.20870/oeno-one.2016.50.4.51
- Korać R.R. and Khambholja K.M. (2011). Potential of herbs in skin protection from ultraviolet radiation. Pharmacognosy reviews, 5(10): 164–173.
- Ksouri R, Megdiche W, Falleh H, Trabelsi N, Boulaaba M, Smaoui A, Abdelly C. Influence of biological, environmental and technical factors on phenolic content and antioxidant activities of Tunisian halophytes. C R Biol. 2008 Nov;331(11):865-73. doi: 10.1016/j.crvi.2008.07.024
- Kurt, A., Colak, N., Bengu, A. S., GundoÄŸdu, A., AkpÄ±nar, E., Hayirlioglu-Ayaz, S., & Ayaz, F. A. (2018). A nutritional evaluation of the berry of a new grape:'Karaerik'(Vitis vinifera L.). International Journal of Food Studies, 7(2).
- Labri, K., Moghrani, H., Kord, A., Doukara, A. B., Gueffai, A., & Assia, A. (2020). Phytochemical screening, antioxidant and antimicrobial activities of grape (Vitis vinifera L.) seed extracts from red globe and Valenci Algerian varieties. *Acta Periodica Technologica*, (51), 137-147.
- Li, Q., Zhou, H., Chai, F., Wang, Z., Fang, L., Duan, W., Fan, P., Liang, Z., Li, S., Wang, Q., & Xin, H. (2025). Identification of potential metabolites responsible for cold tolerance in buds of Vitis amurensis. Horticultural Plant Journal, 11(1), 175–188. https://doi.org/10.1016/j.hpj.2023.07.009
- Maghradze, D., Kikilashvili, S., Gotsiridze, O., Maghradze, T., Fracassetti, D., Failla, O., & Rustioni, L. (2021). Comparison between the Grape Technological Characteristics of Vitis vinifera Subsp. sylvestris and Subsp. sativa. Agronomy, 11(3), 472. https://doi.org/10.3390/agronomy11030472
- Martin M.E., Grao-Cruces E., Millan-Linares M.C. and Montserrat-de la Paz S. (2020). Grape (Vitis vinifera L.) Seed Oil: A Functional Food from the Winemaking Industry. Foods (Basel, Switzerland), 9(10): 1360
- Martin, M. E., Grao-Cruces, E., Millan-Linares, M. C., & Montserrat-de la Paz, S. (2020). Grape (Vitis vinifera L.) Seed Oil: A Functional Food from the Winemaking Industry. Foods, 9(10), 1360. https://doi.org/10.3390/foods9101360
- Millan-Linares, M. C., Bermudez, B., Martin, M. E., Muñoz, E., Abia, R., Millan, F., Muriana, F. J. G., & Montserrat-de la Paz, S. (2018). Unsaponifiable fraction isolated from grape (Vitis vinifera L.) seed oil attenuates oxidative and inflammatory responses in human primary monocytes. Food & Function, 9(4), 2517–2523. https://doi.org/10.1039/c8fo00063h

- Molero Gómez, A., Pereyra López, C., & Martinez de la Ossa, E. (1996). Recovery of grape seed oil by liquid and supercritical carbon dioxide extraction: a comparison with conventional solvent extraction. The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal, 61(3), 227–231. https://doi.org/10.1016/0923-0467(95)03040-
- Ndana, M., Garba, B., Hassan, L., & Faruk, U. (2011). Evaluation of Physicochemical Properties of Biodiesel Produced From Some Vegetable Oils of Nigeria Origin. Bayero Journal of Pure and Applied Sciences, 4(1). https://doi.org/10.4314/bajopas.v4i1.15
- Niknami E., Sajjadi S.E., Talebi A. and Minaiyan M. (2020). Protective Effect of Vitis vinifera (Black Grape) Seed Extract and Oil on Acetic Acid-Induced Colitis in Rats. International journal of preventive medicine, 11: 102.
- Nitièma-Yefanova, S., Son, G., Yé, S., Nébié, R. H., & Bonzi-Coulibaly, Y. (2012). Optimisation des paramètres d'extraction à froid de l'huile d'Azadirachta indica A. Juss et effets sur quelques caractéristiques chimiques de l'huile extraite. BASE.
- Nzekoue, F. K., Kouamo Nguefang, M. L., Alessandroni, L., Mustafa, A. M., Vittori, S., & Caprioli, G. (2022). Grapevine leaves (Vitis vinifera): Chemical characterization of bioactive compounds and antioxidant activity during leave development. Food Bioscience, 50, 102120. https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102120
- Nzekoue, F. K., Kouamo Nguefang, M. L., Alessandroni, L., Mustafa, A. M., Vittori, S., & Caprioli, G. (2022). Grapevine leaves (Vitis vinifera): Chemical characterization of bioactive compounds and antioxidant activity during leave development. Food Bioscience, 50, 102120. https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.102120
- Olas B., Wachowicz B., Stochmal A. and Oleszek W. (2012). The polyphenol-rich extract from grape seeds inhibits platelet signaling pathways triggered by both proteolytic and non-proteolytic agonists. Platelets, 23(4): 282–289
- Omilakin, R. O., Ibrahim, A. P., Sotunde, B., & Betiku, E. (2023). Process modeling of solvent extraction of oil from Hura crepitans seeds: adaptive neuro-fuzzy inference system versus response surface methodology. Biomass Conversion and Biorefinery, 13(1), 247-260.
- Orsavova, J., Misurcova, L., Ambrozova, J., Vicha, R., & Mlcek, J. (2015). Fatty Acids Composition of Vegetable Oils and Its Contribution to Dietary Energy Intake and Dependence of Cardiovascular Mortality on Dietary Intake of Fatty Acids. International Journal of Molecular Sciences, 16(6), 12871–12890. https://doi.org/10.3390/ijms160612871
- Ovcharova T, Zlatanov M et Dimitrova R, (2016), composition chimique graines de quatre cépages bulgares. CiencTecViti Vinic 31 : 31–40.

- P., Ebrahimi-Mameghani M. and Pirouzpanah S. (2013). Does grape seed oil improve inflammation and insulin resistance in overweight or obese women?. International Journal of Food Sciences and Nutrition, 64(6): 706–710.
- Palumbo, F., Vannozzi, A., Magon, G., Lucchin, M., & Barcaccia, G. (2019). Genomics of Flower Identity in Grapevine (Vitis vinifera L.). Frontiers in Plant Science, 10. https://doi.org/10.3389/fpls.2019.00316
- Parihar, S., & Sharma, D. (2021). A Breif Overview on Vitis vinifera. Scholars Academic Journal of Pharmacy, 10(12), 231–239. https://doi.org/10.36347/sajp.2021.v10i12.005
- Patil, P. D., & Deng, S. (2009). Optimization of biodiesel production from edible and non-edible vegetable oils. Fuel, 88(7), 1302–1306. https://doi.org/10.1016/j.fuel.2009.01.016
- Petropoulos, S. A., Fernandes, Â., Calhelha, R. C., Rouphael, Y., Petrović, J., Soković, M., ... & Barros, L. (2021). Antimicrobial properties, cytotoxic effects, and fatty acids composition of vegetable oils from purslane, linseed, luffa, and pumpkin seeds. *Applied Sciences*, *11*(12), 5738.
- Pinent M., Blay M., Bladé M.C., Salvadó M.J., Arola L. and Ardévol A. (2004). Grape seed- derived procyanidins have an antihyperglycemic effect in streptozotocin-induced diabetic rats and insulinomimetic activity in insulin-sensitive cell lines. Endocrinology, 145(11): 4985– 4990.
- Prasad, R., & Sirkar, K. K. (1992). Membrane-Based Solvent Extraction. In Membrane Handbook (pp. 727–763). Springer US. https://doi.org/10.1007/978-1-4615-3548-5_41
- Ramos, M. J. N., Coito, J. L., Fino, J., Cunha, J., Silva, H., de Almeida, P. G., Costa, M. M. R., Amâncio, S., Paulo, O. S., & Rocheta, M. (2016). Deep analysis of wild Vitis flower transcriptome reveals unexplored genome regions associated with sex specification. Plant Molecular Biology, 93(1–2), 151–170. https://doi.org/10.1007/s11103-016-0553-9
- Ribeiro, A. R., Silva, S. S., & Reis, R. L. (2022). Challenges and opportunities on vegetable oils derived systems for biomedical applications. *Biomaterials Advances*, *134*, 112720.
- Rombaut N. (2013). Etude comparative de trois procédés d'extraction d'huile : aspects qualitatifs et quantitatifs : application aux graines de lin et aux pépins de raisin. Thèse de doctorat, Université de technologie de Compiègne, Compiègne, France.
- Rombaut N., Savoire R., Thomasset B., Castello J., Van Hecke E. and Lanoisellé J-L. (2015). Optimization of oil yield and oil total phenolic content during grape seed cold screw pressing. Industrial Crops and Products, 63: 26–33
- Rousserie P. (2019). de la biosynthèse des flavanols aux tanins du vin : quelle place pour les pépins de raisin ?.Thèse de doctorat, Université de Bordeaux, Bordeaux, France.

- Shangguan, L. F., Wang, C., Kayesh, E., Zhang, Y. P., Korir, N. K., Han, J., & Fang, J. G. (2012). Review and structural analysis of the evolution of grapevine (Vitis viniferaL.) genes involved in flower and fruit development. The Journal of Horticultural Science and Biotechnology, 87(3), 243–249. https://doi.org/10.1080/14620316.2012.11512859
- Sharafan, M., Malinowska, M. A., Ekiert, H., Kwaśniak, B., Sikora, E., & Szopa, A. (2023). Vitis vinifera (Vine Grape) as a Valuable Cosmetic Raw Material. Pharmaceutics, 15(5), 1372. https://doi.org/10.3390/pharmaceutics15051372
- Shen, M., Yuan, L., Zhang, J., Wang, X., Zhang, M., Li, H., Jing, Y., Zeng, F., & Xie, J. (2024). Phytosterols: Physiological Functions and Potential Application. Foods, 13(11), 1754. https://doi.org/10.3390/foods13111754
- Shinagawa F.B., De Santana F.C., Torres L.R.O. and Mancini-Filho J. (2015). Grape seed oil: A potential functional food?. Food Science and Technology, 35(3): 399–406.
- Shrestha, B., Theerathavaj, M. L. S., Thaweboon, S., & Thaweboon, B. (2012). In vitro antimicrobial effects of grape seed extract on peri-implantitis microflora in craniofacial implants. Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine, 2(10), 822–825. https://doi.org/10.1016/s2221-1691(12)60236-6
- Silva, S. A. da, Sampaio, G. R., & Torres, E. A. F. da S. (2020). Phytosterols Content in Vegetable Oils of Brazil: Coconut, Safflower, Linseed and Evening Primrose. Brazilian Archives of Biology and Technology, 63. https://doi.org/10.1590/1678-4324-2020190216
- Siudem, P., Zielińska, A., & Paradowska, K. (2022). Application of 1H NMR in the study of fatty acids composition of vegetable oils. Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 212, 114658. https://doi.org/10.1016/j.jpba.2022.114658
- Sookwong, P., Yuenyong, J., & Bennett, C. (2024). Bioactive Constituents in Cold-Pressed Plant Oils: Their Structure, Bioactivity and Chromatographic Analysis. Journal of Oleo Science, 73(4), 393–409. https://doi.org/10.5650/jos.ess23164
- Sotiropoulou E.I., Varelas V., Liouni M. and Nerantzis E.T. (2017). Grape seed oil: from a winery waste to a value added cosmetic product-a review. Available online: https://www.researchgate.net/publication/312578959
- Souza, E. L., Nascimento, T. S., Magalhães, C. M., Barreto, G. de A., Leal, I. L., Anjos, J. P. dos, & Machado, B. A. S. (2022). Development and Characterization of Powdered Antioxidant Compounds Made from Shiraz (Vitis vinifera L.) Grape Peels and Arrowroot (Maranta arundinacea L.). The Scientific World Journal, 2022, 1–13. https://doi.org/10.1155/2022/7664321

- Stefanidis, S., Ordoudi, S. A., Nenadis, N., & Pyrka, I. (2023). Improving the functionality of virgin and cold-pressed edible vegetable oils: Oxidative stability, sensory acceptability and safety challenges. Food Research International, 174, 113599. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2023.113599
- Terekhina, A. V., & Shcherbakov, M. N. (2023). Investigation of the fatty acid composition of vegetable oils. Proceedings of the Voronezh State University of Engineering Technologies, 85(1), 111–117. https://doi.org/10.20914/2310-1202-2023-1-111-117
- Tirak Hizal, K., & Koçer, N. (2023). Anatomical Characteristics and Fibre Quality of Grapevine (Vitis vinifera L.) Stem Wood. Drvna Industrija, 74(3), 359–368. https://doi.org/10.5552/drvind.2023.0064
- Tociu, M., Todasca, M. C., Mihalache, M., Artem, V., & Hanganu, A. (2018). Fatty Acid Profile of New Varieties of Grape Seed Oils Based on NMR Data and Their Authentication. Revista de Chimie, 69(1), 130–135. https://doi.org/10.37358/rc.18.1.6058
- Tomé-Rodríguez, S., Barba-Palomeque, F., Ledesma-Escobar, C. A., Miho, H., Díez, C. M., & Priego-Capote, F. (2023). Influence of genetic and interannual factors on the fatty acids profile of virgin olive oil. Food Chemistry, 422, 136175. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.136175
- Vasilyev, V. A., & Resnyanskaya, A. S. (2024). Authentication of grape seed oil by isotopic analysis of carbon 13C/12C EA-IRMS. Processes and Food Production Equipment, 17(2), 10-18. https://doi.org/10.17586/2310-1164-2024-17-2-10-18
- Wang C, Li J, Song GL, Niu Q, Xu SZ, Feng GL, Wang HX, Li Y, Li SG, Li F. Grape Seed Procyanidin Extract Reduces Arsenic-Induced Renal Inflammatory Injury in Male Mice. Biomed Environ Sci. 2017 Jul;30(7):535-539. doi: 10.3967/bes2017.071. PMID: 28756814.
- Wright GD. Antibiotic Adjuvants: Rescuing Antibiotics from Resistance. Trends Microbiol. 2016 Nov;24(11):862-871. doi: 10.1016/j.tim.2016.06.009. Epub 2016 Jul 15. Erratum in: Trends Microbiol. 2016 Nov;24(11):928. doi: 10.1016/j.tim.2016.07.008.
- Wijendran V. and Hayes K. C. (2004). DIETARY n-6 AND n-3 FATTY ACID BALANCE AND CARDIOVASCULAR HEALTH. Annual Review of Nutrition, 24(1): 597–615.
- Xiang, F., Ding, C., Wang, M., Hu, H., Ma, X., Xu, X., Zaki Abubakar, B., Pignitter, M., Wei, K., Shi, A., & Wang, Q. (2024). Vegetable oils: Classification, quality analysis, nutritional value and lipidomics applications. Food Chemistry, 439, 138059. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.138059

- Yang, C., Shang, K., Lin, C., Wang, C., Shi, X., Wang, H., & Li, H. (2021). Processing technologies, phytochemical constituents, and biological activities of grape seed oil (GSO): A review. Trends in Food Science & Technology, 116, 1074–1083. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.09.011
- Yang, R., Xue, L., Zhang, L., Wang, X., Qi, X., Jiang, J., Yu, L., Wang, X., Zhang, W., Zhang, Q., & Li, P. (2019). Phytosterol Contents of Edible Oils and Their Contributions to Estimated Phytosterol Intake in the Chinese Diet. Foods, 8(8), 334. https://doi.org/10.3390/foods8080334
- Yang, Y., Jin, G.-J., Wang, X.-J., Kong, C.-L., Liu, J., & Tao, Y.-S. (2019). Chemical profiles and aroma contribution of terpene compounds in Meili (Vitis vinifera L.) grape and wine. Food Chemistry, 284, 155–161. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.01.106
- Zarev, Y., Marinov, L., Momekova, D., & Ionkova, I. (2023). Exploring Phytochemical Composition and In Vivo Anti-Inflammatory Potential of Grape Seed Oil from an Alternative Source after Traditional Fermentation Processes: Implications for Phytotherapy. Plants, 12(15), 2795. https://doi.org/10.3390/plants12152795
- Zeng, W., Liu, X., Chao, Y., Wu, Y., Qiu, S., Lin, B., Liu, R., Tang, R., Wu, S., Xiao, Z., & Li, C. (2024). The effect of extraction methods on the components and quality of Camellia oleifera oil: Focusing on the flavor and lipidomics. Food Chemistry, 447, 139046. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2024.139046
- Zhao, B., Gong, H., Li, H., Zhang, Y., Lan, T., & Chen, Z. (2019). Characterization of Chinese Grape Seed Oil by Physicochemical Properties, Fatty Acid Composition, Triacylglycrol Profiles, and Sterols and Squalene Composition. International Journal of Food Engineering, 15(9). https://doi.org/10.1515/ijfe-2019-0031
- Zheng, Y., Fang, D., Lv, Y., Deng, B., Li, X., Luo, Y., Hussain, D., Ma, L., & Chen, D. (2024). Current analytical strategies for the determination of phytosterols in vegetable oils. Journal of Food Composition and Analysis, 131, 106279. https://doi.org/10.1016/j.jfca.2024.106279
- Zhou, D.-D., Li, J., Xiong, R.-G., Saimaiti, A., Huang, S.-Y., Wu, S.-X., Yang, Z.-J., Shang, A., Zhao, C.-N., Gan, R.-Y., & Li, H.-B. (2022). Bioactive Compounds, Health Benefits and Food Applications of Grape. Foods, 11(18), 2755. https://doi.org/10.3390/foods11182755

ANNEXES

ANNEXE

Annexe 1 :

Equipements :

N°	Equipement	Marck	Image de l'équipement
1	Densimètre numérique	METLLER TOLLIDO	
2	Réfractomètre d'abbe	CARL ZEISS	

3	Spectrophotométrie UV-Visible	Perkin Elmer Lambda 25 UV-Vis - Gemini BV	
4	HPTLC	CAMAG	
5	Balance analytique	Radwag	

6	Étuve	MEMMERT	
7	PH mètre	METTELER TOLEDO	

8	Conductimètre	METTELER TOLEDO	
9	pénétromètre	ANTON PAAR PNR 12	
10	Microscope optique binoculaire	Vet Science	

11	centrifugeuse	ORTO ALRESA	

Annexe 02 :

Standards de références utilisées **:**

Standard de référence	**N° Lot**	**Fabriquant**	**Pureté (%)**	**utilisation**
Alpha-tocophérol	11	EDQM	98.10	Identification de la vitamine E par chromatographie en couche mince
Acide Ascorbique	5	EDQM	100.00	Activité antioxydant
Eau physiologique	/	/	/	Activité antimicrobienne
DMSO	/	/	/	Activité antimicrobienne

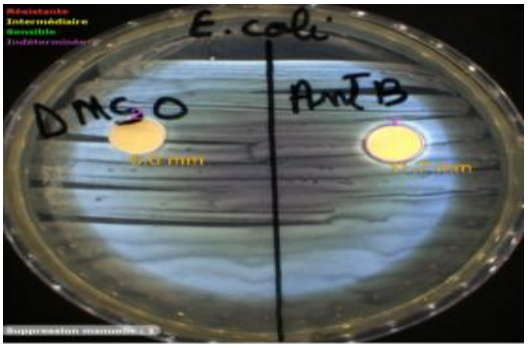
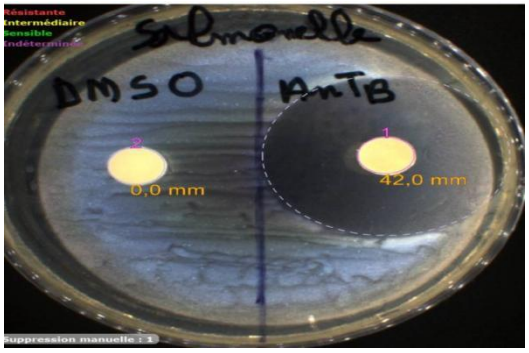
Annexe 03 :

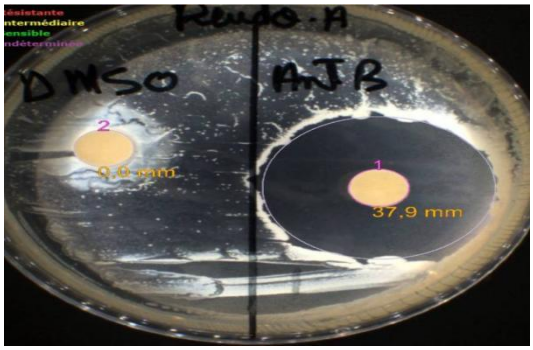
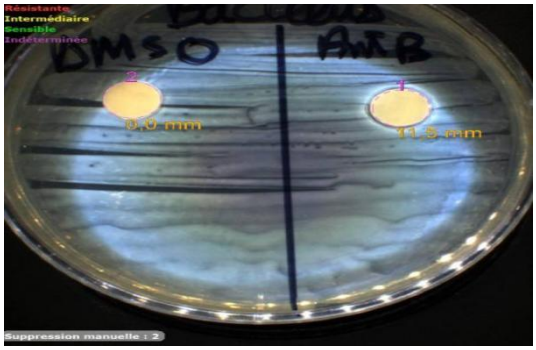
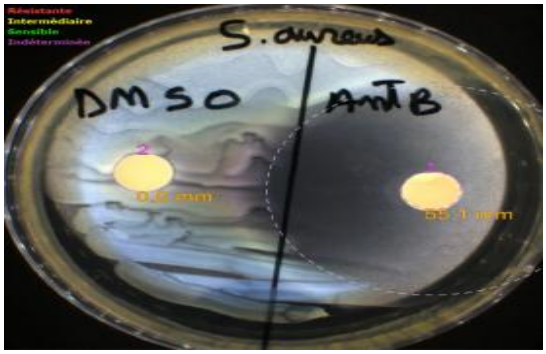
- **Les antibiotiques utilisés :** Amoxicilline
- **Les milieux de culture utilisés :** Le milieu de culture soja-agar / Le milieu de culture gélose sabouraud

Annexe 03 :

Zones d'inhibition de DMSO (témoin négatif) et Amoxicilline (témoin positif) **:**

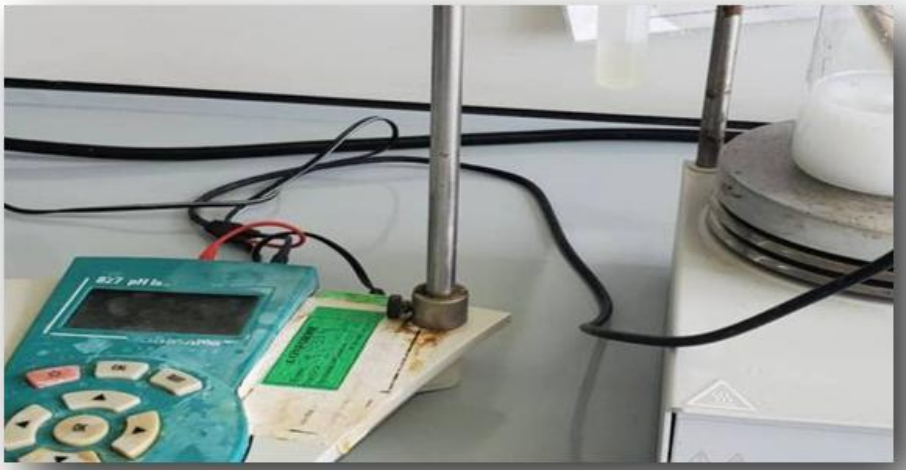
Souche bactérienne	**DMSO (témoin négatif)**	**Amoxicilline (témoin positif)**
Escherichia coli	0 mm	11,7 mm
Salmonella spp.	0 mm	42,0 mm
Bacillus subtilis	0 mm	11,5 mm
Pseudomonas aeruginosa	0 mm	37,9 mm
Staphylococcus aureus	0 mm	55,1 mm

Souche	**Zone d'inhibition (DMSO&Amoxicilline)**
E.coli	
S. typhimurium	

P.aeruginosa	
B.subtilis	
S. aureus	

Annexe 04:

Mesure du pH de la crème formulée à l'aide d'un pH-mètre électronique



Annexe 05:

Observation de la dureté

