

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIC ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université M'hamed Bougara Boumerdes



Faculté des sciences de l'ingénieur

Département : Technologie Alimentaire

Filière : Génie des Procédés

Option : Génie des industries Alimentaire

Mémoire de fin d'étude

THEME

Élaboration d'une nouvelle margarine diététique à base d'huile d'olive vierge et du lait de soja.

Soutenu le : 28/06/2017

Présenté par :

ACHOUR Nadia

GOUDA Samira

Devant le Jury :

Mr ZIDANI. S	Maitre de conférence (UMBB)	Président
M _{me} LARID. R	Maitre d'Assistante (UMBB)	Promotrice
M _{me} IDIR. L	Maitre Assistante (UMBB)	Examinatrice
M _{me} SMAILI. S	Maitre Assistante (UMBB)	Examinatrice

Promotion 2016/2017

Remerciement

Nous tenons à remercier avant tout, le dieu le tout puissant qui nous a donné la santé, le courage, la volonté et la patience de réaliser ce travail.

Un remerciement exceptionnel à notre promotrice M^{elle} **LARID. R** pour son encadrement, sa disponibilité, sa patience ainsi pour ses conseils, ses encouragements et son soutien tout au long de ce travail.

Nos remerciements les plus sincères aux membres de jurys d'avoir accepté de juger ce travail.

Nous exprimons nos respects et remerciements à Monsieur **BLOUASSA** directeur général de la margarinerie Labelle pour ses services.

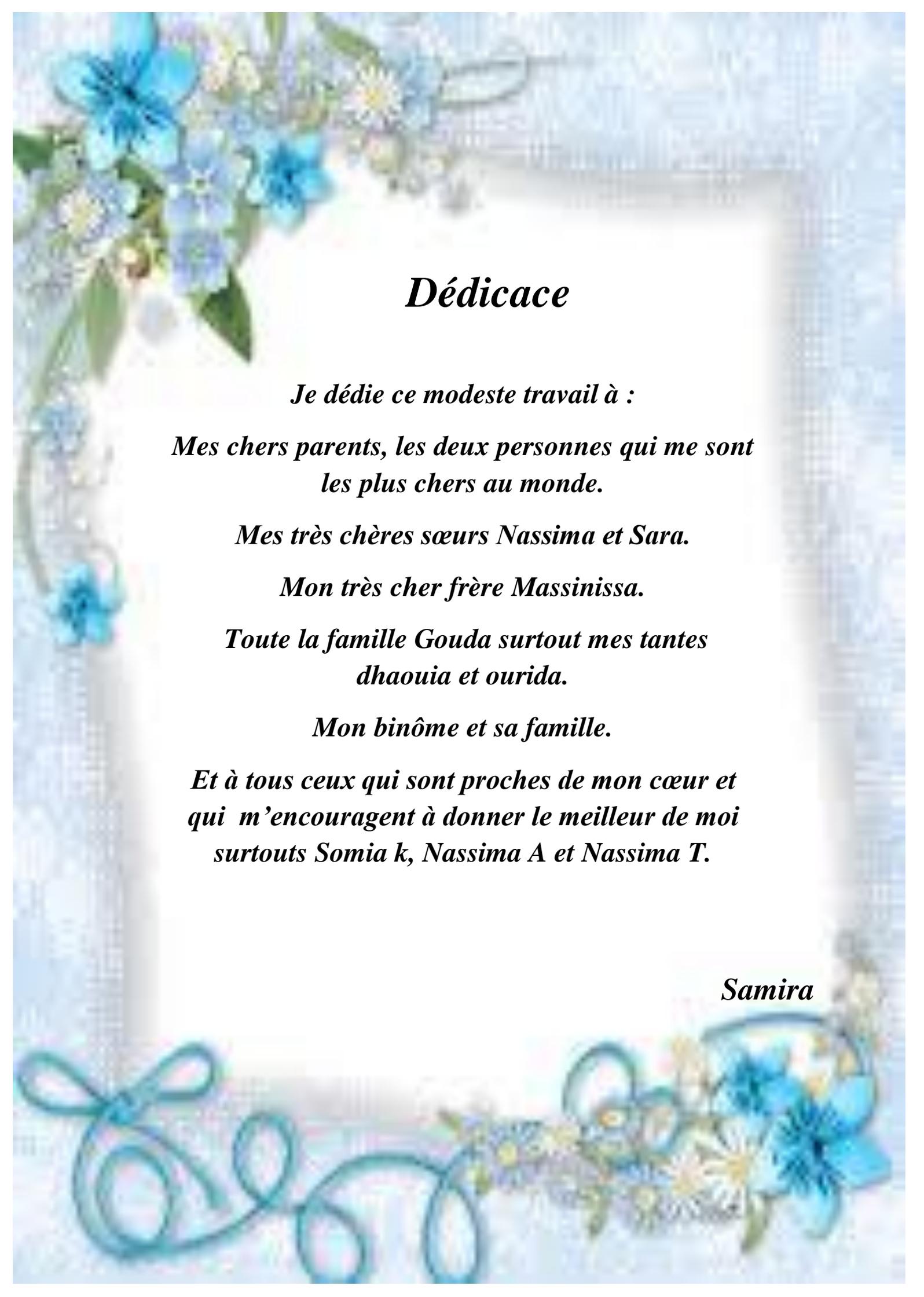
Nous tenons aussi à remercier madame **AOUSSAT** responsable de laboratoire, qui nous a porté un très grand soutien à travers sa connaissance et son expérience qui nous a permis d'améliorer visiblement nos compétences.

C'est avec l'honneur que nous tenons à remercier aussi l'ensemble du personnel du laboratoire et de production de la margarinerie labelle surtout M^{elle} **SOUMIA**.

Un grand merci à l'ensemble du personnel du laboratoire de FSI.

Nos remerciements vont également à tous ceux qui ont contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

Nadia et Samira



Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

*Mes chers parents, les deux personnes qui me sont
les plus chers au monde.*

Mes très chères sœurs Nassima et Sara.

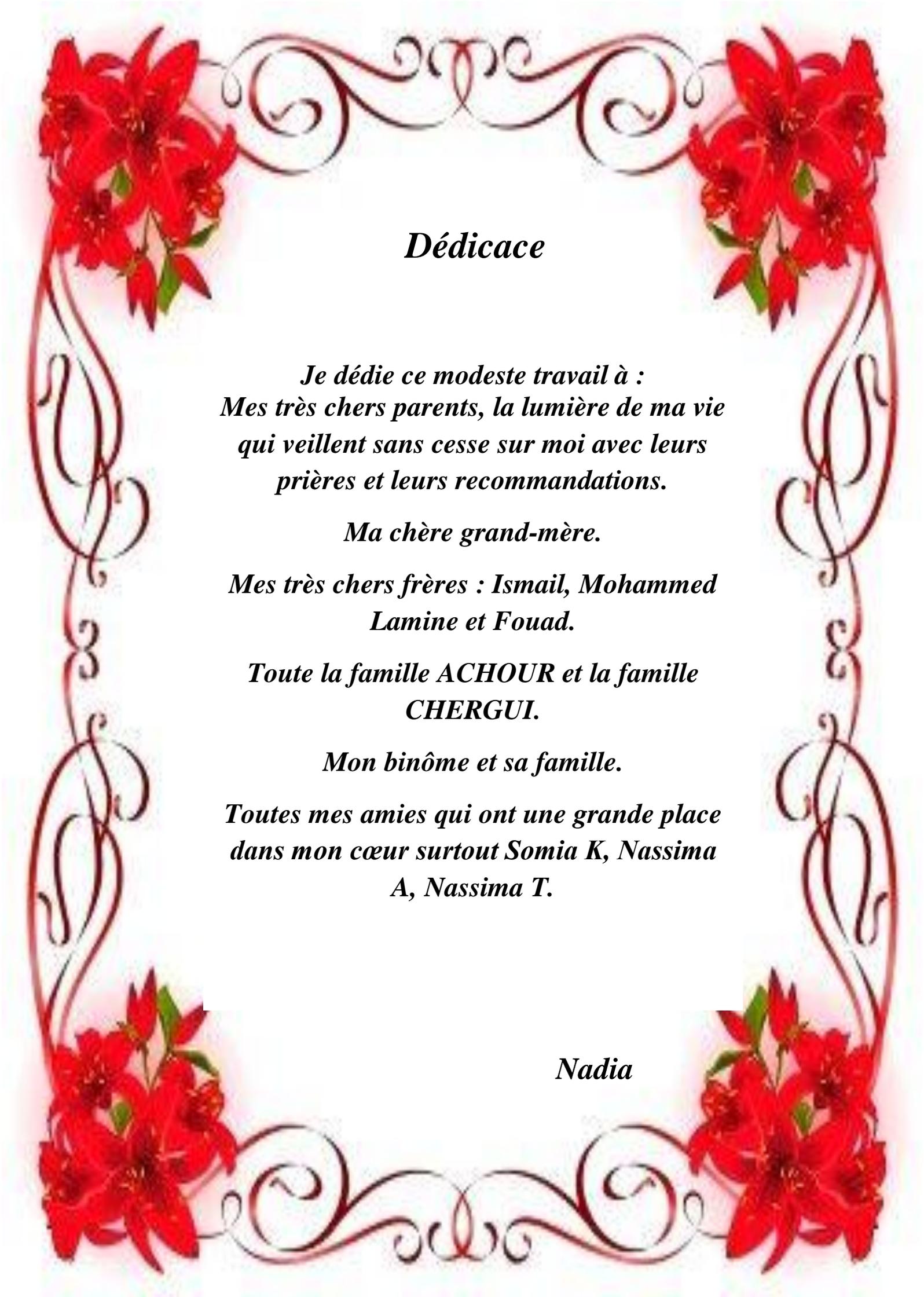
Mon très cher frère Massinissa.

*Toute la famille Gouda surtout mes tantes
dhaouia et ourida.*

Mon binôme et sa famille.

*Et à tous ceux qui sont proches de mon cœur et
qui m'encouragent à donner le meilleur de moi
surtouts Somia k, Nassima A et Nassima T.*

Samira



Dédicace

*Je dédie ce modeste travail à :
Mes très chers parents, la lumière de ma vie
qui veillent sans cesse sur moi avec leurs
prières et leurs recommandations.*

Ma chère grand-mère.

*Mes très chers frères : Ismail, Mohammed
Lamine et Fouad.*

*Toute la famille ACHOUR et la famille
CHERGUI.*

Mon binôme et sa famille.

*Toutes mes amies qui ont une grande place
dans mon cœur surtout Somia K, Nassima
A, Nassima T.*

Nadia

ملخص

هذا العمل قد تم في مصنع المرجرين لابليل، هدفه استغلال المنتجات المحلية والإقليمية ذات قيمة غذائية ووظيفية عالية، زيت الزيتون وحليب الصويا من خلال إدماجها في المنتجات الغذائية المستهلكة على نطاق واسع والتي هي، المرجرين.

في هذا السياق، قمنا بتطوير مرجرين المائدة النباتية الصناعية بوضع جدول غذائي جديد (80% من الدهون و16-18% ماء)، مع استبدال جزء الكمية المائية بحليب الصويا وإثراء كمية الدهون بزيت الزيتون البكر. وأظهرت النتائج المحصل عليها أن، حليب الصويا يحتوي على قيمة غذائية عالية لغنائها بالبروتين (3.21%)، الأحماض الدهنية الأساسية ($\omega 3$ ، $\omega 6$) والمعادن.

إدراج زيت الزيتون بنسب بين 30 و35%، يحسن كثيرا من النوعية الغذائية للمرجرين، لغنائها بالأحماض الدهنية الأحادية غير المشبعة والأحماض الدهنية متعددة غير المشبعة.

وفيما يتعلق الخصائص الفيزيوكيميائية والميكروبيولوجية، كل من الصياغتين المركبتين من المرجرين المخصبة والزيتون المشكلة يمكن القول أنه تستوفي وتلبي المعايير المعمولة بها. وبالإضافة إلى ذلك، فإن دلائل النوعية (الحموضة ومؤشر بيروكسيد) للمرجرين المطورة تستوفي وتلبي المعايير المعمولة بها.

تحاليل الزيوت من قبل الفصل الكروماتوغرافي الغازي كشفت لنا مجموعة من الأحماض الدهنية من C10 إلى C20، أغلبتها حمض الأوليك، ووجود الأحماض الدهنية الأساسية $\omega 3$ و $\omega 6$ بنسبة عالية في زيت الزيتون (11، 30 و0.59%).

وفقا لتحليل من قبل GC / MS، يبدو أن حمض الأوليك هو السائد بكثير في الأنواع الثلاثة من المرجرين النباتية. الأنواع الثلاثة من المرجرين النباتية المخصبة أظهرت كل المجموعة من الأحماض الدهنية من C8 إلى C20 مع غنائها ب $\omega 6$

لون المرجرين يختلف نسبيا مع مستوى الكمية المستبدل من زيت الزيتون. ومن جهة أخرى، كشف اختبار فريدمان أن المرجرين النباتية المخصبة بزيت الزيتون وحليب الصويا ابدت تقدير كبير لنكهتها، البنية، الرائحة واللون. وتكشف دراسة الاستقرار التأكسدي بواسطة اختبار رانسيما وطريقة استعمال الفرن أن المرجرين التي تحتوي على 35% زيت الزيتون هي مقاومة أفضل للأكسدة. هذا الاستقرار نسبي لكمية زيت الزيتون المضافة.

كلمات البحث: المرغرين، الغذاء الصحي، زيت الزيتون، حليب الصويا، والأحماض الدهنية الأساسية.

Résumé

Le présent travail a été réalisé à la margarinerie Labelle, il a pour objectif l'exploitation des produits de terroir locaux de haute valeur nutritionnelle et fonctionnelle, huile d'olive et lait de soja via leur incorporation dans un produit alimentaire largement consommé qui est, la margarine.

Dans ce contexte, nous avons élaboré une nouvelle margarine de table diététique (80% MG et 16-18 % eau), avec substitution de sa phase aqueuse par le lait de soja et enrichissement de sa phase grasse avec l'huile d'olive vierge.

Les résultats obtenus montrent que, le lait de soja présente une haute valeur nutritive vue sa richesse en protéine (3.21%), AGE ($\omega 3$, $\omega 6$) et minéraux.

L'incorporation d'huile d'olive à des taux de 30 et 35%, améliore considérablement la qualité nutritive de la margarine, vue sa richesse en AGMI et AGPI.

Concernant la caractérisation physico-chimique et microbiologique des deux formulations de margarines enrichies, et des huiles qui les constituent, on peut affirmer qu'elles répondent aux

normes en vigueur. En outre, les indices de qualité (acidité et IP) des margarines élaborées ; sont également conformes aux normes.

L'analyse des huiles par CPG a révélé une gamme des acides gras allant de C10 à C20, avec prédominance d'acide oléique, et présence des acides gras essentiels $\omega 6$ et $\omega 3$ avec des teneurs élevées dans l'huile d'olive (11,30 et 0,59%).

D'après l'analyse par CG/MS, il s'avère que l'acide oléique est le plus prédominant dans les trois margarines. Les margarines enrichies ont présenté toute la gamme des AG de C8 à C20 avec une richesse en ($\omega 6$).

La couleur de la margarine varie proportionnellement avec le taux d'incorporation d'huile d'olive. Par ailleurs le test de Friedman a révélé que les margarines enrichies avec l'huile d'olive et le lait de soja sont beaucoup appréciées pour leur saveur, texture, odeur et couleur.

L'étude de la stabilité oxydative par le test de Rancimat et la méthode à l'étuve révèle que la margarine à 35% huile d'olive, présente une meilleure résistance à l'oxydation. Cette stabilité est proportionnelle aux taux d'incorporation d'huile d'olive.

Mots clés : margarine, aliments santé, huile d'olive, lait de soja, acides gras essentiels.

Abstract

This work has been carried out at the Labelle margarine, its objective is to exploit local products of high nutritional and functional value, olive oil and soya milk via their incorporation into a widely consumed food product which is, Margarine.

In this context, we have developed a new dietary table margarine (80% MG and 16-18% water) with substitution of its aqueous phase by soy milk and enrichment of its fatty phase with virgin olive oil .

The results obtained show that soy milk has a high nutritional value due to its richness in protein (3.21%), AGE ($\omega 3$, $\omega 6$) and minerals.

The incorporation of olive oil at rates of 30 and 35% greatly improves the nutritional quality of margarine, given its richness in AGMI and AGPI.

With regard to the physicochemical and microbiological characterization of the two formulations of enriched margarines and the oils which constitute them, it can be said that they meet the standards in force. In addition, the quality indices (acidity and IP) of the margarines produced; Also meet the standards.

The analysis of the oils by GC revealed a range of fatty acids ranging from C10 to C20 with predominance of oleic acid and presence of essential fatty acids $\omega 6$ and $\omega 3$ with high contents in olive oil (11, 30 and 0.59%).

According to GC / MS analysis, oleic acid is found to be most predominant in all three margarines. Enriched margarines showed the full range of C8 to C20 AG with a ($\omega 6$) richness.

The color of the margarine varies proportionally with the incorporation rate of olive oil. In addition, the Friedman test revealed that margarines enriched with olive oil and soy milk are much appreciated for their flavor, texture, odor and color.

The study of oxidative stability by the rancimat test and the oven method reveals that the margarine with 35% olive oil has a better resistance to oxidation. This stability is proportional to the incorporation rates of olive oil.

Keywords: margarine, health food, olive oil, soy milk, essential fatty acids.

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

PARTIE THEORIQUE

Chapitre I : Huile d'olive

I-1-L'olivier	4
I-1-1-Généralités.....	4
I-1-2-Position systématique	4
I-1-3-Répartition géographique.....	5
I-1-3-a Dans le monde.....	5
I-1-3-b Dans l'Algérie.....	5
I-2-L'olive.....	5
I-2-1-Définition.....	5
I-2-2 Composition chimique.....	6
I-2-3-Les variétés d'olive cultivées en Algérie.....	6
I-3-Huile d'olive.....	7
I-3-1 Origine et histoire.....	7
I-3-2 Qu'est-ce que l'huile d'olive ?.....	7
I-3-3 Classification des huiles.....	8
I-3-4 Caractéristiques de l'huile d'olive.....	8
I-3-4-a Caractéristiques physico-chimiques.....	8
I-3-4-b Caractéristiques sensorielles.....	10
I-3-5 Bienfaits de l'huile d'olive.....	11
I-3-5-a Intérêt nutritionnel de l'huile d'olive et son impact sur la santé.....	11
I-3-5-b Intérêt thérapeutique.....	11

Chapitre II : Lait de soja

II-1-La plante.....	15
II-1-1-Historique et origine.....	15
II-1-2- Définition.....	15
II-1-3- Noms locaux et caractères génériques ou spécifiques du soja	15
II-1-4- Caractéristiques agronomiques.....	15

II-1-5- Intérêt économique du soja.....	16
II-2-Graine de soja.....	17
II-2-1- Caractéristiques physiques et morphologiques du grain de soja.....	17
II-2-2-Composition de grain de soja.....	17
II-2-3-Production mondiale de soja.....	18
II-2-4- Produits dérivés de soja.....	18
II-3- Lait de soja.....	19
II-3-1-Définition.....	19
II-3-2-Classification.....	19
II-3-3- Composition du lait de soja.....	20
II-3-4-Valeur nutritionnelle du lait de soja.....	21
II-3-5- Procédé de production du lait de soja.....	22
II-3-6-Utilisations du tonyu.....	23
II-3-6-a-Lait de soja dans l'alimentation humaine.....	23
II-3-6-b-Lait de soja en élevage.....	23
II-3-7- Intérêt diététique du lait de soja.....	24
II-3-7-a-Soja et prévention du cancer.....	24
II-3-7-b- Le lait de soja convient en cas d'allergie aux protéines du lait de vache.....	25
II-3-7-c-Lait de soja et intolérance au lactose.....	25
II-3-7-d- Lait de soja et cholestérol.....	25
II-3-7-e- Lait de soja et la prévention de l'ostéoporose.....	25
II-3-7-f-Le lait Soja et de la ménopause.....	26

Chapitre III : La margarine

III-1-Historique.....	27
III-2-Définition.....	27
III-3-Types de margarines.....	27
III-4-Composition de la margarine.....	28
III-4-1-La phase grasse.....	28
III-4-2-La phase aqueuse.....	28
III-4-3-Les additifs.....	28
III-4-3-a- Les additifs liposolubles.....	28
III-4-3-b- Les additifs hydrosolubles.....	29
III-5 Fabrication de la margarine.....	29

PARTIE PRATIQUE

Chapitre IV : Matériels et méthodes

IV-1-Matériel Végétal.....	32
IV-2-Elaboration de la recette de margarine.....	32
IV-2-1-Formulation.....	32
IV-2-2- Extraction du lait de soja.....	33
IV-3- Préparation de la margarine à l'échelle laboratoire.....	34
IV-4 Méthodes d'analyses.....	39
IV-4-1 Analyses des matières premières.....	39
IV-4-1-1-Caractérisations physique de la graine de soja.....	39
IV-4-1-2 -Lait de soja.....	39
IV-4-1-2-a –Analyses physico-chimiques.....	39
IV-4-1-2-b- Analyses organoleptiques.....	44
IV-4-1-3- Les huiles.....	44
IV-4-1-3-a Analyses physico-chimiques des huiles.....	44
IV-4-1-4-Analyses du produit fini.....	44
IV-4-1-4-a-Analyses physico-chimiques.....	44
IV-4-1-4-b-Analyses microbiologiques de la margarine.....	50

Chapitre V : Résultats et discussions

V- 1-Résultats d'analyse des matières premières.....	55
V-1-1–Résultats d'analyse de la graine de soja.....	55
V-1-1-a-Résultats d'analyse physique de la graine de soja.....	55
V-1-1-b-Résultats d'analyse de graine de soja par l'Infra rouge(IR).....	56
V-1-2- Résultats d'analyse du lait de soja.....	57
V-1-2-a Résultats d'analyse physico-chimique.....	57
V-1-2-b-Résultats d'analyse organoleptique.....	58
V-1-3- Résultats d'analyses des huiles.....	59
V-1-3-a- Résultats d'analyses physico-chimiques des huiles.....	59
V-2- Résultats d'analyses du produit fini.....	63
V-2-1- Résultats d'analyses physico-chimiques de différentes margarines.....	63
V-3-Etude de la stabilité oxydative de la margarine.....	74
V-4-Résultats d'analyse microbiologique.....	79
V-5-Résultats d'analyses organoleptiques de différentes margarines.....	80
V-5-1-Goût.....	84

V-5-2-Couleur.....	84
V-5-3-Texture.....	85
Conclusion générale	86

Références

Annexes

Liste des tableaux

Tableau I-1 : Classement botanique de l'olivier.....	4
Tableau I-2 : Composition chimique de l'olive.....	6
Tableau I-3 : Classification physico-chimiques des huiles.....	9
Tableau I-4 : Caractérisation complémentaire des huiles d'olive.....	10
Tableau II -1 : Variation des composants de la graine de soja.....	18
Tableau II-2 : Classement de la production mondial de soja.....	18
Tableau II-3 : Composition en acides aminés essentiels du lait de soja.....	20
Tableau II-4 : Composition lipidique de 100gr de lait de soja	21
Tableau II-5 : Valeur nutritionnelle du lait de soja pour 100gr.....	22
Tableau IV-1 : Recettes formulées.....	34
Tableau V-1 : Caractéristiques morphologiques de la graine de soja.....	55
Tableau V-2 : Résultats d'analyse IR de la graine de soja.....	56
Tableau V-3 : Analyses physico-chimiques du lait de soja.....	57
Tableau V-4 : Résultats d'analyses organoleptiques.....	59
Tableau V-5 : Résultats d'analyses physico-chimiques des huiles.....	59
Tableau V-6 :Composition en acides gras des huiles (olive, palme et stéarine).....	60
Tableau V-7 :Résultats d'analyses physico-chimiques de margarine enrichie en huile d'olive à différent taux d'incorporation.....	63
Tableau V-8 : Résultats d'analyse de la couleur des margarines élaborées	68
Tableau V-9 : Composition en acides gras par CG/MS de margarines.....	71
Tableau V-10 Etude comparative de la composition en différentes classes d'acides gras....	73
Tableau V-11 : Résultats des analyses microbiologique des trois margarines.....	79

Liste des figures

Figure I-1 :L'olive.....	6
Figure II-1 : Plante de soja.....	16
Figure III.1 :Principales étapes de fabrication de la margarine.....	20
Figure IV-1 :Démarche expérimentale.....	31
Figure IV-2 : Procédé d'extraction du lait de soja.....	33
Figure IV-3 Diagramme de fabrication de la margarine.....	36
Figure IV- 4 a- Procédé d'élaboration de margarine au lait de soja et huile d'olive.....	37
Figure IV- 4-b : Procédé d'élaboration de margarine au lait de soja et huile d'olive.....	38
Figure IV-5 : Dimensions de la graine de soja la longueur, la largeur et l'épaisseur	39
Figure V-1 : Caractéristiques morphologiques de la graine de soja.....	55
Figure V-2 :Spèctre d'infra-rouge de la graine de soja.....	56
Figure V-3 : Composition moyenne du lait de soja.....	57
Figure V-4 Représentation des acides gras présents dans les huiles utilisées.....	61
Figure V-5 :Représentation des AGS et AGI présentent dans les huiles utilisées.....	62
Figure V-6 : Variation de l'humidité en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	64
Figure V-7 : Variation du points de fusion en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	64
Figure V-8 : Variation d'IP en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	65
Figure V-9 : Variation de la teneur en chlorure de sodium en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	65
Figure V-10 : Variation de pH en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	66
Figure V-11 : Variation de teneur en gras et le non gras en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	66
Figure V-12 : Variation de l'acidité et en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	67
Figure V-13 Variation de l'indice d'iode en fonction de taux d'incorporation de l'huile d'olive.....	67
Figure V-14 :Variation de l'indice de couleur de margarines en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	69
Figure V-15 : Spectre d'infrarouge des margarines élaborées	70
Figure V-16 :Représentation des acides gras présents dans les margarines élaborées.....	72
Figure V-17 Représentation des AGS et AGI présentent dans les margarines élaborées	72

Figure V-18 Variation de l'indice de peroxyde en fonction du temps de stockage, des margarines témoin et celles enrichies en huile d'olive à différentes T° (5°C, 30°C et 40°C)..	75
Figure V-19 Courbes de conductivité des margarines élaborées.....	77
Figure V-20 Variation du temps d'induction en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.....	79
Figure V-21 Présentation de la margarine lors de test de Friedman.....	80
Figure V-22 Ordre de classement de margarines selon le critère Goût.....	84
Figure V-23 : Ordre de classement de margarines selon le critère couleur.....	84
Figure V-24 :Ordre de classement de margarine selon le critère texture.....	85

Liste des abréviations

AC : Acidité

AGI: Acides Gras Insaturés

AGMI: Acides Gras Monoinsaturés

AGPI: Acides Gras Polyinsaturés

AGS: Acides Gras Saturés

CG/MS : Chromatographie phase gazeuse / spectro de masse

COI : Conseil Oléicole International

CPG : Chromatographie Phase Gazeuse

EST : Extrait Sec total

FAO : Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture

HDL : High Densité Lipidic cholestérol

H O : Huile d'Olive

II : Indice d'iode

IR : Infrarouge

G : Gras

LDL : Low Densité Lipidic cholestérol

MCV : Maladies Cardiovasculaires

MG : Matière Grasse

MS : Matière Sèche

NG : Non Gras

OMS : Organisation Mondiale de la Santé

pH : Potentiel d'hydrogène

INTRODUCTION GENERALE

Parmi les nutriments qui nous sont indispensables, les lipides et les protéines constituent une part importante de notre ration alimentaire quotidienne.

De nos jours, le consommateur est soucieux de son alimentation, il ne mange pas seulement pour se nourrir mais, mais il intègre aussi l'aspect « santé », car un déséquilibre dans son comportement alimentaire, peut affecter son organisme et le rendre vulnérable à certaines maladies telles que, le diabète, l'hypercholestérolémie, maladies cardiovasculaires, etc.

Les aliments à base de Soja sont caractérisés par leur richesse en protéines et lipides, dépourvus du cholestérol avec un ensemble d'acides aminés et d'acide gras essentiels et des éléments minéraux intéressants (Calcium, Phosphore et Fer) de point de vue nutritionnel.

Parmi ces aliments, le lait de soja ; produit d'origine végétale, il présente une source de protéines de haute valeur biologique qui peut remplacer la viande, d'une façon efficace tout sur le plan nutritif et économique. De plus c'est un produit exempt de graisse animale saturée, responsable de la plupart des maladies cardio-vasculaires. Il est riche en oligo-éléments et surtout en vitamines de groupe B. **(Bourgois et al. 1996)**, le lait de soja présente un plus grand intérêt dans la constitution de régime établi en vue de traitement de nombreuses maladies (le diabète, l'hypertension sanguine, les maladies rénales, les affections cutanées et nerveuses, cancers (le cancer de sein, de l'intestin, de poumon et l'estomac), ulcères et allergie, maladies cardio-vasculaire et l'ostéoporose.

A côté du soja et ses produits, un autre produit de terroir de grande importance, l'huile d'olive ; connue depuis très longtemps pour ses vertus protectrices, essentiellement grâce à l'acide oléique qu'elle contient.

Cette merveilleuse huile abaisse le niveau de cholestérol, et notamment le mauvais LDL tout en augmentant le bon HDL. , plusieurs pathologies digestives et hépatobiliaire, l'ostéoporose peuvent être prévenue ou diminuées par la consommation de quantités suffisantes de graisses mono-insaturées. Bien qu'ils soient présents en petites quantités, les antioxydants confèrent à l'huile d'olive des propriétés particulièrement importantes dans son usage thérapeutique. Il s'agit de vitamines divers (α -tocophérol) et d'autres agents tels que les substances phénoliques, en particulier l'hydroxytyrosol.

Dans cette optique, l'incorporation simultanée du lait de soja et l'huile d'olive dans une formulation alimentaire tel que la margarine, constitue une opération séduisante pour l'obtention de nouveaux produits fonctionnels ayant des propriétés thérapeutiques et diététiques.

Dans sa conception initiale, la margarine ; émulsion plastique constituée essentiellement de deux phases grasse et aqueuse, elle est dépourvue de vitamines du groupe B et de minéraux ; et par sa composition, elle peut subir des détériorations dont la plus importante est l'oxydation.

L'étude des constituants d'huile d'olive et de lait de soja, met en évidence des substances, aux propriétés très intéressantes pratiquement complémentaires de la margarine comme: des vitamines du groupe B, des polyphénols, des colorants naturels, des minéraux.

Ceci nous a naturellement conduits à formuler cette nouvelle margarine BIO et hautement nutritive dans laquelle nous avons intégré l'huile d'olive et le lait de soja.

La supplémentation en huile d'olive et lait de soja, dans les aliments peuvent contribuer à apporter une valeur ajoutée à ces produits de terroir. Les composés biologiquement actifs de ces produits permettraient d'avoir un double impact sur les nouveaux aliments ainsi élaborés.

En effet, ces produits naturels contribueront à apporter une meilleure qualité des aliments sur les plans technologiques et particulièrement sur le plan nutritionnel.

Cette nouvelle approche, aboutira à l'élaboration de nouveaux aliments fonctionnels avec un impact préventif contre une multitude de maladies. Ainsi, l'utilisation des huiles locales non hydrogénées et raffinées telle l'huile d'olive douées d'activité anti-oxydante et 100% bio présenteraient-elles un intérêt socioéconomique sans équivoque.

Selon la bibliographie, il n'existe aucune étude se rapportant à l'utilisation d'huile d'olive et du lait de soja dans les margarines. Des travaux (**Djouab et al. 2007; Zidani et al. 2009, Himed et al. 2011**), ont été réalisés sur les additifs utilisés dans la margarine et leurs possibilité de substitution par des extraits naturels de plantes (dattes, pelure de tomate, écorce de citron).

Notre travail qui a pour objectif, l'élaboration d'une nouvelle margarine à base du lait de soja et d'huile d'olive, il est structuré en trois parties :

La première, une synthèse bibliographique mettant l'accent sur : l'olivier et l'huile d'olive, la graine de soja et lait de soja et un aperçu succinct sur la composition et la fabrication de la margarine.

La seconde, porte sur la méthodologie suivie, elle est subdivisée en deux volets :

Le premier traite : la caractérisation morphologique et spectrale par IR de la graine de soja.

- L'extraction du lait de soja à partir de la graine et sa caractérisation physicochimique et organoleptique;
- La caractérisation physicochimique et CPG des huiles entrant dans la formulation de margarine.

Le deuxième volet élucide :

- La formulation et l'élaboration des margarines.
 - La caractérisation physicochimique, microbiologique et organoleptique des margarines élaborées, et analyse spectrales par IR et CG/MS.
 - L'étude de la stabilité oxydative par la méthode à l'étuve et le test de rancimat.
- Enfin la dernière partie, regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions suivie d'une conclusion générale et perspectives.

I-1 L'olivier

I-1-1 Généralités

L'olivier a une origine très ancienne. Son apparition et sa culture remonteraient à la préhistorique, mais nous ne pouvons déterminer avec certitude la voie de son expansion progressive et intermittente au cours de temps. **(Loussert et G.Brousse, 1978).**

Dont les noms vulgaires, dans le bassin méditerranéen, dérivent de deux sources uniques : (oléum) terme d'origine égéenne, passe directement du grec au latin : Olea, le nom herbeux ZAIT ou SAIT qui est passé dans l'arabe : ZAITUM. Ces deux noms, grec et herbeux, provenant de se substrat méditerranéen, laissant supposer un intermédiaire étrusque, sont venus, par les deux rives de la méditerranée, se rejoindre dans la péninsule ibérique. **(Pagnol.J, 1975).**

Les principales variétés de l'olivier se trouvant dans le bassin méditerranéen sont :

- Picholine, salonique, lucques, belgentieroise pour la production d'olives vertes.
- Tranche, Gailletier pour la production d'olive noire. **(Espiard.E, 2003).**

Les olives vertes sont essentiellement destinées à la consommation en fruit (entier ou dénoyauté) après traitement approprié et conservation en saumure ou dans leur huile, soit destinées à la production d'huile d'olive.

I-1-2 Position systématique. **(Ghedira.K, 2008).**

Le classement botanique de l'olivier est représenté dans le tableau suivant :

Tableau I-1 : Classement botanique de l'olivier.

Règne	Plantae
Embranchement	Magnolphyta
Sous-embranchement	Magnoliophytina
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Dialypétales
Ordre	Lamiales
Famille	Oleaceae
Genre	Olea
Espèce	Olea europea L
Sous-espèces	O. europea subsp.europaea var.sylvestris O. europea subsp.europaea var.europaea

I-1-3 Répartition géographique

I-1-3-a : Dans le monde

L'olivier fait l'objet d'une plantation intensive en bassin méditerranéen. L'Espagne vient en tête des pays européens avec 60% des surfaces oléicoles, l'Andalousie contribue à 75% de la production espagnole, on trouve aussi : l'Italie et la Grèce. (**Luchetti.F, 1999**).

L'olivier est également cultivé à forte échelle en : Tunisie, Maroc (**Rebour.H, 2005**). Syrie et Palestine (**fouin.J, 2003**).

I-1-3-b : Dans l'Algérie

L'olivier occupe la 1^{ère} place, pour une superficie comprise entre 85 et 100 mille hectares, il s'étend sur 1/3 de l'espace dévolu aux cultures fruitières arborescentes (28%).

Cependant la Kabylie totalise plus de moitié des oliviers algériens. (**Rebour.J, 2005**).

I-2 L'olive

I-2-1 Définition

L'olive est une drupe à mésocarpe charnu, indéhiscente, à noyau. Sa forme est ovoïde ou ellipsoïde. Ses dimensions sont très variables suivant les variétés.

La paroi de ce fruit est constituée :

- De l'épicarpe solidement attaché à la pulpe. A maturation, l'épicarpe passe de la couleur vert tendre (olive verte), à la couleur violette ou rouge (olive tournante) puis à la coloration noirâtre (olive noire).
- Du mésocarpe (pulpe ou chair), charnu, riche en huile.
- De l'endocarpe (noyau), scléreux, constitué par un noyau fusiforme, très dur. A l'intérieur du noyau se trouve une seule graine contenant embryon et albumen.

L'olive arrive à maturité en six mois, elle est constituée de 35 à 45 % d'eau, 15 à 29 % d'huile, le reste sont des substances végétales (extraits secs) (**Pagnol.J, 1975**).

Le pourcentage du poids sec de l'olive est représenté par :

- Epicarpe : 2 – 2.5 %.
- Mésocarpe (pulpe) : 71,5 -80,5 %.
- Endocarpe (paroi du noyau) : 2,0 –5,5 %. (**Sansoucy.R, 1984**).



Figure I-1 L'olive.

Anonym

I-2-2 Composition chimique

Le tableau I-2 montre les constituants de l'olive, ces composés se répartissent différemment dans les différentes parties de l'olive.

Les principaux constituants de l'olive sont : l'eau, les polysaccharides et les triglycérides (huile). Les triglycérides se concentrent principalement dans la pulpe et le noyau. En plus, de ces composés on trouve aussi une très grande variété de composés qui ne sont présents qu'en très petites quantités. Malgré leur faible teneur, ces composés ont une très grande importance car ils vont, d'une part, conférer à l'huile une grande partie de ses qualités gustatives et nutritionnelles, et d'autre part sa stabilité. (Roehly.Y, 2002).

Tableau I-2 : Composition chimique de l'olive (Ryan. D et Roublards. K, 1998).

Constituants (%)	Pulpe	noyau
Eau	50 – 60	9,3
Triglycérides	15- 30	0,7
Matière azotée	2- 5	3,4
Glucides	3- 7	41,0
Cellulose	3- 6	38,0
Sels minéraux	1-2	4,1
Composés phénolique	1-2,5	0 ,1
Autre composés	-	3,4

Elle contient diverses vitamines importantes, vitamine A et carotènes à raison de 760 à 1000U par 100g, B₁ très variable, B₂ très variable, C traces et des éléments minéraux (soufre, phosphore, chlore, iode, magnésium, calcium, fer, cuivre, manganèse).

On remarque que sa teneur en calcium est supérieure à celle des autres fruits et légumes, des viandes, du poisson, des pâtes et des pains, égale à celle du lait de vache (100g d'olives vertes apportent autant de calcium que 1.5L de lait). L'olive contient une forte teneur en matières grasses, sa valeur énergétique est supérieure à celle des autres fruits et légumes.

I-2-3 Les variétés d'olive cultivées en Algérie

En Algérie on trouve les variétés suivantes

- CHEMLAL (Kabylie) : fruits moyen, constitue plus des deux tiers des oliveraies algériennes mais réussit bien en moyenne altitude.
- SIGOISE (Olive de Tlemcen ou du tell, picholine marocaine) ; olive à deux fins (table / huile), (moitié ouest du pays) et s'étend sur tout le Maroc.
- AZERADJ (petite Kabylie) a deux fins, olive assez grosses.
- LIMLI (vallée de la Soummam).
- HAMRA donne de bons résultats au bord de la mer.
- BLANQUETTE (constantinois) très voisine de la chetoui de Tunisie. **(Pagnol.J, 1975).**

I-3 Huile d'olive

I-3-1 Origine et histoire

L'huile d'olive est connue depuis la préhistoire puisque des amphores qui devaient contenir le liquide doré ont retrouvées autour du bassin méditerranéen. Les phéniciens cultivent l'olivier en Syrie et en Palestine, puis les Grecques ont diffusé sa culture tout autour du bassin méditerranéen. Christophe Colomb l'emporta avec lui et à la fin du 18^{ème} siècle l'huile d'olive californienne était commercialisée. Aujourd'hui on peut trouver des oliveraies jusqu'en Afrique, au Japon et en Chine. **(Fouin.J, 2003).**

I-3-2 Qu'est-ce que l'huile d'olive ?

La 1^{ère} définition qui vient à l'esprit est, l'huile d'olive est un pur jus de fruit, en effet, c'est l'une des rares, si non la seule huile qui soit obtenue par raffinage mais seulement par des procédés mécaniques. Cette façon de l'obtenir garantit que toutes les vitamines et les substances définissant le goût et qui étaient présentes dans le fruit, se retrouvent intactes dans l'huile **(Bruckert, 2002).**

I-3-3 Classification des huiles

➤ Huile d'olive vierge extra : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,8 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles indiquées pour cette catégorie.

➤ Huile d'olive vierge : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 2 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.

➤ Huile d'olive vierge courante : huile d'olive vierge dont l'acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 3,3 g/100 g et dont les autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.1

➤ Huile d'olive raffinée : huile d'olive obtenue à partir des huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.1

➤ Huile d'olive : huile constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huiles d'olive vierges propres à la consommation humaine. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.2

➤ Huile de grignons d'olive raffinée : huile obtenue à partir d'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas de modifications de la structure glycéridique initiale. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 0,3 g/100 g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prescrites pour cette catégorie.1

➤ Huile de grignons d'olive : huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge. Son acidité libre exprimée en acide oléique est au maximum de 1 g/100g et ses autres caractéristiques correspondent à celles prévues pour cette catégorie. (CODEX STAN 33-1981).

I-3-4 Caractéristique de l'huile d'olive

I-3-4-a Caractéristique physico-chimique

La classification rapide des huiles se fait généralement en fonction de leur acidité libre (Tableau I-3), cependant les critères de sélection ou d'exclusion d'une huile dans une catégorie sont très nombreux. Ils peuvent être spécifiques à une catégorie d'huile ou plus généraux. Le suivi de ces différents critères est nécessaire car une dégradation de la qualité de l'huile peut avoir de nombreuses conséquences tant d'un point de vue nutritionnel que d'un point de vue risque sanitaire.

En effet, certains composés tels que les acides gras polyinsaturés (acides gras essentiels) ou la vitamine E sont parmi les acteurs principaux de l'intérêt nutritionnel de l'huile d'olive, mais ils sont très sensibles à l'oxydation. Une huile oxydée aura un intérêt nutritionnel plus faible qu'une huile bien conservée. Les produits d'oxydation des acides gras (radicaux peroxydes) pourraient potentiellement entraîner des mutations génétiques à l'origine de certains cancers. (Veillet.S, 2010).

Tableau I-3 : Classification physico-chimiques des huiles (FAO, 2001 et codex Alimentarius, 1989).

L'huile	Densité relative (à 20°C)	Acidité (% acide oléique)	Indice de peroxyde (mg O ₂ / kg)	Extinction spécifique à 270 nm E % 1cm	Acides gras saturé
Huile d'olive vierge extra	-	< 1	< 20	< 0.25	< 1.5
Huile d'olive vierge	-	< 2	< 20	< 0.25	< 1.5
Huile d'olive vierge ordinaire	0.910	< 3.3	< 20	< 0.3	< 1.5
Huile d'olive raffinée	-	< 0.3	< 5	< 1.1	< 1.8
Huile d'olive	0.916	< 1.5	< 1.5	< 1.1	-

Les trois paramètres, acidité libre, teneur peroxyde et l'examen spectro-photométrique à 270 nm, sont rapides. Il est donc possible de connaître rapidement l'état général de la qualité de l'huile d'olive à analyser (Veillet.s, 2010).

Les normes de qualité en industries agroalimentaires étant de plus en plus rigoureuses, d'autres critères doivent cependant être pris en considération (tableau I-4)

Tableau I-4 : Caractérisation complémentaire des huiles d'olive (Codex Alimentarius, 1989).

Analyse Huile	Indice de réfraction (nD 20°C)	Indice de saponification (mg KOH/g)	Indice d'iode (Wijs) (g I ₂ /100g d'huile)	Insaponifiable g/kg	Cires
Huile d'olive vierge	1.4677-1.4705	184-196	75-94	< 15	< 250
Huile d'olive raffinée	1.4677-1.4705	184-196	75-94	< 15	< 350

I-3-4-b Caractéristique sensorielles

Il existe 3 grands attributs positifs (COI, 2007).

➤ Amer : il est défini comme le goût élémentaire caractéristique de l'huile obtenue d'olive vertes.

➤ Fruité : ensemble des sensations olfactives caractéristique de l'huile, dépendant de la variété des olives, provenant de fruits sains et frais, perçues par voie directe ou rétronasale. Le fruité vert correspond aux caractéristiques rappelant les fruits verts à l'inverse du fruité mûr qui témoigne d'une récolte des olives plus tardive.

➤ Piquant : sensation de picotement, caractéristique des huiles produites au début de la campagne, principalement à partir d'olives encore vertes, pouvant être perçue dans toute la cavité buccale, en particulier dans la gorge. (COI, 2007).

Toute caractéristique autre que ces trois attributs sera perçue comme un défaut de l'huile.

Il est à noter que pour être classée comme «huile d'olive vierge extra », l'huile ne doit présenter aucun de ces défauts qui sont :

➤ Chôme/ lies : flaveur caractéristique de l'huile tirée d'olives entassées ou stockées dans des conditions telles qu'elles se trouvent dans un état avancé de fermentation anaérobie, ou de l'huile restée en contact avec les boues de décantation, ayant elles aussi subi un processus de fermentation anaérobie, dans les piles et les cuves.

➤ Moisi/ humide : flaveur caractéristique d'une huile obtenue d'olives attaquées par des moisissures et par suite d'un stockage des fruits pendant plusieurs jours dans l'humidité.

➤ Vieux/vinaigre ou acide/aigre : flaveur caractéristique de certaines huiles rappelant le vin ou le vinaigre. Cette flaveur est due fondamentalement à un processus de fermentation aérobie des olives ou des restes de pâte d'olive dans des scourtins qui n'auraient pas été lavés correctement, qui donne lieu à la formation d'acide acétique, acétate d'éthyle et éthanol.

➤ **Métallique** : flaveur qui rappelle les métaux. Elle est caractéristique de l'huile qui est demeurée longtemps en contact avec des surfaces métallique, au cours du procédé de broyage, de malaxage, de pression ou de stockage.

➤ **Rance** : flaveur des huiles ayant subi un processus d'oxydation intense. (Veillet.s, 2010).

I-3-5 Bienfaits de l'huile d'olive

Un certain nombre d'études ont montré que les taux de décès dus à des maladies cardiovasculaires (MCV) étaient plus bas dans les pays méditerranéens. Cela s'explique fondamentalement par la qualité du contenu lipidique des régimes traditionnels de cette région du monde. (Bruckert, 2002).

I-3-5-a Intérêt nutritionnel de l'huile d'olive et son impact sur la santé

L'huile d'olive est sans doute la meilleure des grasses qui sont utilisées dans l'alimentation de l'homme (Bruckert, 2002). Elle est caractérisée, d'une part par sa composition en acides gras avec prédominance des acides gras mono-insaturés (acide oléique) et d'autre part par la présence de composant mineur comportant notamment des teneurs non négligeables d'antioxydant. La consommation de l'acide oléique a un indiscutable intérêt dans la médecine préventive, ainsi les maladies cardio-vasculaires, plusieurs pathologies digestives et hépatobiliaires, l'ostéoporose peut être prévenue ou diminué par la consommation des quantités suffisantes de graisses mono-insaturées.

Bien qu'il soit présent en petites quantités, les antioxydants confèrent à l'huile d'olive des propriétés particulièrement importantes dans son usage thérapeutique. Il s'agit de vitamines divers (α -tocophérol) et d'autres agents tels que les substances phénolique, en particulier l'hydroxytyrosol (Veillet.s, 2010).

I-3-5-b Intérêt thérapeutique

➤ L'huile d'olive et la pression artérielle

Un certain nombre d'études ont montré que l'huile d'olive était favorable pour réguler la pression artérielle, il a été suggéré qu'un pourcentage accru d'acide oléique membranaire pouvait influencer favorablement sur les transports ioniques au niveau des cellules des endothéliums vasculaires (Fouin.J, 2003).

➤ **L'huile d'olive et le diabète**

La plus part des recommandations diététiques pour les patients ayant un diabète non insulino-dépendant incluent un apport accru d'hydrates de carbone complexes, une augmentation des fibres et une diminution des graisses en particulier riches en des acides gras saturés. Cela permet d'obtenir une réduction de cholestérol transporté par les lipoprotéines à faible densité, mais des études récentes semblent suggérer que les régimes riche en hydrates de carbone peuvent une augmentation triglycéridémique et réduire le cholestérol des HDL (**Viola.P, 1997**).

Selon Garg et ses collaborateurs (1988) (cités par **Viola.P.(1988)**), la substitution des hydrates de carbone complexes par la matière grasse mono-insaturée de l'huile d'olive, a donné des résultats positifs liés à l'amélioration du contrôle glycémique et le profil de la glycémie se trouvait considérablement amélioré. Les besoins des patients en insuline s'en trouvaient diminués et le profil de la glycémie se trouvait considérablement amélioré. Le régime à base d'huile d'olive permet, en fait de diminuer le taux de cholestérol des LDL et d'augmenter le cholestérol des HDL.

➤ **L'huile d'olive et les fonctions digestives**

Les profits digestifs de l'huile d'olive ont conduit à des utilisations nombreuses notamment dans le traitement des troubles gastriques biliaires, et la constipation. La motricité gastrique est stimulée par les acides gras non-insaturée et le temps de vidange gastrique est réduit, comparativement aux graisses saturées.

En effet, les principaux effets digestifs de l'huile de d'olive portent sur le fonctionnement biliaire. Elle est à la fois cholérétique (stimule la sécrétion hépatique de la bile), et cholécystocinétique (favorise l'évacuation de la vésicule biliaire) (**Fouin.J, 2003**).

➤ **L'huile d'olive et le vieillissement**

Le vieillissement est la conséquence progressive des modifications biologiques qui conduisent généralement vers la mort (**Viola.P, 1997**).

L'alimentation conditionne de nombreux aspects du vieillissement, l'exposition des cellules aux effets nuisible de la peroxydation peut jouer un rôle déterminant. En effet, dans les cellules, les radicaux libres peuvent agir aussi bien sur les acides nucléiques en provoquant la rupture des chaînes de nucléotides et des mutations, que sur les phospholipides des membranes qui sont ainsi altérées. La présence d'acides gras insaturés est une condition indispensable au bon fonctionnement des cellules nerveuses mais ils présentent une cause potentielle de dégât cellulaire (processus d'oxydation). Les substrats anti-oxydantes permettent d'assurer un équilibre entre ces effets antagonistes, il semble à ce point de vue que l'huile d'olive présente un bon rapport en vitamine E et en acide gras polyinsaturés (**Viola.P, 1997**).

Un autre problème grave du vieillissement est celui lié à la décalcification de l'os. Des études ont montrés que l'huile d'olive avait un effet favorable sur la minéralisation osseuse (**Viola.P, 1997**).

➤ **L'huile d'olive et la croissance**

Le nourrisson allaité avec du lait maternel, reçoit 50% des calories totales sous forme de lipides dont près de 10% sont représentées par des acides gras insaturés. L'enfant sevré a besoin encore d'une quantité relativement élevée de lipides proche de celle que lui procurait sa mère. Un faible apport d'acide linoléique peut entraîner des retards de la croissance, des altérations cutanées, hépatiques et du métabolisme.

Il est important également de maintenir un apport équilibré entre l'acide linoléique et l'acide α -linoléique, du fait qu'un excès du premier ou une carence du second peut causer des troubles du système nerveux. L'huile d'olive apporte en effet une quantité relativement basse d'acides gras essentiels, mais fournit un apport linoléique/ α -linoléique similaire à celui que l'on retrouve dans le lait maternel. (**Viola.P, 1997**).

D'autre part, dans une étude épidémiologique évaluant la densité osseuse de femmes adultes vivant dans le Midi de la France, il a été montré qu'une bonne minéralisation osseuse est associée à l'activité physique et la consommation régulière d'huile d'olive (**Fouin.J, 2003**).

➤ **L'huile d'olive et les maladies cardio-vasculaires**

Les pathologies cardio-vasculaires sont des affections multifactorielles avec une forte interaction entre des facteurs génétiques, physiopathologiques (hypertension artérielle, diabète...) et environnementaux (tabac, stress, alimentation...) (**Bruckert, 2002**).

De nombreuses études ont porté sur la croissance des rapports entre les graisses alimentaires et le développement ou la prévention de l'artériosclérose (**Viola.P, 1997**). Il a été prouvé que le régime riche en acide gras mono-insaturé sous forme d'acide oléique (cas de régime de l'huile d'olive), fait diminuer le taux de cholestérol LDL (mauvais cholestérol) tout en préservant voir en augmentant les taux de cholestérol HDL (le bon cholestérol). D'autre part, l'huile d'olive inhibe significativement le processus de peroxydation et augmente la résistance des LDL au stress oxydatif (**Fouin.J, 2003**).

La susceptibilité des LDL à l'oxydation dépend de rapport AGPI/AGMI, de la teneur en acide oléique et en antioxydant.

La α -tocophérol, est considérée comme l'antioxydant majeur des LDL. En outre, le β -carotène et le rétinol ont un effet important dans la résistance des lipoprotéines à l'oxydation. (**Bruckert, 2002**).

➤ **L'huile d'olive et le cancer**

L'alimentation méditerranéenne traditionnelle, dans la quelle l'huile d'olive est la source principale de graisse, semble exercer un rôle protecteur vis-à-vis de certains cancer (sein, colon, utérus et de prostate) dans les pays Méditerranéen (**Viola .P1988**).

L'adoption du régime méditerranéen en Bretagne, aux Etats-Unis permettrait de réduire considérablement l'incidence du cancer de prostate, de l'endomètre et du pancréas. (**Fouin.J, 2003**).

➤ **Autre effets de l'huile d'olive**

Les effets bénéfiques de la consommation de l'huile d'olive ne sont pas dus à l'acide oléique seul. Les composants secondaires de l'huile d'olive ont aussi des effets bénéfiques

- Les composés aromatiques donnent à l'huile d'olive des effets antimicrobiens
- Les phénols ont des effets anti-inflammatoires.
- Les hydrates de carbones, comme le squalène jouent un rôle protecteur contre le développement des tumeurs. (**Bruckert, 2002**).

II- 1 La plante

II-1-1 Historique et origine

Le soja (*Glycine max*), est originaire de Chine où des écrits anciens mentionnent son usage 3000 ans avant J.C. Son nom provient du mandchou Soya. Il est cultivé depuis des millénaires en Extrême-Orient, il n'est sorti que depuis peu. Introduit en France en 1740 et en 1894 en Algérie par les Français. **(Boyeldieu.J, 1991).**

Selon Li-yu- Yong, le soja serait originaire d'une région allant de Java passant par Cochinchine et atteignant le Japon. Cultivée depuis plus de 5000 ans, les chinois la considèrent comme l'une des cinq denrées sacrées. **(Matagrín.A, 1939).**

II-1-2 Définition

Le soja, encore appelé soja hispida, *Glycine hispida* ou *Glycine max* appartient à la famille des papilionacées. C'est une plante herbacée dont le fruit se présente sous forme de gousses de 3 à 10 cm de longueur contenant 1 à 5 grains globuleux selon les variétés dont la plus part atteignent une hauteur de 80 à 100 cm. **(Bertrand.J.P,1974).**

Ces grains se caractérisent tout particulièrement par leur richesse en protéine (38%) avec une proportion équilibrée d'acides aminés essentiels et par leur teneur en lipides (18%). Ils sont en outre d'excellentes sources de magnésium, d'oligo-élément et de vitamines de groupe B. **(Bertrand.J.P, 1974).**

II-1-3 Noms locaux et caractères génériques ou spécifiques du soja

Les noms de la plante ou de sa fève sont très divers ; on cite entre autres :

- Soy : (haricot ou fève) au Japon. Tout l'occident a préféré l'équivalent japonais du chinois sou.
- En France : Où l'on a dit souvent « pois oléagineux de chine », on prononce généralement soja.
- Chez nous : Le mot soya serait plus séduisant, surtout pour usage publicitaire. **(Matagrín.A, 1939).**

II-1-4 Caractéristiques agronomiques

- **Classification botanique de soja**

Selon **Melchior (1964)**, la classification du soja est la suivante :

- **Division** : Spermatophytes
- **Sous division** : Angiospermes
- **Classe** : Dicotylédones
- **Ordre** : Rosales
- **Famille** : Légumineuses
- **Sous famille** : Fabacees
- **Genre** : Glycine L.
- **Espèce** : Glycine max (L.) Merrill



Figure II-1 Plante de soja.

Anonym

➤ **Caractères botaniques**

Le soja est une légumineuse annuelle herbacée qui se caractérise par :

- Un port voisin de celui d'haricot nain, donc à tiges dressées, ramifiées, atteignant une hauteur de 0.30 à 1 mètre.
- Des feuilles alternes trifoliolées. Les folioles sont ovales et pubescentes.
- Des fleurs très petites, insérées directement à l'aisselle des feuilles par petites grappes de 2 à 5. Elles sont violettes ou blanches.
- Des gousses brunes et pileuses à maturité, mesurent de 3 à 11 cm de long et comportent de 1 à 3 graines.
- Des graines de forme sphérique plus ou moins allongées avec un tégument crème, parfois vert, jaune ou bicolore, avec un hile noir bien visible. **(Boyeldieu.J, 1991)**

II-1-5 Intérêt économique du soja

En se plaçant du point de vue du consommateur, on doit considérer le soja comme un aliment des plus avantageux, même s'il est à un prix rémunérant largement les peines et frais du producteur.

Dans le tarif des produits alimentaires, ce sont, à poids égal, ceux qui fournissent le plus d'albuminoïdes, puis les fruits et les légumes frais, enfin les corps gras, qui, toujours, battent le record des hauts prix. La fève de soja offre précisément, et dans les proportions requises, les éléments nutritifs les plus coûteux ; ce qui lui manque, féculé et sucre, est ce qu'il est aisé de trouver ailleurs et sans grands frais. **(Anonyme SOY VILAGE info).**

II-2-Graine de soja

II-2-1 Caractéristiques physiques et morphologiques du grain de soja

➤ La forme : La forme des graines de soja varie de quasiment sphérique à allongée et plate. Les variétés industrielles cultivées pour l'huile sont presque sphériques tandis que celles utilisées comme légumes sont plates.

➤ La couleur : La couleur des graines peut être jaune, verte, brune ou noire. Les variétés industrielles sont jaunes et la présence de graines d'autre couleur au sein d'un lot est considérée comme un défaut.

➤ La taille : La taille des graines est exprimée par le nombre de graines par unité de volume ou de masse. Les graines de soja industrielles pèsent de 14 à 18 gr par 100 graines, et celles de variétés « légumes » sont considérablement plus grosses.

➤ La structure : La structure de la graine consiste en une enveloppe externe (pellicule) et deux cotylédons, ainsi que deux structures de moindre importance : l'hypocotyle et la plumule.

Les cotylédons représentent 90% de la masse de la graine. Ils contiennent, dans leurs cellules palissadiques, la quasi-totalité de l'huile et des protéines.

Un examen microscopique de cellules révèle la présence de corps protéiques (parfois appelés grains à aleurone et de corpuscules lipidiques (ou sphérosomes) qui sont les structures de réserves respectives des protéines et des lipides. Les corps protéiques mesurent en moyenne 10 microns tandis que les corpuscules lipidiques ont typiquement entre 0,2 et 0,5 microns de diamètre.

➤ La pellicule : Qui représente environ 8% de la masse de la graine, tient ensemble les deux cotylédons et forme une couche protectrice efficace. (**Berk.Z, 1993**).

II-2-2 Composition de grain de soja

La composition des graines de soja peut varier selon les variétés et les conditions de culture. Grâce à la sélection, il a été possible d'obtenir des variétés ayant des teneurs en protéines comprises entre 40 et 45% et des lipides entre 18 et 20%. (**J-C.Cheftel, D.Lorient ; 1985**).

Tableau II -1 : Variation des composants de la graine de soja (CETIOM/AFNOR, 1987).

Composants		Valeurs extrêmes
Huile (% MS)	Graines entières	17-27
	Embryon	18,5 -30
Protéines (% MS)	Graines entières	34-52
	Tourteau de graines entières	42-60
	Embryon	37-58
	Tourteau d'embryon	50-80
	Pellicule	12-15

II-2-3 Production mondiale de soja

Tableau II-2 : Classement de la production mondiale de soja (2014)

Classement	Pays	Données en tonnes
1	Etats-Unis	108013660
2	Brésil	86760520
3	Argentine	53397715
4	chine	12201173
5	Inde	10528000
6	Paraguay	9975000
7	canada	6048600
8	Ukraine	3881930
9	Bolivie	3275025

Fr.actualitix.com/Pays/Wid/soja-pays-producteurs.Php

II-2-4 Produits dérivé de soja

- Lait de soja
- Huile de soja
- Tofu
- PST (protéines de soja texturées), viande de soja
- Miso
- Tempeh 100% soja

- Lécithine
- Farine de soja
- Soja grillé, Natto, Yuba et autres produits (www.dietobio.com/dossiers/fr/soja/).

II-3 Lait de soja

II-3-1 Définition

Le lait de soja, est au sens strict, un extrait aqueux de graines de soja. C'est une émulsion/suspension blanche contenant des glucides, des protéines solubles, et la majeure partie de l'huile de soja. Le lait de soja est un produit traditionnel en chine, et à un degré moindre ailleurs en Asie, mais n'a jamais constitué un élément prédominant dans l'alimentation populaire. (**Berk.Z , FAO. 1993**).

II-3-2 Classification

A l'exception du Japon où le Japonaise Agricultural Standard donne une définition et un classement des laits de soja, il n'existe aucune norme largement reconnue pour définir l'identité de ce produit.

La formulation des laits de soja et des produits dérivés est assez libre et leurs compositions peuvent être très différentes.

On peut classer les laits de soja et les produits dérivés d'après leur composition, de la façon suivante :

- Lait de soja entier (ou traditionnel) : obtenu par extraction à l'eau des graines entières, avec un ratio graine sur eau de : 1 / 5. Il contient environ 4% de protéines.
- Lait de soja imitation- lait : formule établie de manière à avoir une composition à peu près semblable à celle du lait. Le ratio graine sur eau est de : 1/7. La teneur en protéines est de 3,5. Légèrement sucré, il est additionné d'huile et de sel. Il peut contenir une imitation d'arôme de lait.
- boissons au soja : boissons sucrées et aromatisées contenant environ 1% de protéines. Le ratio graines sur eau est de : 1/20.
- Produits fermentés ou assimilés : tout produit ci-dessus après fermentation lactique ou acidification par l'acide lactique.
- Mélange : mélange de lait de soja avec d'autre lait végétal ou animal. (**Berk.Z.FAO. 1993**).
- Lait concentré de soja : il est à base de concentrés protéiques de soja mélangé avec de l'eau, des solides de sirop de maïs, du sel, et des graisses. (**Compdell et all ,1985**).

II-3-3 Composition du lait de soja

La composition et la valeur nutritionnelle d'un lait de soja peuvent varier considérablement, suivant la graine utilisée, selon le ratio eau /graines mises en œuvre et le taux d'extraction pratiqué.

Elles varient également selon la destination de produit :

➤ Tonyu nature : formulé avec d'autres ingrédients ou dilué pour constituer une boisson désaltérante. **(Godon.B, 1990).**

➤ Le tonyu concentré : plus riche (de 10 à 11,5% de matière sèche, de 4,5 à 5,2% de protéines, de 2,8 à 3,2% de lipides), lorsqu'il doit servir de matière première pour la fabrication de tofu ou d'autres produits élaborés. Ceci est obtenu par l'utilisation de ratio eau/ graines (5 ou 6 : 1) plus faibles qu'à l'habitude (8 à 10 : 1), ou par une centrifugation ou par ultrafiltration. **(Godon.B, 1996).**

La composition et la valeur nutritionnelle d'un lait de soja européen, selon la documentation d'un fabricant sont données au tableau II-3.

Tableau II-3 : Composition en acides aminés essentiels du lait de soja (mg/100g de protéines) par rapport aux doses journalières recommandés par la FAO/OMS

Acides aminés	Lait de soja	Besoin enfant 2-5ans	Adulte
Isoleucine	46	28	13
Leucine	79	66	19
Lysine	60	58	16
Méthionine et Cystine	16	25	17
Phénylalanine et Tyrosine	80	63	19
Thréonine	40	34	09
Tryptophane	–	11	05
Valine	48	35	13

Les Composition lipidique du lait de soja sont présentées dans le tableau ci-dessus.

Tableau II-4 : Composition lipidique de 100gr de lait de soja **(FAO .1993).**

Lipides totaux	2,1g
Acides gras saturés	0,3g
Acides gras mono-insaturés	0,5g
Acides gras poly insaturés	1,3g
-acide linoléique W ₆	1,1g
-acide α linoléique W ₃	0,2g
Cholestérol	0g

On constate l'absence de cholestérol et la prépondérance d'acides gras poly insaturés, ce qui montre les incidences de la composition du lait de soja sur la santé.

II-3-4 Valeur nutritionnelle du lait de soja

Le soja est une vraie alternative, le lait de soja est non seulement dépourvu de cholestérol et de lactose, mais ne contient pas non plus de gluten, d'additifs ni de conservateurs et d'exhausteurs de goût. Il est 100% végétal, il constitue une excellente source de protéines hautement digestibles (92–100%). ([www .asa.com](http://www.asa.com)).

La protéine de soja contient tous les acides aminés essentiels, bien que sa teneur en méthionine soit relativement faible, elle constitue une bonne source de lysine. (**Godon.B, 1996**).

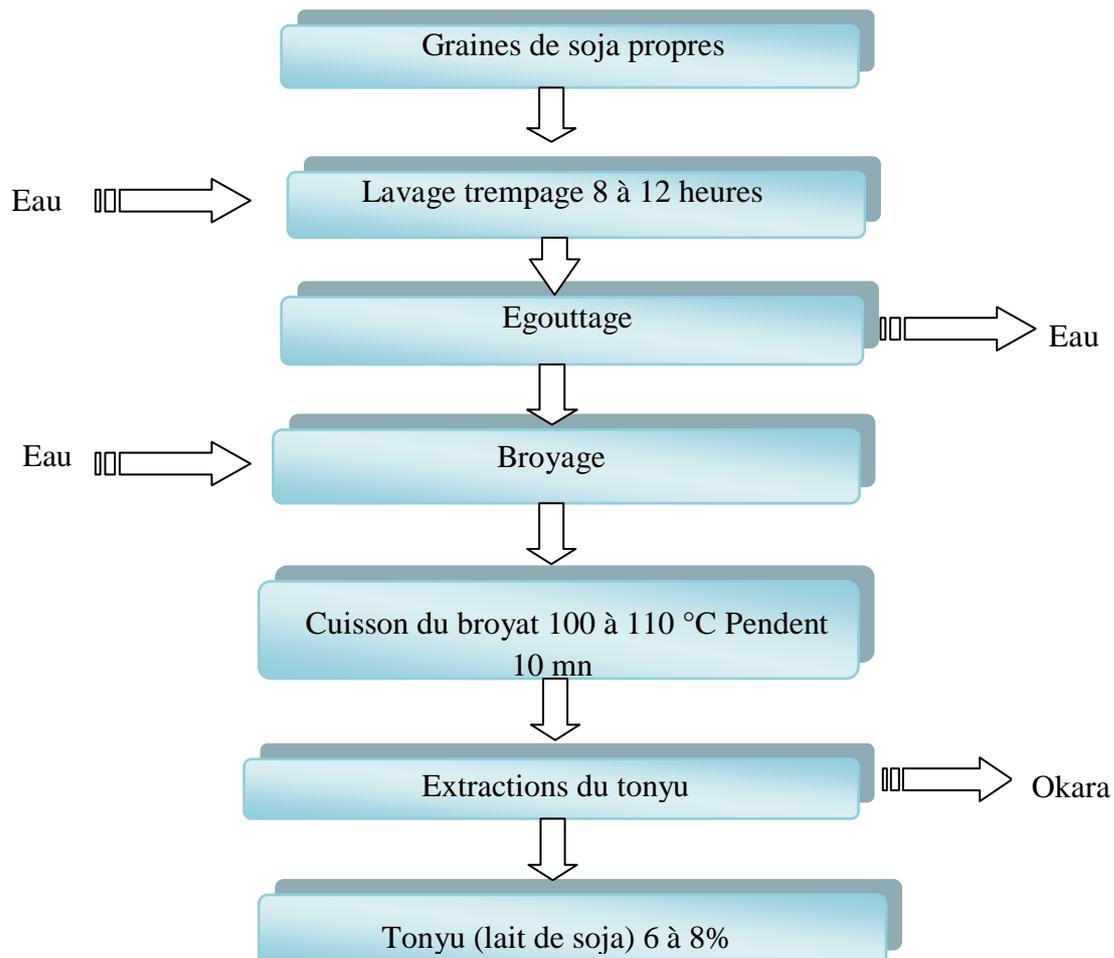
Le lait de soja, est un aliment d'origine végétal, riche nutritionnellement, il tient sa richesse naturelle de graines de soja. Il présente une source de protéines de haute valeur biologique qui peut remplacer la viande, d'une façon efficace tout sur le plan nutritif et économique. De plus c'est un produit exempt de graisse saturée, responsable de la plupart des maladies cardio-vasculaires. Il est riche en oligo-éléments et surtout en vitamines de groupe B. Le lait de soja entier sans complément ajouté, est une excellente source en protéine de grande qualité, de vitamines du groupe B et de fer. (**Bourgois et al ,1996**).

Tableau II-5: Valeur nutritionnelle du lait de soja pour 100gr

Valeur nutritionnelle pour 100gr	Lait de vache		Lait de soja
	Entier	Demi-écrémé	
Protéines	3,5g	3,5g	3,6g
Matières grasses	3,5g	1,5g	2,3g
Glucides	4,6g	5,4g	3,4g
Kj	269	208	204
Kcal	64	49	49
Cholestérol	10mg	5mg	0
Lactose	4,6g	5,4g	0

II-3-5- Procédé de production du lait de soja

Le procédé de fabrication du lait de soja qui demeure le plus général est représenté par la figure suivante :

**Figure II-2 :** Diagramme de production du lait de soja (Godon.B,1996).

II-3-6 Utilisations du tonyu

A l'instar d'autres ingrédients protéiques, le lait de soja peut être utilisé comme composant principal d'un aliment ou remplacer des ingrédients traditionnels, tels que le lait de vache ou les œufs. Il peut également être utilisé comme base pour les yoghourts, desserts glacés et fromages à base de soja.

II-3-6-a Lait de soja dans l'alimentation humaine

En dehors de ses utilisations comme boisson ou comme matière première de base pour les préparations classiques de tofu et de produits fermentés, le tonyu est une matière première intermédiaire pour de nombreuses fabrications nécessitant l'expression de propriétés fonctionnelles et la présence de lipides

Pour cela, on l'utilise sous forme concentrée (24% de MS) ou à l'état déshydraté.

Avec une formulation simple, le tonyu peut entrer en alimentation de nourrissons ne tolérant pas le lactose. Pour cet usage, on le supplémente d'une part en acides aminés soufrés, vitamines (A, D, B1, B2.....), minéraux (Ca, I₂.....)et d'autre part en sucres simples (glucose, saccharose, fructose). **(GODON.B, 1996).**

Il est utilisé en alimentation infantiles ; où divers préparations spécialisées à base de soja sont manufacturées, en particuliers aux Etats-Unis, pour l'alimentation des nourrissons et jeunes enfants allergiques au lait de vache. **(Matagrín.A, 1939).**

II-3-6-b Lait de soja en élevage

En élevage, le lait de soja rend de grands services, il est très usuel en Amérique comme en Asie, mais son usage est limité par le fait qu'il est encore plus économique de donner aux bestiaux adultes, la fève ou la farine du tourteau d'huilerie, que de leur préparer un lait végétal. C'est surtout pour les jeunes veaux, pour les porcelets, spécialement quand ils sont atteints de diarrhée pour avoir trop absorbé de farines douteuses ou même de lait écrémé et aigri, qu'un lait végétal plus riche, et préparé économiquement avec le soja aux prix actuels de la fève, rend des services exceptionnels : par sur croit, ce lait garantit le cheptel contre la propagation de la tuberculose et d'épizooties telles que la fièvre aphteuse.**(Matagrín.A,1939).**

II-3-7 Intérêt diététique du lait de soja

Le lait de soja présente un plus grand intérêt dans la constitution de régime établi en vue de traitement de nombreuses maladies. Le traitement de diabète est particulièrement justiciable d'un régime dans lequel on fait rentrer du soja, étant donné la pauvreté glucidique.

A côté du diabète, d'autres maladies sont justiciables par l'emploi du lait de soja nous citerons :

- L'hypertension sanguine
- Maladies rénales
- Les affections cutanées et nerveuses
- Cancers
- Ulcères et allergies
- Maladies cardio-vasculaire. **(Bourgois et al ,1986).**

II-3-7-a Soja et prévention du cancer (Anonyme, SOY VILAGE info).

Le soja contient des isoflavones qui ont pour effet de prévenir et de diminuer le risque d'apparition de plusieurs types de cancer; le cancer de sein, de l'intestin, de poumon et l'estomac. il a aussi un effet sur la prostate.

Il a été démontré que la consommation du lait de soja 1 à 2 fois / jour était associé à une réduction de 70 % du risque du cancer de la prostate.

➤ Le lait de soja et prévention du Cancer du Sein

Les protéines de soja peuvent empêcher que de nouvelles cellules sanguines ne deviennent des cellules cancéreuses et inhiber certaines enzymes essentielles à la croissance des tumeurs.

➤ Le lait de soja et prévention du cancer de l'intestin

Les recherches ont montrés que la consommation d'un ou deux plats de soja par semaine crée un effet protecteur car il diminue 7 fois le risque de la maladie.

➤ Le lait de soja et prévention du cancer de l'estomac

En Chine, le risque d'avoir le cancer d'estomac diminue de 40% chez les gens qui boivent du lait de soja.

➤ Le lait de soja et prévention du cancer des poumons

L'examen de près de 1500 hommes dans les provinces Chinoise à montré, que la consommation de soja a diminué de **50%** le cancer des poumons. (**MECENA.M, MECENA.V1994**).

II-3-7-b Le lait de soja convient en cas d'allergie aux protéines du lait de vache

Dans ce cas, le lait de soja apporte souvent une solution, car étant le risque d'allergie croisée est limité : 80 à 90 %, des enfants allergiques aux protéines du lait de vache peuvent consommer du lait de soja sans problème.

II-3-7-c Lait de soja et l'intolérance au lactose (Anonyme, SOY VILAGE info).

L'intolérance au lactose est provoquée par la digestion incomplète du lactose, le sucre contenu dans le lait d'origine animale, et peut engendrer des problèmes digestifs tels que les crampes d'estomac, les ballonnements et la diarrhée. Heureusement, le soja est naturellement dépourvu de lactose. En effet, Le lait végétal à base de soja, au niveau de son pouvoir nutritif, de sa consistance et de sa couleur, peut tout à fait être comparé au lait de vache, mais il a l'avantage de ne contenir aucune trace de lactose (0% de lactose).

II-3-7-d Lait de soja et cholestérol

Le lait de soja est riche en acides gras polyinsaturés et ne contient bien sûr pas de cholestérol (0% de Cholestérol) contre 140 mg/l pour le lait de vache. Des recherches ont montré que la consommation journalière de protéines de soja, soit l'équivalent de deux à trois verres lait de soja, pouvait réduire le taux de cholestérol total de 10%.

Etant donné que ce lait ne contient pas de cholestérol, il est surtout indiqué pour les vieux souffrant de l'hypertonie et maladies cardio-vasculaires et conseillé aussi pour les sportifs.

II-3-7-e Lait de soja et la prévention de l'ostéoporose

Il est incontestable que la consommation de protéines de soja présente de nombreux avantages pour les femmes. Les chercheurs se sont penchés sur le rôle de la consommation de protéines de soja sur la prévention et le contrôle de l'ostéoporose. Cette dernière est causée par une carence en calcium, une insuffisance en œstrogène, manque d'exercices et autres facteurs diététiques.

Le risque pour l'ostéoporose est plus élevé chez les femmes que chez les hommes.

En effet, les protéines de soja

- Contribuent à réduire les risques de fractures et d'ostéoporose chez la femme, en aidant à maintenir et à raffermir la résistance des os ;
- Inhibent la résorption osseuse.
- Améliorent la rétention du calcium, par rapport aux protéines animales (103mg / jour contre 150 mg / jour).

II-3-7-f Le lait Soja et la ménopause

La ménopause chez les femmes s'accompagne bouffées de chaleur, insomnies, sensation de fatigue, irritabilité, maux de tête ...

La consommation de protéines de soja pendant 12 semaines réduisaient de 40 % les bouffées de chaleur chez les femmes post-ménopausiques, ainsi que l'atténuation des autres symptômes de l'après-ménopause. (**Anonyme, SOY VILAGE info**).

III-1-Historique

La margarine (du Grec « margaron » blanc de perle) constitue l'un des produits de transformation des corps gras. Elle a été inventée en **1869** en France à la suite d'un concours ouvert par Napoléon III pour fournir à la marine un corps gras semblable au beurre, moins cher et qui puisse se conserver longtemps sans rancir tout en gardant sa valeur nutritive.

Pour répondre à ce concours, le pharmacien Français **Mège-Mouries (1817-1880)** a mis au point une margarine qui est une émulsion blanche résultant du mélange de matières grasses d'origine animales (suif), de lait et d'eau.

La découverte de nouveaux procédés technologiques comme l'hydrogénation, l'interestérification et le fractionnement a permis d'élargir le champ d'utilisation des huiles et des graisses végétales dans la fabrication de margarines, ce qui a entraîné leur considérable développement. D'hier à aujourd'hui, on ne parle plus d'une margarine, mais de différents types, qui sont diversifiés par leurs quantités et compositions en phase grasse, leurs valeurs énergétiques etc. (**François.R, 1974**).

III- 2- Définition

La margarine est une émulsion de type eau dans huile qui comprend deux phases essentielles :

- Une phase continue : la phase grasse
- Une phase dispersée : la phase aqueuse

Elle contient aussi des additifs :

- Liposolubles tels que : la lécithine, les mono-et diglycérides (comme émulsifiants), les colorants, les arômes naturels ou synthétiques, et les vitamines.
- Hydrosolubles tels que : le sel, les conservateurs. (**Graille.J, 2003**).

La définition complète de la margarine est donc un système polydispersé de corps gras à l'état solide et à l'état liquide d'eau et / ou lait, d'ingrédients et quelques fois de bulles de gaz. (**kaeleskind.A, 1992**)

III- 3- Types de margarines

Il existe plusieurs sortes de margarines, variables selon les utilisations envisagées, ou distingue :

- **Les margarines de tables** : destinées aux emplois ménagers et culinaires.

➤ **Les margarines pour industries alimentaires** : qui consistent en une variété assez étendue de produits pour feuilletage, pâtes levées, utilisées en boulangerie, pâtisseries, biscotterie, crèmes glacées etc.

➤ **Les margarines diététiques ou spéciales (basses calories)** : destinées pour certains emplois particuliers comme : les sportifs, les régimes amaigrissants, les enfants et vieillards, certaines catégories de malades, etc. **(François.R, 1974)**.

III-4- Composition de la margarine

La margarine comprend une phase grasse dans laquelle se trouve dispersée une phase aqueuse et des adjuvants dont la composition est en général identique :

- 80 % à 82% de lipides, appelé phase grasse.
- 16% à 18% d'eau et /ou lait, constituant la phase aqueuse.
- 2% d'additifs, obligatoires ou facultatifs. **(Graille.J ,2003)**

III-4-1-La phase grasse

Elle représente la partie la plus importante de l'émulsion (80-82 %) dans les margarines. Elle comprend selon le cas des huiles et des graisses végétales, ou animales, fluides ou partiellement hydrogénées. **(Winnacker ,1969)**.

La composition du mélange des corps gras varie avec la saison et dépend des quantités et des prix des matières disponibles sur le marché mondial **(karleskind.A, 1992)**

III-4-2-La phase aqueuse

Elle est constituée d'eau et /ou lait.

- L'eau rentrant dans la fabrication de la margarine doit être potable, limpide, débarrassée de toute coloration, d'odeur et de micro-organismes pathogènes. **(Fredot .E, 2005)**
- Le lait utilisé peut être du lait frais ou en poudre reconstituée, il doit être pasteurisé. **(karleskind.A ,1992)**

III-4-3- Les additifs

III-4-3-a- Les additifs liposolubles

Ce sont les émulsifiants, les colorants, les vitamines et les arômes.

III-4-3-b Les additifs hydrosolubles

Ce sont les sels, les sucres, les conservateurs, les correcteurs de pH, les antioxydants, les révélateurs.

III-5 Fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine est une technologie connue est maîtrisée (voir Figure III.1), elle comprend les étapes suivantes :

- Préparation de la phase grasse
- Préparation de la phase aqueuse
- Préparation de l'émulsion (émulsification)
- Refroidissement : ce qui entraîne la cristallisation des lipides
- Malaxage : qui donne à la margarine meilleure consistance et plus grande homogénéité.

Le diagramme suivant récapitule les différentes étapes de fabrication de la margarine :

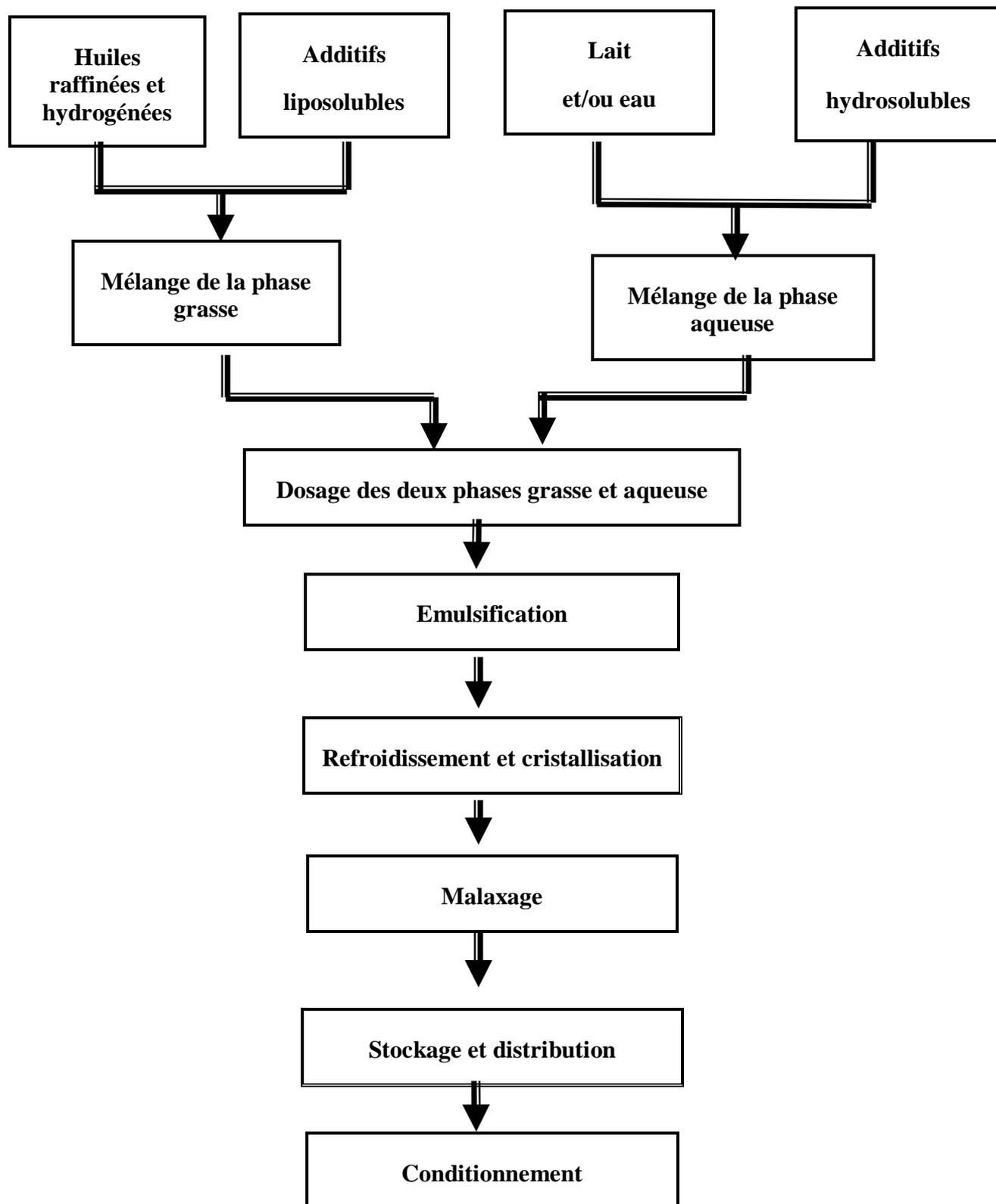


Figure III.1: Principales étapes de la fabrication de la margarine (karleskind.A, 1992)

Dans le cadre de la présente étude, nous avons suivi la démarche expérimentale donnée comme suit :

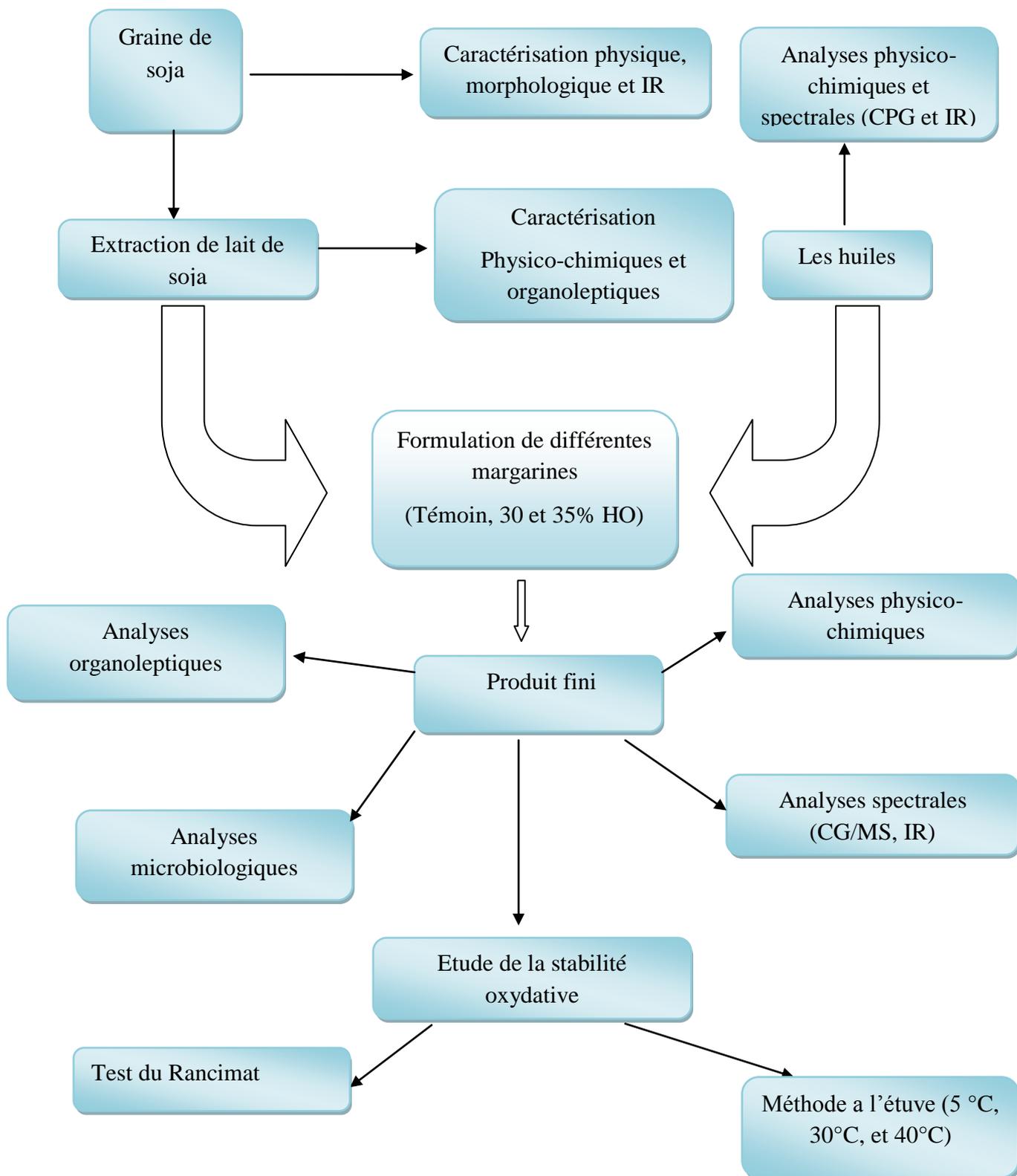


Figure IV-1 Démarche expérimentale

IV-1 Matériel Végétal

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

➤ **Les huiles :** les huiles utilisées (palme, stéarine) fournies par la margarinerie Labelle (Bejaïa) sont des huiles importées. L'huile d'olive provient de la wilaya de Tizi-Ouzou (OUADHIA) elle est utilisée comme substituant de la partie fluide dans la phase grasse. C'est une huile vierge de couleur jaune verte.

➤ **Les additifs :** tous les autres additifs liposolubles et hydrosolubles sont aussi fournis par la margarinerie Labelle (Dar-El-Beida).

➤ **La graine de soja :** est achetée au niveau du marché de « Réghaia »

➤ **Le lait de soja :** c'est un lait végétal, extrait de graines de soja au niveau du laboratoire pédagogique de corps gras à la FSI/ Université de Boumerdes. Il est utilisé comme substituant de la phase aqueuse.

IV-2 Elaboration de la recette de margarine

IV-2-1 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, et pour élaborer une margarine de table en substituant sa phase aqueuse par le lait de soja, on doit établir une formulation appropriée conforme au norme.

La première étape consiste à fixer les propriétés que l'on désire conférer à notre produit, notamment son point de fusion, son pH, sa teneur en eau, sa teneur en protéines aussi son goût et odeur, une fusion rapide dans la bouche, surtout une plasticité et une facilité d'étalement « Tartinabilité ».

L'objectif de notre travail est de formuler une margarine de table diététique ayant une composition de 80-82% MG et 16-18% eau.

Ce la revient donc à :

- ✓ Fixer le taux d'incorporation du lait de soja (phase aqueuse 16-18 %).
- ✓ Fixer un mélange adéquat d'huiles végétales (huile d'olive) et concrètes (palme et stéarine), afin d'obtenir une margarine ayant un point de fusion allant de 34-39,5°C.

La deuxième étape consiste en un mélange des deux phases : huileuse et aqueuse dans des proportions requises, tout en intégrant les additifs liposolubles et hydrosolubles dans les deux phases respectivement.

IV-2-2 Extraction du lait de soja

L'extraction du lait de soja utilisé dans la formulation de notre margarine était réalisée au niveau de laboratoire pédagogique de corps gras à la FSI/ Université de Boumerdes.

Le lait de soja est donc préparé comme suit :

Tremper 275 g de graines de soja séchées dans l'eau pendant 08 à 10heures environ, quand celles-ci sont bien imbibées d'eau, elles sont rincées et introduites dans un broyeur.

On ajoute de l'eau à des quantités variables selon la destination du lait fabriqué, pour la préparation d'un lait ordinaire, on utilise 2 litres d'eau.

On laisse bouillir le broyat dans un bain marie pendant 10 mn à 100-110°C avec agitation manuelle pour éviter la précipitation des protéines de lait de soja.

Après cuisson du broyat on fait passer le liquide obtenu à travers un filtre afin de séparer l'émulsion laiteuse (le lait) du résidu « OKARA ».

Le procédé de fabrication du lait de soja est donné par le diagramme suivant :

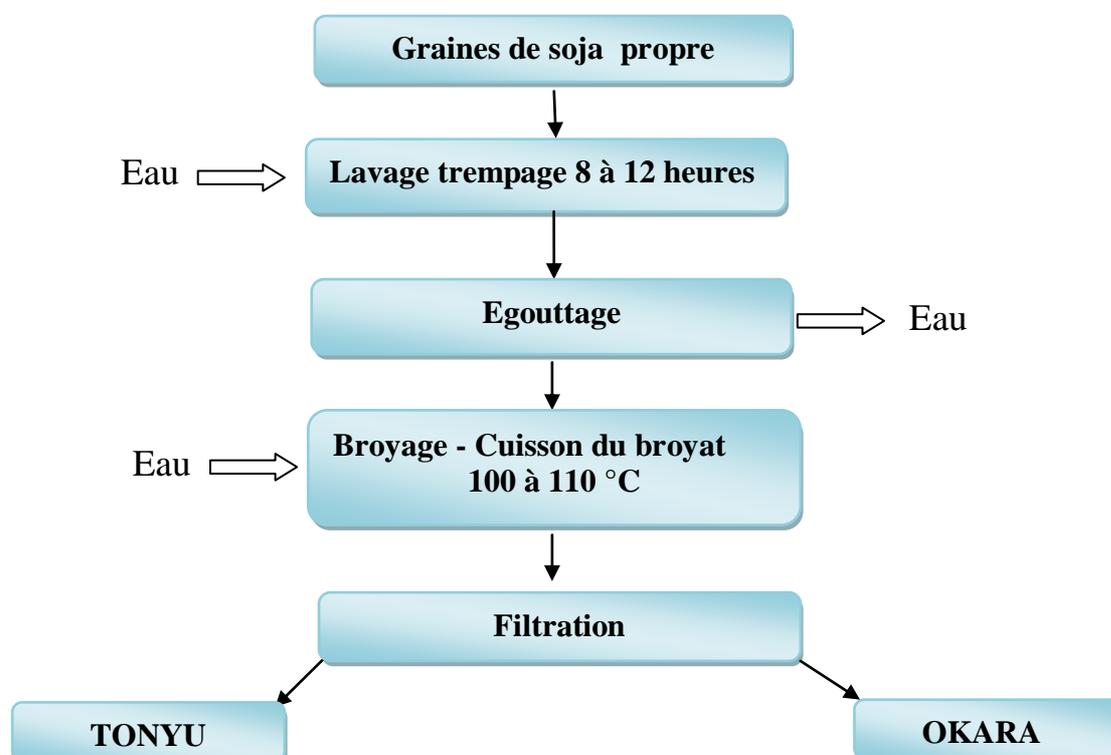


Figure IV-2 : Procédé d'extraction du lait de soja.

IV-3 Préparation de la margarine à l'échelle laboratoire

Rappelons que notre objectif est la fabrication d'une margarine à tartiner composée de :

- phase aqueuse avec le lait de soja, (fixation de taux d'incorporation de lait de soja pour obtenir une humidité de produit fini de 16 à 18%)
- phase grasse avec des pourcentages différents d'huiles (huile d'olive, huile de palme et la stéarine)

Plusieurs recettes ont été réalisées à cet effet, les deux recettes retenues sont données dans le tableau IV-1.

Les quantités des huiles, palme et stéarine ne sont pas mentionnées, cela fait partie de secret professionnel de Labelle, aussi ce travail entre dans le cadre d'une thèse de Doctorat.

Tableau IV-1 : Recettes formulées.

	Recette 1	Recette 2
Lait de soja	18%	18%
Huile d'olive	30%	35%
Huile de palme	X	X
La stéarine	X	X
Ingrédients liposoluble (en g)		
Lécithine	1	
Emulsifiant	1	
Tocophérol	0,04	
Vitamine	0,008	
Arome de beurre	0,06	
β -carotène	0,2	
Ingrédient hydrosoluble (en g)		
Sel	0,5	
Sorbate de sodium	0,1	
Acide citrique	0,2	

La fabrication de la margarine donnée selon les deux recettes a été réalisée à la margarinerie labelle, elle comprend les étapes suivantes :

➤ **Préparation de la phase grasse**

La phase grasse utilisée est constituée de trois huiles ; huile d'olive comme huile fluide, huile de palme et la stéarine comme huile concrète, ces huiles sont préalablement pesées selon la formulation proposée tout en réalisant la pesée des ingrédients liposolubles.

Les huiles sont introduites dans un bêcher de 500 ml et portées à une température de 60-65°C. En parallèle, les ingrédients liposolubles en quantités requises par la recette sont dissouts dans ces huiles.

L'agitation est réalisée à l'aide d'un agitateur magnétique.

➤ **Préparation de la phase aqueuse**

La phase aqueuse est constituée du lait de soja pasteurisé, pour la margarine formulée selon la recette et de l'eau traitée pour la margarine témoin.

On introduit les ingrédients hydrosolubles préalablement pesés dans un bêcher de 250ml , contenant la phase aqueuse puis le mélange est porté à une température de 60-65 °C pendant 15mn ,pour biens dissoudre les ingrédients hydrosolubles et le lait de soja.

La dissolution de la phase aqueuse est effectuée sous agitation magnétique.

➤ **Emulsification**

Elle consiste en un mélange des deux phases grasse et aqueuse à une température de 60-65°C pendant 15 à 20 mn avec une agitation. Cette dernière est réalisée au moyen d'un batteur électrique afin d'obtenir une émulsion homogène.

➤ **Refroidissement**

L'émulsion obtenue est déposée dans un autre récipient, plus grand, contenant de la glace (0°C), où elle se fige et se stabilise sous l'effet du froid. Une agitation lente au moyen d'un batteur électrique associée à un raclage manuel de la margarine est appliquée.

➤ **Malaxage**

Cette opération consiste à donner au produit final une plasticité et une texture convenable. La margarine ainsi obtenue subit un malaxage mécanique périodique de faible vitesse jusqu'à stabilisation totale de la texture.

➤ **Conditionnement**

Une fois produite, la margarine est mise dans des pots en plastique fermés hermétiquement.

➤ **Stockage**

Les pots de margarines sont stockés au réfrigérateur à une température de 4-6°C

Les différentes étapes de fabrication de margarine sont représentées dans le diagramme suivant :

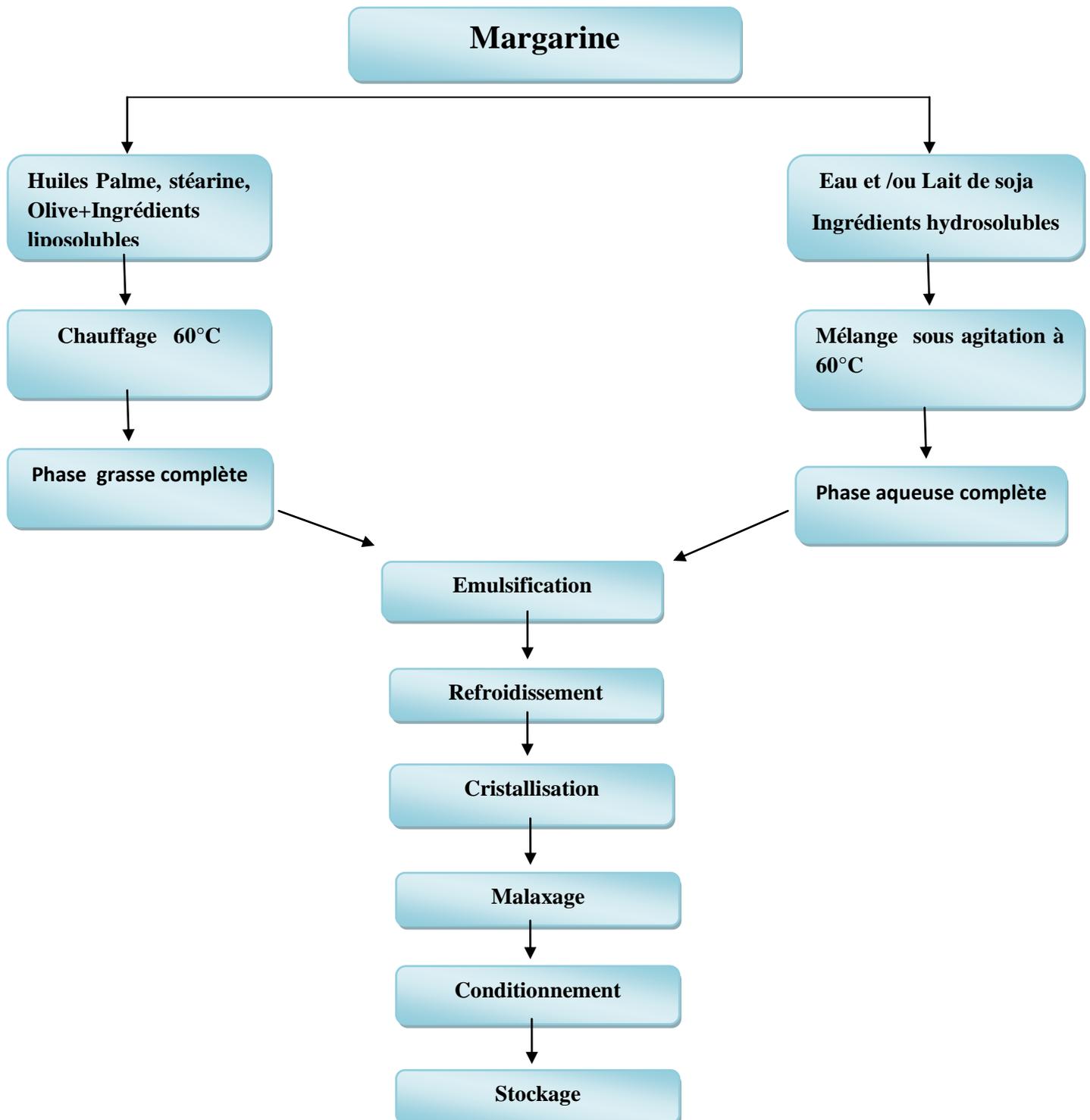


Figure IV-3 Diagramme de fabrication de la margarine.

Les différentes étapes de fabrication des margarines (recette 1 ; 2 et témoin) sont illustrées dans la figure IV-4 a et IV-4 b

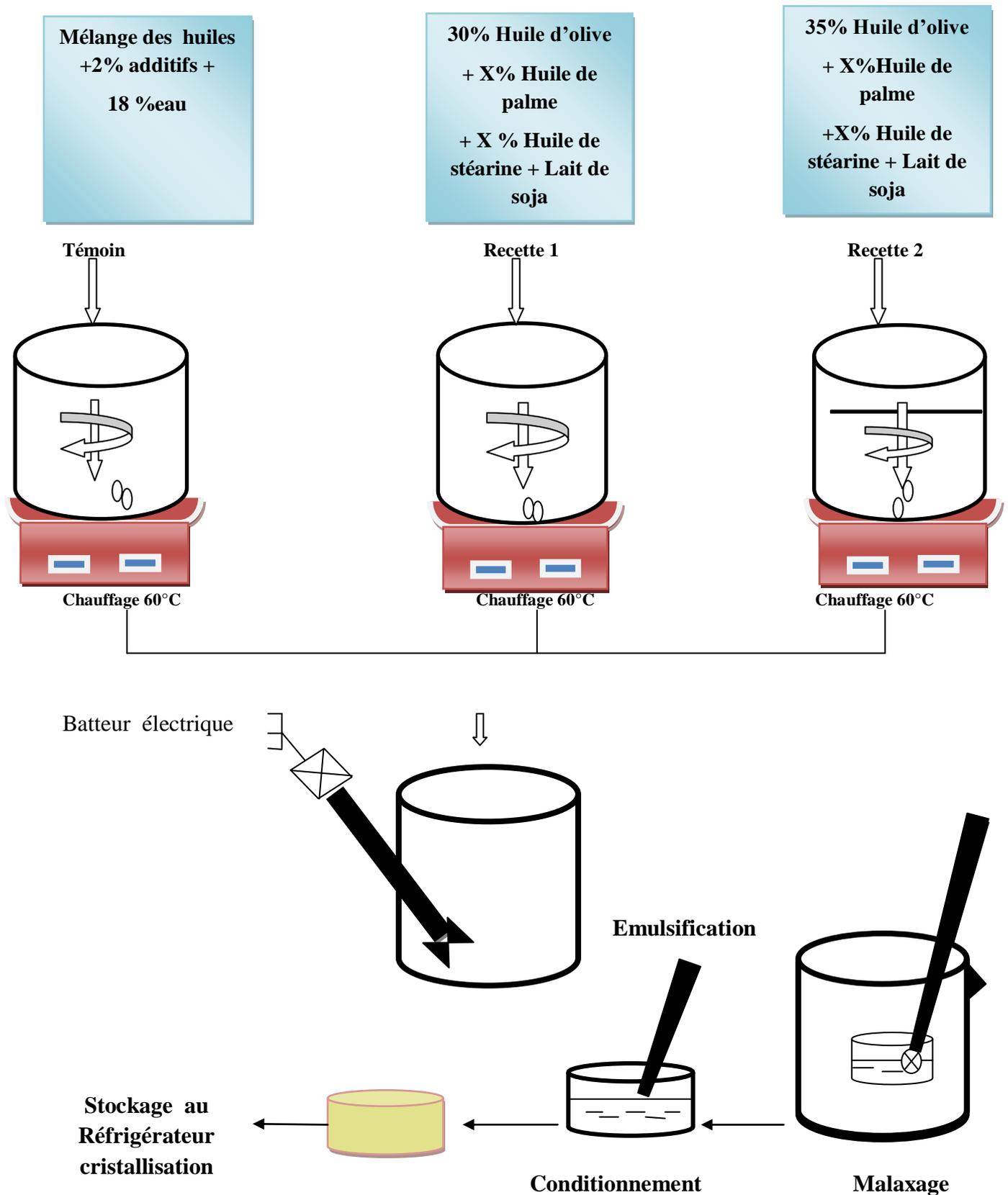
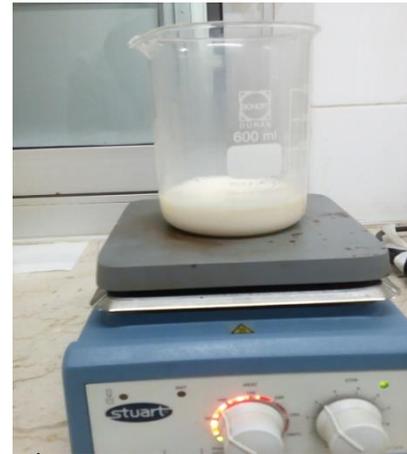


Figure IV- 4 a- Procédé d'élaboration de margarine au lait de soja et huile d'olive.



Préparation de la phase grasse



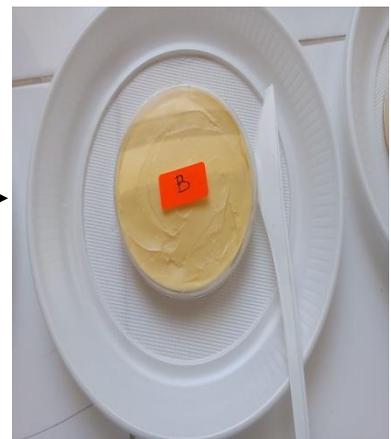
Préparation de la phase aqueuse



Emulsification



Malaxage



Produit fini

Figure IV- 4-b : Procédé d'élaboration de margarine au lait de soja et huile d'olive.

IV-4 Méthodes d'analyses

Les analyses décrites dans cette partie sont d'ordre physico-chimique, organoleptique et microbiologique. Elles sont effectuées sur les matières premières (le lait de soja et les huiles) ainsi que le produit fini.

IV-4-1 Analyses des matières premières

IV-4-1-1 Caractérisation physique de la graine de soja

Les caractéristiques physiques sont réalisées sur 100 graines prélevées au hasard sur lesquels sont déterminés :

- Les dimensions de la graine entière (longueur, largeur et épaisseur) au moyen d'un pied à coulisse.
- Le poids de 100 grains, au moyen d'une balance analytique à la précision de ± 0.001 .

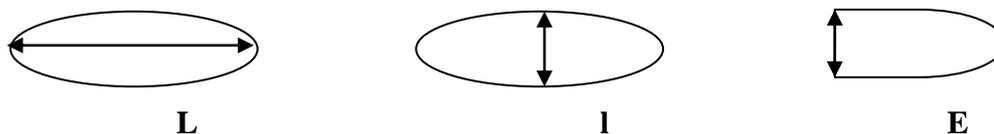


Figure IV-5 Dimensions de la graine de soja, la longueur(L), la largeur (l) et l'épaisseur (E)

IV-4-1-2 Lait de soja

IV-4-1-2-a Analyses physico-chimiques

Le but des analyses physico-chimiques effectuées sur le lait de soja est ,de déterminer ses différentes caractéristiques en vue de vérifier sa conformité aux normes et sa composition moyenne, car il entre dans la composition de la margarine comme matière première, donc il doit répondre à des critères physico- chimiques très stricts.

1-Détermination de la matière grasse par la méthode acido- butyrométrique (AFNOR, 1986).

➤ Principe

La méthode GERBER (butyrométrique) consiste en une séparation de la matière grasse du 11ml du lait (lait de soja) par centrifugation dans un butyromètre, après dissolution des protéines par l'ajout de 10ml l'acide sulfurique concentré, la séparation de la matière grasse est favorisée par l'addition de 1ml d'alcool iso amylique. L'élévation de la température et la centrifugation permet d'isoler la matière grasse, qu'on quantifie dans la partie graduée de butyromètre.

2- Détermination de l'acidité titrable (AFNOR, 1986).

➤ Principe

Le principe consiste à mesurer la teneur en acide lactique d'un échantillon de 10ml du lait de soja. Elle est déterminée par titrage volumique avec une solution alcaline (NaOH 0.1N) en présence d'un indicateur coloré (phénophtaléine).

➤ Expression des résultats

$$AC = V \times 10 (\text{°D})$$

Où :

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage en ml

NB : un degré dornic équivaut à un nombre correspondant au dixième de ml de soude N/9 nécessaire pour neutraliser 10ml du lait.

3- Mesure de pH (AFNOR, 1986).

➤ Principe

Cette méthode consiste en une mesure ionique (avec le pH mètre) du produit à analyser (lait de soja), le pH est déterminé en immergeant l'électrode dans la solution analysée. La valeur de pH est affichée sur l'écran de l'appareil.

4-Détermination de l'extrait sec total (AFNOR, 1986).

➤ Principe

L'extrait sec total est déterminé par la méthode d'étuvage à 105°C, qui est basée sur l'élimination de la totalité de l'eau contenue dans l'échantillon. C'est la masse résiduelle après dessiccation de 10ml du lait de soja. Il est exprimé conventionnellement en pourcentage massique.

➤ Expression des résultats

L'extrait sec total est donné par la formule suivante

$$EST = 100\% - H (\%)$$

Où

H (%) : teneur en eau (humidité)

Avec la teneur en eau H (%) est donnée par la formule suivante :

➤ L'humidité

$$H(\%) = [(m_1 - m_2) / (m_1 - m_0)] \times 100$$

Où

m_0 : poids de la capsule vide.

m_1 : poids de la capsule + l'échantillon avant étuvage.

m_2 : poids de la capsule + l'échantillon après étuvage.

5- Détermination des cendres (NF V 04-206, 1989).

➤ Principe

Les cendres sont obtenues après minéralisation de 5ml du lait de soja à 600°C pendant 4 heures. La matière minérale présente dans le produit est exprimée en pourcentage de masse par rapport à la matière sèche.

➤ Expression des résultats

Le taux de cendres est exprimé en pourcentage et égale à :

$$C \% = [(P_2 - P_1) / m] \times 100$$

Où :

P_1 : Poids de la capsule vide

P_2 : Poids de la capsule + échantillon après minéralisation

m : Prise d'essai

6-Détermination de la densité (AFNOR, 1986).

➤ Principe

La densité est définie comme étant le quotient d'un certain volume de lait sur un même volume d'eau, le rapport doit se faire à température et à pression constante. Elle est déterminée à l'aide d'un lactodensimètre.

➤ Expression des résultats

Les normes donnent la densité à 15°C. Mais si la température est différente de 15°C on adopte la correction suivante :

$$D = D_0 + 0,2 (20 - T)$$

Où

D_0 : densité lue sur le lactodensimètre

D : densité réelle

T : Température sur le lactodensimètre

7-Dosage des chlorures (Méthode Charpentier-Volard) (AFNOR, 1986).

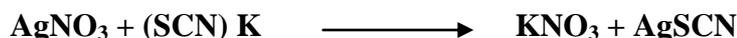
➤ Principe

Le dosage des chlorures se fait sur le filtrat obtenu après défécation du lait de soja par le ferrocyanure de potassium et l'acétate de zinc.

Les chlorures sont dosés dans le filtrat par argentétrie en milieu nitrique. Les chlorures précipitent à l'état d'AgCl selon la réaction :



Le AgNO_3 en excès qui n'a pas réagi est dosé en retour par une solution titrée de sulfocyanure de potassium (S=C=N-K) le SCNK forme en présence de AgNO_3 en excès un précipité de AgSCN insoluble suivant la réaction :



On utilise pour apprécier la fin de la réaction de l'alun de fer comme indicateur, dès la fin de la réaction, le SCNK en excès réagit avec l'alun de fer pour former le $(\text{SCN})_3\text{Fe}$ de couleur rouge.

➤ Expression des résultats

$$\text{NaCl} = (5 - V) \times 0,585$$

Où :

V : volume de sulfocyanure de potassium ayant servi au titrage.

8- Détermination de l'azote total par la méthode Kjeldahl (NF-V 04-211, 1971).

➤ Principe

Le principe de la méthode est basé sur la transformation de l'azote organique en sulfate d'ammonium sous l'action de l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur. Le sulfate d'ammonium obtenu est distillé sous forme d'ammoniac et dosé après déplacement, en milieu alcalin.



La détermination des protéines par la méthode de Kjeldahl s'effectue en trois étapes :

- Minéralisation
- Alcalinisation et extraction de l'ammoniac par distillation
- Dosage
- **Expression des résultats**

$$NT = (TH \times V \times 14 / E) \text{ g/l}$$

Où

NT: L'azote total.

TH: Titre de H₂SO₄ (0,1N).

V : Volume de H₂SO₄ en ml.

E : Prise d'essai.

14: Coefficient de correspondance.

9-Détermination de la teneur en azote non protéique

➤ Principe

Plusieurs substances azotées restent en solution dans les conditions de précipitation des protéines, ces substances ne se précipitent pas sous l'action de l'acide trichloro acétique (TCA) utilisé à 12%. Bien qu'elles contiennent de l'azote, ce ne sont pas des protéines, elles sont dites non protéiques.

➤ Expression des résultats

La teneur en azote non protéique est exprimé en gr /l

$$NNP = [(0,987 \times TH \times V \times 14) / 20] \times 100 / 40$$

Donc le taux de l'azote protéique est égale à

$$NP = (NT - NNP) \times 6,25$$

6,25 : coefficient des protéines d'origine végétale

NNP : azote non protéique

NP : azote protéique

NT : azote total

IV-4-1-2-b Analyses organoleptiques

Les analyses organoleptiques du lait de soja sont faites visuellement par un panel de dégustateurs (Les étudiants en technologie alimentaire de Boumerdes), elles permettent une description complète de la qualité gustative (saveur, arômes, couleur et texture).

IV-4-1-3 Les huiles

IV-4-1-3-a Analyses physico-chimiques des huiles

Les analyses physico-chimiques effectuées sur les huiles ont le même principe avec la margarine. Elles ont porté sur la détermination de :

- L'acidité
- L'indice d'iode
- Le point de fusion
- L'indice de peroxyde
- Composition en AG

IV-4-1-4 Analyses du produit fini

IV-4-1-4-a Analyses physico-chimiques

Le contrôle physico-chimique joue un rôle préventif pour le maintien de la qualité gustative et nutritive des produits finis.

1-Détermination de l'humidité

Principe

Le principe est basé sur la perte à l'étuve à 105 °C de 5g de la margarine, mélangée avec 20g de sable purifié.

Expression des résultats

$$\text{Eau et matière volatile (\%)} = (P_1/P_2) \times 100$$

Soit :

P₁ : Perte de poids (g).

P₂ : Poids de la prise d'essai (g)

2-Détermination du pH (AFNOR, 1982).

Principe

Le pH est déterminé directement sur la phase aqueuse après sa séparation de la margarine, à l'aide d'un pH-mètre.

3-Détermination du point de fusion (NE-1-2-50/1985).

Le point de fusion est la température à laquelle une matière grasse solidifiée dans un tube capillaire se ramollit jusqu'à tel point qu'elle remonte dans le tube.

➤ Principe

Il est basé sur le passage de matière grasse de l'état solide à l'état liquide, sous l'effet de la chaleur. (Wolf, 1968).

4-Détermination de l'indice de peroxyde (Wolff, 1968).

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés entrant dans la composition des corps gras s'oxydent en donnant des peroxydes. L'indice de peroxyde est défini comme étant le nombre de milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium.

➤ principe

Une prise de 2g du corps gras à analyser est additionnée de 10 ml de chloroforme. Après dissolution du corps gras à agitation, un volume de 15 ml de l'acide acétique puis 1ml de solution du d'iodure de potassium saturé sont ajoutés.

Le flacon est aussitôt bouché, agité pendant 1mn, puis mise à l'abri de la lumière pendant 5 mn, Au bout de ce temps, un volume de 75 ml d'eau distillée contenant quelques gouttes d'empois d'amidon est ajouté au mélange pour servir d'indicateur .

Le titrage est effectué avec la solution de thiosulfate de sodium 0.1N en agitant vigoureusement jusqu'à décoloration .Parallèlement et simultanément, un essai témoin est effectué.

➤ Expression des résultats

L'indice de peroxyde exprimé en méq g d'O₂ /Kg de corps gras est donné par la formule suivante :

$$IP = (V - V_0) / m \times 10$$

IP = indice de peroxyde.

V = volume en millilitres de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai avec l'échantillon.

V₀ = volume en millilitres de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai témoin.

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

5-Détermination de l'acidité (NF EN ISO 660, 1999).

L'hydrolyse des corps gras, qu'elle soit d'origine chimique ou enzymatique entraîne la formation d'acides gras libres, dont la mesure permet d'évaluer l'état de son altération par Hydrolyse.

L'acidité peut être exprimée de deux manières:

L'indice d'acide (IA) qui est le nombre de mg de potasse nécessaire pour neutraliser les acides gras libres contenus dans un g de corps gras

L'acidité (% A) est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide laurique pour le coprah et le palmiste, en acide palmitique pour le palme et en acide oléique pour la majeure partie des corps gras.

➤ principe

Il consiste à la mise en solution 3 à 5g d'échantillon dans un mélange de 50 ml d'alcool éthylique-éther diéthylique dans les proportions 1: 2, en présence de phénolphaléine, puis titrage des acides gras libres présents à l'aide d'une solution de soude.

➤ Expression des résultats

L'indice d'acide en mg de KOH est calculé selon la formule suivante :

$$IA = (V \times 5.6) / P$$

V : le volume de soude employé (ml).

P : Poids de la prise d'essai (g).

5.6 : Le nombre de mg de potasse équivalent à 1 ml de soude à 0.1 N.

L'acidité en (%) est calculée en équivalent acide oléique

$$A\% = 0.5 \times IA$$

6-Détermination de l'indice d'iode (Brown, 1956).

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation globale des corps gras.
L'indice d'iode est calculé selon la formule suivante: (BIMBENET, J-J).

$$II = \% C18:1 \times 0.860 + \% C18:2 \times 1.732 + \% C18:3 \times 2.616$$

7-Détermination de la teneur en NaCl (NE-1-2-429.1989).

La teneur en NaCl est exprimée en pourcentage de chlorure de sodium contenue dans la matière grasse, le protocole suivi est celui de la norme de l'entreprise

➤ principe

La méthode est basée sur la formation d'un précipité de chlorure d'argent de 5g d'échantillon par addition de nitrate d'argent, le 2 ml de chromate de potassium 10% forme un complexe de coloration rouge brique en présence d'un excès de nitrate d'argent en fin de réaction. Parallèlement, un essai témoin est effectué.

➤ Expression des résultats

Le pourcentage de NaCl est donné par la formule suivante :

$$NaCl = 5.85 \times V \times N / m$$

V : volume en millilitre de la solution de nitrate d'argent utilisée.

N : normalité de la solution de nitrate utilisée.

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

5.85 : coefficient de proportionnalité.

8-Détermination du gras et du non gras (Wolff, J.P, 1968).**➤ Principe**

Les deux parties grasses et non grasses sont séparées grâce à une extraction par solvant, et leur poids est calculé après séchage à l'étuve réglée à 105 °C.

➤ Expression des résultats

$$NG \% = [(P_2 - P_1) / P] \times 100 + \% \text{ eau}$$

P₁ : le poids du filtre vide (g).

P₂ : le poids du filtre avec le résidu (g).

P : la masse de la prise d'essai (g).

La teneur en gras exprimée en % est donnée par la formule suivante:

$$\% \text{ G} = 100 - \% \text{ NG}$$

9- Détermination de la couleur (Calvo M.M, Gracia M.L, 2007).

Trois lectures directes sont prises sur la margarine, soigneusement placée dans des boîtes pétri couverte de verre optique. La couleur est mesurée par un chroma Mètre à réfractance (CR-10 Konica Minolta Japon) utilisant le système CIE Lab, La tonalité est calculée comme $\tan^{-1}(a^*/b^*)$: 90° = jaune, 180° = vert, 0° = rouge. L'indice de saturation est calculé comme $C = (a^* + b^*)^{1/2}$: distance entre l'origine et le point de la couleur déterminée.

L* : 0 = noire et 100 = blanc; $a^* - 60$ = vert et $+60$ = rouge; $b^* - 60$ = bleu et $+60$ = jaune.

10-Analyse structurale par spectroscopie infrarouge (Mahdi Y, Saib I, 2016).

La spectroscopie IR est l'une des méthodes spectrales qui permet l'identification des groupements fonctionnels. Les analyses de spectroscopie IR ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier de type JASCO FT/IR- 4100 couplé à un ordinateur digital permettant le tracé des spectres entre $[4000 \text{ et } 400 \text{ cm}^{-1}]$.

➤ Principe

La spectrométrie infrarouge s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule en mettant en évidence la présence de liaisons entre les atomes (fonctions et groupements).

Un spectre infrarouge est traditionnellement présenté en transmission (fraction de l'intensité transmise par rapport à l'intensité incidente) exprimée en pourcentage et l'axe des abscisses en fonction du nombre d'onde (inverse de la longueur d'onde), sur un axe dirigé vers la gauche.

11-Analyse par CG/MS

a- Principe (point 5 de la méthode ISO 5509:2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301).

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification.

b- Mode opératoire

Dans une éprouvette à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de l'échantillon d'huile. Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter. Ajouter 0,2 ml de la solution méthanoïque 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE, bien fermer et agiter énergiquement pendant 30 secondes. Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire. Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques. La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe. Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique. Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

12- Etude de la stabilité oxydative de la margarine.

Les oxydations représentent les principales altérations des matières grasses insaturées, aboutissant à leur rancissement oxydatif. Selon les mécanismes réactionnels mis en œuvre, les oxydations sont subdivisées en autoxydation, photooxydation et oxydation enzymatique. Il existe plusieurs méthodes utilisées pour évaluer la stabilité oxydative de la margarine.

a-Méthode à l'étuve (Test de Shaal)

Principe

Le principe consiste à évaluer la stabilité oxydative au cours du stockage des margarines à trois températures, 5°C, 30°C et 40 °C.

La mise en évidence de l'oxydation est montrée par la mesure de l'indice de peroxyde, sur des prélèvements faits tous les 7 jours. Cette méthode présente l'avantage de se rapprocher des conditions réelles de stockage (**Anwar F et al ., 2006**).

b-Test de Rancimat

Le test au Rancimat a été reconnu comme une méthode officielle à l'échelle internationale (**Norme ISO 6886**), et par de nombreux pays tels que les Etats-Unis d'Amérique, le Japon et la Suisse (**ISO 6886, 2006 ; Rahmani, 2007**).

➤ **Principe**

Passage d'un courant d'air purifié à travers l'échantillon porté à une température spécifiée. Les gaz dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure de l'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement.

Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation (**ISO 6886, 2006**). Le test au Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyse réduites (**Aparicio et al., 1999**).

Cependant, de part les conditions drastiques d'oxydation (haute température, bullage intensif d'air), cette méthode ne permet pas de déterminer la stabilité des corps gras à température ambiante mais elle permet de comparer l'efficacité des antioxydants ajoutés aux corps gras (**Judde, 2004 Benakmoum et al., 2008**).

➤ **Conditions d'analyse**

-Température : 100°C

-Delta T: 1.60°C

-Gas flow: 20 L/H

-Start delay 0 min

-Start mode: per channel

-Stop time: 0.00h

-Stop at conductivity: 0µS/ Cm

-Equipment utilisé: RANCIMAT 743

IV-4-1-4-b-Analyses microbiologiques de la margarine

Les normes de l'entreprise « Labelle » sont tirées du journal officiel de la république algérienne démocratique et populaires N° **35 du 27 mai 1998**.

Dans le cas de la margarine, les germes recherchés sont :

La flore mésophile totale, les coliformes totaux et fécaux, levures et moisissures, salmonella et staphylococcus aureus.

➤ **Préparation de la solution mère et des dilutions**

A l'aide d'une spatule stérile, une quantité de 40g de margarine est prélevée et introduite dans un flacon stérile auquel un volume de 34 ml du diluant Ringer ou de l'eau physiologique est additionné. Cette suspension constitue la solution mère.

Le flacon est ensuite porté dans un bain marie à 45°C pendant 30 mn .Après agitation et repos, il y a séparation des phases grasses et aqueuses.

Les dilutions sont préparées en introduisant aseptiquement à l'aide d'une pipette stérile 1 ml de la phase aqueuse dans un tube contenant 9 ml d'eau physiologique stérile, réalisant ainsi la dilution 10^{-1} .

Un volume de 1 ml est prélevé à partir de la dilution 10^{-1} puis introduit dans un tube contenant 9 ml d'eau physiologique, obtenant ainsi la dilution 10^{-2} , les dilutions qui suivent sont réalisées de la même manière (NF V 08-010 / 1982).

➤ **Recherche et dénombrement des germes totaux aérobies mésophiles**

Le dénombrement de la flore totale aérobie mésophile, reste la meilleure méthode permettant d'estimer l'indice de salubrité et de qualité des aliments dans le contrôle industriel.

(Bonnefoy et al ,2002).

➤ **Mode opératoire**

A l'aide d'une pipette stérile,1 ml de chaque dilution décimale est prélevé et déposé dans une boîte de pétri stérile à laquelle un volume de 15ml de gélose PCA en surfusion à 50°C est ajouté ,après homogénéisation et solidification à température ambiante, la boîte est incubée à 30°C pendant 27h .

➤ **Lecture**

Il ne faut prendre en considération que les boîtes contenant un de colonies compris entre 15 et 300 colonies.

Le dénombrement de FAMT se fait selon la loi de KASS :

$$\text{Nombre de bactéries} = \text{nombre de colonies} \times 1 / \text{Dilution}$$

Le résultat final sera exprimé en nombre de germes /g du produit analysé.

➤ **Recherche et dénombrement des coliformes totaux et coliformes fécaux**

La numération sur milieu solide est effectuée sur milieu VRBL contenant du lactose et rendu sélectif par la présence des sels biliaries et de cristal violet. **(Bonney et al ; 2002).**

➤ **Mode opératoire**

A l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de chaque dilution décimale est porté dans deux boîtes de pétri stériles, auxquelles 15 ml de la gélose VRBL en surfusion à 50 °C sont ajoutés.

Après homogénéisation et solidification, une boîte sera incubée à 37°C pendant 24 à 48 h et servira à la recherche des coliformes totaux.

L'autre boîte sera incubée à 44°C pendant 24 à 48h et servira à la recherche des coliformes fécaux.

➤ **Lecture**

Les colonies apparaissent bombées et rouge foncées par la réduction du lactose.

Le dénombrement se fait en multipliant le nombre de colonies par l'inverse de la dilution.

➤ **Recherche et dénombrement des levures et moisissures**

Les levures sont des champignons unicellulaires alors que les moisissures sont des champignons filamenteux, ils sont hétérotrophes, aérobies, acidophiles et mésophiles. **(Guiraud.J, 2003).**

➤ **Mode opératoire**

Un volume de 1ml de chaque dilution décimale est déposé dans une boîte de pétri stérile à laquelle un volume de 20ml de gélose OGA en surfusion est ajouté, après homogénéisation et solidification, les boîtes ainsiensemencées sont incubées à 25 °C pendant 5 jours.

➤ **Lecture**

Les colonies des levures sont rondes et bombées, brillantes de couleur blanche mais parfois pigmentées, alors que les colonies de moisissure sont cotonneuses ou granulaires et souvent pigmentées.

Le dénombrement se fait en multipliant le nombre de colonies par l'inverse de la dilution.

➤ **Recherche et dénombrement de staphylococcus aureus**

Ce sont des cocci (famille des staphylococcaceae), les staphylococcaceae sont des Gram⁺, immobiles, asporulés, groupés généralement en amas irréguliers.

Leur caractère saprophyte de la peau et des muqueuses des être vivants en fait des agents de contamination par manipulation. **(Guiraud.J, 2003).**

La plupart des souches de *Staphylococcus aureus* engendrent une entérite staphylococcique, associé à la synthèse de toxines extra cellulaires. **(Prestott et all ,2003).**

➤ **Mode opératoire**

La recherche des staphylocoques nécessite un enrichissement sur bouillon Giolitti-Cantoni Additionnée de tellurite de potassium puis un isolement sur milieu Chapman.

➤ **Enrichissement**

Un prélèvement de 1 ml de chaque dilution décimale est introduit aseptiquement dans un tube stérile auquel on ajoute 10 ml milieu Giolitti-Cantoni additionné du tellurite de potassium.

Quelques gouttes d'huile de vaseline sont ajoutées afin de créer l'anaérobiose et pour sélectionner les staphylocoques des microcoques qui sont des aérobies stricts.

L'incubation se fait à 37 °c pendant 24 à 48 heures.

➤ **Lecture**

Les résultats positifs se traduiront par un noircissement du à la réduction de tellurite en tellure noir révélant ainsi la croissance des staphylocoques.

Isolement

A partir des tubes noirs, un isolement sur la gélose Chapman est effectué à l'aide d'un râseau étaleur stérile.

L'incubation se fait à 37 °C pendant 24 à 48 heures.

➤ **Lecture**

Les colonies des staphylococcaceae apparaissent jaunes entourées d'un halo jaune.

Il faut faire un test de confirmation (coagulase) pour confirmer la présence de *Staphlococcus aureus*.

➤ **Recherche des Salmonelles**

Les salmonelles sont des Entérobactéries lactose .La contamination des produits alimentaires peut provenir de manipulateurs malades ou porteurs sains de germes. **(Guiraud.J, 2003).**

Le principe consiste en un processus de revivification et de multiplication correspondant à un pré-enrichissement des salmonelles, cette opération est suivie de l'isolement de ces bactéries sur gélose Hecktoen. (**Petranxiene et lapied, 1981**).

➤ **Mode opératoire**

Pré-enrichissement

Une quantité de 25 g de la margarine est prélevée aseptiquement puis transférée stérilement dans un erlen-meyer stérile qui sera complétée avec 225 ml du diluant Ringer.

Après fusion de la margarine dans un bain-marie réglé à 45 °C au bout de 20 minutes environ, l'incubation se fait dans une étuve à 37 °C pendant 24 heures.

Enrichissement sélectif

Un volume de 1 ml de la solution de pré-enrichissement estensemencé à l'aide d'une pipette stérile dans 10 ml du bouillon SFB.

L'incubation se fait à 37 °C pendant 24 heures.

➤ **Lecture**

Les tubes considérés comme positifs sont ceux qui présentent un virage de la couleur jaune au rouge brique.

Isolement sur gélose Hecktoen

A partir des cultures d'enrichissement, un prélèvement à l'aide d'une anse de platine stérile estensemencé en stries sur gélose Hecktoen.

L'incubation se fait dans une à 37 °C pendant 24 heures.

Les Salmonelles se présentent sous forme de colonies 2 à 4 mm de diamètre et de couleur bleu verdâtre à centre noir.

V- 1 Résultats d'analyse des matières premières

V-1-1 Résultats d'analyse de graines de soja

V-1-1-a Résultats d'analyse physique et morphologique de graines de soja

Les caractéristiques physiques des graines de soja étudiées sont données dans le tableau V-1 et la figure V-1 :

Tableau V-1 : Caractéristiques morphologiques de la graine de soja

Paramètres	Valeur moyenne
Taille	12 ,89 \pm 0,2
Langueur (L, mm)	6,84 \pm 0,24
Largeur (l, mm)	5,94 \pm 0,19
Epaisseur (E, mm)	4,81 \pm 0,15

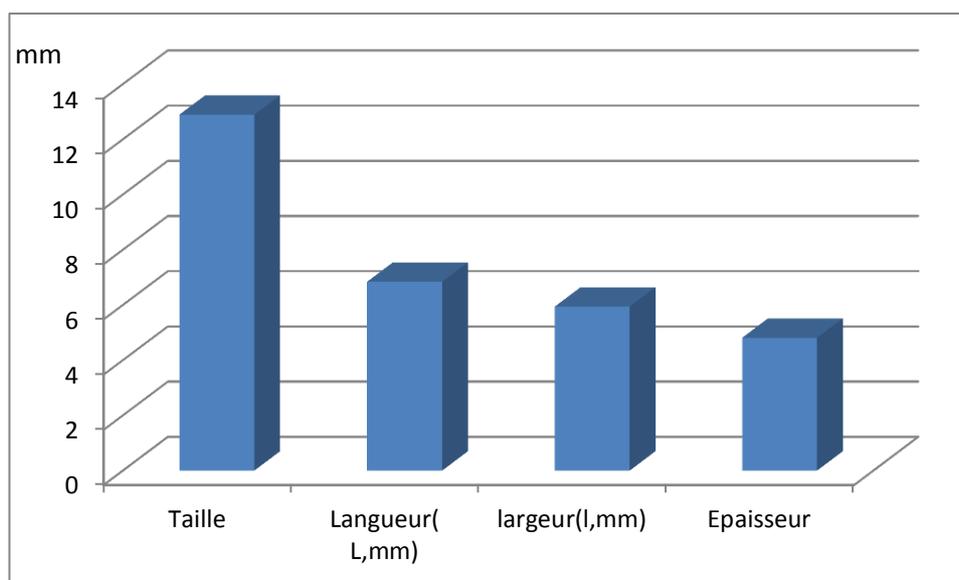


Figure V-1 : Caractéristiques morphologiques de la graine de soja

D'après le tableau V-1 et la figure V-1, la caractérisation d'un échantillon de 100 graines de soja donne une longueur moyenne de 6,84 (mm) et une largeur moyenne de 5,94 (mm) avec une épaisseur moyenne égale à 4.81 (mm).

La forme des graines de soja qu'on a utilisé varie de quasiment sphérique à allongée, sa couleur est jaune. La taille des graines est exprimée par le nombre de graines par unité de volume ou de masse. La variété étudiée présente une taille de 12.89 gr par 100 graines. Cette valeur se situe à la bonne inférieure dans la littérature (14 à 18 gr par 100), Cela indique que la variété qu'on a utilisé pour notre étude est de petite taille.

V-1-1-b Résultats d'analyse de grain de soja par Infra rouge(IR)

Les résultats d'analyse par IR de la poudre de soja sont représentés dans la figure V-2 et tableau V-2 suivant :

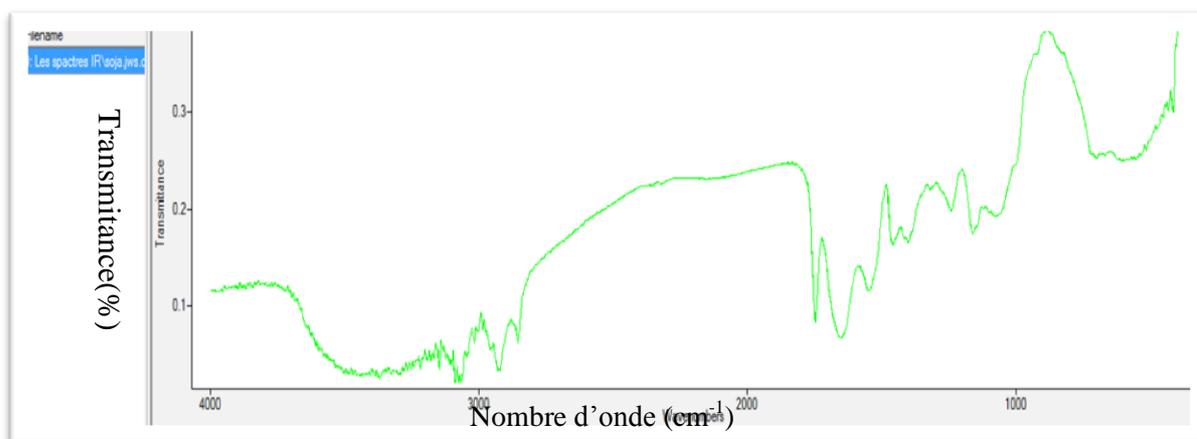


Figure V-2 Spectre d'infra-rouge de la graine de soja.

Les différents composés identifiés sont donnés dans le tableau V-2

Tableau V-2 : Résultats d'analyse IR de la graine de soja.

Bande (cm ⁻¹)	Fonction
3400	Elongation O-H
3080	Elongation =C-H aromatique ou alcènes
2925	Elongation symétrique et asymétrique de C-H alcanes
2855	Elongation =C-H des aldéhydes
1744	Elongation C=O esters
1647	Elongation C=C de faible intensité alcènes E ou symétrique
1544	Déformation N-H caractéristique des amides II
1457	Elongation =C-O acides /alcanes
1400	
1241	Elongation =C-O des A carboxyliques ou caractéristique des acétates
1160	Elongation -C-N< amides
1074	
598	Déformation >N-H amines I et II

Le spectre infrarouge donné par transmittance en fonction de nombre d'onde (entre 400 et 4000 cm⁻¹) indique que la graine de soja est riche en amides et amines. Ce spectre révèle la

présence des alcènes, alcanes, aldéhydes, esters, acides carboxyliques dans la graine étudiée, ainsi que des composés aromatiques.

V-1-2 Résultats d'analyse du lait de soja

V-1-2-a Résultats d'analyse physico-chimique

Les analyses physico-chimiques du lait de soja sont récapitulés dans le tableau V-3 et la figure V-3.

Tableau V-3 : Analyses physico-chimiques du lait de soja.

Analyse	Résultats	NORMES OMS
pH	6,5 ± 0,07	6,5-7
Acidité (D°)	12 ± 1	<18
Cendres %	0,342±0,10	-
Humidité %	93,3 ± 0,36	-
EST %	6,7 ± 0,36	8 – 10
MG%	1,8 ± 0,1	1-2
ESD %	4,9± 0,4	7 – 8
NT %	0,56± 0,06	-
NNP %	0,05±0,00	-
Protéines	3,21±0,28	3,5
Densité	1017±0,56	-

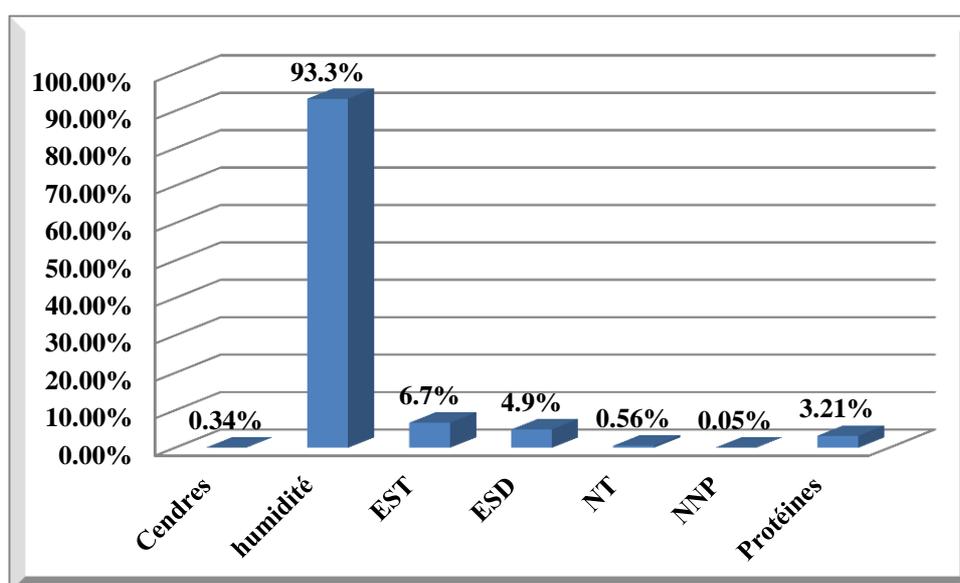


Figure V-3 : Composition moyenne du lait de soja

La figure V-4 nous révèle que, le lait de soja est un mélange de constituants. En effet, il renferme 3,21% de protéines de hautes qualités nutritionnelles et fonctionnelles, 1,8% matière grasse source d'énergie, il contient aussi 0,3% d'éléments minéraux.

Concernant la conformité aux normes du lait de soja, nous avons comparé les résultats trouvés aux normes OMS et Codex Alimentarius.

D'après les résultats trouvés, on peut déduire que pour les paramètres :

➤ **pH et humidité** : ils sont conformes à la norme donnée par l'OMS ; ils nous renseignent sur l'état de fraîcheur de lait de soja préparé.

➤ **Densité** : n'ayant pas les normes pour la densité du lait végétal de soja, on peut dire que la valeur trouvée (1017), cette valeur est proche à celle du lait de vache (1032).

➤ **Cendres** : la valeur de la matière minérale trouvée (0,3%), indique le lait de soja préparé est pauvre en minéraux.

➤ **Protéines et matières grasses** : le taux de protéines et de matières grasses contenues dans le lait de soja préparé, est conforme à la norme OMS qui fixe ce taux à 3,5% pour les protéines et 1 à 2% pour la matière grasse.

La norme Afnor NFV29 – 001 adoptée par des fabricants français impose une teneur minimale en protéines égale à 3,6%; elle est proche des spécifications japonaises. (**Goden.B , 1996**).

La valeur de MG du lait de soja est de 1,8%, elle est très faible par rapport à celle de lait de vache (3,4- 4,4%), donc le lait de soja est pauvre en matière grasse.

Le lait de soja est riche en protéine, il a un apport protéique de 3,21% par rapport à 2,9% dans le lait de vache

➤ **EST et ESD** : les valeurs trouvées pour ces indices sont respectivement : 6,7et 4,9 elles sont inférieures à celles fixées par la norme OMS, cela peut s'expliquer par la quantité d'eau ajoutée lors de l'extraction de ce lait.

V-1-2-b Résultats d'analyse organoleptique

Les résultats d'analyse organoleptiques du lait de soja sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau V-4 : Résultats d'analyses organoleptiques

Aspect	Homogène, mousseux
Goût et saveur	Saveur caractéristique de soja
Couleur	Blanche, crème

V-1-3 Résultats d'analyses des huiles

V-1-3-a Résultats d'analyses physico-chimiques des huiles

Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau suivant

Tableau V-5: Résultats d'analyses physico-chimiques des huiles (palme, stéarine, olive)

Analyses	Huile d'olive	Norme (codex stan 33-1981)	Huile de palme	La stéarine	Norme d'entreprise
Acidité (%)	2,59±0,05	≤3,3	0,14±0,02	0,04±0,02	≤0,2
Point de fusion (°C)	4±0,5	-	38±0,5	56±0,5	-
IP (méq g d'o ₂ /Kg)	13,5±0,4	≤20	4,3±0,3	4,5±0,3	< 5
Indice d'iode (g I ₂ /100g CG)	79,78±0,6	75-94	52,02±0,55	24,55±0,55	-

Les résultats d'analyse physico-chimiques des huiles montrent que l'huile d'olive, présente un indice d'iode de 79,78g I₂/100g CG et un indice de peroxyde de 13,5méqg d'o₂/kg ces résultats sont dans l'intervalle requis par la norme, cela reflète le bon déroulement des étapes d'extraction et de stockage de l'olive et l'huile d'olive.

Pour l'indice de peroxyde des deux huiles le palme et la stéarine, il est dans la borne supérieure des valeurs fixés par la norme.

L'indice d'iode de l'huile d'olive (79,78g I₂/100g CG), est beaucoup plus élevé que celui de l'huile de palme (52,02g I₂/100g CG) et la stéarine (24,55g I₂/100g CG) car l'huile d'olive est

une huile fluide riche en acide gras insaturés par contre le palme et la stéarine sont des huiles concrètes contiennent un taux élevé d'acide gras saturés et moins d'acide gras insaturés.

➤ **Composition en acides gras des huiles par CPG**

Les résultats de la composition en acides gras de notre margarine ainsi que les huiles qui la composent sont donnés dans les tableaux V-6, et figure V-4

Tableau V-6 Composition en acides gras des huiles (olive, palme et stéarine)

Acide gras	Dénomination	Teneur en Acides gras Totaux AGT (%)		
		Huile d'olive	Huile de Palme	Stéarine
C10:0	A.Caprique			Trace
C12:0	A.Laurique			0,99
C14 :0	Acide Myristique		1,02	Trace
C16:0	Acide palmitique	15,14	43,49	70,05
C16:1ω9	Acide palmitoleique	1,80	0,32	Trace
C17:0	Acide margarique	Trace	0,13	-
C18:0	Acide stéarique	2,11	4,19	4,48
C18:1ω9	Acide oléique	68,22	40,86	20,62
C18:2ω6	Acide linoléique	11,30	9,52	3,65
C18:3ω3	Acide linoléique	0,59	0,15	0,19
C20:0	Acide arachidique	0,47	0,29	-
C20:1ω9	Acide gondoïque	0,34	Trace	-
Acide gras saturés %		17,72	49,12	75,52
Acides gras monoinsaturés %		69,74	41,18	20,62
Acides gras polyinsaturés %		11,89	9,67	3,84
Polyinsaturés/saturés %		0,67	0,19	0,05

Les acides gras présents dans les huiles sont donné comme suit :

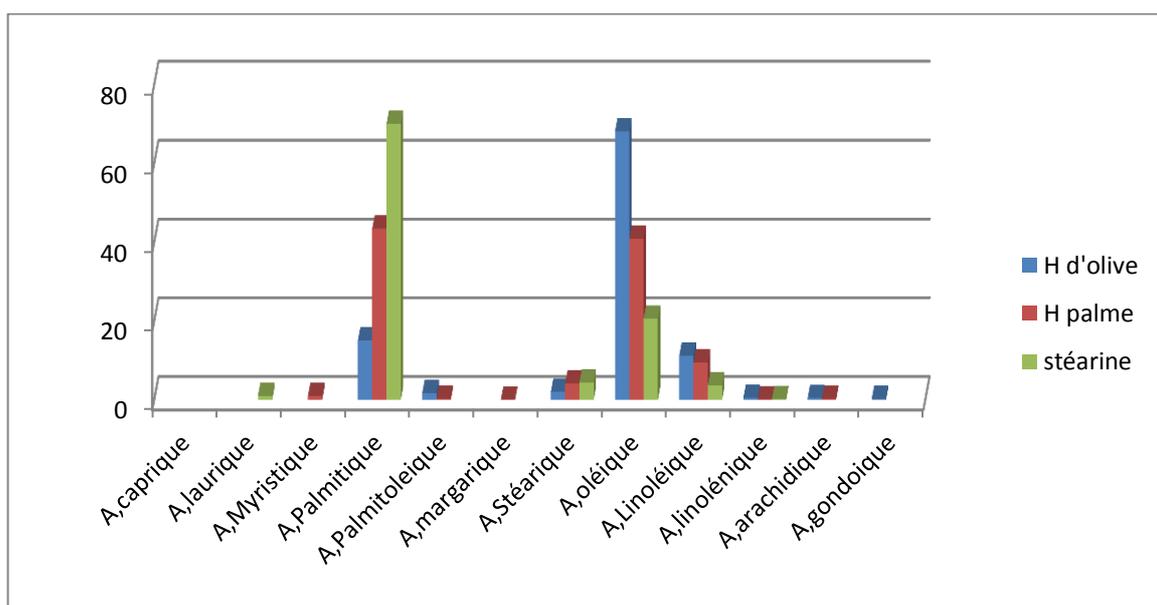


Figure V-4 Représentation des acides gras présents dans les huiles utilisées.

Le tableau V-6 et la figure V-4 représentent la composition en acides gras (AG) de nos huiles, entrant dans les différentes formulations de margarine selon les recettes préétablies. Elles comportent toute la gamme des acides gras allant de C10 à C20.

L'huile de palme est extraite de la pulpe (riche en acide palmitique et oléique). Les résultats du tableau ci-dessus montrent que cette huile renferme des teneurs importantes en Acides palmitique 43,49 % et oléique 40,86 %. Elle constitue une source d'acides gras essentiels $\omega 6$ et $\omega 3$ avec des teneurs de 9,52 % et 0,15 % respectivement.

Elle renferme aussi d'autres acides gras : stéarique 4,19 %, myristique 1,02 %, palmitoleique 0,32 %, arachidique 0,29 %, margarique 0,13 %, et à l'état de trace l'acide gondoïque. Sa teneur en acides gras saturé est de 49,12%, et 9,67% d'acides gras mono insaturé, le rapport AGPI/AGS est de 0,19%.

Les résultats d'analyse par CPG de l'huile d'olive montrent qu'elle contient une forte teneur en acide oléique (68,22%) et acide palmitique (15,14 %). Elle constitue une source d'acides gras essentiels $\omega 6$ et $\omega 3$ avec des teneurs de 11,30% et 0,59%.

Elle renferme aussi d'autres acides gras : stéarique 2,11 %, myristique 1,02 %, palmitoleique 1,80 %, arachidique 0,47 %, acide gondoïque 0,34%, et des traces d'acide margarique. Cette huile est riche en AGMI (69,74 %), sa teneur en acides gras saturés et polyinsaturés est de 17,72% et 11,89% respectivement. Le rapport AGMI/AGS est de 0,67%.

Pour la stéarine, les résultats de CPG montre qu'elle contient une forte teneur d'acide palmitique 70,05% et 20,62% d'acide oléique, elle comporte aussi des petites quantités d'acide laurique 0,9, stéarique 4,48%, linoléique 3,65% et 0,19% d'acide linoléique, avec des traces d'acide caprique, myristique et palmitoleique. La stéarine contient 3,84% d'acides gras polyinsaturés et une grande quantité d'acides gras saturés 75,52% avec un rapport très faible d'AGPI/AGS égale à 0,05%.

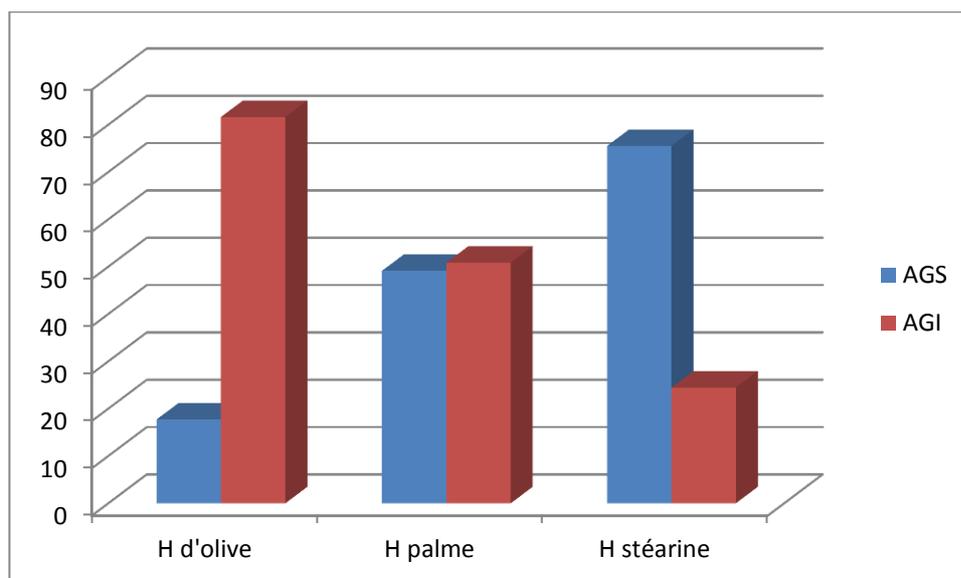


Figure V-5 Représentation des AGS et AGI présentent dans les huiles utilisées

La CPG nous a permis de déterminer la composition en acides gras des huiles étudiées, après cette analyse on peut dire que l'huile d'olive est la plus riche en acides gras insaturés 81,63% par rapport à 50,85% dans le palme et 24,46% dans la stéarine. Pour les acides gras saturés, la stéarine tient la première position avec 75,52%, puis l'huile de palme 49,12% et en dernier l'huile d'olive avec 24,46% d'acides gras saturés.

V-2 Résultats d'analyses du produit fini

V-2-1 Résultats d'analyses physico-chimiques de différentes margarines

Les résultats d'analyses de ces margarines sont donnés par le tableau suivant:

Tableau V-7 Résultats d'analyses physico-chimiques de margarine enrichie en huile d'olive à différent taux d'incorporation.

Produits Analyses	Margarine à 30% H O	Margarine à 35% H O	Témoin Sans H O	Norme
Humidité(%)	16,48 ± 0,2	17,6±0,1	16,52±0,1	16-18
PF (°C)	39±0,05	39,5±0,05	38,5±0,04	34-39,5
Acidité (%)	0,18±0,01	0,19±0,01	0,14±0,01	≤0,2
IP(méq g d'o ₂ /Kg)	1,75±0,54	1,9± 0,45	1,5± 0,3	≤5
II (g I ₂ /100g CG)	56,42±0,8	56,90±0,78	88,24± 0,69	-
Nacl(%)	0,5±0,35	0,52±0,32	0,68±0,22	≤0,7
pH	4,8±0,01	4,8±0,01	4,8±0,01	4,5-6
Teneur en gras (%)	80,02 ± 0,7	79,2±0,75	81,48±0,74	-
Teneur en non gras (%)	19, ±0,53	20,8±0,49	18,52±0,43	-

La variation de différents indices en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive, est donnée par les histogrammes suivants :

➤ **Humidité**

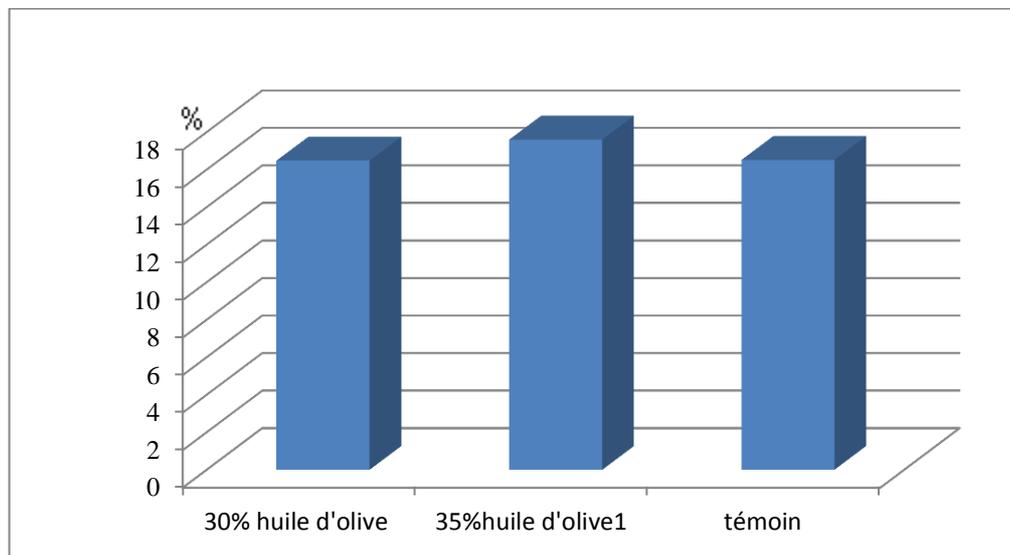


Figure V-6 Variation de l'humidité en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

L'humidité à forte teneur favorise l'hydrolyse enzymatique et l'oxydation de la margarine. La teneur en eau des margarines élaborées et le témoin répond aux critères fixés en amont de leur fabrication, critères de type margarine à tartiner. Donc l'humidité de nos produits est conforme à la norme (entre 16 et 18%).

➤ **Point de fusion (°C)**

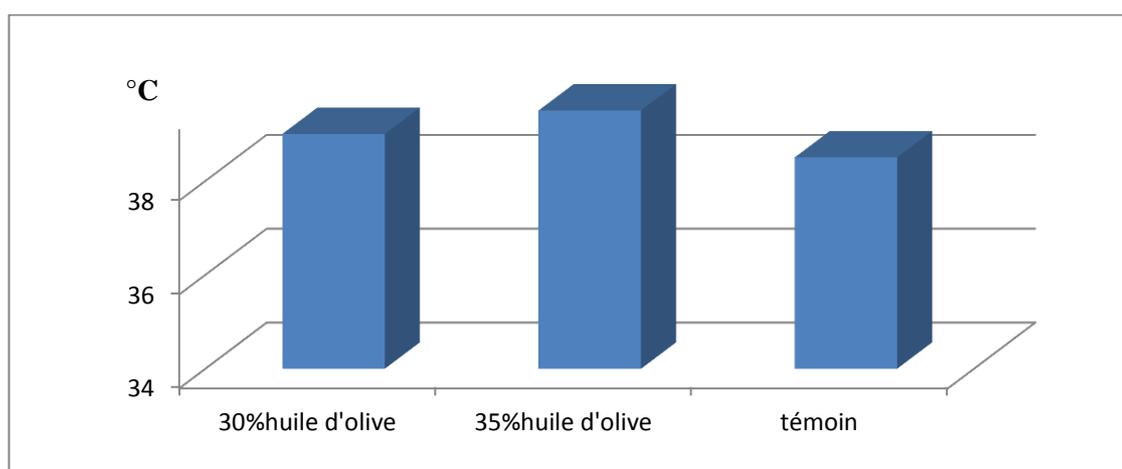


Figure V-7 Variation du point de fusion en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

Le point de fusion dépend de la composition de la margarine en acides gras saturés ou insaturés.

La figure V-7 montre que, le point de fusion des trois margarines (30 %, 35% huile d'olive et le témoin), sont dans l'intervalle (34-39.5), elles sont donc conforme à la norme d'entreprise.

Ce paramètre est fixé de manière à ce que la margarine soit fondante dans la bouche, mais aussi plastique à température ambiante pour être facilement tartinable.

➤ **Indice de peroxyde**

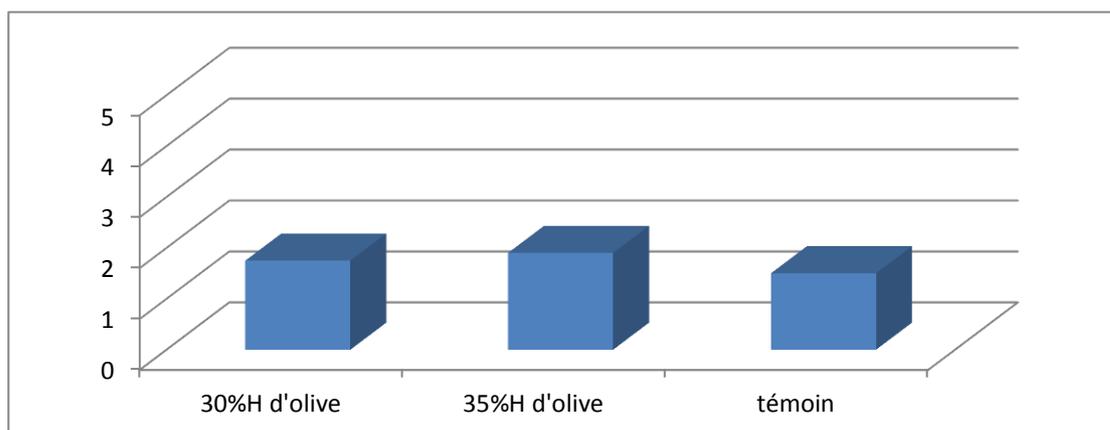


Figure V-8: Variation d'IP en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

L'indice de peroxyde rend compte de l'état d'altération des corps gras par oxydation, inconvénient majeur touchant essentiellement les AGI. Les margarines enrichies à 30% et 35%huile d'olive, ainsi que le témoin ont des valeurs de IP inférieures à 5 méq g O₂/kg, max requis par les normes (**karleskind ,1992.**).

➤ **Teneur en chlorure de sodium**

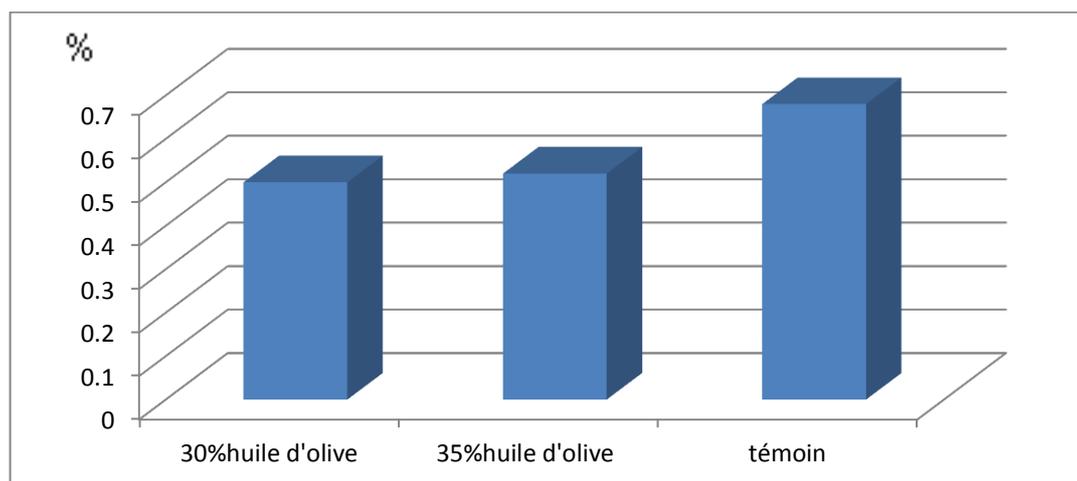


Figure V-9 Variation de la teneur en chlorure de sodium en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive

Le sel joue un rôle très important dans la stabilité de l'émulsion, il est utilisé pour le goût, mais il a aussi un effet conservateur. On remarque que la teneur en sel des trois échantillons analysés sont dans l'intervalle requis par la norme, elle est entre 0,5 et 0,68.

Nous remarquons que la teneur en sel dans les margarines enrichies, avec l'huile d'olive est inférieure à celle témoin.

➤ pH

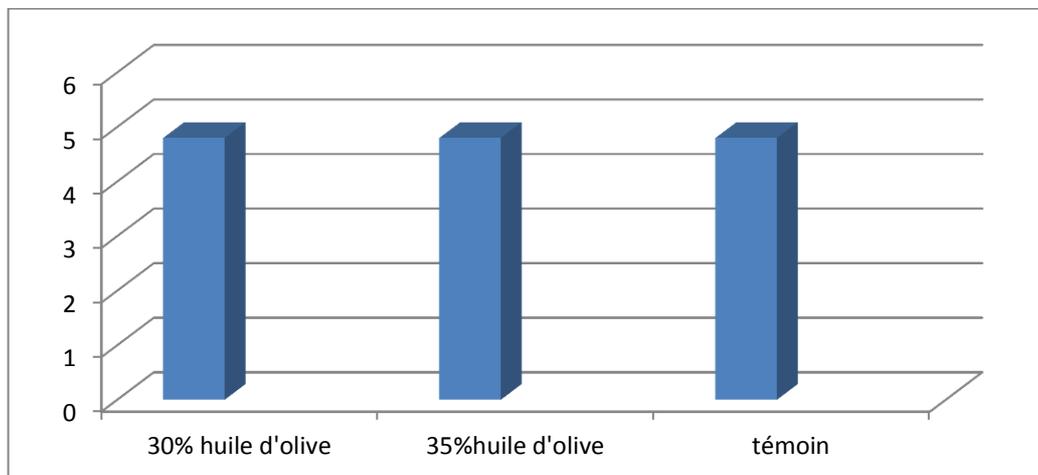


Figure V-10 Variation de pH en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive

Les résultats obtenus montrent que les valeurs de pH des trois margarines analysées sont égales, et sont dans l'intervale requi par la norme, ce qui indique que nos produits sont en bon état.

➤ Teneur en gras et non gras (%)

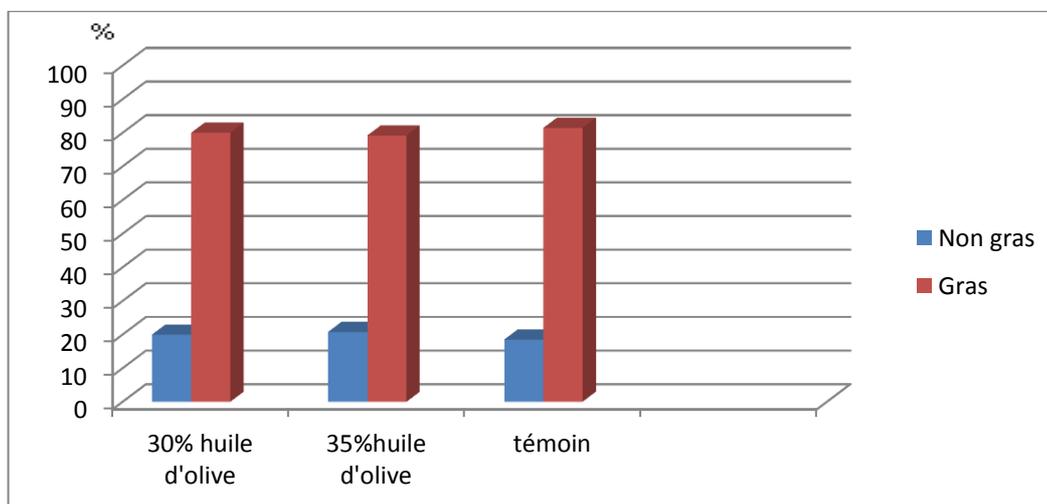


Figure V-11 Variation de teneur en gras et le non gras en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

La teneur en non gras est en relation avec la teneur en matière grasse, dans notre cas ces valeurs sont en concordance pour une margarine de table à 80 à 82% matière grasse.

➤ Acidité

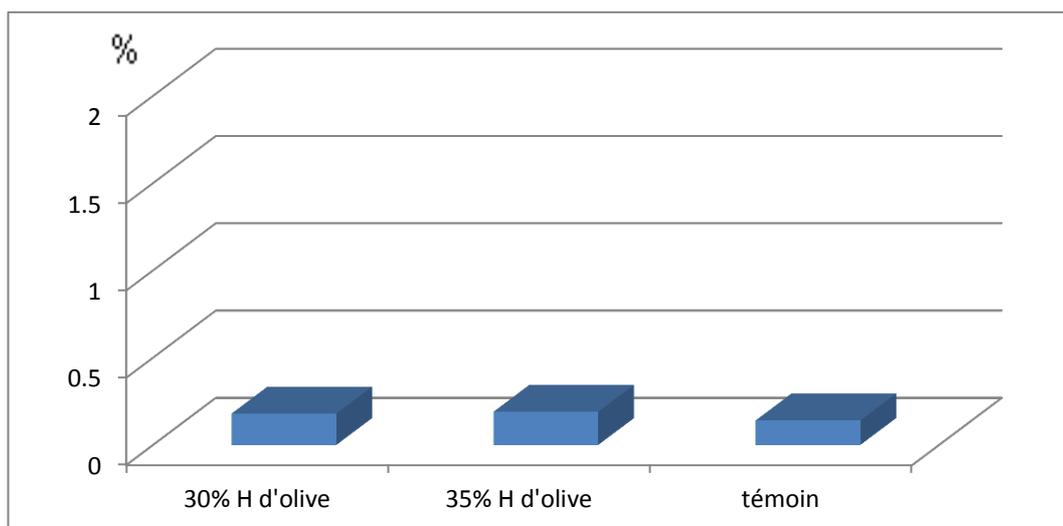


Figure V-12 Variation de l'acidité et en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

L'acidité renseigne sur le degré d'altération des corps gras par hydrolyse. Celle de nos margarines (0,18 % - 0,19% et 0,14) est dans les normes car elle est inférieure à 0.2 maximum fixé par les spécialistes (Karleskind, 1992).

➤ Indice d'iode

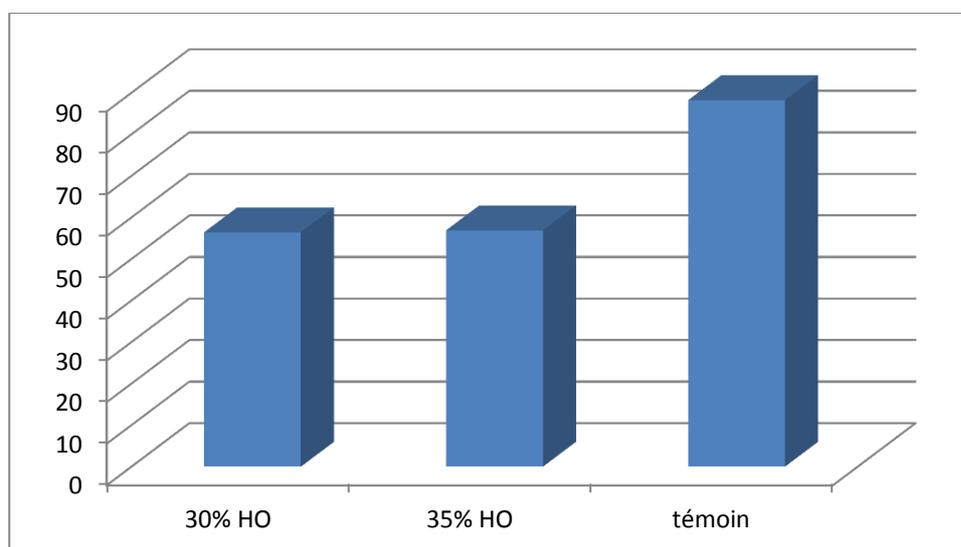


Figure V-13 Variation de l'indice d'iode en fonction de taux d'incorporation de l'huile d'olive

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation globale de la margarine. Les valeurs obtenues 88,24g - 56,42g - 56,9g d'iode pour 100 g des margarines, témoin à 30% et 35% huile d'olive sont en corrélation avec la composition en acides gras.

➤ **Indice de couleur**

Les valeurs de luminosité (L*), de couleur rouge (a*) et de couleur jaune (b*) pour les margarines élaborées sont illustrées dans le tableau V-9 et la figure V-13.

Tableau V-8 Résultats d'analyse de la couleur des margarines élaborées.

Margarine Paramètre	Témoin	30% huile d'olive	35% huile d'olive
L	70,33	72,33	70,5
a	1,46	1,6	2,6
b	33,4	33,3	37,26
H	0,043	0,047	0,069
C	5,90	5,90	6,31

L'incorporation d'huile d'olive dans la recette de margarine doit répondre au critère de choix du consommateur, et donc celle-ci doit présenter des paramètres de couleur (L, a, b) proches du témoin.

D'après les résultats obtenus, nous constatons qu'il y a une légère différence entre la couleur de margarine enrichie et celle témoin, ainsi la couleur jaune tirant sur l'orange plus intense a été observée pour un taux d'enrichissement de 35% huile d'olive (a : 2,6 - b : 37,26). Cependant, les margarines témoin et celle enrichie à 30% ont une coloration jaune orangé comparable, avec des valeurs moyennes de a et b (1,53 et 33,5) respectivement.

Donc la couleur de la margarine varie proportionnellement avec le taux d'incorporation d'huile d'olive.

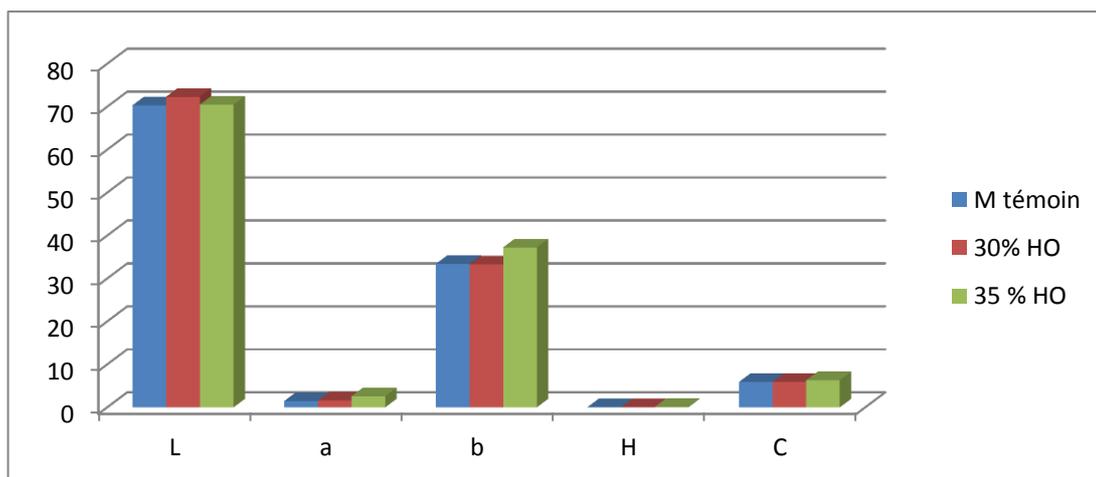


Figure V-14 Variation de l'indice de couleur de margarines en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

Pour la luminosité des produits, la margarine témoin présente la valeur 'L' la plus faible qui est comparable à celle enrichie avec l'huile d'olive à 35%. La valeur de clarté la plus élevée est enregistrée pour un taux d'enrichissement en huile d'olive de 30% ($L=72,33$).

Donc l'incorporation d'huile d'olive a influencé la clarté et luminosité de margarine. L'intensité de couleur exprimée en degré de saturation C, cette valeur varie aussi proportionnellement en fonction du taux d'enrichissement, où nous avons enregistré la valeur la plus élevée pour la margarine à 35% huile d'olive ; cependant la margarine enrichie à 30% a présenté un taux de saturation comparable au témoin ($C = 5,90$).

La margarine enrichie avec l'huile d'olive présente une couleur rouge-jaune et par conséquent les valeurs de la tonalité et l'indice de saturation sont plus élevées.

De ce qui précède, nous constatons que l'incorporation de l'huile d'olive dans la formulation de margarine, améliore la couleur du produit finis, et agit sur la luminosité et clarté des produits.

En conclusion, la couleur de la margarine est attribué aux caroténoïdes, dans notre étude il y avait incorporation de β -carotène en tant qu'additif (0.2g), et l'huile d'olive dans la formulation, donc un supplément en caroténoïdes principalement chlorophylles, la lutéine, le β -carotène et les xanthophylles ce qui justifie la coloration jaune orangé plus intense de margarine enrichie avec de l'huile d'olive, comparativement au témoin.

➤ Analyse spectrale par Infrarouge

Les spectres IR des trois margarines sont illustrées dans la figure suivante:

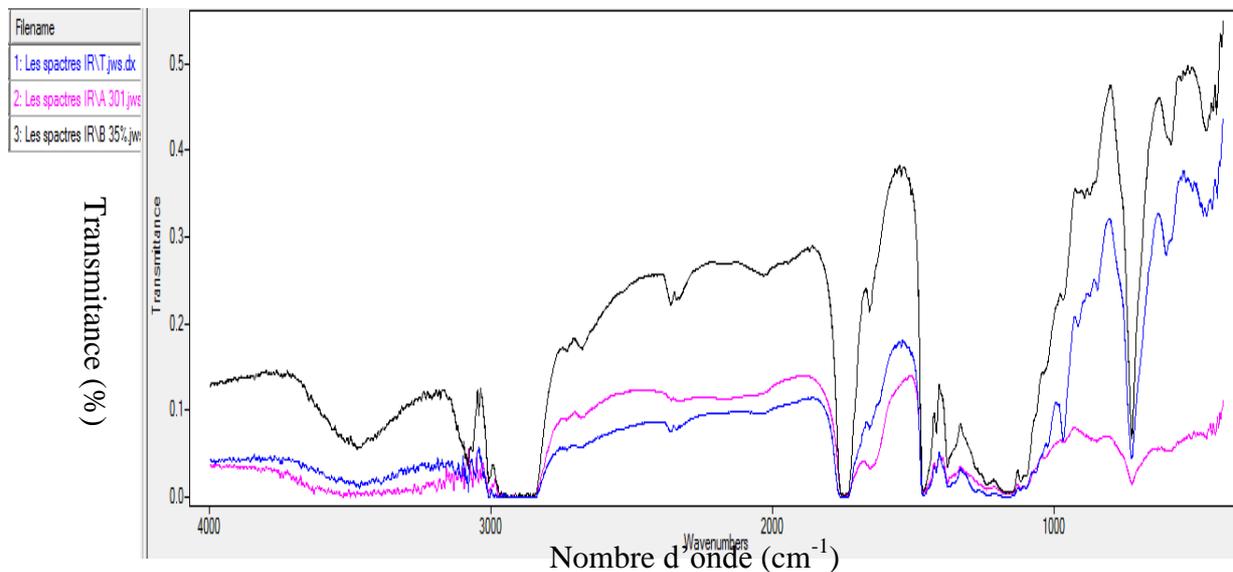


Figure V- 15 Spectres d'infrarouge des margarines élaborées.

Ces spectres donnés par transmittance en fonction de nombre d'onde (entre 400 et 4000 cm^{-1}), montrent qu'il y a une superposition des pics des trois margarines dans les intervalles et nombre d'onde suivants :

-[586-970 cm^{-1}] et [1460-1745 cm^{-1}], dans ces intervalles il y a une différence marquée d'intensité selon l'ordre suivant : margarine à 30% HO < margarine témoin < margarine à 35 % HO.

Cet intervalle correspond aux groupements fonctionnels : élongation C-Cl des chlorures, déformation pour les alcènes R-CH=CH-R' (E), balancement des $-\text{CH}_2-$ alcanes, élongation C=C aromatique, élongation C=C de faible intensité alcènes E ou symétrique et l'élongation C=O esters

-[1120-1464 cm^{-1}] et [1745-2838 cm^{-1}], qui correspond aux groupements fonctionnels élongation C=C aromatique, déformation $-\text{CH}_3$ alcanes, élongation =C-O et O-C esters.

Dans cette gamme d'intervalle, nous avons un ordre d'intensité différent qui est :

Margarine témoin < margarine à 30 % HO < margarine à 35 % HO.

-[2838 à 2968 cm^{-1}], nous avons des pics avec une intensité égale, qui correspond à l'élongation symétrique et asymétrique de C-H alcanes

- 3012 cm^{-1} , nous avons relevé un pic avec une intensité égale pour la margarine témoin et la margarine à 30% HO et légèrement supérieure pour 35% HO. Ce pic correspond à l'élongation =C-H aromatique

D'après ses résultats, nous pouvons dire qu'il y a un transfert et augmentation des concentrations des composants entrant dans les différentes formulations.

Une différence dans l'apparition et l'intensité des pics est observée à :

-2334 cm^{-1} et 2361 cm^{-1} : apparition des pics pour la margarine à 35% HO et la margarine témoin, et absence pour la margarine à 30% HO, avec une intensité plus élevée dans la margarine à 35% HO. Ces pics correspondent à l'élongation de $-\text{C}\equiv\text{C}$

-2678 cm^{-1} , 3042 cm^{-1} et 3064 cm^{-1} : apparition des pics pour la margarine à 30% et 35% HO, absence pour la margarine témoin. Ces pics correspondent à l'élongation =C-H des aldéhydes, élongation =C-H aromatique et l'élongation symétrique et asymétrique des alcanes.

-3085 cm^{-1} : apparition d'un pic d'une intensité élevée pour la margarine à 35% HO et négligeable pour la margarine à 30% HO, avec absence pour la margarine témoin. Ce pic correspond à l'élongation =C-H aromatique.

➤ Analyse des margarines par CG/MS

Les résultats d'analyse des margarines par CG/MS sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau V-9 : Composition en acides gras des margarines.

Acides gras	Dénomination	Teneur en Acides gras Totaux AGT (%)		
		Margarine témoin	Margarine à 30% HO	Margarine à 35% HO
C14 :0	Acide Myristique	0,28	0,75	0,73
C16:0	Acide palmitique	2,50%	38,55	38,09
C16:1ω9	Acide palmitoléique	-	0,49	0,55
C18:0	Acide stéarique	8,84	4,23	4,01
C18:1ω9	Acide oléique	36,46	45,85	46,62
C18 :1 ω11	Acide vaccinique	1,12		
C18:2ω6	Acide linoléique	32,29	9,81	9,71
C20:0	Acide arachidique	0,28	0,32	0,30
C22 :0	Acide behénique	0,23	-	-

La composition en acides gras des trois margarines est représentée dans la figure V-16 suivante :

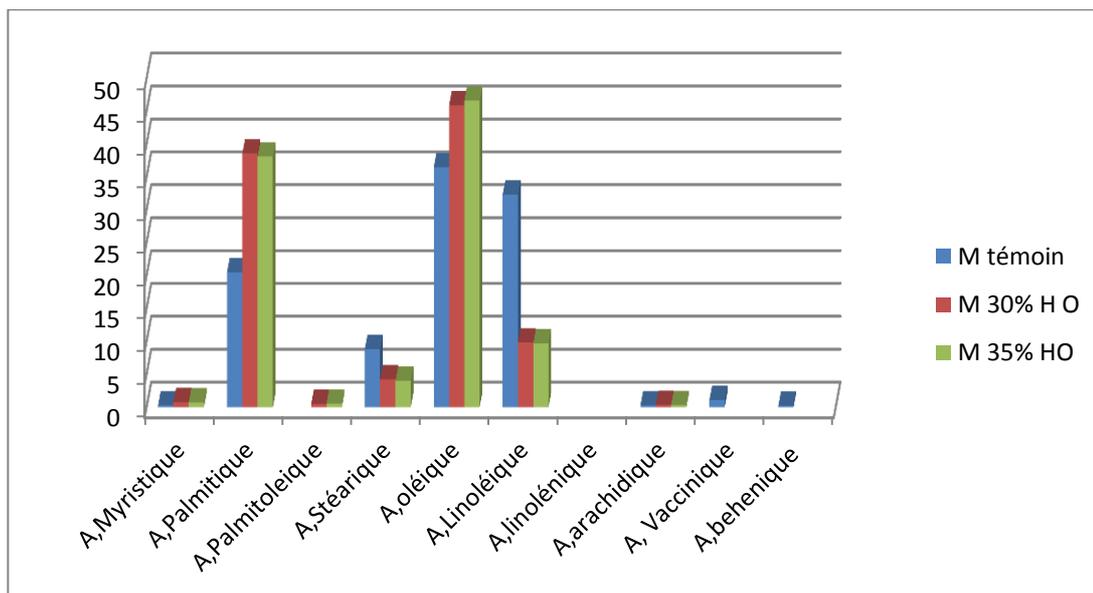


Figure V-16 Représentation des acides gras présents dans les margarines élaborées.

La composition en AGS et AGI est représentée dans la figure V-17 suivante :

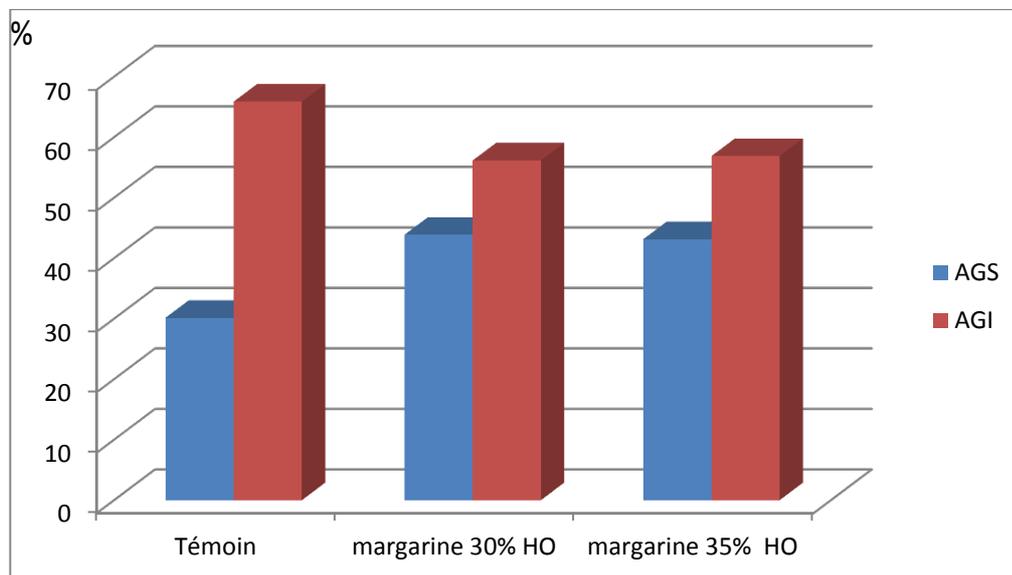


Figure V-17 Représentation des AGS et AGI présent dans les margarines élaborées.

D’après le tableau V-10 et les histogrammes V-16 et V-17, il s’avère que l’acide oléique est le plus prédominant dans les trois margarines avec une teneur de 36,46% dans le témoin, 45,85% et 46,62% dans la margarine à 30 et 35% en huile d’olive.

Aussi, nous relevons la présence d'acide gras essentiel (linoléique $\omega 6$) avec une forte teneur dans la margarine témoin 32,29%.

La teneur en acide linoléique ($\omega 6$) sert à la classification des margarines. En effet, (**Ovesen et al. 1998**), cité par (**Karabulut et Turan2006**), rapportent que les margarines peuvent être classées en trois catégories en fonction de leur teneur en AG $\omega 6$:

- (i) les margarines hard (dures) contenant moins de 20 % d'AG $\omega 6$.
- (ii) les margarines semisoft (demi-molles) contenant 20 à 40 % d'AG $\omega 6$.
- (iii) les margarines soft (molles) contenant plus de 40 % d'AG $\omega 6$.

En se référant à cette classification, la margarine enrichie à l'huile d'olive est dite dure, par contre le témoin est classée comme demi-molle, cela s'explique par leur teneur en $\omega 3$ et $\omega 6$, où $\omega 6$ est prédominant dans le témoin (32,29%).

Tableau V-10 Etude comparative de la composition en différentes classes d'acides gras (en g/100g) entre les margarines enrichies avec l'huile d'olive et la margarine témoin.

Types d'acides gras	Margarine témoin (%)	Margarine enrichie à 30% H O (%)	Margarine enrichie à 35% H O (%)
Acides gras monoinsaturés (AGMI)	37,58	46,34	47,17
Acides gras polyinsaturés (AGPI)	32,29	9,81	9,71
Acides gras insaturés (AGI)	69,87	56,15	56,88
Acides gras saturés (AGS)	30,13	43,85	43,13
Polyinsaturés/Saturés	1,07	0,22	0,23

Le tableau V-11 donne la composition en diverses classes d'acides gras, de margarines enrichies avec l'huile d'olive comparées à celle de la margarine témoin (sans huile d'olive).

De ce tableau, il en ressort que la margarine à 30%, 35% huile d'olive et le témoin contiennent respectivement: 56,15% ; 56,88 % et 69% d'AGI dont 47,17% ; 46-34% et 37,58% d'AGMI et 9,81% ; 9,71 et 32,29 d'AGPI . Cette composition apporte les acides gras essentiels ($\omega 6$).

Les $\omega 3$ et $\omega 6$ sont indispensables à la vie car ils ont un rôle anti- agrégant plaquettaire, hypotriglycéridémiant, dans les réactions immunitaires anti-inflammatoires, dans la prévention des maladies cardiovasculaires, des cancers et des fonctions de reproduction (**Rossignol-Castera, 2006 ; Sioen et al., 2006 ; Karleskind, 1992**).

D'après l'étude comparative des trois formulations, il s'avère que la margarine témoin contient plus d'AGPI, et moins d'AMI que les margarines à 30 et 35% huile d'olive.

Cette différence de composition est due à un choix imposé par nos conditions climatiques, nécessaire afin que la margarine reste plastique (solide) à température ambiante, aussi répond aux besoins nutritionnels.

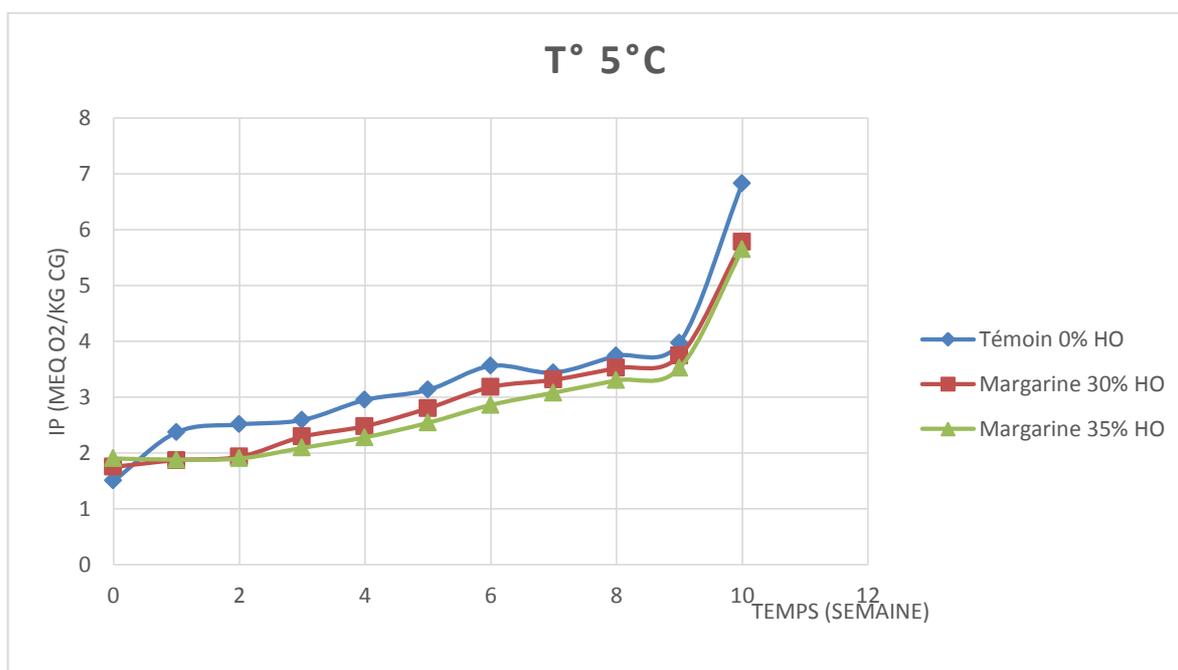
Il est à signaler que les AGMI et les AGS résistent mieux à l'oxydation et constituent une barrière de protection des AGPI. (Karleskind, 1992).

Les qualités d'usage de la margarine dépendent en grande partie de la composition de la phase grasse. En particulier des critères comme l'élasticité et la tartinabilité ainsi que la vitesse de fusion et la sensation de "fraîcheur" développée par le produit, sont intimement liées à la nature des composantes de la fraction grasse. La tartinabilité de la margarine est surtout fonction du rapport entre les fractions solides et liquide de la phase grasse (Siaka KONE, 2001).

V-3 Etude de la stabilité oxydative de la margarine

a-Méthode à l'étuve

La variation de l'indice de peroxyde en fonction de la durée de stockage, est illustrée par la figure V-18



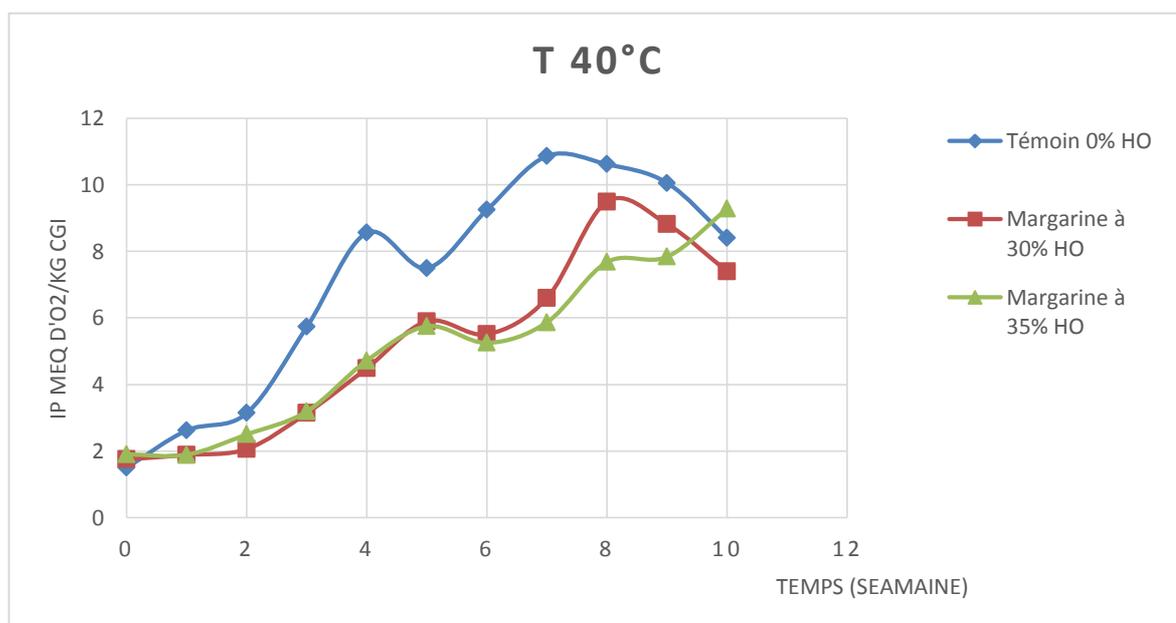
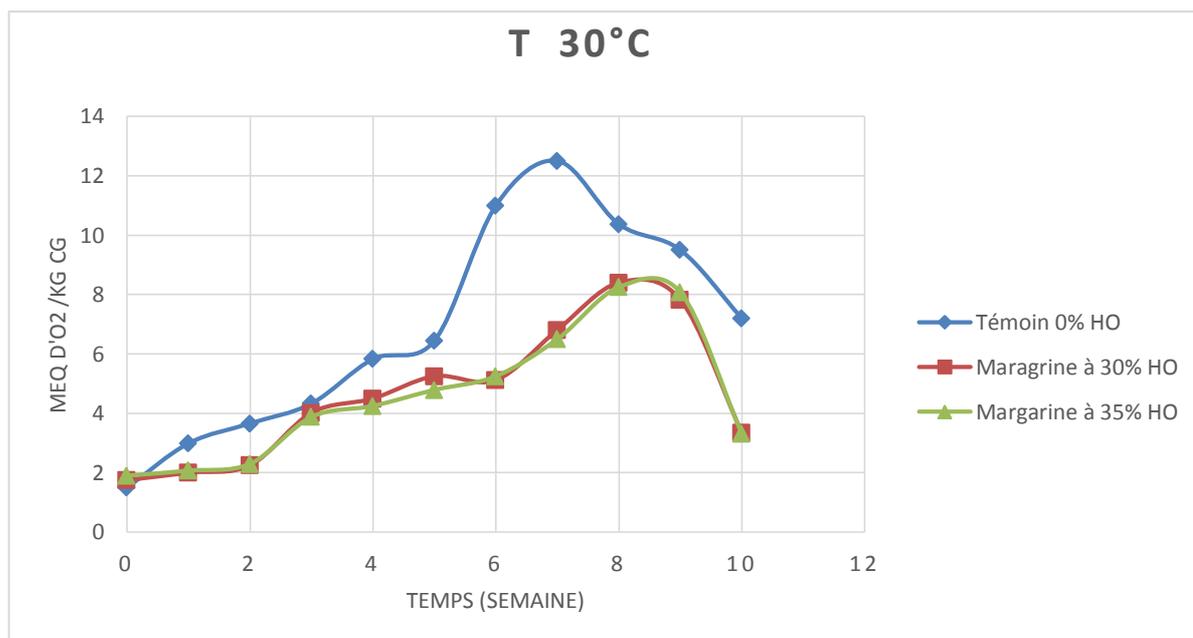


Figure V-18 Variation de l'indice de peroxyde en fonction du temps de stockage, des margarines témoin et celles enrichies en huile d'olive à différentes T° (5°C, 30°C et 40°C)

Les valeurs de l'indice de peroxyde au moment d'élaboration des margarines se présentent comme suit : 1,5még g d'O₂ / kg pour la margarine témoin, 1,75még g d'O₂/ kg pour la margarine à 30% huile d'olive et 1,9 még g d'O₂/kg pour la margarine à 35% huile d'olive. Ces résultats demeurent acceptables (< 5meq gr O₂ /kg).

La formation des peroxydes à partir des acides gras insaturés dépendrait de leur libération lors de l'hydrolyse, ce qui explique son augmentation.

L'indice de peroxyde augmente, proportionnellement avec la durée de stockage.

A l'issue de ces résultats et d'après la figure V-18, nous remarquons l'indice de peroxyde évolue proportionnellement avec la durée de stockage, et que la variation de cet indice suit une allure en dent de scie.

Après 10 semaines de stockage à 5°C, l'indice de peroxyde de la margarine enrichie en huile d'olive à 30% et 35% est de 5,78 et 5,65 méq g d'O₂ / Kg respectivement, et reste inférieur à celui de la margarine témoin qui est de 6,83méq g d'O₂ / Kg.

A la température de 30 °C, l'indice de peroxyde augmente avec le temps de stockage. Vers la 7^{ème} et la 8^{ème} semaine on constate une diminution, due à la transformation des peroxydes en composés secondaires d'oxydation.

Par ordre décroissant de la résistance à l'oxydation, nous avons pu constater que l'indice de peroxyde a atteint son seuil limite d'altération (5 méq g d'O₂/kg) à partir de la 6ème semaine pour la margarine enrichie à 35% HO, à partir de la 5ème semaine pour la margarine enrichie à 30 % HO, et seulement à partir de la 4ème semaine pour la margarine témoin.

Aussi nous avons constaté, qu'il n'y a pas de différence entre l'indice de peroxyde des trois margarines après la première semaine et la 4ème semaine. Au-delà de ces périodes une différence significative a été constatée.

A une température de stockage plus élevée (40°C), l'indice de peroxyde a atteint son seuil limite à vers la 3ème semaine pour la margarine témoin, et jusqu'à la 5ème semaine pour la margarine enrichie à 30% et 35% huile d'olive.

En se référant à ces résultats, nous pouvons conclure que:

- les margarines enrichies en huile d'olive résistent mieux à la peroxydation que celle témoin.
- la margarine enrichie à 35 % est mieux protégée contre l'oxydation que celle à 30% HO.

Cela nous permet de classer l'ordre d'efficacité antioxydant des margarines élaborées comme suit :

Margarine enrichie à 35 % HO > margarine enrichie à 30 % HO > margarine témoin (0% HO).

Ce classement révèle que, la résistance à l'oxydation des trois margarines au cours du stockage est fonction du taux d'enrichissement en huile d'olive, elle est donc proportionnelle.

Ces résultats sont en concordance avec le classement constaté dans le test de Rancimat.

b- Test de Rancimat

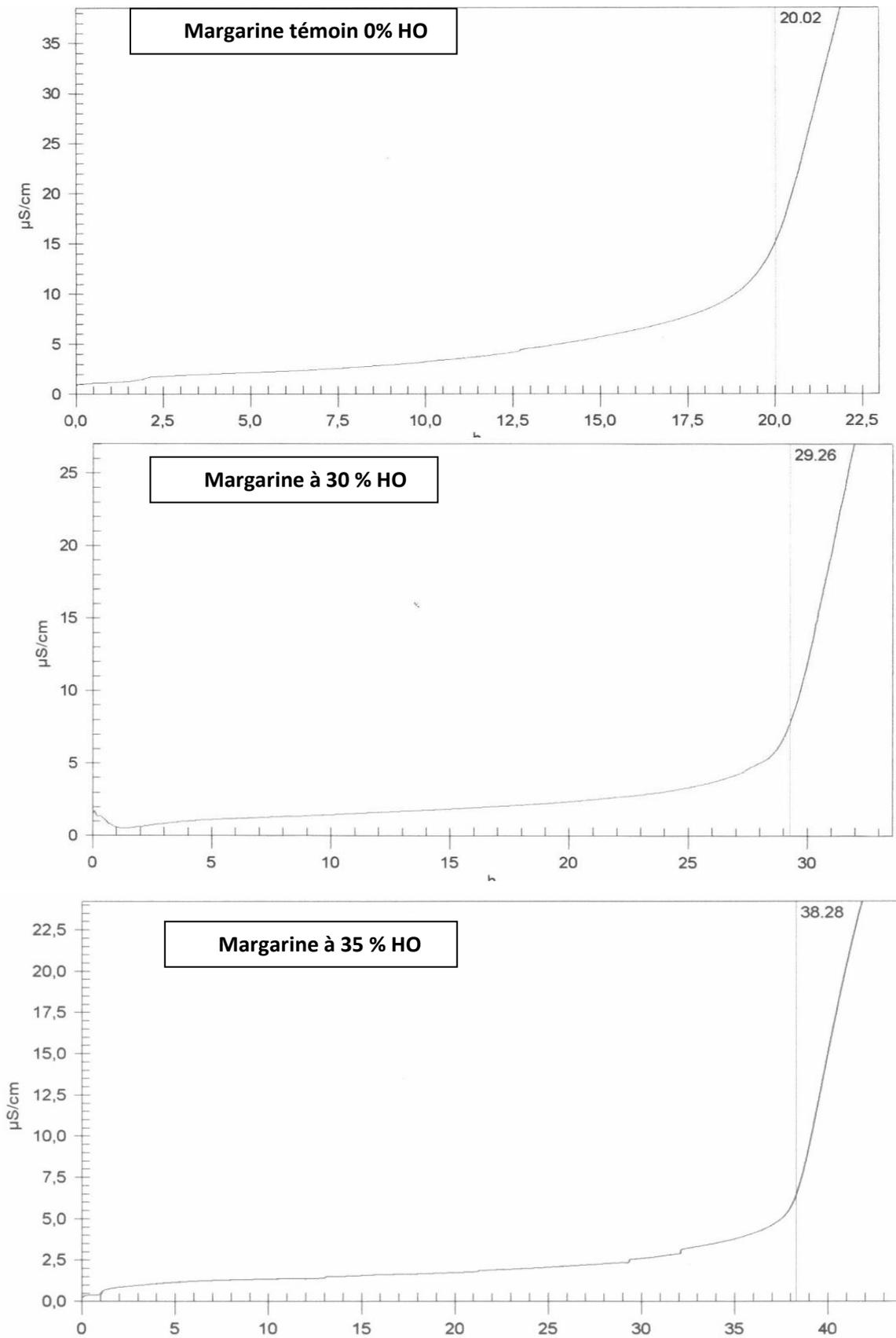


Figure V-19 Courbes de conductivité des margarines élaborées.

La stabilité oxydative est un paramètre important pour évaluer la qualité des corps gras, car elle donne une bonne évaluation de leur susceptibilité à la dégradation oxydante ; la cause principale de leur changement (**Aparicio et al., 1999**).

Les courbes mentionnées dans la figure V-19 représentent les résultats de la stabilité à l'oxydation des margarines témoin et celles enrichies avec l'huile d'olive à 30 et 35%.

D'après l'allure donnant la variation de la conductivité en fonction du temps, nous pouvons dire que le processus d'oxydation se déroule en deux phases :

- La première : période d'induction ; se caractérise par une faible absorption de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes se forment ;
- La deuxième : détérioration d'odeur et de saveur ; qui se caractérise par une absorption rapide de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes non seulement se forment mais se décomposent ensuite sous l'effet d'une température élevée.

Au cours de cette période, se forment des produits tels que les aldéhydes, les cétones et les acides gras à courte chaîne. Ces substances sont à l'origine d'une altération de l'odeur et de la saveur.

Les courbes de conductivité (Figure V-19), montrent que le temps d'induction des margarines enrichies à 30 % et 35% huile d'olive, est de 29,26 h et 38,28 h respectivement. Comparativement à la margarine témoin (0% HO), celle-ci a présenté un temps d'induction plus faible (20,02 h).

Les résultats trouvés pour les trois margarines montrent une bonne résistance oxydative de nos produits, comparativement aux résultats trouvés dans un autre travail de **Zaeromali M et al, (2014)**, où la résistance oxydative est de 16.64h, pour une margarine à faible teneur en acides gras trans à base d'huiles de soja et de palme.

De là, nous pouvons dire que la margarine à 35% huile d'olive, présente une meilleure résistance à l'oxydation forcée par rapport aux deux autres, et que celle à 30% HO a mieux résisté que le témoin.

La variation du temps d'induction en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive dans la formulation de margarine est illustrée dans la figure suivante.

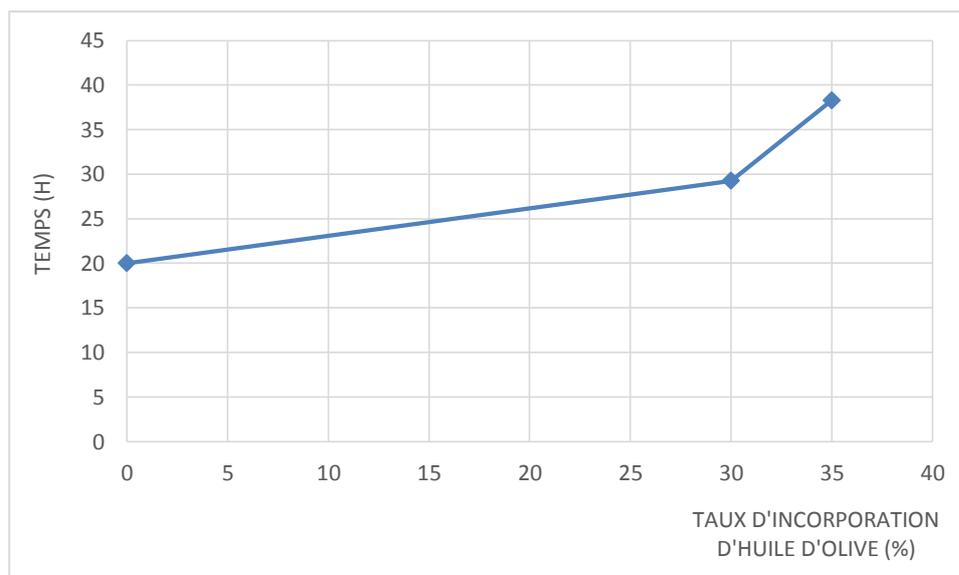


Figure V-20 Variation du temps d'induction en fonction du taux d'incorporation d'huile d'olive.

De ce qui précède, nous pouvons conclure que, la résistance à l'oxydation est proportionnelle au taux d'incorporation d'huile d'olive dans la formulation de margarine.

V-4-Résultats d'analyses microbiologique

Les résultats d'analyses microbiologique effectuées sur les trois échantillons des margarines sont regroupés dans le tableau suivant:

Tableau V-11: Résultats des analyses microbiologique des trois margarines

	30% H O	35% H O	Témoin	Norme
Germes aérobies mésophiles(30°)	<30	<30	<30	300-1000
Coliformes fécaux(44°C)	Absence	Absence	Absence	Absence
Staphylococcus aureus(37°C)	Absence	Absence	Absence	Absence
Leveures(20à25°C)	<30	<30	<30	30-100
Salmonella(37°C)	Absence	Absence	Absence	Absence

Les résultats obtenus montrent une absence totale des germes révélateurs d'une contamination fécale ainsi que l'absence des staphylococcus aureus et selmonella aussi une quantité inconstable (<30) des germe aérobies mésophyles et les levures.

L'ensemble de ces résultats indiquent que les trois margarines (30, 35% huile d'olive et le témoin) sont en bon état microbiologique.

V-5 Résultats d'analyses organoleptiques de différentes margarines

L'évaluation sensorielle des margarines élaborées est réalisée par un test de dégustation basé sur une étude statistique. Il est effectué sur les margarines suivantes :

- Margarine témoin (labelle).
- Margarine à 30% huile d'olive.
- Margarine à 35% huile d'olive.

Ce test sensoriel a été porté sur les critères : couleur, odeur et texture

Les produits ont été codés comme suit

A: 35% huile d'olive. , **B**: 30% huile d'olive et **C** : témoin (labelle).

L'évaluation des trois produits portant sur ces critères a été réalisée par 26 sujets qui ont, attribué des notes de 1 à 10 pour chaque produit et par chaque critère.

La méthode de notation est la suivante

10 : Excellent

5 : Moyen

1 : Très mauvais



Figure V-21 Présentation de la margarine lors de test de Friedman

Les scores sont rassemblés dans le tableau suivant

Produits sujets	GOUT			COULEUR			TEXTURE		
	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	9	8	7	9	7	8	9	7	8
2	9	8	8	9	8	9	9	8	9
3	7	7	8	8	7	9	8	8	9
4	5	5	10	5	10	5	10	5	10
5	6	5	8	8	8	9	5	8	7
6	8	6	9	7	10	8	5	6	10
7	8	6	7	7	6	8	6	7	8
8	7	8	8	8	7	8	7	7	7
9	9	9	8	8	6	7	9	9	9
10	7	8	9	9	9	9	9	9	9
11	8	9	10	6	8	8	6	7	8
12	6.5	4	9	10	5	10	9	8	9.5
13	5	10	10	10	8	10	10	9	8
14	7	8	9	8	7	9	5	6	8
15	10	8	8	10	5	10	10	8	7
16	8	10	7	9	8	5	9	10	9
17	10	7	5	10	7	6	10	9	9
18	10	7	10	8	10	9	9.5	9.5	9
19	10	9	10	9	8	10	8	9	10
20	10	9	8.5	10	8	9	9	7	8
21	10	7	10	7	6.5	6	8	9	8
22	6	7	9	7	8	8	6	8	7
23	7	8	6	7	8	7	7	7	7
24	8	6.5	5	8	6	7	7	8	8
25	9	8	8	10	7	7	9	7	7
26	8	10	10	9	9	9	9	10	9

Les résultats des classements de ces critères ainsi que la somme des rangs par produit et par l'ensemble des sujets ont été déterminé et sont donnés par le tableau suivant :

Critères	Gout			Couleur			Texture		
Produits Sujets	A	B	C	A	B	C	A	B	C
1	1	2	3	1	3	2	1	2	3
2	1	2.5	2.5	1.5	3	1.5	1.5	3	1.5
3	2.5	2.5	1	2	3	1	2.5	2.5	1
4	2.5	2.5	1	2.5	1	2.5	1.5	3	1.5
5	2	3	1	2.5	2.5	1	3	1	2
6	2	3	1	3	1	2	3	2	1
7	1	3	2	2	3	1	3	2	1
8	3	1.5	1.5	1.5	3	1.5	2	2	2
9	1.5	1.5	3	1	3	2	2	2	2
10	3	2	1	2	2	2	2	2	2
11	3	2	1	3	1.5	1.5	3	2	1
12	2	3	1	1.5	3	1.5	2	3	1
13	3	1.5	1.5	1.5	3	1.5	1	2	3
14	3	2	1	2	3	1	3	2	1
15	1	2.5	2.5	1.5	3	1.5	1	2	3
16	2	1	3	1	2	3	2.5	1	2.5
17	1	2	3	1	2	3	1.5	1.5	3
18	1.5	3	1.5	3	1	2	3	2	1
19	1.5	3	1.5	2	3	1	1	3	2
20	1	2	3	1	3	2	2.5	1	2.5
21	1.5	3	1.5	1	2	3	3	1	2
22	3	2	1	3	1.5	1.5	2	2	2
23	2	1	3	2.5	1	2.5	3	1.5	1.5
24	1	2	3	1	3	2	1	2.5	2.5
25	1	2.5	2.5	1	2.5	2.5	2.5	1	2.5
26	3	1.5	1.5	2	2	2	1	2.5	2.5
SOMME	50	57.5	48.5	47	61	48	54.5	52.5	49

Interprétation des résultats

Pour l'interprétation des résultats nous avons utilisé le test de Friedman basé sur le calcul de F . (M .Danzant.1988).

Le test de Friedman

C'est le test non paramétrique le plus employé en évaluation sensorielle car il correspond à une expérience équilibrée où n sujet ont noté chacun les p produits de l'étude. Les données sont donc appariées et la statistique de test utilise les rangs des produits, sujet par sujet (ces rangs peuvent tout à fait être calculés à partir de notes mises par les panélistes). Ce test, comme celui de Kruskal et Wallis, est un test de X^2 d'écart entre la somme des rangs obtenus par chaque produit et une somme des rangs moyenne (celle qu'auraient tous les produits s'ils étaient classés ex-æquo).

Soit

$$F = 12 / n \times p (p + 1) \sum [R_i + n (p + 1) / 2]^2$$

Où : R_i désigne comme précédemment la somme des rangs affectés au produit i . On calcule en général F sous forme suivante :

$$F = 12 / n \times p \times (p + 1) [R_1^2 + \dots + R_p^2] - 3n \times (p + 1)$$

Cette valeur doit être comparée à la valeur L lue dans la table des X^2 à $(p - 1)$ degrés de liberté au niveau 5%. Comme précédemment le test est un test unilatéral.

Pour la décision :

Si $F > L$: on décide que les produits sont perçus comme étant significativement différents.

Si $F < L$: on décide que les produits sont perçus comme étant identiques.

On voit qu'une telle méthode n'utilise que le classement des produits pour chacun des sujets, par conséquent il est indifférent de demander des notes ou de ne demander qu'un simple classement.

Lorsque le test conduit à une différenciation significative des produits ont fait appel à une comparaison multiple des sommes de rangs des produits. Dans le cas le test de FRIEDMAN, les effectifs sont les mêmes pour chacun des produits.

En conséquent chaque différence de moyenne doit être comparée à la valeur :

$$\delta = Z [n \times p (p + 1) / 6]^{1/2}$$

Où :

Z : est la valeur lue dans la table gaussienne au niveau 2

Si $|R_i - R_j| > \delta$ les produits i et j sont perçus comme significativement différents.

Si $|R_i - R_j| < \delta$ les produits sont perçus comme identiques. (F.Depledt, 1989)

V-5-1-Goût

Calcul de F pour le critère goût

$$F = 12 [(50)^2 + (57,5)^2 + (48,5)^2] / 26 \times 3 \times (3 + 1) - 3 \times 26 \times (3 + 1) = 1,788$$

Calcul de L

La valeur de « L » Lue sur la table (voire annexe VI) de X^2 à degré de liberté de 3 à 5% est de :

L=5,99

$F < L$: Les produits sont perçus comme étant identiques.

Les résultats de classement produits/ sujets représentent dans la figure V-22 suivant :

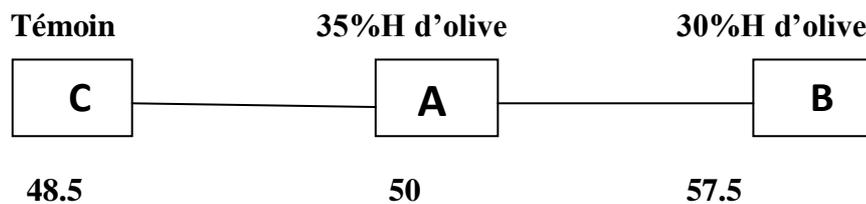


Figure V-22 Ordre de classement de margarines selon le critère Gout.

V-5-2-Couleur

Calcul de F pour le critère couleur

$$F = 12 \times [((47)^2 + (61)^2 + (48)^2) / 26 \times 3 \times (3 + 1)] - 3 \times 26 \times (3 + 1) = 4,692$$

L = valeur Lue sur la table (5.99).

$F < L$: Les produits sont perçus comme étant identiques

Les résultats de classement produits/ sujets représentent dans la figure V-23 suivante :

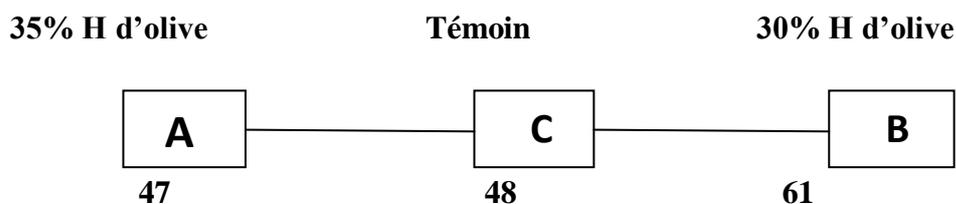


Figure V-23 Ordre de Classement de margarines selon le critère couleur.

V-5-3-Texture

Calcul de F pour le critère texture

$$F = 12 \times [[(54,5)^2 + (52,5)^2 + (49)^2] / 26 \times 3 \times (3 + 1)] - 3 \times 26 \times (3 + 1) = 0.596$$

L = valeur Lue sur la table (5.99).

$F < L$: Les produits sont perçus comme étant identiques.

Les résultats de classement produits/ sujets représentent dans la figure V-24 suivante :

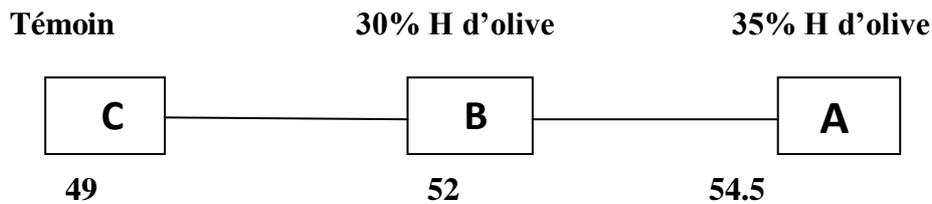


Figure V-24 Ordre de classement de margarine selon le critère texture.

Conclusion

- 1)-Pour le critère goût, les margarines enrichies avec l'huile d'olive sont identiques, au témoin et selon l'ordre de classement et de préférence par le consommateur, le produit enrichie avec 35% H d'olive est classé en 1^{er} position après le témoin.
- 2)-Du point de vue couleur la margarine enrichie avec 35%H d'olive tient en 1^{er} position avant le témoin, donc l'incorporation de l'huile d'olive à 35 %, améliore significativement la couleur du produit, qui est un critère très attirant et apprécié par le consommateur.
- 3)-Pour la texture des trois produits, la margarine témoin présente la meilleure texture cela est du aux opérations de malaxage, et cristallisation de produit, ou la margarine témoin est obtenue par un procédé industrielle que les deux margarines par un simple malaxage avec un batteur électrique.

Conclusion

Toute incorporation d'un nouvel ingrédient d'origine animale ou végétale dans une formulation donnée, entraîne la formation d'un produit qui doit trouver son utilisation pour rentabiliser la filière.

Le présent travail a été réalisé à la margarinerie Labelle, il a pour objectif l'exploitation des produits de terroir locaux de haute valeur nutritionnelle et fonctionnelle, huile d'olive et lait de soja via leur incorporation dans un produit alimentaire largement consommé qui est, la margarine.

Dans ce contexte, nous avons élaboré une nouvelle margarine de table diététique (80% MG et 16-18 % eau), avec substitution de sa phase aqueuse par le lait de soja et enrichissement de sa phase grasse avec l'huile d'olive vierge.

A cet effet, plusieurs recettes ont été testées en jouant sur le point de fusion, le goût, la couleur, la teneur en eau et en sel et la stabilité de l'émulsion pour aboutir à la recette répondant aux normes en vigueur.

Le présent travail a englobé en premier lieu, la caractérisation de la graine de soja, l'extraction et la caractérisation du lait ainsi obtenu, en deuxième lieu, la caractérisation des huiles végétales entrantes dans la formulation, en dernier l'incorporation de ces ingrédients dans la margarine selon les recettes préétablies.

A l'issu des résultats obtenus, nous pouvons conclure que :

Le lait de soja présente une haute valeur nutritive vue sa richesse en protéine (3.21%), AGE ($\omega 3$, $\omega 6$) aussi il est dépourvue du lactose, et pauvre en matières grasse donc, il est fort conseillé aux personne diabétique, les hypertendus et hypercholestérolémique.

L'incorporation de l'huile d'olive avec deux proportions différentes (30 et 35%), améliore considérablement la qualité nutritive de la margarine, vue sa richesse en AGMI et AGPI, sa fraction mineure et riche en antioxydants (β -carotène et tocophérols), et substances dérivées, esters aldéhyde, cétones... etc.

Concernant la caractérisation physico-chimique et microbiologique des deux formulations de margarines enrichies, et des huiles qui les constituent, on peut affirmer qu'elles répondent aux normes en vigueur.

En outre, les indices de qualité pour les margarines élaborées ; témoin et celles enrichies à huile d'olive et lait de soja, dont l'indice de degré d'altération par oxydation : indice de peroxyde (1,7 et 1,9 mEqd'O₂/Kg), et l'acidité (0.18 et 0.19% d'acidité oléique) sont également conformes aux normes.

L'analyse des huiles par CPG a révélé une gamme des acides gras allant de C10 à C20, avec prédominance d'acide oléique, et présence des acides gras essentiels $\omega 6$ et $\omega 3$ avec des teneurs élevées dans l'huile d'olive (11,30 et 0,59%).

D'après l'analyse par CG/MS, il s'avère que l'acide oléique est le plus prédominant dans les trois margarines. Les margarines enrichies ont présenté toute la gamme des AG de C8 à C20 avec une richesse en ($\omega 6$).

La couleur de la margarine varie proportionnellement avec le taux d'incorporation d'huile d'olive.

Par ailleurs le test de Friedman a révélé que les margarines enrichies avec l'huile d'olive et le lait de soja sont beaucoup appréciées pour leur saveur, texture, odeur et couleur.

L'étude de la stabilité oxydative par le test de rancimat et la méthode à l'étuve révèle que la margarine à 35% huile d'olive, présente une meilleure résistance à l'oxydation. Cette stabilité est proportionnelle aux taux d'incorporation d'huile d'olive.

Ce travail incite le consommateur à réduire l'apport en produits d'origine animale et privilégier ceux d'origine végétale de manière à réduire le taux de cholestérol et le risque de maladies cardiovasculaires.

Par ailleurs cette étude fait appel aux margarineries et autres à mettre en valeur la graine miraculeuse de soja et ses dérivés, afin d'enrichir le marché algérien de nouveaux produits diététiques.

En conséquence, la substitution de la phase aqueuse de la margarine par le lait végétal de soja et l'enrichissement de la phase grasse par l'huile d'olive, s'avère une approche innovante et concluante, afin d'encourager la valorisation et l'exploitation des produits de terroir locaux, dans l'objectif d'élaborer un aliment santé doué de propriétés fonctionnelles, qui jouisse d'une bonne image auprès du consommateur, et de rentabiliser la filière oléicole du point sur le plan économique.

Perspectives

A la lumière des résultats obtenus, il nous semble judicieux d'approfondir le présent travail en considérant les aspects suivants :

- Mesure de SFC (taux de solide)
- Détermination qualitative et quantitative de la teneur en vitamines du groupe B et E dans la margarine
- Dosage des phytostérols et polyphénols présents dans les margarines ainsi enrichies.

-Anonyme SOY VILAGE info.

-Anwar F., Hussain A.I., Iqbal S., Bahanger M.I., (2006) Enhancement of the oxidative stability of some vegetable oils by blending with Moringa oleifera oil. Food Chemistry, Article in Press.

- Berk. Z. FAO(1993) : Technologies de production des farines alimentaires et de produits issus du soja. Edition Tec & Doc, Lavoisier, PARIS.

- Bertrand, J.P. (1974) : les industries de lactose et de la caséine végétale de soja.

-Bimbinet J-J., Duquenoy A., Trystram G.(2002). Génie des procédés alimentaires, des bases aux applications. Ed Dunod. 553p.

- Boyeldieu, J.P (1991) : Produire des graines oléagineux et protéagineux. Edition Tec & Doc, Lavoisier.

- Bruckert E, Sarfaty-Lacrosniere C, Nigon F, Chauvois D, Neveu C, Chapman J.(2002).les phytostérols :une nouvelle approche dans la prise en charge diététique de l'hypercholestérolémie .cahiers de nutrition et de diététique,36,pp 314-347.

-Bonnefoy C,Guillet F,Ieyral G(2002) :microbiologie et qualité dans les industries agro-alimentaires Ed :Doin pp 87-106

-Bourgeois. C et al. (1996) : microbiologie alimentaire. Edition Tec & Doc, Lavoisier, PARIS.

-Brown, L.C(1956) : Margarine production. JAOCS, 33:506.

-Calvo M,M.Gracia ;M.L ;Selgas,M,D.(2007):Dry fermented sausages anriche with lycopene form tomato peet. Meat science.

- Cheftel J-C., Lorient D. (1985) : Les protéines alimentaires, propriétés fonctionnelles, leur valeur nutritionnelle .Edition Tec &Doc. Lavoisier, PARIS.

-CETIOM/AFNOR, (1987) : Guide pratique l'analyse des graines oléagineuses p 237.

Denmark. Journal of the American Oil Chemists' Society (75) : 1079–1083.

diététique Ed Lavoisier, 2005 p : 322-331 Effects of pan-frying in margarine and olive oil on the fatty acid composition of cod and salmon.*Food Chemistry*, 98, pp 609-617.

- Djouab. A (2007) : mémoire de magistère préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèche

-Espiard E., (2003) : introduction à la transformation industrielle des fruits .Ed. Lavoisier.

- François. R. (1974) : Les industries des corps gras. GENEVE. Lavoisier.

-Fouin J, Sarfait. C (2003) : le guide de l'huile d'olive, Ed : Rouergue.

-Fredot E, (2005) : Connaissance des aliments : base alimentaire et nutritionnelles.

Références bibliographiques

- **Graille. J. (2003)** : Lipides et corps gras alimentaires, édition LAVOISIER, P 469.
- Ghedira K., (2008)** : professeur, enseignant au dument de phytothérapie, paris.
- Godon B. (1990)**: protéines végétales.1^{ère} édition Tec &Doc, Lavoisier, PARIS, p 666.
- Godon. B. (1996)**: protéines végétales 2^{ème} édition Tec &Doc, Lavoisier, PARIS.
- **Guerba àGuezmir, Samia(1997)** : Huile d'olive et Maladies Cardio-vasculaires. Olive, juin, N 67, p38-42.
- Guiraud,J (2003)** :microbiologie alimentaire ,Ed paris pp 81-101 in Turkey. Journal of Food Composition and Analysis (19): 55–58.
- Himed L, (2011)** : mémoire de magistère évaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielle des citrus limon : application à la margarine.

- **Judde A., Benakmoum et al, (2004)** : Prévention de l'oxydation des acides gras dans un système cosmétique : mécanismes, conséquences, moyens de mesure, quels antioxydants pour quelles applications OCL 11 (6) : 414-418.

- Karabulut I, Turan S., (2006)**: Some properties of margarines and shortenings marketed
- **Kaeleskind .A, (1992)** : Manuel des corps gras .PARIS Tec et Doc.1992.

- Loussert et G. Brousse, (1978)** : L'olivier. Ed : Lavoisier.

- Luchetti F., (1999)** : Conseil oléicole international : ocl vol -6n°1janvier.
- Mahdi Y, Saib I, (2016)**: Mémoire optimisation de traitement par adsorption en batch sur charbon actif en grain des eaux du tannerie de RUIBA prétraitées par FENTON chimie dans l'élimination du chrome III.

- Matagrín. A., (1939)**:Le soja et les industries de soja. Edition GAUTHIER-Villars, PARIS.

- Mecena. M, V.Mecena(1994)**:Le soja et votre santé. Monounsaturated fatty acids in frying fats, and in margarines and shortenings marketed in.

- Ovesen L., Torben L. et Hansen K.,(1998)**: Fatty acid composition and contents of trans
- Pagnol J., (1975)** : Olivier 2^{ème} édition préface de BONNET P président de la fédération internationale d'oléiculture p16, p17, 77, paris.
- Petranxiene D, et lapied L, (1981)** : qualité bactériologique « analyses et tests »Ed Tec et Doc Lavoisier ,226p.

- Prestott L,M,lerley J.p.(2003)**:microbiologie 2^{ème} Ed Français :De Boeck-université p 976.

- Psyllakis, N, Mikros, L.et Kiritsakis A,(1980)** : Caractéristique qualitatives de l'huile d'olive et les facteurs qui influent sur ces caratéristiques.In, Actes du III congrès international sur la valeur biologique de l'huile d'olive, septembre, p 553-555.
- Rebour H., (2005)** : chef du service de l'arboculture, situation actuelle de l'oléiculture en Algérie.
- Roehilly Y. (2002)**:la fabrication d'huile d'olive, une étude bibliographique p.6-19.

Références bibliographiques

Rossignol-Castera .A (2006) : Conférence Ingrédients nutritionnels et Fonctionnels. Journées Alimentset Santé- La Rochelle. Document interne ITERG.

-Ryan.D, Robaradas K et Lavee S, (1998) : évaluation de la qualité de l'huile d'olive.

-Veillet S. (2010) : Enrichissement nutritionnel de l'huile d'olive : Entre tradition et innovation thèse doctorat.

-Viola P. (1988 –1997) :l'huile d'olive. In : l'huile et la santé .Espagne :éd. Conseil Oléicole international, p 64.

-Winnacker, (1969) : traite des chimies appliquées (chimie organique) Ebdari 1969, p 500-502.

-Wolff, J.P(1968): Manuel d'analyse des corps gras, Azoulay éditeur, Paris.

-Zaeromali M, Nateghi L et Yousefi M,(2014) : Production of industrial margarine with low tran's fatty acids and investigation of physicochemical properties. European Journal of Experimental Biology, 4(1):583-586.

- Zidani S,(2009) : mémoire de magistère valorisation des peleurs de tomates séchées en vue de leur incorporation dans la margarine .

-Sites internet:

- http://www.iterg.fr/article.phpid_article

-www.dietobio.com/dossiers/fr/soja/.

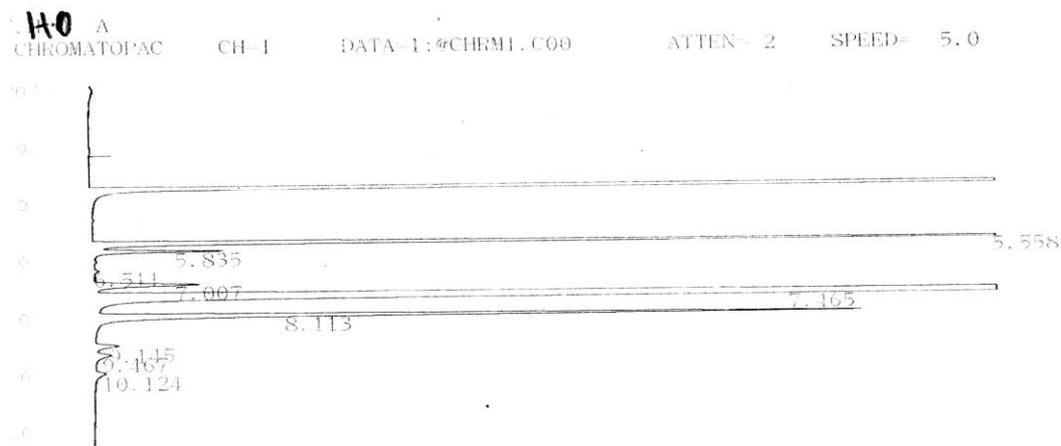
- www.asa.com.

Annexes I : Différents essais élaborés.



Annexes II : Résultats d'analyse par CPG des trois huiles entrées dans la formulation

➤ Huile d'olive

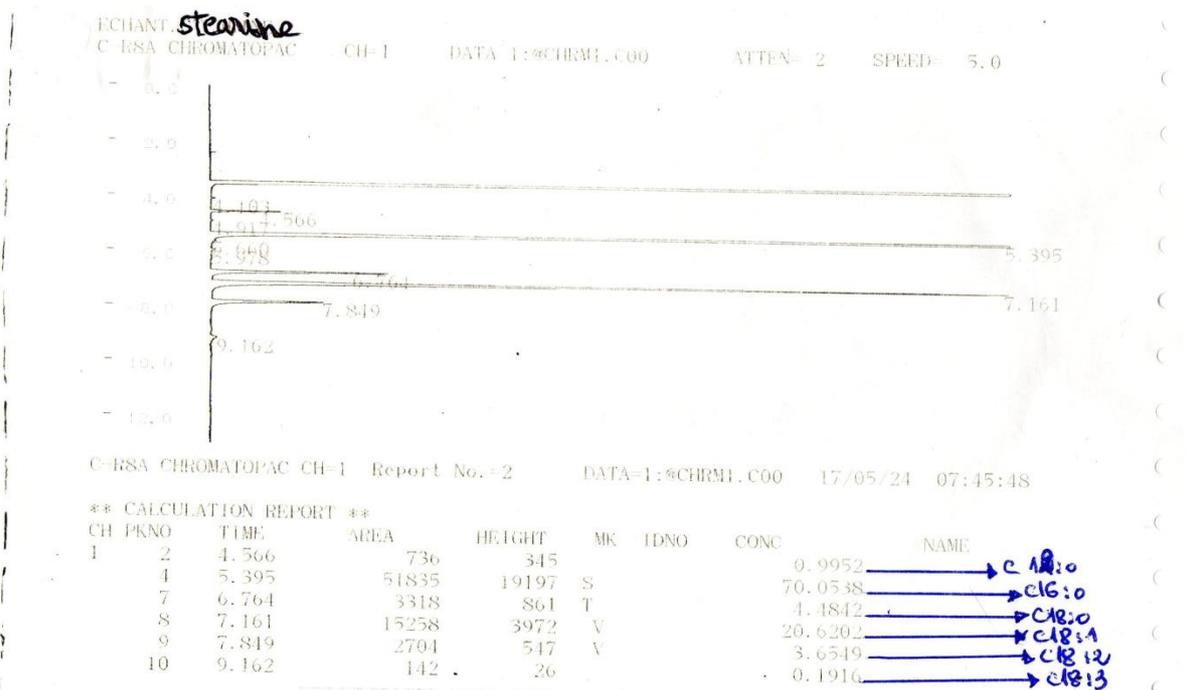


CHROMATOPAC CH=1 Report No.=8 DATA=1:@CHRM1.C00 17/05/23 13:36:50

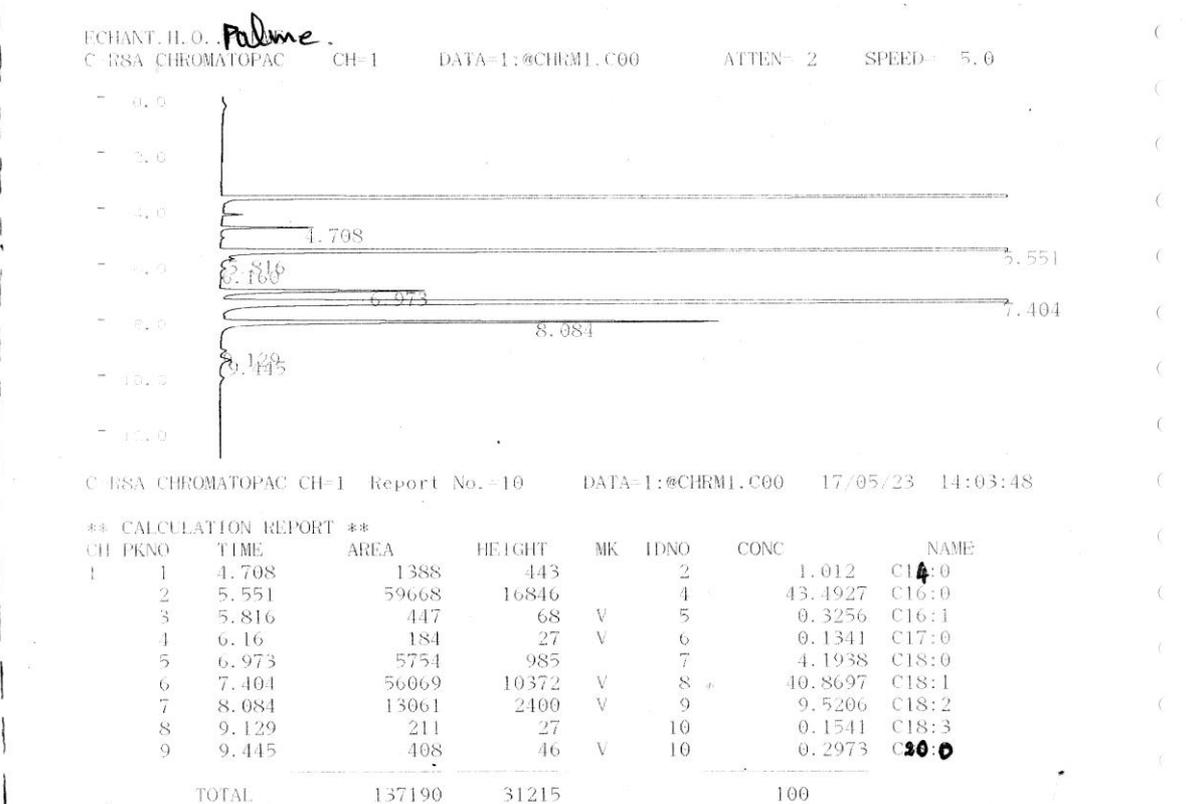
LCULATION REPORT **

NO	TIME	AREA	HEIGHT	MK	IDNO	CONC	NAME
1	5.558	26033	5811		4	15.1404	C16:0
2	5.835	3098	547	V	3	1.8017	C16:1
3	6.511	379	24	V			
4	7.007	3639	449	V	7	2.1162	C18:0
5	7.465	117303	15484	V	8	68.221	C18:1
6	8.113	19445	3209	V	9	11.309	C18:2
7	9.145	1017	103	V	10	0.5915	C18:3
8	9.467	815	67	V	10	0.4739	C20:0

➤ La stéarine



➤ Huile de palme



Annexe III : Les résultats d'analyse microbiologique

	S.P.A.MARGARINERIE « LA BELLE »
	VILLE NOUVELLE N° 5 DAR EL BEIDA - ALGER
	SERVICE LABORATOIRE
BULLETIN D'ANALYSE MICROBIOLOGIQUE	

**NORMES TIREES DU JOURNAL OFFICIEL
DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE
N°35 DU 27 MAI 1998**

Type de produit : margarine à 30% d'huile d'olive

Date d'analyse : 28/03/2017

Nombre d'échantillons : 1

Germes recherchés	Résultats	Normes
Germes aérobies mésophiles (30°C).	<30	300-1000
Coliformes fécaux (44°C)	Absence	Absence
<u>Staphylococcus aureus</u> (37°C).	Absence	Absence
Levures (20 à 25°C.)	<30	30-100
Salmonella. (37°C.)	Absence	Absence

Conclusion : le produit est de bonne qualité microbiologique

ABAD Nora
responsable Laboratoire
S.P.A.-Margarinerie LaBelle

	S.P.A.MARGARINERIE « LA BELLE » VILLE NOUVELLE N° 5 DAR EL BEIDA - ALGER
	SERVICE LABORATOIRE
	BULLETIN D'ANALYSE MICROBIOLOGIQUE

**NORMES TIREES DU JOURNAL OFFICIEL
DE LA REPUBLIQUE ALGERIENNE
N°35 DU 27 MAI 1998**

Type de produit : margarine à 35% d'huile d'olive

Date d'analyse : 28/03/2017

Nombre d'échantillons : 1

Germes recherchés	Résultats	Normes
Germes aérobies mésophiles (30°C).	<30	300-1000
Coliformes fécaux (44°C)	Absence	Absence
<u>Staphylococcus aureus</u> (37°C).	Absence	Absence
Levures (20 à 25°C.)	<30	30-100
Salmonella. (37°C.)	Absence	Absence

Conclusion : le produit est de bonne qualité microbiologique

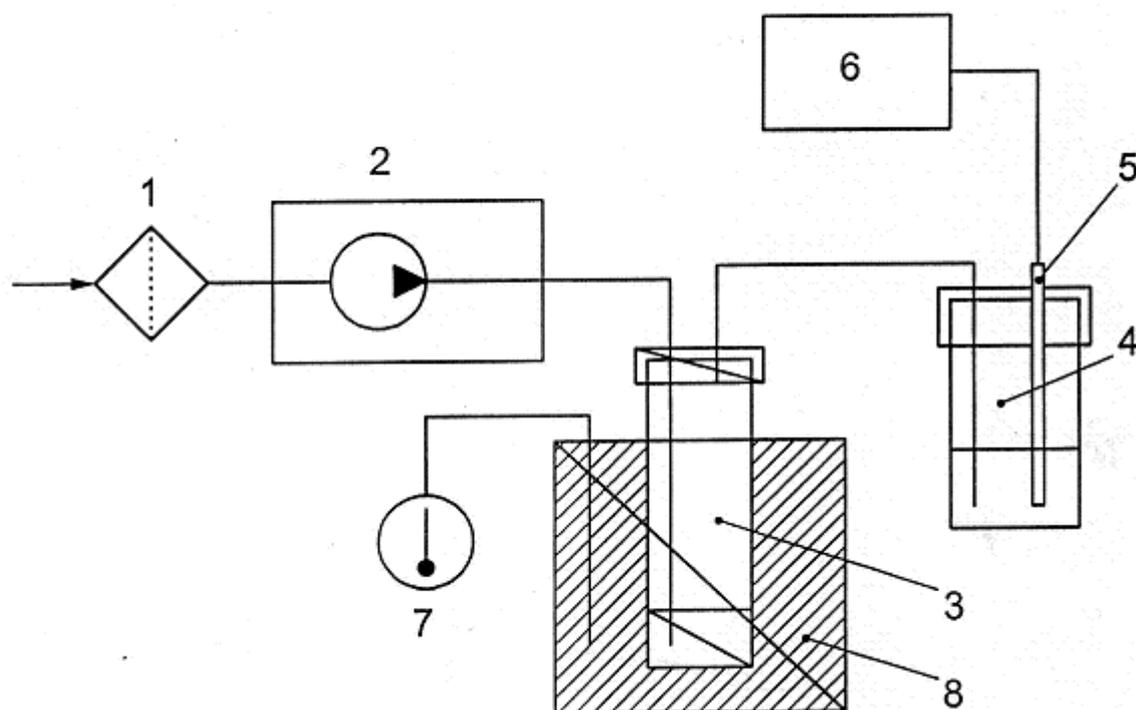
ABAD Nora
 Responsable Laboratoire
 S.P.A. Margarine Labelle

Annexe IV: Table X^2

TABLE DE X^2

DDL _a	10%	5%	2,5%	1%	1‰
1	2,71	3,84	5,02	6,63	10,83
2	4,61	5,99	7,38	9,21	13,82
3	6,25	7,81	9,35	11,34	16,27
4	7,78	9,49	11,14	13,28	18,47
5	9,24	11,07	12,83	15,09	20,52
6	10,64	12,59	14,45	16,81	22,46
7	12,02	14,07	16,01	18,47	24,32
8	13,36	15,51	17,53	20,09	26,13
9	14,68	16,92	19,02	21,67	27,88
10	15,99	18,31	20,48	23,21	29,59
11	17,27	19,67	21,92	24,72	31,26
12	18,55	21,03	23,34	26,22	32,91
13	19,81	22,36	24,74	27,69	34,53
14	21,06	23,68	26,12	29,14	36,12
15	22,31	25,00	27,49	30,58	37,70
16	23,54	26,30	28,84	32,00	39,25
17	24,77	27,59	30,19	33,41	40,79
18	25,99	28,87	31,53	34,80	42,31
19	27,20	30,14	32,85	36,19	43,82
20	28,41	31,41	34,17	37,57	45,32
21	29,61	32,67	35,48	38,93	46,80
22	30,81	33,92	36,78	40,29	48,27
23	31,01	35,17	38,08	41,64	49,73
24	33,20	36,41	39,37	42,98	51,18
25	34,38	37,65	40,65	44,34	52,62
26	35,56	38,88	41,92	45,64	54,05
27	36,74	40,11	43,19	46,96	55,48
28	37,92	41,34	44,46	48,28	56,89
29	39,09	42,56	45,72	49,59	58,30
30	40,26	43,77	46,98	50,89	59,70

Annexe V



- 1 Filtre à air
- 2 Pompe à membrane pour gaz
- 3 Flacon d'oxydation à l'air
- 4 Cellule de mesure
- 5 Electrode
- 6 Appareil de mesure et d'enregistrement
- 7 Thyristor et thermomètre à contact
- 8 Bloc chauffant

Représentation schématique de l'appareillage du test de Rancimat

Annexe VI



Appareil du rancimat