

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté de Génie des Procédés
Spécialité : Génie des Procédés
Option : Génie Alimentaire

Mémoire de Fin d'Étude

En Vue de l'Obtention du Diplôme de Master en Génie des Procédés

Thème :

Élaboration d'une margarine de table allégée et enrichie en huile d'olive

Présenté par :

Melle Chaimaa Saidoun

Melle Sara BEN CHEIKH EL HOUCINE

Devant le jury :

Mr	AKSAS	Hamouche	MCA	UMBB	Président
Mme	DJOUMAD	Sonia	Prof/MCA	UMBB	Examineur
Mme	LAARID	Roza	MCB	UMBB	Encadrante

Année Universitaire : 2022/2023

Sommaire

Liste des abréviations	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Introduction générale	1
Chapitre 1 : Synthèse bibliographique	
I. LA MARGARINE	3
I.1. Origine	3
I.2 Définition	3
I.3 Les types de margarines	4
I.3.1. Margarine allégée	4
I.3.2. Margarine de tables	4
I.3.2.1. Margarine de table tartinables	4
I.3.2.2. Margarine de table courante	5
I.3.2.3. Margarine douce battue	5
I.3.2.4. Minarines	5
I.3.2.5. Margarine sous forme liquide	5
I.3.3. Margarine diététique ou spéciales (basses calories)	5
I.3.3.1. Margarines enrichies en phytostérols	5
I.4. Composition globale de la margarine	5
I.4.1. La phase grasse	5
I.4.2. Additifs liposolubles	6
I.4.2.1. Les émulsifiants	6
I.4.2.2. Les agents colorants	6
I.4.2.3. Les agents aromatisants	6
I.4.2.4. Les antioxydants	6
I.4.2.5. Les vitamines liposolubles	6
I.4.3. La phase aqueuse	7
I.4.4. Aditifs hydrosolubles	7
I. 4.4.1. Le sucre et le sel	7
I. 4.4.2. Les conservateurs	7
I. 4.4.3. Le correcteur de pH	7
I.4.4.4. Les révélateurs	8
I.5. Les huiles et graisses végétales utilisées en margarinerie	8
I.5.1. Les huiles et graisses végétales	8

I.5.2. Les huiles et graisses animales	8
II. PROCESSUS DE FABRICATION DE LA MARGARINE.....	9
II.1 Les étapes de fabrication de la margarine	10
II.1.1 Préparation de la phase grasse	10
II.1.2 Préparation de la phase aqueuse	10
II.1.3 Préparation de l'émulsion	10
II.1.4 La pasteurisation	10
II.1.5 Refroidissement et cristallisation	11
II.1.6 Malaxage	11
II.1.7 Emballage et conditionnement.....	11
II.2 Contrôle de la qualité de la margarine	12
II.2.1 Contrôle en cours de fabrication	12
II.2.1.1 Contrôle de la phase aqueuse	12
II.2.1.2 Contrôle de la phase grasse	12
II.2.1.3 Contrôle de la phase grasse totale	13
II.2.2 Contrôle du produit fini.....	13
III. L'HUILE D'OLIVE	
III.1. Définition	14
III.2. Propriétés organoleptiques de l'huile d'olive	14
III.3. Classification.....	14
III.4. Composition de l'huile d'olive.....	15
III.4.1. Fraction saponifiable.....	15
III.4.2. Fraction insaponifiable.....	16
III.4.2.1. Les composés phénoliques.....	16
III.4.2.2. Les stérols	16
III.4.2.3. Les tocophérols.....	17
III.4.2.4. Les substances aromatiques.....	17
III.4.2.5. Les hydrocarbures.....	17
III.4.2.6. Les pigments.....	17
Chapitre II : Matériel et méthodes	
Introduction	19
I. Usine du fabrication de la margarine	19
I.1 Présentation de groupe CEVITAL	19

I.2	Présentation de l'unité « LA BELLE »	20
I.3	Activités de CEVITAL	20
II.1.	Matériel végétal.....	21
II.2.	Méthodes d'analyses.....	21
II.3.	Analyses effectuées sur l'huile d'olive.....	21
II.3.1.	Détermination de l'acidité.....	21
II.3.2	Indice de peroxyde.....	22
II. 3.3	Détermination de l'indice d'iode	23
II.3.4	Détermination du taux d'humidité	23
II.3.5.	Détermination de l'indice de réfraction (ISO 6320,2000).....	23
II.3.6.	Détermination de la teneur en polyphénols.....	24
II.3.6.1.	Extraction des composés phénoliques.....	24
II.3.6.2.	Détermination de la teneur en polyphénols totaux.....	24
II.3.7.	Dosage des pigments.....	24
II.3.8.	Détermination de la couleur (ISO 15305 1ère édition, 1998).....	24
II.4.	Elaboration et caractérisation physico-chimique de la recette des margarines allégées et enrichies en l'huile d'olive	25
II.4.1.	Elaboration de la recette de la margarine allégée.....	25
II.4.1.1.	Formulation.....	25
II.4.1.2.	Fabrication de la margarine à l'échelle laboratoire.....	26
II.5	Analyses effectuées sur les margarines produites.....	27
II.5.1.	Analyses physiques.....	27
II.5.1.1.	Détermination du point de fusion (NE.1.2.91/1988).....	27
II.5.1.2.	Détermination de la teneur en eau (taux d'humidité)	28
II.5.2.	Analyses chimiques.....	28
II.5.2.1.	Détermination de l'indice d'acide (NE.1.2.97/88).....	28
II.5.2.2.	Détermination de la teneur en sel (taux de sel) (NE.1.2.429/89).....	28
II.5.2.4.	Détermination de la teneur en polyphénols.....	29
II.5.2.3.	Détermination de l'indice de peroxyde (NE.1.2.98.88).....	30
II.5.2.4.	Détermination de la teneur en polyphénols.....	30
II.5.2.5.	Dosage des pigments	31
II.5.2.6.	Détermination du pH de la phase aqueuse (NE.1.4.08/89).....	31
II.5.2.7.	Détermination des caractéristiques organoleptiques	31

Chapitre 3 : Résultats et discussions

I. Analyse de qualité de l'huile d'olive.....	32
I.1. Acidité.....	32
I.2. Indice de peroxyde	32
I.3. Indice d'iode.....	33
I.4. Indice de réfraction.....	33
I.5. Dosage des polyphénols	34
I.6. Dosage des pigments.....	35
I.7. Couleur.....	36
II. Les analyses physico-chimiques de la margarine.....	37
II.1. l'humidité en %.....	37
II.2. Détermination de point de fusion.....	38
II.3. Détermination de l'indice de peroxyde.....	38
II.4. La teneur en sel (taux de sel).....	39
II.5. Détermination de L'acidité.....	40
II.6. Dosage des polyphénols.....	41
II.7. Dosage des pigments	42
II.8. Le pH de la phase aqueuse.....	43
III. Résultats des analyses organoleptiques de la margarine.....	45

CONCLUSION

Listes des abréviations

A.G.I : Acides Gras Insaturés

A.G.M.I : Acides Gras Monoinsaturés

A.G.S : Acides Gras Saturés

AGPI : Acides Gras Polyinsaturés

AGT: Acides Gras *Trans*

CE : Commission Européenne

CEE : Communauté Economique Européenne

COI : Conseil Oléicole International

CPG : Chromatographie en Phase Gazeuse

DPPH : 2,2-DiPhényl-1 PicrylHydrazyl

HO : Huile d'Olive

Ii : Indice d'iode

IP : Indice de peroxyde

ISO : International Standard Organisation

MF1 : margarine formulation enrichie à 5% d'huile d'olive.

MF2 : margarine formulation enrichie à 10% d'huile d'olive.

MF3 : margarine formulation enrichie à 15% d'huile d'olive.

MF4 : margarine formulation enrichie à 5% d'huile d'olive sans antioxydant.

MF5 : margarine formulation enrichie à 10% d'huile d'olive sans antioxydant.

Listes des figures et tableaux

Listes des figures

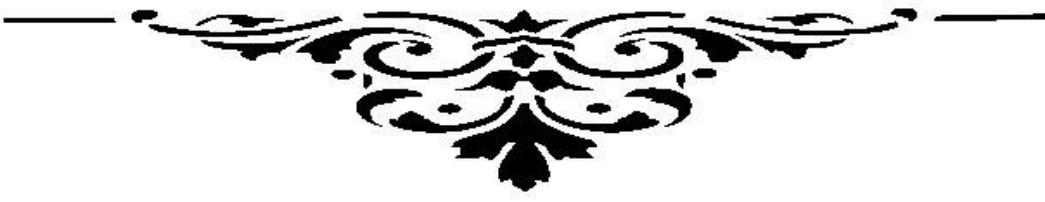
Figure N°1 : Classification des margarines disponibles sur le marché mondial (O'BRIEN, 2004)	4
Figure N°2 : Principe de fabrication de la margarine (KONE, 2001 et FREDOT, 2007)	9
Figure N°3 : Courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols	34
Figure N°4 : Dosage des chlorophylles et caroténoïdes	35
Figure N°5 : Humidité des différentes margarines	37
Figure N°6 : Point de fusion des différentes margarines	38
Figure N°7 : Variation de l'indice de peroxyde en fonction des margarines	39
Figure N°8 : Les teneurs en sel des différentes margarines	40
Figure N°9 : L'acidité des différentes margarines	41
Figure N°10 : Dosage des polyphénolles	42
Figure N°11 : Dosage des chlorophylles et caroténoïdes.	43
Figure N°12 : Le PH des phases aqueuses des margarines.....	44

Listes des tableau

Tableau N°1 : Huiles et graisses végétales utilisées en margarinerie	8
Tableau N°2 : Classification des huiles d'olive (coi, 2003)	15
Tableau N°3 : Acidité en pourcentage d'acide oléique (%)	32
Tableau N°4 : Indice de peroxyde en meq d'O ₂ /kg	32
Tableau N°5 : indice d'iode en g d'I ₂ /100 g d'huile	33
Tableau N°6 : indice de réfraction	33
Tableau N°7 : Résultats des analyses organoléptique des margarines	35



Remerciements



On remercie le BON DIEU en premier lieu de nous avoir donné la force et le courage pour surmonter toutes les épreuves tout au long de notre projet.

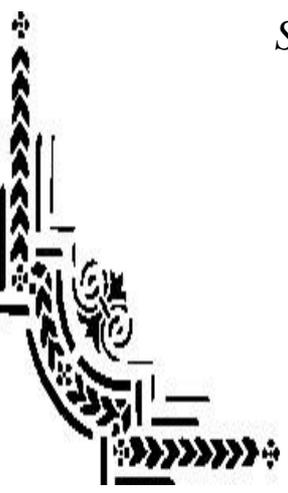
On tient à remercier notre promotrice Mme R. LAARID, qui nous a honorés en acceptant de nous encadrer, et de ne jamais avoir ménagé son temps et ses Efforts pour nous prodiguer ses conseils avisés chaque fois que nous la sollicitons.

On tient à exprimer notre profonde reconnaissance aux enseignants et aux doctorants du laboratoire de Génie alimentaires.

On remercie les membres du jury de nous avoir honorés par leur présence et d'avoir accepté de présider et examiner notre travail.

Et bien sûr nos chers parents de leur présence permanente et leur soutien.

Sans oublier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet.





Dédicace



À MES CHERS PARENTS

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être.

Je vous remercie pour tout le soutien et l'amour que vous me portez depuis mon enfance et j'espère que votre bénédiction m'accompagne toujours.

Que ce modeste travail soit l'exaucement de vos vœux tant formulés, le fruit de vos innombrables sacrifices, bien que je ne vous en acquitterai jamais assez.

Puisse Dieu, le Très Haut, vous accorder santé, bonheur et longue vie et faire en sorte que jamais je ne vous déçoive.

A MES CHERS ET ADORABLE FRERE ET SŒURS

À MES CHERSPETIT COUSINS ET COUSINES

A LA MEMOIRE DE MON GRAND-PEREET MA GRANDE MERE

J'aurais tant aimé que vous soyez présents. Que Dieu ait vos âmes dans sa sainte miséricorde

À MES AMIS DE TOUJOURS

La section de master II génie alimentaires 2022/2023 sans exception merci mes amis (es) pour toutes les souvenir inoubliables que j'ai vécu avec vous je vous aime.

Une spéciale dédicace a cette personne qui compte énormément pour moi, et pour qui je porte beaucoup de tendresse et de respect, à toi LYDIA

Et bien sûr sans oublié la personne qui m'a énormément aidé pour réaliser ce travaille, à ma binôme SARA , je t'aime ma sœur et merci pour les bon moments .



CHAIMAA





Dédicace



Je dédie ce modeste travail a :

Ma douce maman :

Tu représentes pour moi le symbole de bonté par excellence, tes prières m'ont été un grand secours durant toutes ses années, Je t'aime très fort.

Mon père :

Ce travail est le fruit de tes sacrifices.

Mes chers sœurs et frère :

Mon mari : *Sans ton aide et tes conseils, tes encouragements ce travail n'aurait vu le jour.*

A LA MEMOIRE DE MON GRAND-PEREET MA GRANDE MERE

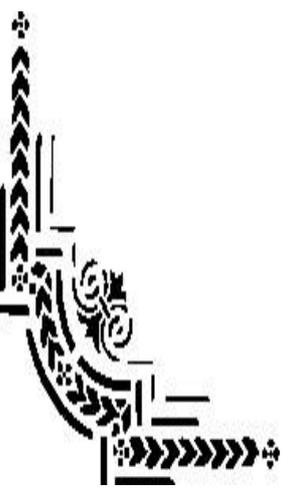
À MES AMIS DE TOUJOURS

La section de master II génie alimentaires 2022/2023 sans exception merci mes amis (es) pour toutes les souvenir inoubliables que j'ai vécu avec vous je vous aime.

Une spéciale dédicace a cette personne qui compte énormément pour moi, et pour qui je porte beaucoup de tendresse et de respect, à toi LYDIA

Et bien sûr sans oublié la personne qui m'a énormément aidé pour réaliser ce travaille, à ma binôme

CHAIMAA , je t'aime ma sœur et merci pour les bon moments .



Introduction générale

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

L'équilibre alimentaire est un facteur important, assurant à l'organisme un développement optimal et l'intégrité de l'ensemble de ses fonctions en couvrant ses différents Besoins quantitatifs et qualitatifs.

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une partie importante de l'alimentation humaine, nous les consommons directement sous forme d'huile ou indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire.

L'huile d'olive est le signe distinctif du régime méditerranéen (**Moreno Esteban et Lezcano Solís, 2015**). On la retrouve à travers l'histoire, depuis la civilisation grecque jusqu'à nos jours. Elle est la principale source de matières grasses du régime crétois ou du régime méditerranéen qui est bien connus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine.

L'huile d'olive est un produit intéressant d'un point de vue nutritionnel vue sa composition en acides gras. En effet, elle est insaturée et contient une petite partie d'acides gras essentiels (**Boskou et al. 2006**). Outre cette composition particulière en acides gras, l'huile d'olive est Surtout intéressante pour ses composés minoritaires tels que les polyphénols. L'intérêt Nutritionnel de ces composés phénoliques réside dans leur forte capacité antioxydante qui Pourrait prévenir ou ralentir l'apparition de certaines maladies dégénératives ainsi que Les maladies cardiovasculaires (**Ghedira, 2008**).

Dans la fraction insaponifiable de l'huile d'olive extra vierge, se trouve l'alphatocophérol, la forme la plus active de la vitamine **E** (**Boskou et al. 2006**), l'huile d'olive est utilisée depuis des siècles dans la fabrication des cosmétiques comme une source importante de vitamine E, nécessaire au maintien de l'élasticité cutanée. Elle est fréquemment utilisée en application externe pour améliorer et entretenir l'élasticité des cheveux, ils sont ainsi moins secs et moins cassants (**Bernabé et Puron, 2015**). En nutrition, une consommation quotidienne de 25 g d'huile d'olive extra vierge apporte environ de 25 % en vitamine E recommandée pour l'homme. On considère que l'huile d'olive extra vierge contient environ 12mg/100g de vitamine E (**Edelfelt, 2015**).

Actuellement, le verger oléicole traditionnel occupe seulement 1,3% de la surface de l'Algérie. La cueillette est majoritairement destinée à la production de l'huile d'olive qui avoisine les 20 000 tonnes par an en moyenne. Une large partie de la production est destinée à l'autoconsommation.

La maîtrise de l'oxydation est indispensable pour gérer l'évolution des systèmes biologiques dans leur complexité, en particulier dans le cas des aliments dont la dégradation

Introduction générale

peut avoir des conséquences en sécurité alimentaire. Parmi ces produits alimentaires on distingue la margarine.

La margarine est conçue pour répondre aux exigences de saveur, de plasticité et de tartinabilité en combinant un mélange d'huile avec une phase aqueuse (**Carr et Vaissey-Genser, 2003**). Inventée en 1869 par Mège-Mouriés, pour trouver une alternative économique au beurre. L'industrie de la margarinerie modernise l'image du produit en formulant des produits qui répondent aux désirs des consommateurs pour des produits "**sains pour le Cœur**", avec des teneurs faibles en acides gras saturés et les acides gras trans (**Morris et Vaissey-Genser, 2003**).

Le choix de l'huile d'olive, pour l'incorporer dans la margarine semble être une alternative afin de remplacer la tocophérol synthétique, en outre sa richesse en acides gras monoinsaturés et composés phénoliques peuvent protéger la margarine de l'autooxydation.

L'huile d'olive utilisée dans notre expérimentation est une huile commerciale de la région de (Bejaia). Le choix de cette huile est basé sur sa classification, qui la définit étant une huile d'olive extra vierge.

Ce travail s'est focalisé sur l'étude des paramètres physicochimiques d'huile d'olive et ses composants bioactifs (polyphénols, chlorophylles et caroténoïdes), ainsi que l'élaboration d'une margarine avec et sans antioxydants de synthèse, de type allégée et enrichie en cette huile avec différents taux (5%, 10% et 15%) et cela au niveau de CEVITAL.

Ce manuscrit est composé de trois parties :

- La première., est une synthèse bibliographique consacrée aux généralités sur la margarine et l'huile d'olive
- La seconde., décrit le matériel et les méthodes d'analyses ainsi que le protocole d'élaboration de la margarine
- La troisième partie., récapitule l'ensemble des résultats obtenus ainsi que leur discussion
- Le manuscrit est achevé par une conclusion générale et perspectives

Chapitre I :
Synthèse
Bibliographique

I. LA MARGARINE

I.1. Origine

Si les margarines sont actuellement fabriquées à partir d'huiles végétales, à l'origine elles étaient réalisées à partir d'une émulsion de graisse de bœuf et de lait.

Le brevet de fabrication de ce substitut de beurre a été déposé 1872 par le pharmacien Hippolyte Mège Mouriés qui remporte le prix (**Adersan et Williams 1965 In Baljit et al ., 2002**), à la suite d'un concours lancé par Napoléon *III* pour la recherche d'un corps gras semblable au beurre. Dès 1875, des lipides végétaux (surtout de la noix de coco) étaient inclus dans la préparation, mais ceux-ci furent remplacés par l'huile de baleine hydrogénée vers 1911, suite à la découverte de l'hydrogénation des acides gras en 1901 par W .N.Ormann.

Ce processus consiste essentiellement à faire réagir les huiles avec de l'hydrogène en présence de catalyseurs (nickel, palladium) dans des conditions physiques strictement contrôlées. Il en résulte une transformation des acides gras par disparition des doubles liaisons, ce qui contribue à élever le point de fusion du produit et donc à le durcir.

Vers 1950, l'huile de baleine fut remplacée par des huiles de poisson et plus tard par des huiles végétales devenues plus disponibles et moins onéreuses.

Ces dernières sont ainsi transformées en corps gras saturés, plus pâteux, mais malheureusement, elles peuvent contenir aussi des acides gras trans. Cependant, les procédés de fabrication ont été progressivement améliorés de manière accusée d'être source de plusieurs pathologies. Ceux-ci ont, en général, une concentration inférieure à 2g de produit final (**LERAY, 2013**)

I.2. Définition

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile W/O (water/oil), qui comprend deux phases essentielles :

- Une phase interne ou continue : phase grasse
- Une phase externe ou discontinue : phase aqueuse

La margarine contient également des additifs liposolubles répartis dans la phase grasse : lécithine, mono glycérides, colorants, arômes naturels ou (synthétique, vitamines et des additifs hydrosolubles : sel, lait, sorbate de potassium et acide citrique répartis dans la phase aqueuse (**karleskind, 1992**)

3. Les types de margarines

Suivant la composition de la matière grasse (choix du mélange de corps gras, caractère hydrogéné, fractionné, ou inter estérifié de tout ou d'une partie des matières premières), il est possible de formuler une large gamme de margarines à usages spécifique (par exemple margarine frigotartinable, margarine pour pâtisserie) (**figure N°1**) (**PAGES-XATART-PARES, 2008**).

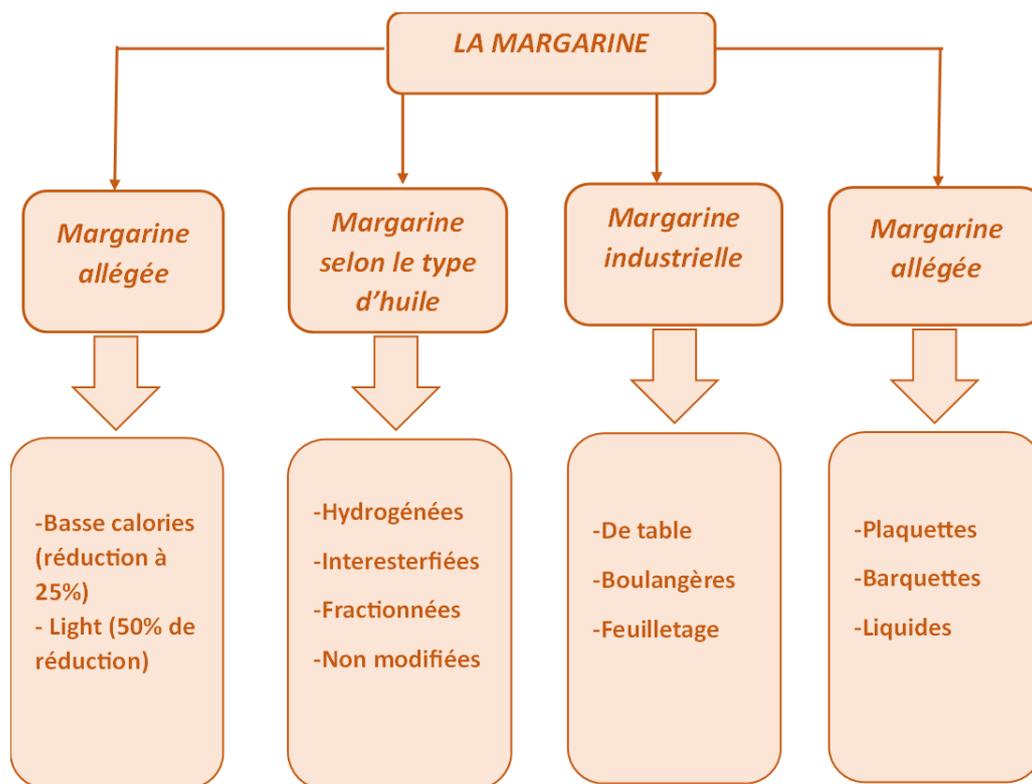


Figure N°1 : classification des margarines disponibles sur le marché mondial
(O'BRIEN, 2004)

3.1. Margarine allégée

Produit obtenue à partir de matière grasse d'origine végétale et /ou animale (la matière grasse laitière). Avec une teneur comprise entre 60 et 62% MG, elle est utilisée généralement en tartine mais aussi en cuisson. Dans ces margarines allégées, on cite la margarine dite santé où un soin particulier est apporté dans l'équilibre et la richesse en acides gras insaturés (AGI) ou l'enrichissement en éléments fonctionnels (stérols). Ces produits ont pour but de participer ou bon fonctionnement cardiovasculaire et de contribuer au maintien ou à la diminution du taux de cholestérol sanguin (**Saillard, 2010 ; ISO 347, 2013**)

3.2. Margarine de tables

Elles sont destinées aux emplois ménagers et culinaires, dont :

3.2.1. Margarine de table tartinables

Elles ont un rapport élevé en acides gras polyinsaturés principalement, linoléique de 20 à 30% et 25 à 40% d'acides mono-insaturés, 10 à 30% d'acides gras à chaînes courtes et moyennes.

3.2.2. Margarine de table courante

Elles sont voisines des précédentes, mais différencient par le fait qu'elles peuvent contenir une certaine proportion d'huile de graisses d'origine animal ou marine. De ce fait, ces margarines contiennent une certaine quantité de cholestérol, de l'ordre de 0,1 à 0,2% alors que les deux catégories précédentes n'en contiennent pas ou juste des traces inévitables.

3.2.3. Margarine douce battue

Contenant jusqu'à 50% d'air injecté.

3.2.4. Minarines

Qui ne sont pas réglementées par la norme relative aux margarines ordinaires ou diététiques, contiennent entre 72% et 52,5% de matières grasses.

3.2.5. Margarine sous forme liquide

Contenant 80% de matières grasse, vendue dans des tubes en plastique.

3.3. Margarine diététique ou spéciales (basses calories)

Elles sont spécialement fabriquées pour certains emplois particuliers (sportifs, enfant, ...)

3.3.1. Margarines enrichies en phytostérols

Fruit d'or a été le premier producteur à lancer sa margarine « santé ». C'est la fameuse pro. Active : 20g/ jour (4 tartines) permettraient de réduire 15 à 20% le taux de mauvais cholestérol.

4. Composition globale de la margarine :

Selon Karleskind (1992), toutes les margarines ont en général une composition globale identique :

- 80% à 82% de lipides, appelé phase grasse ;
- 16% à 18% d'eau et /ou de lait, constituant la phase aqueuse ;
- 2% d'additifs, obligatoires (antioxydants, sel...etc.) ou facultatifs (amidon, sucre...etc.)

4.1. La phase grasse :

La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, 82 à 84%

dans les margarines traditionnelles qui doivent présenter une teneur maximale en eau de 16% et seulement 60% dans les nouvelles margarines dites « allégés ». Elle est constituée par un mélange d'huiles raffinées et d'huiles concrètes d'origines végétales, animales et/ou marines. Selon les 1^{er} formances souhaitées par la production, c'est-à-dire que le choix des huiles de cette phase détermine en grande partie les qualités du produit fini, notamment (la texture – la consistance – le point de fusion – la stabilité vis à vis de l'oxygène)

4.2. Additifs liposolubles :

4.2.1. Les émulsifiants :

Ce sont des composés ayant des propriétés tension active, dues à leur caractère amphipatique, leurs structures chimiques étant composés à la fois de groupe hydrophile et lipophile, et de ce fait pouvant se dissoudre dans les deux phases, permettant leur union sous forme d'émulsion homogène. Ces corps sont caractérisés par leur équilibre hydrophile-lipophile ou HLB. Les émulsifiants utilisés dans les margarines sont : les mono et di glycérides d'acides gras E471, et la lécithine de soja E322.

4.2.2. Les agents colorants

La couleur de la margarine, assez voisine de celle du beurre est obtenue soit par addition d'huile de palme rouge, ou de β carotène. Cette couleur est en relation avec la teneur en carotène de la phase grasse (**Faur, 1992**).

4.2.3. Les agents aromatisants

Les margarines sont souvent aromatisées par le di-acétyle arôme naturel du beurre ou le butane Dione. On utilise en solution dans l'huile à 4%, au-delà d'une certaine limite le goût n'est pas agréable et jugé comme artificiel.

4.2.4. Les antioxydants

Ce sont des substances qui prolongent la durée de la conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations provoquées par l'oxydation tels que le rancissement de la matière grasse et les modifications de la couleur (**Faur, 1992**).

Les antioxydants utilisés sont : BHT (butyle- hydroxy toluène ou « E321»), et le BHA (butyle-hydroxy-anisol ou « E320 ») (**François, 1974**).

4.2.5. Les vitamines liposolubles

➤ Vitamine A

Leur utilisation a pour but de réduire les risques de carence en vitamine A du fait de remplacement partiel du beurre par la margarine. Dans certains pays européens la vitamine A est introduite aux 20 à 30 UI par gramme de produit (**Faur, 1992**).

➤ **Vitamine D**

L'addition de vitamine D avec une quantité de 2 à 3 UI par gramme de produit, sans oublier toutefois qu'une quantité excédentaire par rapport aux quantités nécessaires peut conduire à des ennuis graves (Faur, 1992).

4.3. La phase aqueuse

Elle est constituée soit de l'eau soit de lait soit d'un mélange eau-lait. Elle est la plus sensible des constituants de la margarine, à des contaminations microbiennes, et nécessite une pasteurisation préalable.

- **L'eau** : l'eau utilisée doit répondre aux critères de potabilité, elle doit subir un adoucissement pour éliminer les ions métalliques catalyseur d'oxydation et les substances toxiques et une pasteurisation pour éliminer les MO.
- **Le lait** : est à la fois une solution, une suspension, et une émulsion. Les sels minéraux et le lactose sont en solution, les matières azotées en suspension et les matières grasses en émulsion. On utilise généralement le lait écrémé, le lait reconstitué, ou un mélange de ces deux derniers. Avant utilisation du lait doit subir une fermentation pour produire le di-acétyle suivi d'une pasteurisation.

4.4. Aditifs hydrosolubles

4.4.1. Le sucre et le sel

Ils sont employés pour donner à la margarine son goût propre. Ils interviennent, l'un comme l'autre, dans le « profil » de flaveur. Le sucre sert à donner l'aspect « doré » au met rôti ou cuit, très apprécié. Les quantités employées sont de l'ordre de 0.2 à 0.3 % pour le sucre et de 0,2 à 2 % pour le sel. Etant, tous les deux, des produits alimentaires, leur incorporation ne pose pas de problème sur le plan légal (DELAMARRE, 1999).

4.4.2. Les conservateurs

L'acide sorbique « E200 » est un acide faible, il présente un bon effet fongistatique, il convient à la conservation des aliments. L'action inhibitrice est fonction de la concentration en acide, Elle augmente quand le pH diminue. L'acide sorbique est fongistatique, mais s'avère parfois être bactériostatique inhibant *Escherichia coli*, il est utilisé en général avec des quantités de 0.4 à 0.8g/Kg (Faur, 1992).

4.4.3. Le correcteur de pH

L'acide citrique « E330 » est un antioxydant puissant, il contrôle le pH de la phase aqueuse. Il est autorisé à la dose maximale de 1g pour kg de produit fini, au niveau de corps gras c'est

un antioxydant puissant, en général on fixe le pH entre 4 et 5,5.

4.4.4. Les révélateurs

L'amidon en tant que révélateur à une dose de 0,2% permet de différencier la margarine du beurre, quoi qu'il existe actuellement d'autres moyens de les distinguer.

5. Les huiles et graisses végétales utilisées en margarinerie

5.1. Les huiles et graisses végétales

Le tableau N°1 montre les principales huiles et graisses végétales utilisées, leurs pourcentages en acide gras saturés et insaturés, et leurs points de fusion.

Tableau N°1 : huiles et graisses végétales utilisées en margarinerie

Pourcentage Huiles	Acides gras saturés	Acides gras insaturés	Point de fusion
Palme	45.8-65.5% (41.1-59.3% acide palmitique)	32 – 64.9% (27.6 – 53.3% oléique)	35—42°C
Coprah (coco)	76.1-98% (44.1-51.5% d'acide laurique)	6- 11.2% (5 – 8.2% d'acide oléique)	23—25°C
Arachide	9.4-19.2% (8.2-11.7% d'acide palmitique)	75.8 – 90.8% (57 – 70.8% d'acide oléique)	2°C – 13°C
Palmiste	74.6-97.2% (45 -52% d'acide laurique)	13.1 – 22.5% (11.1 – 17.1% d'acide oléique)	23 – 30°C
Colza	6-8% (4-5% d'acide palmitique)	83 – 97% (55 – 62% d'acide oléique)	<2°C
Tournesol	10-16% (5-8% d'acide palmitique)	77 – 96% (62 – 70% d'acide linoléique)	-15°C
Soja	11-21% (8-13% d'acide palmitique)	71 – 99% (54 – 72% d'acide linoléique)	-15°C

5.2. Les huiles et graisses animales

Elles peuvent être d'origine marine (mammifères marins et poissons), ou d'origine terrestre : graisse de mouton, suif, saindoux...

II. PROCESSUS DE FABRICATION DE LA MARGARINE

Le principe de fabrication des margarines repose sur l'émulsion eau dans l'huile. C'est le même schéma qui s'applique à toutes les margarines (figure N°2). La phase lipidique (ou la grasse constituée essentiellement d'huile végétale) représente la phase continue dans laquelle est incluse la phase dispersée (ou la phase aqueuse qui comporte les additifs et ingrédients hydrosolubles) : l'eau ou lait.

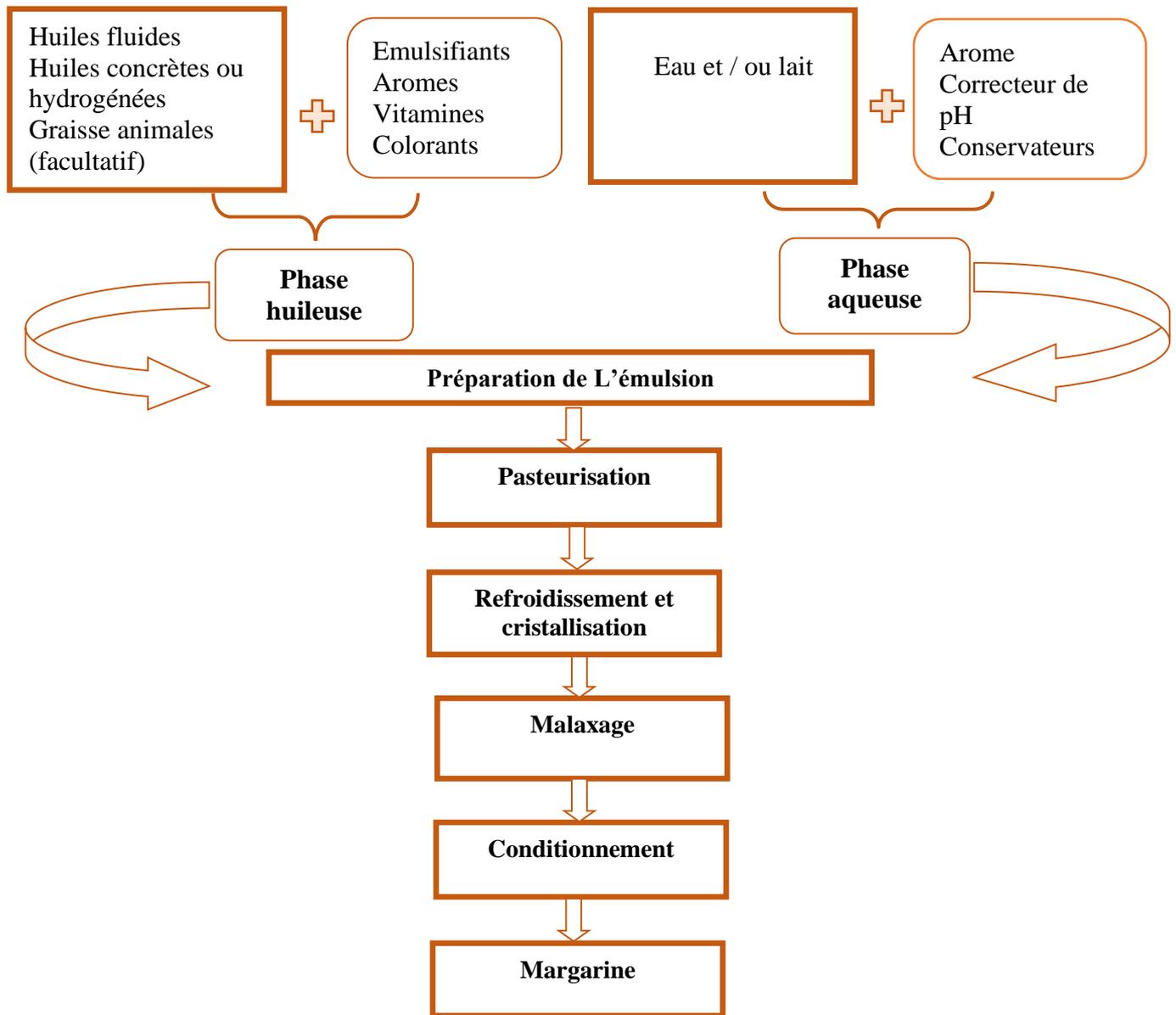


Figure N°2 : principe de fabrication de la margarine (KONE, 2001 et FREDOT, 2007)

II.1 Les étapes de fabrication de la margarine

Le procédé de fabrication des margarines repose sur plusieurs étapes :

II.1.1 Préparation de la phase grasse :

La phase grasse est constituée de corps gras dont les proportions sont définies selon la recette ainsi que des auxiliaires de fabrication, solubles dans les huiles végétales tels que l'émulsifiant, les vitamines, les arômes, le colorant. La préparation dite de la phase grasse consiste à dissoudre les additifs dans le mélange de corps gras raffiné et chauffé à environ 60°C. Le liquide ainsi obtenu constitue la phase grasse complète (**KONE, 2001**).

II.1.2 Préparation de la phase aqueuse :

Pour les margarines dites à eau (ne contenant pas de lait), la phase aqueuse est constituée d'eau et d'additifs qui y sont solubles tels que : les arômes, les conservateurs, les correcteurs de pH...etc.

La solution de sel doit être préparée séparément dans une portion de la quantité d'eau nécessaire à la fabrication (**KONE, 2001**).

II.1.3 Préparation de l'émulsion :

L'émulsion est la dispersion d'un liquide en gouttelettes souvent microscopiques dans un autre liquide avec lequel il n'est pas miscible.

La formation de l'émulsion se fait en deux étapes. Pendant la première étape de pré-émulsion, la phase grasse complète, chauffée à environ 50 à 60°C, et la phase aqueuse (sans la solution de sel) sont additionnées et remuées continuellement pendant 3 à 4 minutes.

Pour la formation de l'émulsion fine à la seconde étape, il faut recourir à une agitation vigoureuse, réduisant la taille des gouttelettes de l'émulsion (**KONE, 2001**).

La qualité de l'émulsion ainsi que sa stabilité sont déterminées par le débit des pompes doseuses, la qualité et la quantité des émulsifiants (mono et di glycérides d'acide gras, lécithine...) ainsi que la vitesse d'agitation. A ce stade, la stabilité de l'émulsion est incomplète, elle fait appel à une cristallisation. Néanmoins, une autre étape intermédiaire est obligatoire, c'est la pasteurisation (**BENOIT, 2003**).

II.1.4 La pasteurisation :

Elle se fait par chauffage à 85°C pendant 3 à 4 secondes sous une pression de vapeur de 5 Bars, puis un refroidissement de 40°C à 38°C par circulation d'une eau recyclée à 30°C maximum afin d'éviter un choc thermique.

II.1.5 Refroidissement et cristallisation :

Une fois l'émulsion faite, il faut la maintenir de façon durable et compléter ainsi l'action des émulsifiants. Pour cela, le mélange est refroidi (à l'azote liquide souvent par échange de chaleur).

Le refroidissement à très basse température (-10 à -20°C) permet la cristallisation de la phase.

La formation de cristaux entraîne un meilleur maintien de la structure de la margarine **(KONE, 2001 et COSSUT et al. 2002)**.

Lors du procédé de refroidissement, la vitesse de refroidissement conduira à des cristallisations différentes des acides gras sous différentes formes cristallines. Les formes α et β sont privilégiées pour leurs propriétés plastiques notamment en boulangerie- pâtisserie.

II.1.6 Malaxage :

L'émulsion cristallisée est acheminée par la trémie jusqu'au malaxeur. Le produit est travaillé par un certain nombre de couteaux rotatifs et selon le nombre de ces dernières, l'intensité de travail va varier. Cet appareil va désaérer et malaxer le mélange en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité **(KARLESKIND, 1992 et HIMED et BARKAT, 2014)**.

II.1.7 Emballage et conditionnement :

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée, grâce à des pompes hautes pression, puis conditionnée.

Il existe deux types de conditionnements pour la margarine :

- En barquette PVC.
- En papiers aluminium.

Le conditionnement a pour but de préparer les produits pour la distribution et la vente, mais il doit aussi veiller à conserver les propriétés essentielles de la margarine, en particulier le goût, la fraîcheur et la couleur, qui doivent n'évoluer que très lentement au cours de la durée de vie du produit.

L'emballage doit avoir certaines qualités telles que :

- L'imperméabilité aux agents extérieurs (air, humidité, odeur...).
- Une hygiène parfaite.
- Une résistance mécanique élevée.
- Un niveau très faible dans les teneurs en métaux et en composés dangereux.
- Une grande facilité de décoration (qualité très souvent réclamée par les services de Marketing).

II.2 Contrôle de la qualité de la margarine :

La consistance de la margarine englobe un certain nombre de propriétés telles que la capacité de l'étalement, l'élasticité, l'exsudation huileuse, la perception à la dégustation (fraicheur, fendant...). Le choix des matières grasses (compositions et propriétés) ainsi que les conditions de fabrication jouent un rôle important pour obtenir les caractéristiques des margarines souhaitées.

Les analyses de contrôle de la qualité s'effectuent tout au long du processus de fabrication de la margarine ; elles portent sur les produits en cours de fabrication et sur les produits finis.

II.2.1 Contrôle en cours de fabrication :

En premier lieu, il est essentiel de contrôler les deux phases qui constituent l'émulsion : phase grasse et phase aqueuse ainsi que les différents additifs et auxiliaires de fabrication (**KARLESKIND, 1992**).

II.2.1.1 Contrôle de la phase aqueuse :

Il est évident qu'avant toute chose, il est nécessaire de contrôler la qualité de l'eau qui doit, non seulement être potable, neutre de goût et d'odorat, mais également bactériologiquement saine. Si le traitement consiste en une exposition aux UV après filtration sur charbon, on effectue un contrôle bactériologique. Si le traitement consiste en une chloration suivie d'une filtration sur charbon, il est nécessaire de vérifier si le chlore a été bien éliminé (**KARLESKIND, 1992**).

L'eau ne doit pas contenir des sels de fer ou de manganèse, agents favorisant l'oxydation. Le pH devrait être aux environs de 6 (**KONE, 2001**).

Le sel et le sucre ne doivent contenir que des traces de Fer et de Cuivre (**KARLESKIND, 1992**).

II.2.1.2 Contrôle de la phase grasse :

Une fois le mélange d'huiles et de graisses réalisé, il est obligatoire de vérifier s'il est conforme au cahier des charges et si les valeurs trouvées se situent dans les intervalles des données introduites dans le programme de contrôle. Ce contrôle porte donc sur la phase grasse avant et après désodorisation (**KARLESKIND, 1992**).

Avant désodorisation, on détermine :

- La courbe de % de solide ;
- la composition de la phase grasse en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.

Après désodorisation, on détermine :

- La couleur du mélange, exprimé en grammes par tonne de β carotène.
- L'indice de peroxyde.
- Les traces de catalyseur, plus particulièrement Ni.
- La qualité organoleptique.

II.2.1.3 Contrôle de la phase grasse totale :

Il est nécessaire de vérifier le taux d'humidité qui doit être inférieur à 0,10%, l'indice de peroxyde ainsi que la coloration. De temps en temps, il est bien de vérifier si les taux d'addition de lécithine sont bien respectés (**KARLESKIND, 1992**).

II.2.2 Contrôle du produit fini :

Plusieurs techniques sont utilisées, mais la plus courante reste la chromatographie en phase gazeuse (**COSSUT et al. 2002**).

➤ Dosage de la teneur en eau :

On la détermine par perte de poids du produit, après chauffage, à une température donnée, durant un temps défini. Ce moyen de contrôle est discontinu (**KARLESKIND, 1992**).

➤ Dosage du sel :

La teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture :

- 0,1 à 0,3% pour les margarines en pots (tartinables).
- 0,4 à 0,8 % pour les margarines enveloppées (cuisine).
- 0,8 à 2,0 % pour celles utilisées en pâtisserie.

Le dosage se fait par argentière sur la phase aqueuse séparée par chauffage et centrifugation (ou décantation) du produit fini. Il peut être effectué en continu sur la phase aqueuse (**KARLESKIND, 1992**).

➤ Mesure de pH :

On le mesure en continu sur la phase aqueuse. Sur le pain, il faut évidemment réaliser la rupture de l'émulsion, laquelle est plus ou moins facile, suivant la qualité d'émulsifiant utilisée.

➤ Contrôle du poids des pains :

C'est un contrôle, aujourd'hui très automatisé avec l'utilisation de balances performantes, mesurant l'ensemble des points de contrôle, effectué sur les lignes, calculant les moyennes, écarts-types des populations ainsi enregistrées et donnant les moyens de correction des dérivés par rapport à la moyenne (**KARLESKIND, 1992**).

III. L'HUILE D'OLIVE**III.1. Définition :**

Le conseil oléicole international (COI, 2003) définit l'huile d'olive vierge comme étant l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier (*Olea europaea* L.) par des procédés mécaniques ou autres procédés physiques et dans des conditions, notamment thermiques, n'entraînant pas l'altération de l'huile, à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec des huiles d'autre nature.

III.2. Propriétés organoleptiques de l'huile d'olive :

Les particularités botaniques et organoleptiques sont susceptibles d'évoluer en fonction des conditions de production (pays, ensoleillement, production biologique, etc.).

- Couleur : Limpide, couleur jaune ou verte ;
- Odeur : Fruitée ;
- Texture : Fluide ;
- Goût : Fruité.

III.3. Classification

Parmi les huiles d'olive, on distingue différentes catégories qui sont consignées dans le tableau suivant :

Tableau N°2 : Classification des huiles d'olive (COI, 2003)

Type d'huile d'olive	Caractéristiques	
1. Huile d'olive Vierge.	Huile d'olive vierge propre à la consommation.	Huile d'olive vierge extra : Acidité oléique inférieur ou égale à 1%.
		Huile d'olive vierge (fine) : Acidité oléique inférieur ou égale 2%.
		Huile d'olive vierge courante : Acidité oléique inférieur ou égale 3,3%.
	Huile d'olive vierge lampante.	Acidité oléique supérieure à 3,3%.
2. Huile d'olive raffinée.	Huile obtenue à partir d'huile d'olive vierge par des méthodes de raffinage qui n'altèrent pas la structure de l'huile.	
3. Huile d'olive.	Mélange d'huile raffinée et d'huile vierge pour la consommation.	
4. Huile de grignons d'olive.	Huile de grignons d'olive brute	Huile obtenue à partir des grignons à des fins de consommation.
	Huile de grignons d'olive raffinée.	Huile obtenue par extraction de l'huile brute sans altérer la structure de l'huile.
	Huile de grignons d'olive.	Huile obtenue par mélange des huiles brutes et raffinées.

III.4. Composition de l'huile d'olive

L'huile d'olive possède une composition nutritionnelle équilibrée en acides gras et en triglycérides (Rossi et al. 2001). La fraction saponifiable est majoritaire (98%) alors que la fraction insaponifiable se retrouve en faible portion (2%). Cette dernière offre à l'huile ses propriétés sensorielles et biologiques distinctes (Pinelli et al., 2003 ; Murkovic et a. 2004).

III.4.1. Fraction saponifiable

La fraction saponifiable (majeure), est composée de triglycérides, di glycérides et d'acides gras libres. Les principaux acides gras présents sous forme de triglycérides dans l'huile d'olive sont l'acide oléique, l'acide linoléique, l'acide palmitique et l'acide stéarique. Les acides oléiques (C18:1) sont présents à des concentrations élevées comparativement aux autres acides

gras (55-83%) (**Tarakowski et al. 2014**).

Les valeurs nutritionnelles de l'huile d'olive sont liées à sa teneur élevée en acides gras mono insaturés, principalement représentée par l'acide oléique (**Servili et al. 2013**). Selon **Veillet et al., (2009)**, l'huile d'olive est une source importante d'acides gras essentiels qui ne peuvent pas être synthétisés par le corps humain.

III.4.2. Fraction insaponifiable

C'est la fraction non huileuse ou de composés mineurs, représente environ 1 à 1,5% du total de l'huile. Les composés mineurs de l'huile d'olive extra vierge sont les stérols, les tocophérols, le scalène et les composés phénoliques qui lui confèrent ces caractéristiques uniques sur le plan nutritionnel et organoleptique. Il s'agit des substances très hétérogènes, à faibles concentrations responsables de la couleur, du goût et l'arôme caractéristiques de l'huile d'olive (**Moreno Esteban et Lezcano Solis, 2015**).

Les constituants mineurs de l'huile d'olive sont des indicateurs de son authenticité (**Harwood et Aparicio, 2000**), de même que ses caractéristiques sensorielles (**Ollivier et al. 2007**).

III.4.2.1. Les composés phénoliques

Les polyphénols sont les antioxydants les plus abondants dans l'huile d'olive, les classes couramment retrouvées sont : les alcools phénoliques, les acides phénoliques, les flavonoïdes, les lignanes et les secoiridoides. L'huile d'olive renferme plus de 30 composés phénoliques (**Tuck et Hayball, 2002**).

Les antioxydants les plus puissants sont représentés par les *ortho*-diphénols, dont les principaux sont : l'hydroxytyrosol, l'acide caféique ainsi que les dérivés de l'oléuropéine. L'hydroxytyrosol, ayant le meilleur pouvoir antioxydant (**Del Carlo et al. 2004**). L'huile d'olive est quasiment la seule huile contenant des quantités notables de substances phénolique naturelles, qui lui confèrent son goût si particulier à la fois amer et fruité et contribuent à la bonne stabilité de l'huile à l'auto oxydation (**Perrin, 1992; Ollivier et al. 2004; Tura et al. 2007**).

III.4.2.2. Les stérols

Les stérols représentent les majeurs constituants de la fraction insaponifiable de l'huile d'olive, environ 20% (**Matos et al. 2007**).

L'huile d'olive est la seule huile végétale qui contient un taux particulièrement élevé de sitostérol, substance qui s'oppose à l'absorption intestinale du cholestérol (**Osland, 2002**). La composition stérolique est spécifique pour chaque espèce végétale. Plusieurs études ont identifié trois principaux stérols dans les huiles d'olive : le sitostérol, le campestérol et le stigmastérol (**Ben Temime et al, 2008**).

Selon **Canàbate.Dõaz et al, (2007)**, la composition stérolique peut varier avec les conditions agronomiques ainsi que les conditions de conservation de l'huile.

III.4.2.3. Les tocophérols

Les tocophérols sont des composés importants de l'huile d'olive, en raison de leur contribution à sa stabilité oxydative et ses qualités nutritionnelles (**Gimeno et al. 2002**).

La teneur totale en tocophérols dans les huiles d'olive est très variable (**Boskou et al. 2006**).

III.4.2.4. Les substances aromatiques

Il existe de nombreux éléments qui confèrent à l'huile d'olive ses caractéristiques organoleptiques. Il s'agit notamment d'hydrocarbures, d'alcools, d'aldéhydes, des cétones, d'éthers, d'esters et des furanes (**Angerosa et al. 2004**). Ils sont principalement générés par la voie de lipoxygénase par oxydation des acides gras polyinsaturés (les acides linoléique et linoléique), induisant ainsi à la formation des principaux aldéhydes C 6 , alcools et esters dans l'huile d'olive (**Sánchez et Harwood, 2002**).

III.4.2.5. Les hydrocarbures

L'huile d'olive contient des hydrocarbures qui est le squalène (C₃₀ H₃₅) qui représente 500 à 780 mg/100g d'huile d'olive (**Visioli et Galli, 2002**). C'est un hydrocarbure polygénique dont la teneur est plus élevée que dans n'importe quelle autre huile végétale ou animale. Le squalène est un précurseur métabolique du cholestérol et autres stérols (**Samaniego-Sanchez et al, 2007**).

III.4.2.6. Les pigments

La couleur est la caractéristique importante de l'huile d'olive vierge, elle est directement liée aux pigments chlorophylliens et les caroténoïdes (**Douzane et Bellal, 2005**).

➤ Les caroténoïdes

Le pigment caroténoïde surtout présent dans l'huile d'olive est le B- carotène (Provitamine A) (**Kataja-Tuomola, 2008**). Le B-carotène présente une action antioxydante.

Les facteurs biologiques et technologiques, le système d'extraction, le mode et la durée de conservation et particulièrement la maturation du fruit influent sur la composition en pigments caroténoïdes de l'huile d'olive (**Criado et al. 2008**).

➤ Les chlorophylles

Les chlorophylles sont des composés responsables de la couleur d'huile d'olive (**Visioli Et al. 2002**), la teneur varie entre 0,1 à 1 mg/100g dont 20 à 40% de pheophytine b, de chlorophylle a et b (**Uzzan, 1992**). Les pigments chlorophylliens dans les huiles végétales sont doués d'un pouvoir photo sensibilisateur il peut aboutir à la formation d'hydro peroxydes (**Judde, 2004; Ben Tekaya et Hassouna, 2005**).

***MATÉRIEL
ET
MÉTHODES***

I. Présentation de la Margarinerie LABELLE**I.1. Présentation de groupe CEVITAL**

CEVITAL est un groupe familial de plusieurs sociétés, créée en 1998 par monsieur Issad Rebrab, c'est le premier acteur économique privé en Algérie, avec une activité multisectorielle.

Cette entreprise située dans la wilaya de Bejaia et s'étant sur une superficie de 45000 m² Implantée à proximité du port de Bejaia, c'est une place stratégique qui facilite à l'entreprise de distribuer leurs produits dans chaque wilaya du pays ainsi que la réception de la matière première qui rentre dans la fabrication des produits.

I.2. Présentation de l'unité « la belle » :

L'unité « S.P.A La Belle » est une margarinerie créée en 2004 par Mr Dahmani Djilali, elle se trouve dans la zone industrielle de Dar-El-Beida à proximité de la gare ferroviaire et occupe une surface de 500m². Elle est composée d'un atelier de production et un service administratif contenant (le directeur, secrétariat de directeur, service comptabilité, service personnel, service commercial, service technique, service laboratoire et service de production)

L'activité principale de l'unité est la fabrication de la margarine de table « la belle » à 500g, sa capacité de production est de 40 tonnes/jours.

I.3. Activités de CEVITAL

Le pôle agro-alimentaire et distribution, regroupe les activités suivantes :

- Raffinage et conditionnement d'huile;
- Affinage du sucre blanc;
- Production de margarine ;
- Production et conditionnement de boisson rafraichissante;
- Production des sauces
- Conditionnement d'eau minérale;
- Fabrication d'emballage (PET);
- Stockage des céréales;

Introduction

Notre travail consiste à élaborer trois types de margarines de table (LA BELLE), allégées et enrichies à trois taux d'incorporation de l'huile d'olive (à 5%, 10% et 15%) ., dont deux autre formulations allégées et enrichies à 5% et 10% d'huile d'olive sont élaborée, sans antioxydant commercial, pour évaluer la stabilité oxydative des margarines avec et sans antioxydant.

MF1 : margarine enrichie à 5% d'huile d'olive.

MF2 : margarine enrichie à 10% d'huile d'olive.

MF3 : margarine enrichie à 15% d'huile d'olive.

MF4 : margarine enrichie à 5% d'huile d'olive sans antioxydant.

MF5 : margarine enrichie à 10% d'huile d'olive sans antioxydant.

II. Matériel et méthodes

Notre étude réalisée au laboratoire de la margarine (la belle) de Dar El Beida (Alger), et ceux du laboratoire de l'université de boumerdes « FT » du mois de février au mois de juin, à portée sur les analyses physico-chimique des margarines allégées et enrichies en huile d'olive, l'ensemble de ces analyses ont été également réalisés sur la matière première et le produit fini.

II.1. Matériel végétal

Les matières premières utilisées pour l'élaboration de différentes sont données comme suit :

- **Matière grasse :**

Stéarine et l'oléine de palme fournie par margarinerie (la belle)

L'huile de tournesol, soja et l'huile d'olive utilisées des huiles locales de commerce.

- **Les additifs :** tous les additifs liposolubles et hydrosolubles sont aussi fournis par margarinerie (la belle), sont : monoglycérides, la lécithine, l'arome, l'acide citrique et B-carotène.

II.2. Méthodes d'analyses

Ce travail comporte les étapes suivantes:

- Caractérisation physico-chimique d'huile d'olive.
- Elaboration de la margarine allégée et enrichie en huile d'olive.
- Caractérisation physico-chimique des produits obtenus.

II.3. Analyses physico-chimiques de l'huile d'olive

II.3.1. Détermination de l'acidité

L'acidité qui mesure le pourcentage en acides gras libres est déterminée selon la Méthode décrite dans le règlement CEE/2568/91 relatif aux caractéristiques des olives et des huiles de grignons d'olives ainsi qu'aux méthodes d'analyses y afférentes. Le principe de la méthode consiste en un titrage des acides gras libres présents par une solution d'hydroxyde de potassium selon la réaction suivante :



Un échantillon d'huile de 20 g est solubilisé dans 25 ml d'éthanol chaud. Le mélange est titré, sous agitation, avec une solution d'hydroxyde de potassium à 0,1N jusqu'à avoir un virage de l'indicateur coloré (la phénolphtaléine), vers le rose persistant pendant au moins 10 secondes. L'acidité est exprimée en pourcentage de masse d'acide oléique, elle est égale à :

$$\text{A \% (d'acide oléique)} = (V - V_0) * (N * M / 10 * m)$$

V et V₀ : volume en ml de KOH nécessaire pour neutraliser l'échantillon et le blanc, Respectivement ;

N : normalité de l'hydroxyde de potassium ;

M : masse molaire g/ml de l'acide oléique qui est égale à 282 g/ml

m : masse en g de la prise d'essai.

II.3.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde représente la quantité des substances de l'échantillon exprimée en meq d'O₂ actif /Kg d'huile d'olive, qui oxydent l'iodure de potassium. Selon le règlement CEE /2568/91. La méthode consiste en un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré jusqu'à la décoloration. En présence d'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent partiellement en donnant des peroxydes.

➤ Principe :

Un échantillon de 2 g d'huile est introduit dans une fiole à col rodé, 10 ml de Chloroforme sont ajoutés, sous agitation, afin de dissoudre l'huile, suite à 15 ml d'acide acétique glacial et 1 ml d'iodure de potassium saturé sont ajoutés, la fiole est bouchée rapidement, sous agitation vigoureuse pendant 1 minute et laissée à l'obscurité pendant 5 min à température ambiante. 75 ml d'eau distillée sont ensuite ajoutés ainsi que quelques gouttes d'empois d'amidon, le tout est titré avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N sous agitation vigoureuse jusqu'à virage transparent. L'indice de peroxyde est donné par l'expression ci-après :

$$\text{IP} = \text{N} (\text{V}-\text{V}_0) *1000/\text{m} \text{ (meq d'O}_2 \text{ /Kg d'HO)}$$

N: normalité $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;

V, V_0 : volume en ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ nécessaire pour le titrage de l'échantillon et de l'essai à blanc, respectivement ;

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

II.3.3. Détermination de l'indice d'iode

Il correspond à la masse d'halogène exprimée en gramme, calculée en I2 fixé sur les doubles liaisons de 100 g d'huile d'olive. On dispose de solvant tétrachlorure de carbone CCl_4 et de réactif Wijjs. Dans un ballon un échantillon (huile) est mis en solution dans 25 ml de solvant et 20 ml de réactif de Wijjs. Le ballon est ensuite bouché, mélangé et laissé à l'obscurité pendant 30 min d'incubation, 3g de KI dissout dans 20 ml d'eau distillée sont rajoutés et le tout est bien mélangé. Quelques gouttes d'une solution d'amidon sont additionnées et titrage au thiosulfate de sodium à 0,1N.

Le calcul de l'indice d'iode est donné par la formule suivante :

$$\text{II} = (\text{V}_0-\text{V}_x)*\text{N}*12.96 /\text{m}$$

V_0 (ml) : Essai à blanc ; **V_x (ml) :** Essai échantillon

N (mole / l) : Normalité ; **m(g) :** prise d'essai.

II.3.4. Détermination du taux d'humidité :

La teneur en eau, et en matières volatiles est la perte de masse (exprimée en pourcentage) subie par le produit après chauffage à $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$.

II.3.5. Détermination de l'indice de réfraction (ISO 6320,2000)

L'indice de réfraction d'une substance est le rapport de la vitesse de la lumière à une longueur d'onde définie dans le vide à sa vitesse dans la substance, il varie avec la longueur d'onde de la lumière incidente et avec la température. Son principe consiste à mesurer à l'aide d'un réfractomètre convenable, l'indice de réfraction de l'échantillon liquide ou solide à une température constante.

➤ **Principe :**

Quelques gouttes d'huile à analyser sont déposées entre les deux prismes du réfractomètre, la valeur de l'indice de réfraction est lue directement sur le réfractomètre.

II.3.6.Détermination de la teneur en polyphénols

II.3.6.1. Extraction des composés phénoliques

L'extraction des composés phénoliques est réalisée suivant le protocole de Tsimidou et collaborateurs (1992) modifié. Deux grammes d'huile sont dissout dans 10 ml de mélange (hexane, méthanol) cette solution est introduite dans une ampoule à décanter, le mélange est agité vigoureusement durant 5 min puis laissé décanter, la phase polaire (phase méthanolique) contenant les composés phénoliques est récupérée.

II.3.6.2. Détermination de la teneur en polyphénols totaux

L'estimation de la teneur en composés phénoliques a été réalisée selon la méthode au Folin-Ciocalteu (diffèrent du composé utilisé pour le dosage des protéines) utilisée par Favati et collaborateurs (1994).

Dans un tube en verre de 5ml, on introduit 2 ml d'extrait méthanolique, 1 ml de réactif de Folin-Ciocalteu(diluée 10 fois), on mélange correctement pendant 1 min, on ajoute 0,8 ml de solution aqueuse de carbonate de sodium (75g/l). le mélange est agité au vortex et conservé à température ambiante à l'abri de la lumière pendant 120min, le mélange est filtré et l'absorbance est mesurée au spectrophotomètre à 765 nm.

La concentration en composés phénoliques des extraits de l'huile est déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard. Les concentrations en polyphénols totaux des extraits méthanolique d'huile d'olive sont exprimées en mg d.E.A.G./Kg.

II.1.7. Dosage des pigments chlorophylles et caroténoïdes

Le protocole suivi pour le dosage des fractions chlorophylliennes et des caroténoïdes est celui de Minguez-Mosquera et collaborateurs (1991). Un échantillon de 7,5g d'huile d'olive est ajusté à 25ml avec le cyclohexane. Le maximum d'absorption à 670 nm renseigne sur la fraction chlorophyllienne et à 470 nm sur les caroténoïdes.

La valeur du coefficient d'absorption spécifique est $E_0 = 613 \text{ l.g}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ pour la phéophytine

comme composant majeur des chlorophylles, et E0 = 2000 pour la lutéine comme caroténoïde majeur. Ainsi le contenu en pigments est déterminé selon les deux équations suivantes :

$$\text{Chlorophylle (mg.kg-1)} = A670 * 106 / 613 * 100 * T$$

$$\text{Caroténoïdes (mg.kg-1)} = A470 * 106 / 2000 * 100 * T$$

II.3.8. Détermination de la couleur (ISO 15305 1ère édition, 1998)

La couleur d'un aliment est souvent liée à sa maturité, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique, à de mauvaises conditions d'entreposage ou un début de détérioration. Pour cette détermination un colorimètre électronique « Lovibond » est utilisé. L'échantillon d'huile à analyser est versé dans une cellule en verre de cinq et ¼ pouces (1 pouce = 2,54 cm). La valeur de la couleur est directement lue sur l'appareil. Les résultats sont déterminés en unités jaune(J) et rouge (R).

II.4. Elaboration et caractérisation physico-chimique des margarines allégées et enrichies en l'huile d'olive :

II.4.1. Elaboration de la margarine allégée.

II.4.1.1. Formulation

Formuler un nouveau produit alimentaire, consiste à réaliser un mélange de plusieurs ingrédients pour aboutir à la formulation la plus adaptée, cela revient donc à définir quantitativement et qualitativement toutes les matières premières qui la composent, le but de notre travail est de préparer cinq types des margarines de table allégées et enrichies en l'huile d'olive.

La composition globale sera de 60% de phase grasse (matière grasse + ingrédients liposolubles), 40% de phase aqueuse (eau + ingrédients hydrosolubles). Pour cela nous avons introduit dans nos recettes des huiles riches en acides gras essentiels comme soja, l'huile de tournesol, l'huile de palme et l'huile d'olive.

L'huile d'olive est utilisée à trois pourcentages différents (5%, 10%, 15% de la masse totale du mélange utilisé). Le blend des margarines précédentes est additionné d'additifs liposolubles et hydrosolubles.

Les propriétés que l'on désire conférer à notre produit sont : point de fusion (une fusion rapide dans la bouche), son pH, sa teneur en eau et sa teneur en sel, son gout et son odeur, sa plasticité et une facilité d'étalement (tartinabilité). Plusieurs recettes ont été testées, avant d'aboutir au produit désiré.

II.4.1.2. Fabrication de la margarine à l'échelle laboratoire

Elle comprend les étapes suivantes :

➤ **Préparation de la phase grasse.**

Notre margarine est à 60% de la phase grasse, elle est constituée du blend d'huiles citées ci-dessus avec des dosages différents d'huile d'olive (5%, 10%, 15%) et des émulsifiants de type acide mono-lactique et lécithine de soja pour les trois formulations.

La quatrième et la cinquième formulation (MF4, MF5) constituées du blend des huiles avec un dosage de 5 et 10% d'huile d'olive et des additifs liposolubles sans l'antioxydant de l'entreprise.

Le blend des margarines est préparé dans des récipients en Inox. D'abord, les huiles sont chauffées à une température de 55-60°C dans un bain-marie pendant 15 min, en parallèle, les ingrédients liposolubles en quantités requises par la recette sont dissous dans l'un des huiles utilisées, ensuite, ces huiles sont mélangées dans un même récipient.

A l'aide d'un agitateur magnétique et sous un chauffage de 55-60°C on va dissoudre les ingrédients liposolubles et les huiles.

➤ **Préparation de la phase aqueuse**

Elle représente 40% de la recette de la margarine.

La phase aqueuse des margarines est préparée dans des béchers en respectant les mêmes quantités de chaque ingrédient pour les cinq formulations, ces constituants sont : l'eau, sorbate de potassium (E202), acide lactique et sel.

L'eau est préalablement pasteurisée puis soumise à une température de 60°C dans un bain-marie.

Après avoir préparé la phase aqueuse on ajoute les ingrédients hydrosolubles qui sont pesés selon les recettes.

➤ **Emulsification**

Les deux phases (aqueuse et grasse) de chaque formulation (MF1, MF2, MF3, MF4, MF5) sont mélangées dans des récipients différents et chauffées à une température de 60°C sur une plaque chauffante pendant 20 min, sous une agitation magnétique ensuite par un batteur électrique afin d'obtenir une émulsion homogène.

➤ **Cristallisation**

L'émulsion obtenue est refroidie dans un grand bécher contenant de la glace à une température de 0°C, l'agitation est réalisée avec un batteur électrique jusqu'à cristallisation finale.

➤ **Malaxage**

Le malaxage consiste à donner à la margarine sa consistance, sa souplesse et son homogénéité définitives. Cela est réalisé par une agitation manuelle.

➤ **Conditionnement**

Les margarines sont mise dans des boites en verre bien fermée et conservée à une température de 8°C dans un réfrigérateur pendant quelques minutes pour solidification

Le stockage est réalisé à l'air libre au niveau du laboratoire de physico-chimie.

II.5. Analyses physico-chimiques des margarines élaborées

L'étude des caractéristiques physico-chimiques présente un rôle très important dans le contrôle de qualité de la margarine, d'où la nécessité qu'elle soit exercée à la fois au cours de la fabrication et sur le produit fini.

II.5.1. Analyses physiques

II.3.1.1. Détermination du point de fusion (NE.1.2.91/1988)

➤ **Principe**

Il est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide, sous l'effet de la chaleur, à une certaine température.

➤ **Méthode**

Après avoir fait fondre une quantité de margarine on obtient un blend qui est filtré, on immerge deux tubes capillaires dans l'échantillon de margarine à une profondeur de 1cm. On fait refroidir pendant 8 à 10min, puis on chauffe lentement au bain marie. La température à laquelle les colonnes de l'échantillon commencent à remonter est considérée comme un point de fusion. La valeur moyenne des températures des trois tubes est considérée comme le point de fusion de l'échantillon exprimé en degré Celsius.

II.5.1.2. Détermination de la teneur en eau (taux d'humidité) (NE.1.2- 47-1985)

➤ **Principe**

C'est la perte de masse subie par le produit après chauffage à $103 \pm 2^\circ\text{C}$, dans des Conditions spécifiées, exprimée en pourcentage.

➤ **Mode opératoire**

Après avoir pesé 2g de chaque échantillon de margarine dans la capsule, on la fait chauffer au bain-marie ou sur plaque chauffante, en élevant la température du produit d'environ $10^\circ\text{C}/\text{min}$, jusqu' à 90°C . Puis, on réduit la vitesse d'élévation de la température en observant la vitesse de dégagement des bulles de vapeur qui se détachent du fond de la capsule, et on laisse la température monter jusqu'à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ (ne pas dépasser 105°C). On poursuit l'agitation

en raclant le fond de la capsule jusqu'au moment où tout dégagement de bulles a cessé.

Pour s'assurer que toute l'eau s'est évaporée, il faut répéter plusieurs fois le chauffage, en refroidissant à 90°C entre les périodes de chauffage. On laisse ensuite refroidir la capsule dans le dessiccateur. Après refroidissement le bécher contenant l'échantillon (p2) est pesé. Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$H\% = \frac{(m_0 + m_1) - m_2}{m_1} * 100$$

H (%) : Humidité en pourcentage massique;

m0 : Masse, en grammes, de la capsule avec le thermomètre ;

m1 : Masse, en grammes, de la prise d'essai ;

m2 : Masse, en grammes, de la capsule avec l'échantillon après chauffage

II.5.2. Analyses chimiques

II.5.2.1. Détermination de l'indice d'acide (NE.1.2.97/88)

➤ Définition

C'est le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaire pour neutraliser les acides gras libres d'un gramme de matière grasse.

➤ Mode opératoire

Après avoir pris 20g de la margarine dans une fiole conique. 25ml de l'éthanol chaud est ajoutés pour dissoudre la matière grasse. Puis, titrer, en agitant, avec une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium jusqu'au virage de l'indicateur coloré (coloration rose pâle, de la phénolphthaléine, persistante pendant au moins 10sec).

Deux déterminations sont effectuées sur le même échantillon préparé. Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$IA = V * T * 56,1/m$$

IA : Indice d'acide ;

V : Volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée pour la titration ;

T : Concentration exacte, en mol/l, de la solution d'hydroxyde de potassium utilisée ;

56,1 : Masse molaire, exprimée en g/mol, de l'hydroxyde de potassium ;

m : Masse, en grammes, de la prise d'essai.

II.5.2.2. Détermination de la teneur en sel (taux de sel) (NE.1.2.429/89)**➤ Principe**

C'est la quantité de sels présent dans l'échantillon de margarine (ou la phase aqueuse), sous forme de chlorure de sodium. Le principe consiste au titrage des chlorures avec une solution de nitrate d'argent (AgNO₃) en présence de chromate de potassium comme indicateur coloré.

➤ Mode opératoire

5g de l'échantillon sont pesés dans un erlen Meyer. Puis, 100ml d'eau distillée sont ajoutés sur plaque chauffante jusqu'à ébullition. Le mélange est maintenu sous agitation jusqu'à dissolution complète de l'échantillon, Ensuite, refroidissement et ajout de quelques gouttes de chromate de potassium puis mélanger en agitant. Tout en continuant d'agiter, titrer avec la solution de nitrate d'argent jusqu'au virage de l'indicateur coloré (du jaune au rouge brique persistant pendant 30sec). La teneur en chlorure de sodium (exprimée en pourcentage massique) est donné par la formule suivante :

$$\text{NaCl}\% = \frac{(N \cdot V \cdot \text{Eq.g NaCl})}{P} \cdot 100$$

NaCl (%) : Taux de sel exprimé en pourcentage ;

V (ml) : Volume, en millilitre, de la solution de Ag NO₃ utilisée pour le titrage ;

N : Normalité de la solution de nitrate d'argent ;

Eq.g(NaCl) : équivalent gramme d'NaCl (0,1 N)

P : prise d'essai en grammes.

II.5.2.3. Détermination de l'indice de peroxyde (NE.1.2.98.88)**➤ Principe**

C'est la quantité de produit présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents grammes d'oxygène actif par 1000g de corps gras, oxydant l'iodure de potassium.

Le principe consiste en la détermination du degré d'oxydation du corps gras en titrant l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré.

➤ Mode opératoire

Après avoir pesé 2g de chaque échantillon de notre margarine dans un flacon, 15 ml d'acide acétique et 10 ml de chloroforme sont ajoutés tout en agitant quelques minutes puis 2ml de la solution d'iodure de potassium (KI) sont ajoutés à l'aide d'une pipette. Le flacon est agité pendant 1 min, puis laissé à l'obscurité pendant 5min. Ensuite 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré sont ajoutés. Puis titrer, en agitant, avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, jusqu'à disparition de la couleur bleue. Et Na₂S₂O₃ ajouté jusqu'à disparition de virage de couleur transparente du surnageant. Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\text{IP} = \text{V (chute)} * 2$$

IP : indice de peroxyde

II.5.2.4. Détermination de la teneur en polyphénols

La détermination de la teneur en polyphénols est effectuée de la même manière que pour l'huile d'olive.

II.5.2.5. Dosage des pigments

Le dosage des chlorophylles et des caroténoïdes est effectuée de la même manière que pour l'huile d'olive.

II.5.2.6. Détermination du pH de la phase aqueuse (NE.1.4.08/89)

Le pH de la phase aqueuse de la margarine est la différence de potentiel, à la température de mesure, entre deux électrodes immergées dans la phase aqueuse, exprimée en unité de pH.

Après étalonnage du pH-mètre par une solution de KI (3mol/l), les électrodes sont introduits dans la phase aqueuse à la température de mesure. Lorsque la lecture devient constante, lire la valeur de pH indiquée par le pH-mètre à 0,01unités de pH près, sur l'échelle de l'instrument.

Les résultats sont exprimés par les valeurs lues du pH.

II.5.2.7. Détermination des caractéristiques organoleptiques

Ce sont des tests visuel, gustatifs et olfactifs réalisés sur les produits finis pour déterminer le goût, l'odeur et la couleur.

A. La couleur et l'odeur

On ouvre l'emballage de la margarine et on estime visuellement la couleur sur toute la surface de margarine, on apprécie ainsi l'odeur qui se dégage, elle doit être analogue au beurre.

B. La texture et l'aspect

On coupe un échantillon de la margarine et on prend avec l'index et le pouce entre eux, on estime la texture qui ne doit pas contenir des grumeaux

C. Le goût

La détermination du goût se fait par la voie orale.

*Résultats
et
Discussion*

Résultats Et Discussion

I. Analyse physico-chimique de l'huile d'olive

I.1. Acidité

L'acidité, critère de qualité important, permet de classer l'huile en différentes catégories en fonction de leurs teneurs en acides gras libres.

Selon les résultats inscrits dans le tableau III, l'huile étudiée se caractérise par une faible acidité (0,4%), elle reste néanmoins inférieure à la limite établie par le COI (2003) qui est de 0,8% pour l'huile d'olive extra vierge. Selon el Antari et collaborateurs (2000), dans les conditions où les olives sont récoltées à la main et transformées directement sans procéder au stockage, l'acidité de l'huile ne devrait guère dépasser 0,5%, ce qui est le cas de notre huile étudiée.

Tableau 3 : acidité en pourcentage d'acide oléique (%)

	Huile étudiée	COI
Acidité (en % d'acide oléique)	0,4	<0,8

I.2. Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est utilisé pour évaluer l'état d'oxydation de l'huile. Il détermine la quantité d'hydroperoxydes présents dans l'huile d'olive, ce qui permet de mesurer l'auto oxydation des lipides (Haddada *et al.* 2008).

Les résultats de l'indice de peroxyde sont présentés dans le tableau IV:

Tableau 4: Indice de peroxyde en meq d'O₂ /kg

	Huile étudiée	COI
Indice de peroxyde (en meq d'O ₂ en kg)	5	<20

Les résultats consignés dans le tableau IV montrent que la valeur d'indice de peroxyde obtenue pour l'huile étudiée répond aux normes du COI (2003) qui recommande un Indice de peroxyde inférieur à 20 meq d'O₂ /kg pour une huile d'olive extra vierge. De même, cette valeur est proche de la variété *Chemlal* récoltée à différents stades de maturité (3,2 à 9 meq O₂ /kg) (Bengana *et al.* 2013) et des variétés algériennes (entre 3,25 à 8,7 meq O₂/kg) (Laribi *et al.* 2011).

Résultats Et Discussion

I.3. Indice d'iode

L'évaluation de l'indice d'iode est une bonne mesure de la stabilité des huiles à l'oxydation. L'indice d'iode est une appréciation de l'insaturation des acides gras et de leurs esters (Naudet, 1988).

Tableau 5: Indice d'iode en g d'I₂/100 g d'huile

	Huile étudiée	COI
Indice d'iode (g d'I ₂ /100 g d'huile)	83	75-94

D'après les résultats obtenus dans le tableau 5, on constate que notre huile présente un indice d'iode conforme à la norme établie par le Codex Stan 33-1981 qui est de 75 à 94 g d'I₂ /100 g d'huile, pour une huile d'olive vierge.

Nos résultats sont ainsi similaires à ceux obtenus par **Bengana et al. (2013)**, qui varient entre (82 et 88 g d'I₂/100 g d'huile) et de ceux rapportés par **Méndez et Falqué, (2007)** pour les huiles d'olives espagnoles commerciales, qui varient entre 77,50 à 87,93 g d'I₂ /100 g d'huile. **Bengana, (2013)** ont démontré que l'indice d'iode augmente durant la maturation, cet indice suit une tendance similaire à celle des acides gras insaturés, en particulier l'acide linoléique.

I.4. Indice de réfraction

Tableau 6 : indice de réfraction

	Huile étudiée	COI
Indice de réfraction	1,4618	1,4677 à 1,4705

Selon les résultats de l'indice de réfraction de l'huile d'olive étudiée qui sont Représentés dans le tableau 6, on note que la valeur obtenue (1,4618) est légèrement inférieure aux valeurs de la norme de Codex 33-1981 (1,4677 à 1,4705) pour une huile d'olive vierge. Ainsi, cette valeur est inférieure aux indices de réfraction enregistrés pour l'ensemble des huiles d'olives tunisiennes qui présentent des valeurs entre 1,469 et 1,470 (Ben Tekaya et Hassouna,

Résultats Et Discussion

2005) ; Tanilgan *et al.* 2007 ; Ogutcu *et al.* 2008) ont rapporté des indices de réfraction de 1,467 à 1,469 pour des variétés turques. Les mêmes indices ont été notés par Rahmani et Csallany, (1998) sur des huiles de la variété *Picholine* marocaine.

I.5. Dosage des polyphénols

Les composés phénoliques jouent un rôle important, comme antioxydants, ils contribuent à la bonne stabilité de l'huile d'olive (SIFI *et al.*, 2001).

D'après Tsimidou (1998), la teneur en polyphénols est classée comme suit :

- Huile à faible teneur en polyphénols totaux 50-200 mg/kg ;
- Huile à teneur moyenne en polyphénols totaux 200-500 mg/kg ;
- Huile à teneur élevée en polyphénols totaux 500-1000mg/kg.

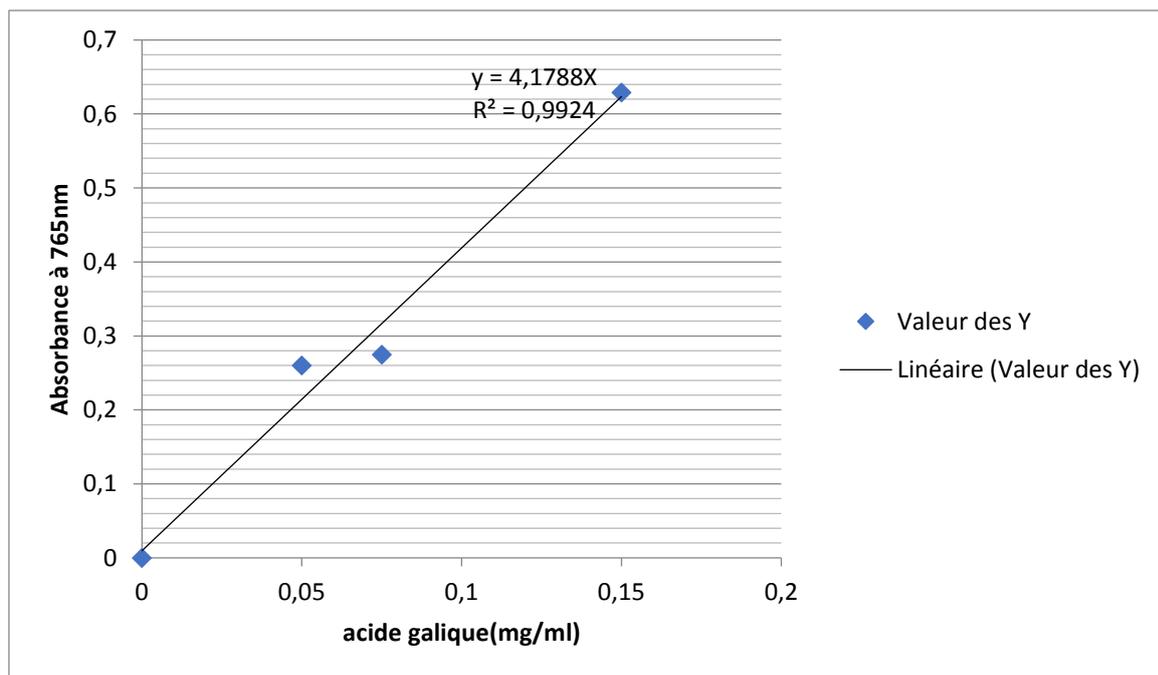


Figure 3 : courbe d'étalonnage pour le dosage des polyphénols

Selon cette classification et selon les résultats obtenus pour la teneur en polyphénols de notre huile étudiée qui est d'une moyenne de 0,536 mg/ml est classée parmi les huiles à teneur élevée en polyphénols totaux 500-1000mg/kg.

Résultats Et Discussion

La concentration en polyphénols totaux dépend du système enzymatique spécifique pour chaque variété. D'après Artajo, (2006), une corrélation positive est observée entre l'activité enzymatique de la L-phénylalanine ammonia lyase (PAL) et le taux de polyphénols présents dans l'huile d'olive, ce qui démontre que cette enzyme conditionne les teneurs des huiles d'olives en composés phénoliques.

Plusieurs auteurs ont mis en évidence d'autres paramètres qui peuvent influencer la teneur en polyphénols, à savoir l'état sanitaire des olives (Gomez-Caravaca *et al.* 2008), les paramètres d'extraction (Servili *et al.* 2013) et le stockage de l'huile d'olive (Brenes *et al.* 2007).

I.6.Dosage des pigments., chlorophylles et caroténoïdes

Selon les résultats représentés dans l'histogramme de la figure 4, on note que l'huile étudiée montre des faibles teneurs en pigments chlorophylliens (3,673mg/kg comparant à ceux retrouvés par Morello *et al.* (2004) (14 mg/kg), ainsi que ceux retrouvés par Bengana *et al.*2013, qui varient entre 13 et 22 mg/kg. La teneur en caroténoïdes de notre huile est de 2.160 mg/kg est légèrement supérieure aux résultats apportés par Bengana *et al.* (2013) qui varient entre 1,2 à 1,5 mg/Kg, mais très proche de la moyenne trouvée par Tanouti *et al.* (2011) (2,76 mg/Kg).

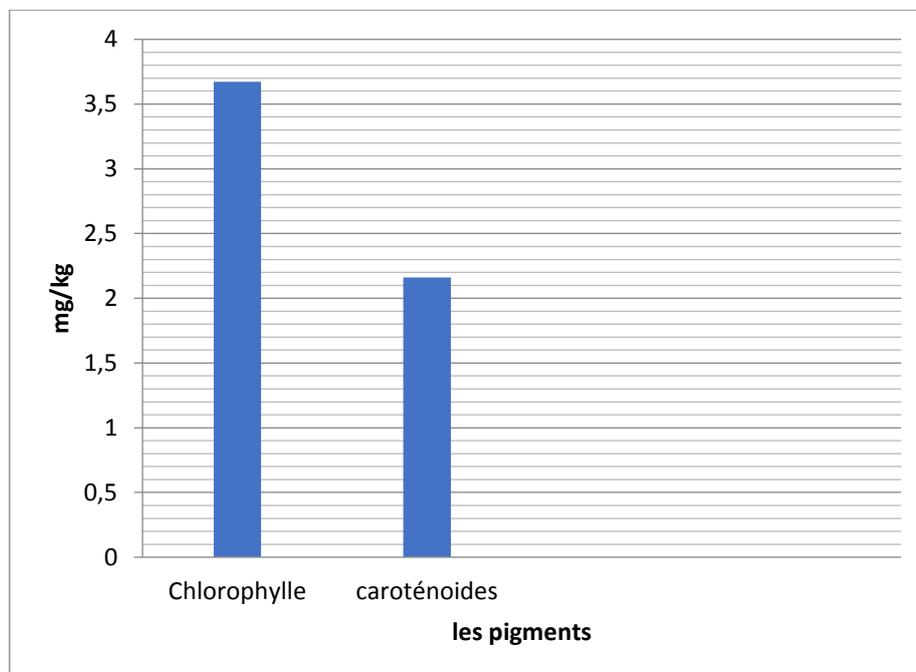


Figure 4 : dosage des chlorophylles et caroténoïdes

Résultats Et Discussion

La récolte des olives à un stade de maturité tardive est une pratique courante en Algérie. D'après Bengana *et al.* (2013), le stade de maturité est une étape clé qui détermine la concentration en chlorophylles, en effet ils ont constaté qu'à des stades prématurés la teneur en chlorophylles est relativement élevée et leur dégradation durant ces périodes est faible, tandis que des pertes remarquables ont été enregistrées à des stades plus avancés avec une chute de 22 mg/Kg à 13mg/Kg.

La diminution en pigments chlorophylliens durant la maturation peut être expliquée par la transformation des chlorophylles (a) et chlorophylles (b) en phéophytine (a) et phéophytine (b) respectivement (Bengana *et al.* 2013), ce qui induit un passage de la coloration de l'huile d'olive du vert à une coloration jaunâtre (Giuliani *et al.* 2011).

D'autre part, les faibles taux en caroténoïdes enregistrés par notre huile, peuvent être dus à leur oxydation pendant le processus de maturation, ainsi qu'à leur rôle protecteur contre la photooxydation en désactivant l'oxygène singulet (Perrin, 1992).

Le profil de l'huile d'olive en pigments chlorophylliens est affecté par les facteurs agronomiques, les caractéristiques de la région de la provenance des olives (sol, température, humidité), leurs variétés et leurs stade de maturité et les techniques agronomique adoptées (Cerretani *et al.* 2008 ; Baccouri *et al.* 2008).

En plus de la couleur, les chlorophylles et les caroténoïdes jouent un rôle important dans l'huile d'olive vierge en raison de leur nature anti-oxydante à l'obscurité et pro-oxydante à la lumière (Criado *et al.* 2008 ; Oueslati *et al.* 2009 ; Dabbou *et al.* 2010).

1.7. Couleur

La composition de l'huile d'olive en pigments lui confère sa couleur qui demeure un paramètre de qualité (Beltran *et al.* 2005).

D'après les résultats de la couleur de l'huile d'olive étudiée, on remarque que le nombre d'unités jaunes (72,9 unités) est significativement important que celui d'unités rouges (3,8 unités). Giuliani *et al.* (2011) rapportent que plus le stade de maturité avance, les huiles obtenues sont d'une couleur dorée pour atteindre une coloration jaunâtre, cela est expliqué par la transformation des chlorophylles a et b en phéophytines a et b, au fur et à mesure que le stade de maturité augmente (Gandul-Rojas *et al.* 2000).

Les chlorophylles et les phéophytines ont des effets pro-oxydants en présence de la lumière (Giuliani *et al.* 2011), mais les phéophytines ont l'action pro-oxydante la plus élevée (Rahmani *et Csallany*, 1998).

II. Les analyses physico-chimiques de la margarine

II.1.L'humidité

L'humidité varie selon les conditions et la période de stockage. L'augmentation de la teneur en eau favorise le développement des microorganismes, l'hydrolyse enzymatique et l'oxydation de la margarine. L'augmentation de la teneur en eau influe sur l'homogénéité de la margarine c'est à dire la mauvaise dispersion de l'eau dans la phase grasse.

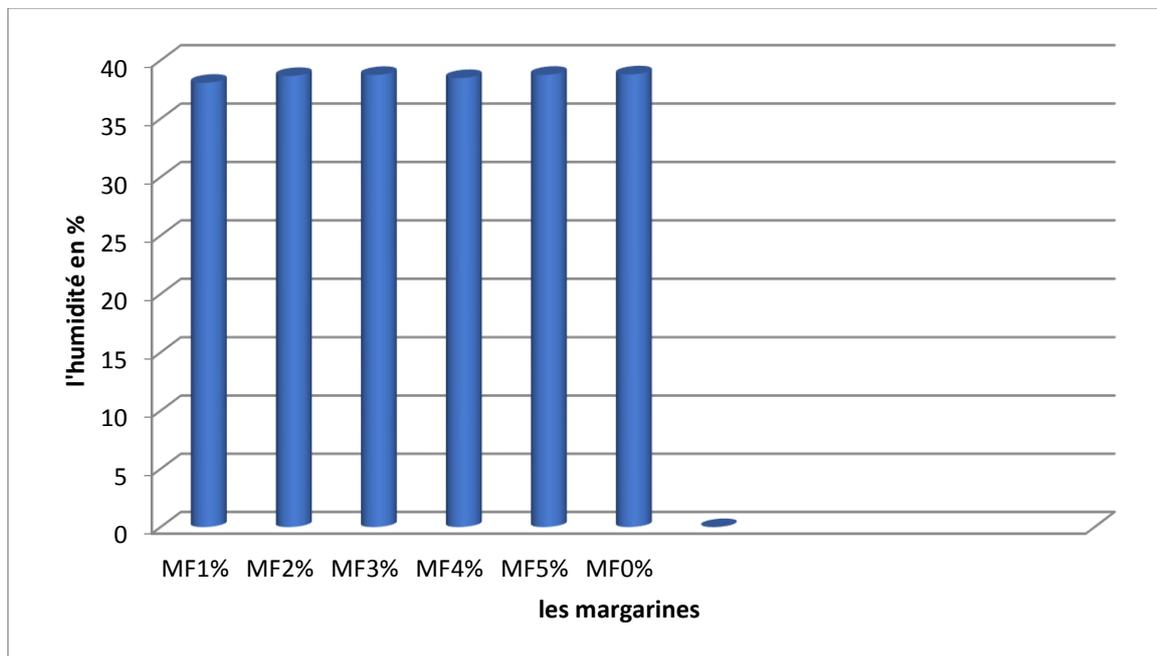


Figure 5 : Humidité des différentes margarines

Les résultats de l'humidité pour les margarines MF1, MF2, MF3, MF4, MF5 sont présentés dans la figure 5. Les valeurs de la teneur en eau (humidité) pour les cinq margarines, sont d'ordre de 38.08 %, 38.66%, 38.75%, 38.48%, 38.76%. Ceci est compatible avec la formulation initiale (témoin) des margarines allégées qui contiennent 60% de phase grasse et 40% de phase aqueuse.

La margarine standard son humidité est de 38.8% compatible aussi à sa formulation initiale (60% phase grasse et 40%). À partir de ces résultats, on remarque que le pourcentage de la teneur en eau (humidité) est comparable pour les cinq margarines et la margarine standard, cela est due aux conditions de production (la quantité de l'eau, l'air).

Résultats Et Discussion

II.2. Le point de fusion

Les résultats d'analyse du point de fusion pour les cinq margarines (MF1, MF2, MF3, MF4 et MF5) sont présentés dans la figure 6. D'après la figure on remarque que les échantillons étudiés ont présenté un point de fusion comparable à celui de la margarine standard (figure4), donc on peut dire que l'incorporation de l'huile d'olive n'affecte pas les propriétés de la margarine élaborée.

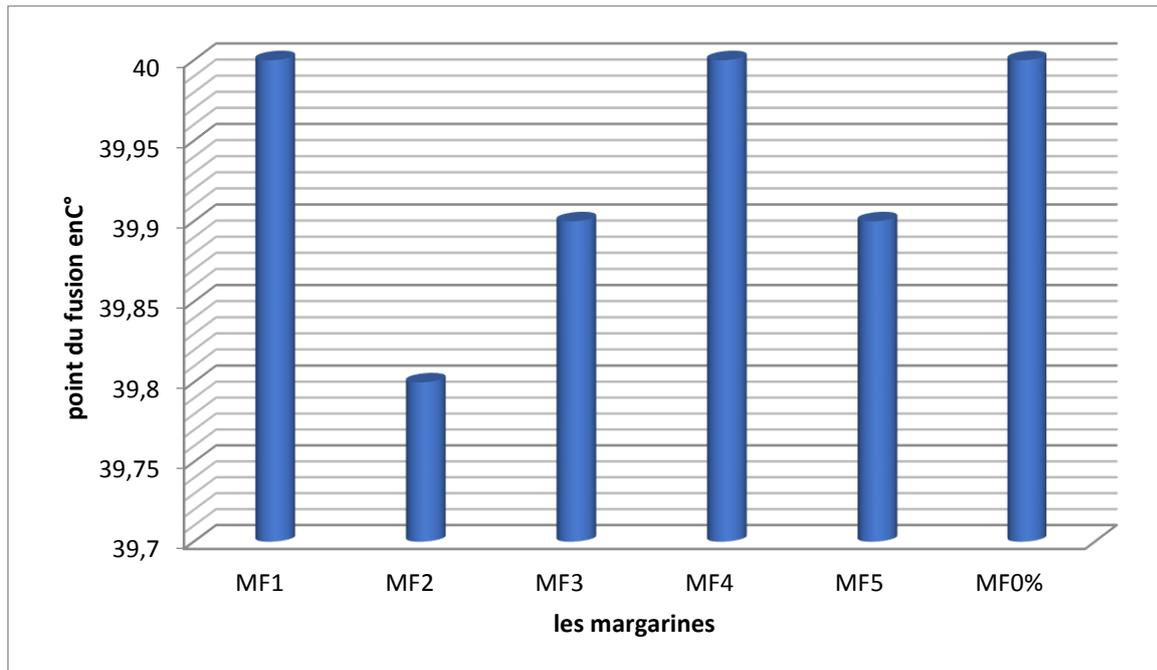


Figure6 : point de fusion des différentes margarines

Les résultats de la détermination de point de fusion des échantillons de margarine sont conformes à la norme.

Le point de fusion doit être fixé de manière à ce que la margarine soit fondante dans la bouche mais aussi plastique à température ambiante pour supporter le travail mécanique lors de la tartinabilité.

Résultats Et Discussion

II.3. L'indice de peroxyde

Les premiers produits formés par oxydation sont les peroxydes ou les hydroperoxydes qui évoluent ensuite vers des structures plus stables : produits volatils et produits non volatils (Rahmani, 2007).

L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante Pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (Karleskind, 1992).

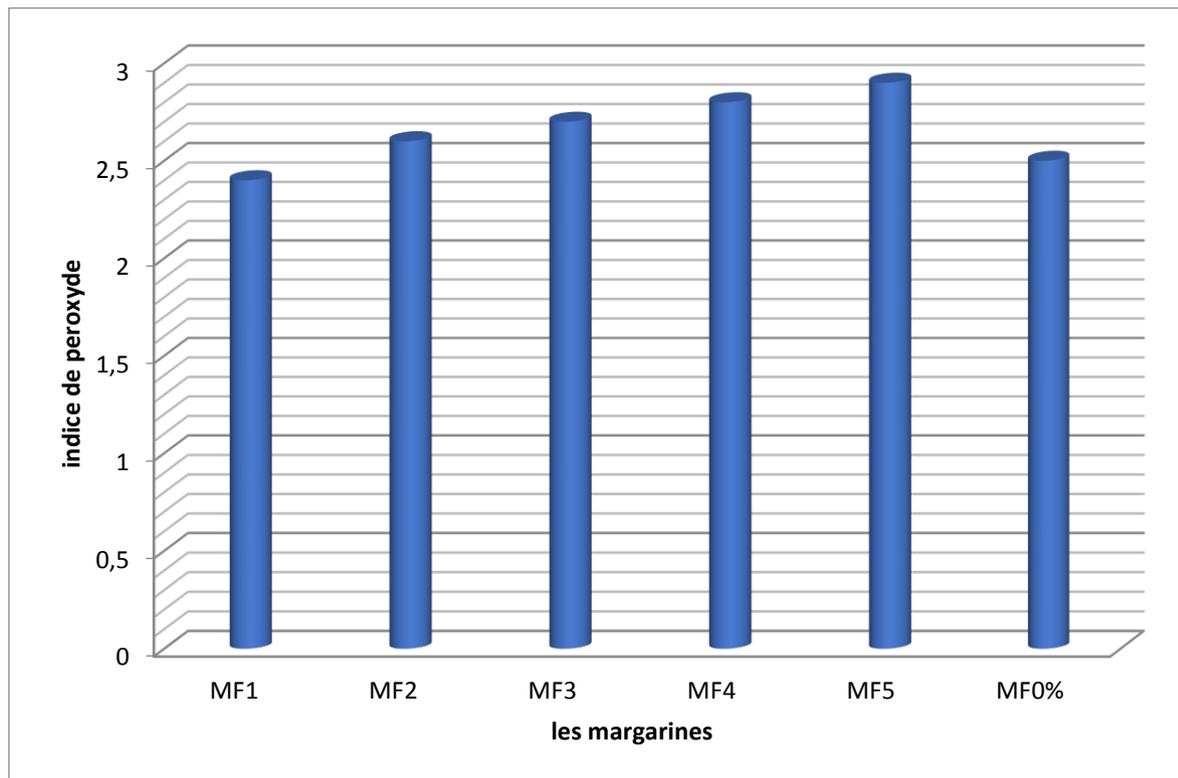


Figure 7 : variation de l'indice de peroxyde en fonction des margarines

Les résultats de l'indice de peroxyde pour les trois margarines MF1, MF2 et MF3 sont de l'ordre de 2.4, 2.6, 2.7 meq d'O₂/ kg. Ces indices sont inférieurs par rapport aux normes fixées par NE.1.2.98.88 qui est de 10 meq O₂ /Kg. Ces faibles valeurs est une conséquence d'utilisation d'une huile d'olive vierge dont l'indice de peroxyde est très faible.

Les résultats de IP pour les deux margarines MF4 et MF5 (formulation des margarines enrichies en huile d'olive sans antioxydant commercial) sont dans les normes, et très proches à celui de la margarine témoin, c'est résultats montre que huile d'olive qu'on à utilisée est un excellents antioxydant naturel.

Résultats Et Discussion

II.4. La teneur en sel (taux de sel) :

Les teneurs en sel pour les margarines MF1, MF2, MF3, MF4 et MF5 sont présentées dans la figure 6 :

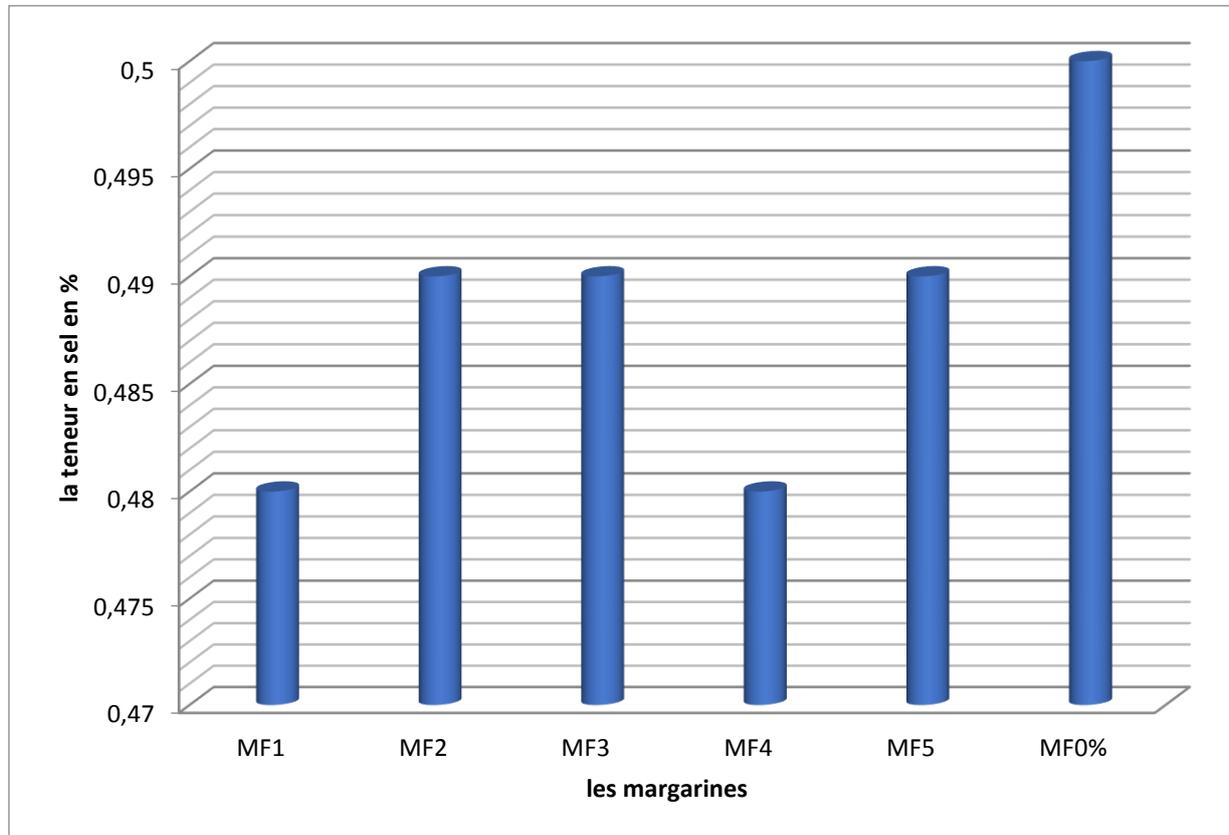


Figure 8 : les teneurs en sel des différentes margarines

On remarque que la teneur en sel des cinq margarines étudiées MF1, MF2, MF3, MF4 et MF5 sont respectivement de 0,48 ; 0,49, 0,49, 0,48 et 0,49%, elles sont inférieures à celle de la margarine standard qui est de 0,5%, ça n'empêche que cette valeur est jugée conforme par rapport aux normes.

D'après **Karleskind et Wolff, (1992)**, la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture. L'addition de sel à la margarine a pour but d'améliorer la sapidité (goût) et inhiber le développement de certaines bactéries, ce qui permet le prolongement la durée de conservation.

II.5. Détermination de l'acidité

L'acidité (%) est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras en acide oléique pour la grande majorité des corps gras, ou palmitique pour l'huile de palme (Karleskind et Wolff, 1992).

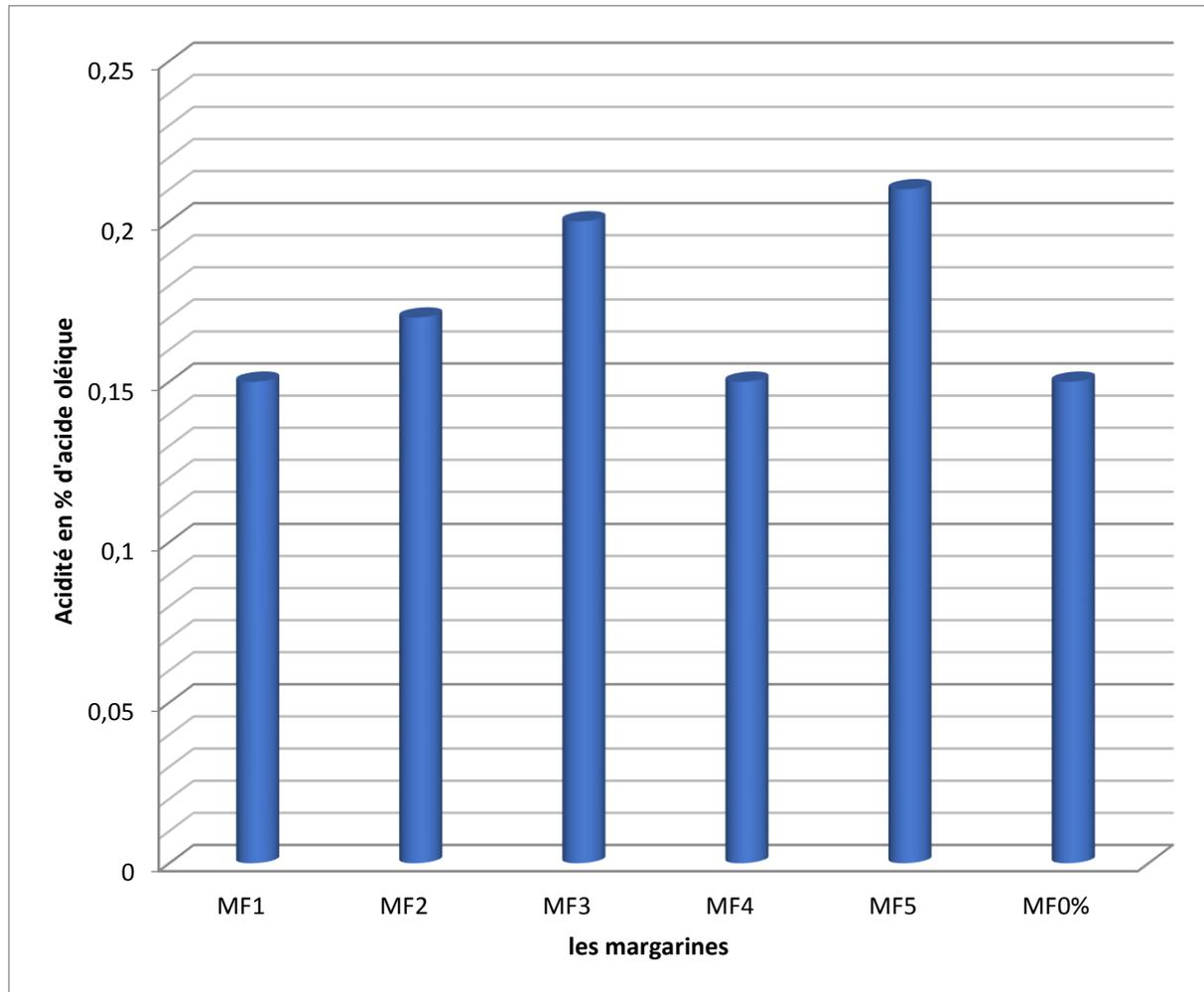


Figure9 : L'acidité des différentes margarines

Les valeurs de l'acidité des cinq margarines étudiées qui sont respectivement (0,15% ; 0,17%, 0,20% 0,15% et 0,21%), sont légèrement supérieures à celle de la margarine standard qui est 0,15 %, cela peut s'expliquer par l'huile d'olive incorporée qui est un peu acide, mais n'empêche que ces valeurs sont jugées conformes par rapport aux normes.

Résultats Et Discussion

II.6. Teneurs en polyphénols.

Le dosage des polyphénols totaux nous donne une estimation globale de la teneur en différentes classes des composés phénoliques contenus au niveau de la margarine.

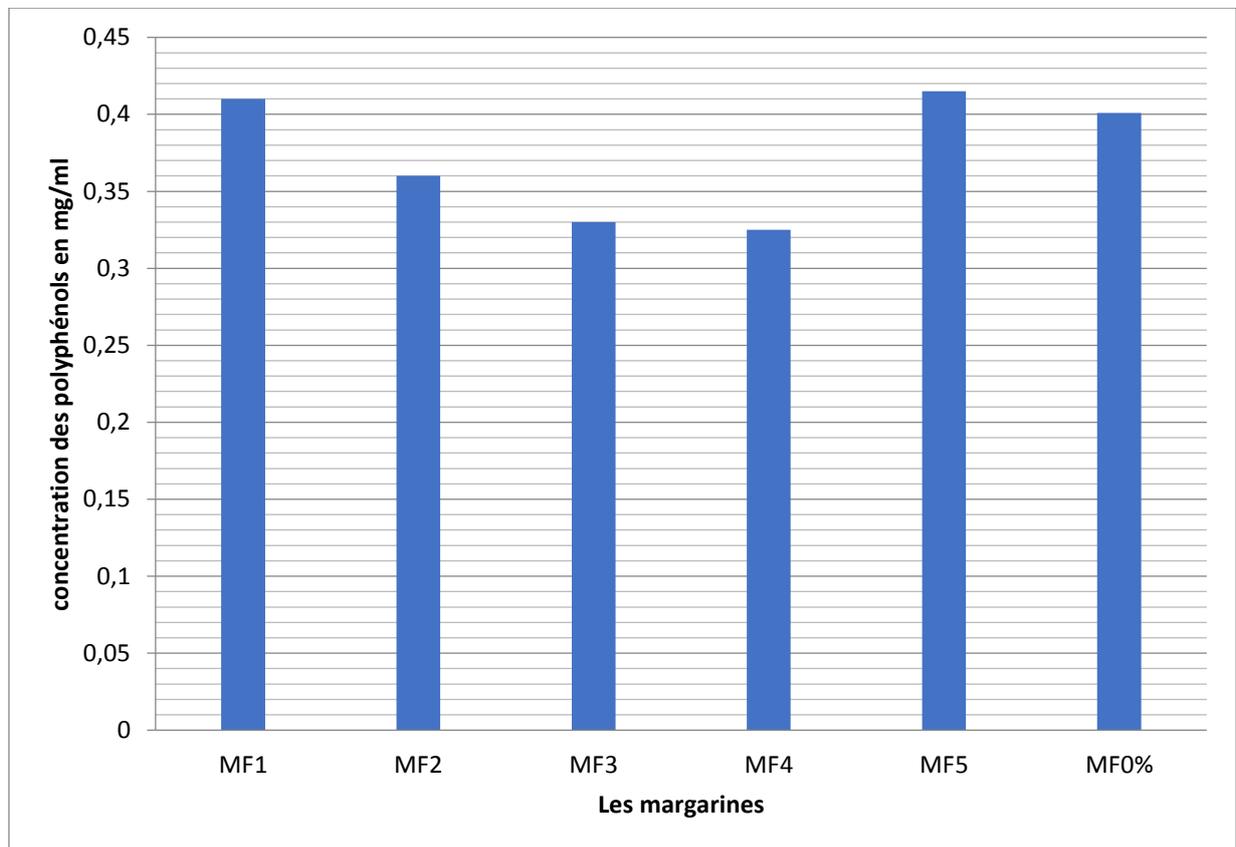


Figure 10 : dosage des polyphénolles

Selon la courbe d'étalonnage (figure3) et les résultats obtenus pour le dosage des polyphénols de nos margarines étudiées (figure10) on peut les classées parmi les margarines à teneur élevée en polyphénols.

II.7. Teneurs en pigments chlorophylles et caroténoïdes

Selon les résultats représentés dans l'histogramme de la figure 2, on remarque que les teneurs en chlorophylles et caroténoïdes des margarines étudiées sont très proche à celles de la margarine témoin (MF0%)

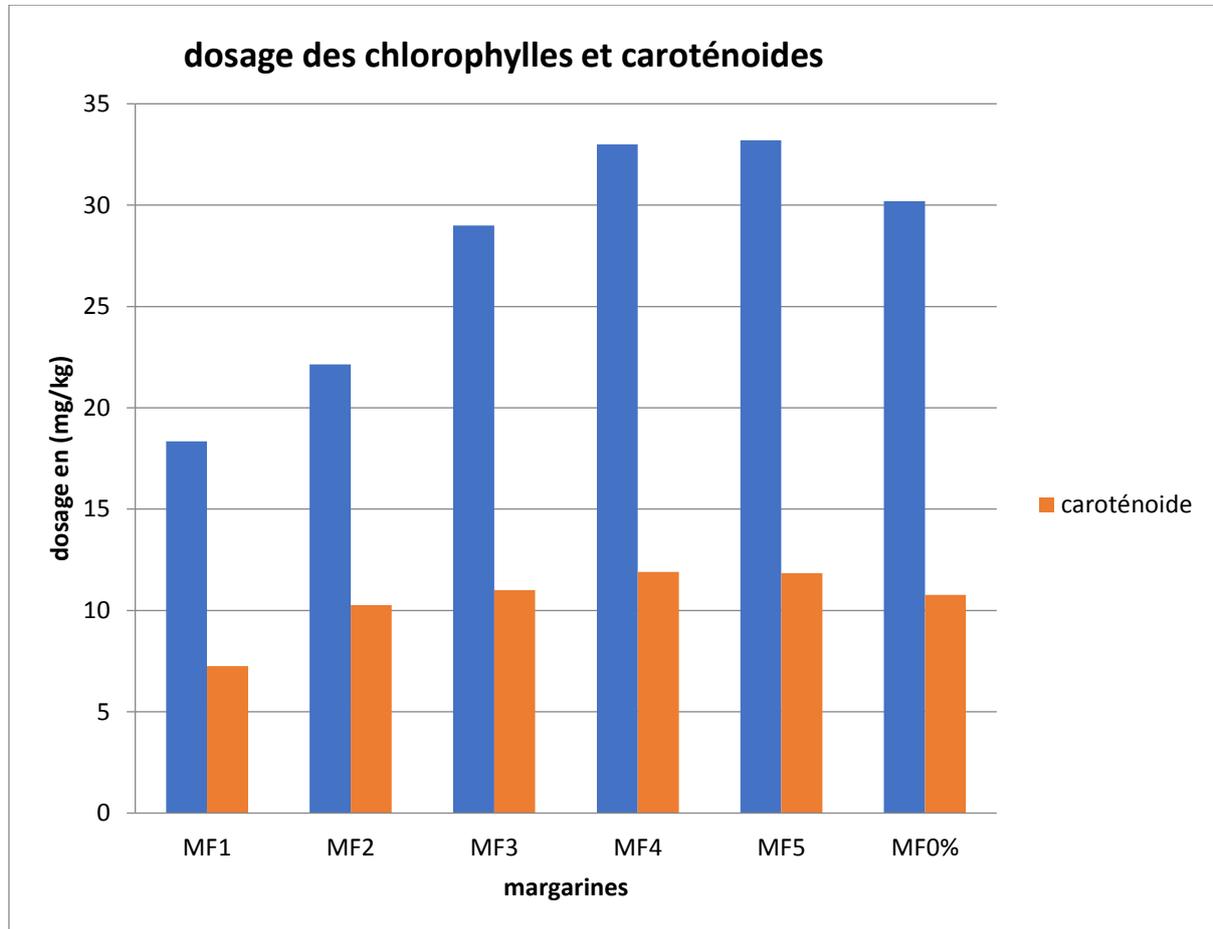


Figure11: teneurs en chlorophylles et caroténoïdes.

D'après les résultats, on note que les margarines étudiées montre des teneurs en pigments chlorophylliens élevées, mais très proches de la moyenne trouvée par Bengana et al.2013, qui varient entre 13 et 22 mg/kg.

Les teneurs en caroténoïdes de nos margarines est supérieure comparant à ceux retrouvés par Tanouti et al. (2011) (2,76mg/kg).

Résultats Et Discussion

II.7. Le pH

Cette mesure a été effectuée sur la phase aqueuse de la margarine. C'est un paramètre Très important à connaître car il permet de prévenir le risque de contamination microbienne. On favorise une valeur basse de ce dernier pour freiner la croissance de la majorité des Microorganismes (KARLESKIND, 1992). La valeur de pH es corrigée par addition d'un correcteur qui peut être les sels de l'acide citrique, l'acide lactique ainsi que leurs sels de Sodium et de calcium (CODEX ALIMONTARIUS, 1992).

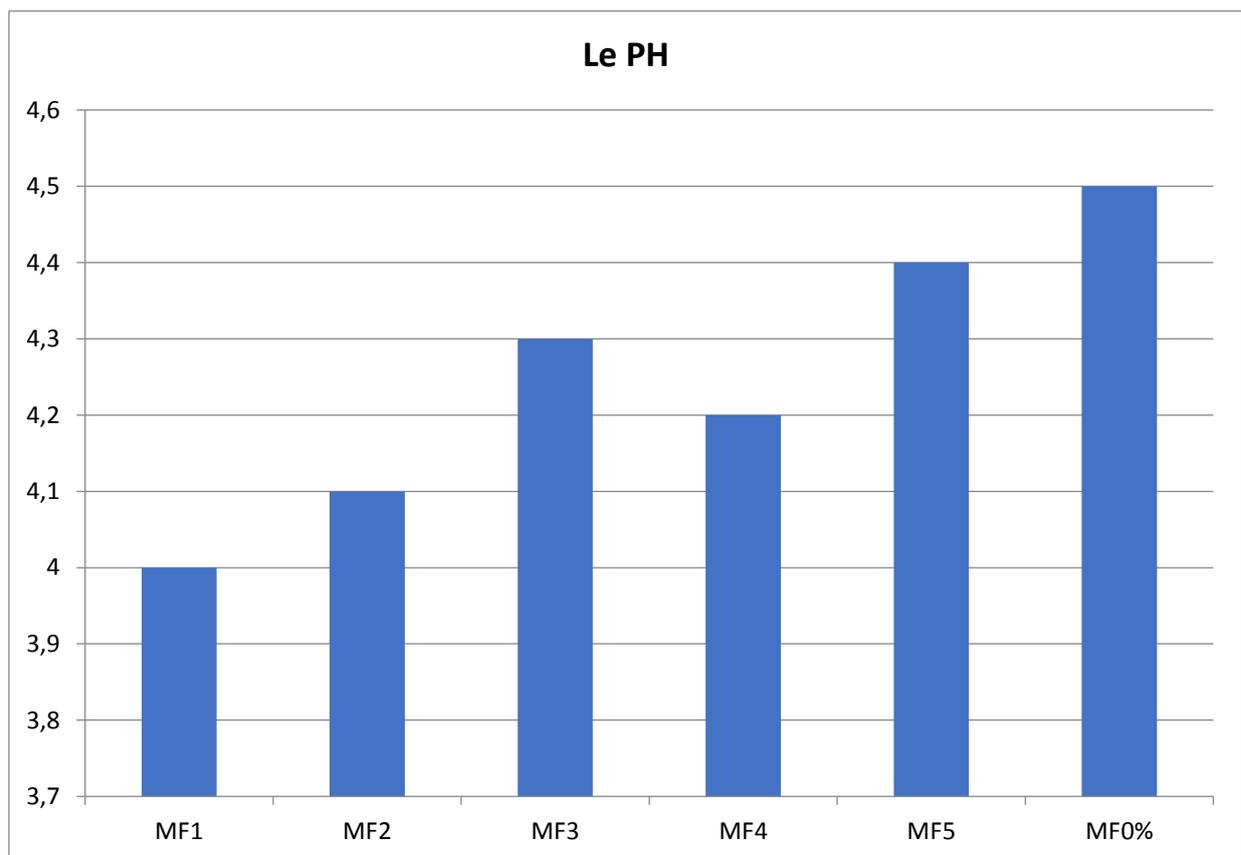


Figure12: Le pH des margarines élaborées

Le pH des margarines analysées varie entre 4 et 4,1. Nous remarquons d'après les résultats obtenus que le pH de nos margarines est conforme aux normes fixées généralement entre 4 et 5,5 (KARLESKIND, 1992).

Résultats Et Discussion

III. Résultats d'analyse organoleptique de la margarine

Les résultats d'analyses organoleptiques des margarines MF1 ; MF2 ; MF3 ; MF4 ; MF5 et la margarine MF0% (témoin) sont représentées dans le tableau 7:

Tableau 7 : Résultats d'analyse organoleptique de la margarine

Critères organoleptiques	Margarine MF1	Margarine MF2	Margarine MF3	Margarine MF4	Margarine MF5	Margarine témoin
Aspect	Homogène	Homogène	Homogène	Homogène	Homogène	Homogène
Texture	Lisse	Lisse	Lisse	Lisse	Lisse	Lisse
Odeur	Beurre avec trace de HO	Beurre avec trace de HO	Beurre avec HO	Beurre avec trace de HO	Beurre avec HO	Beurre
Couleur	Jaune pale	Jaune pale				
Gout	Beurre avec trace de HO	Beurre				

L'aspect et la texture des cinq margarines sont homogènes et lisses, résultat d'un bon malaxage, d'une quantité nécessaire appropriée de l'émulsifiant et d'un temps optimum d'agitation.

La couleur jaune pale due à l'addition de colorant bêta-carotène, n'est pas changée dans les cinq margarines, donc l'huile d'olive ne change pas la couleur de la margarine.

Le gout et l'odeur des cinq margarines sont comparables à celui de beurre, avec une légère odeur et gout d'huile d'olive acceptable pour le consommateur.

En résumé, au vu de tous ces résultats, on peut conclure que l'huile d'olive peut être incorporé dans la margarine telle quelle.

Conclusion Générale

Conclusion générale

CONCLUSION GENERALE

Notre présente étude a pour objectif, l'élaboration de cinq margarines de table allégées et Enrichies à 5%, 10% et 15% d'huile d'olive, connue pour ses multiples effets bénéfiques. Deux autres formulations des margarines sont élaborées avec enrichissement à 5% et 10% d'huile d'olive sans vitamine E commercial, dans le but de substituer l'antioxydant de synthèse par des antioxydants naturellement présents dans l'huile d'olive .

D'après les résultats d'analyse physico-chimique de l'huile d'olive (Acidité, Indice de peroxyde, indice d'iode et l'absorbance aux UV), notre huile d'olive est classée dans la catégorie « extra vierge ».

Le dosage des polyphénols indique que l'huile d'olive étudiée est classée parmi les variétés à teneur élevée en polyphénols totaux 500-1000mg/kg, ce qui peut contribuer à la stabilité antioxydante et l'enrichissement en composés bioactifs de notre margarine.

L'essai de formulation des margarines de table allégées (60% phase grâce et 40% phase aqueuse), additionnées d'huile d'olive a été expérimenté en vue d'étudier l'effet antioxydant de cette dernière. Les indices de caractérisation des margarines élaborées s'avèrent conformes à la recette préétablie. En outre, l'indice de degré d'altération par oxydation (indice de peroxyde) est conforme aux normes.

A la lumière de tous les résultats obtenus, nous pouvons conclure que l'huile d'olive produite localement, peut être utilisée dans la formulation des margarines sans affecter leurs propriétés physico-chimiques et organoléptique, avec un effet santé avéré.

Recommandations

Il est intéressant d'approfondir notre travail pour une meilleure évaluation de la qualité margarines élaborées à savoir :

- L'étalement de ce travail à d'autres variétés d'huiles cultivées dans notre pays ;
- Etude de l'activité antioxydante de l'huile d'olive et la margarine élaborée ;
- La conception d'un test de stabilité approprié à la margarine élaborée ;
- L'analyse sensorielle de cette margarine par un jury expérimenté ;

Résumé

Résumé

La margarine est connue pour être sensible à l'altération par oxydation et pauvre en certains éléments essentiels contenus dans huile d'olive. Une formulation de margarine basse calorie « Allégée » enrichie en différents taux d'huile d'olive, a donc été élaborée après plusieurs essais, en se basant sur les critères physique et chimique (point de fusion, le gout, la couleur, l'acidité, l'indice de peroxyde et la stabilité de l'émulsion...)

Ce présent travail porte au premier lieu sur la caractérisation physico-chimique de l'huile d'olive, puis la formulation de cinq margarines de table allégées et enrichies en huile d'olive à 5%, 10% , 15 %. Deux autres formulations ont été mises au point en vue de substituer les antioxydants de synthèse par ceux naturellement présents dans l'huile d'olive .

D'après les résultats d'analyses physico-chimiques, l'huile d'olive étudiée appartient à la catégorie des huiles extra-vierges. Elle est qualifiée à teneur élevée en polyphénols totaux vue sa richesse en ces composants bioactifs (537,80 mg/kg). La teneur en pigments est relativement faible avec 3,67 mg/kg pour la chlorophylle et 2,16 mg/kg pour les caroténoïdes.

L'analyse des cinq margarines élaborées a révélé les caractéristiques physico-chimiques suivantes : pH de 4 à 4,5, indice de peroxyde est de (2.4- 2.6-2.7- 2.8-2.9 meq d'O₂/kg) respectivement pour les cinq formulations, un point de fusion de 40C° et humidité de 38% pour les cinq formulations.et acidité entre (0,15 et 0,2%). Ces valeurs sont conformes aux produits de bonne qualité, et donc nous pouvant dire que l'huile d'olive peut être utilisée comme une alternative aux huiles importées avec un effet santé avéré.