

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira de BEJAIA
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Biologie
Option : Contrôle de Qualité et Analyses

Valorisation industrielle des pelures de la figue de barbarie "Opuntia ficus indica" de la région de Béjaia: Margarine

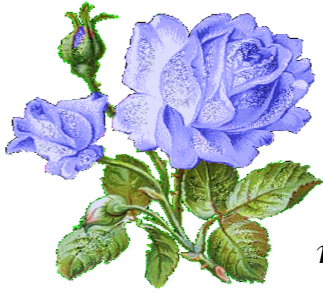
Présenté par :

- ❖ M^{lle} DJERROUD Naima
- ❖ M^{lle} NARAOUI Fatima

Membres de Jury :

- ❖ Président : M^{me} LEHOUCHE R.
- ❖ Promotrice : M^{me} CHOUGUI N.
- ❖ Co-promoteur : M^r ZEROUAL B.
- ❖ Examineur1: M^r BOUDRIES H.
- ❖ Examineur2: M^{lle} MINDJOU S.

Année universitaire: 2012/2013



Remerciement

Dieu merci pour la santé, la volonté et le courage qui nous ont accompagnés durant le cursus universitaire afin de réaliser ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre sincère gratitude :

- ♣ A M^{me} **LEHOUCHE R.**, de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury, M^{lle} **MINDJOU S.** et M^r **BOUDRIES H.**, d'avoir accepté d'examiner et de juger notre travail ;*
- ♣ A notre promotrice M^{me} **CHOUGUI N.**, de nous avoir encadré, de son suivi, ses conseils, sa disponibilité et sa patience. Nous vous témoignons ici toute notre reconnaissance.*
- ♣ A M^r **REBRAB I.**, le directeur général de « **CEVITAL** » de nous avoir ouvert les portes de la recherche scientifique et d'avoir mis à notre disposition les différents moyens pour réaliser ce projet.*
- ♣ A M^r **HADJAL S.**, de nous avoir accueilli dans son équipe de recherche et du développement « **CEVITAL** » et d'avoir mis à notre disposition les moyens nécessaires pour la réalisation de ce modeste travail. Merci de nous avoir orienté, dirigé et suivi pendant toute la période de notre stage.*
- ♣ A notre Co-promoteur M^r **ZEROUAL B.**, de nous avoir aidé à réaliser ce travail, de sa disponibilité et ses conseils.*
- ♣ A M^r **ALIANE K.**, de nous avoir donné la chance de réaliser notre travail et de ses encouragements.*
- ♣ Merci à toute l'équipe de recherche et du développement (Boubker, Fatma,...), l'équipe des laboratoires physico-chimiques et microbiologiques de la margarinerie du complexe « **CEVITAL** ».*
- ♣ A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail surtout à M^r **ZIDANI S.**, M^r et M^{me} **Tamendjari.***

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❁ *Mes très chers parents, pour leur amour, leur sacrifice et leur soutien dans mes échecs et mes réussites durant toutes ces années*
- ❁ *Mes très chères sœurs (Saida et Meghdouda)*
- ❁ *Mes très chers frères (Lahlou, Ziriet Hanafi)*
- ❁ *Ma très chère grand-mère (Taklit) à qui je souhaite une longue vie pleine de santé*
- ❁ *Ma très chère copine Naïma et à toute sa famille*
- ❁ *Mes copines de chambre (Zahra, Linda, Chafiaa, Siham, Nassima et Fatima)*
- ❁ *Tous mes amis(es) sans exception (Djilali, Massika, Malika, Elyas, Nassima, Razik, Assia, Mohammed...)*
- ❁ *Toute la promotion 5^{ème} CQA et 4^{ème} CQA (2012-1013)*

Fatima



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- ❁ *Mes très chers parents, pour leur amour, leur sacrifice et leur soutien dans mes échecs et mes réussites durant toutes ces années.*
- ❁ *Mes très chères sœurs (**Lahna** et **Sabiha**)*
- ❁ *Mes très chers frères (**Mouloud**, **Menad** et **Nadjib**)*
- ❁ *Ma très chère sœur **Zoulikha**, son mari **Mounir** et leur petite adorable fille **Marwa**.*
- ❁ *Mes très chères grand-mères (**Yamina** et **Taous**)*
- ❁ *Ma très chère copine et binôme **Fatima** et à toute sa famille*
- ❁ *A mes copines de chambre (**Farida**, **Hanna**, **Sarah** et **Soria**)*
- ❁ *A tous mes amis(es) sans exception (**Nassima**, **Elyas**, **Tafsouth**, **Massika**, **Djilali**...)*
- ❁ *A toute la promotion 5^{ème} CQA et 4^{ème} CQA (2012-1013)*

Naïma



Liste des abréviations

AFNOR :	Association Française de Normalisation
AgCl :	Chlorure d'Argent
AgNO₃ :	Nitrate d'Argent
AlCl₃ :	Chlorure d'Aluminium
BHA:	Butyl Hydroxy Anisol
BHT:	Butyl HydroxyToluène
BP:	Baird Parker
DPPH:	Diphénylpycridylhydrazyl
EAA :	Equivalent en Acide Ascorbique
EAG:	Equivalent en Acide Gallique
EC :	Equivalent en Cyanidine
EC₅₀:	Concentration Efficace à 50%
FAO:	Food and Agriculture Organization
FB :	Figue de Barbarie
Fe₂(SO₄)₃:	Sulfate de fer
FeCl₃:	Chlorure ferrique
FROs :	Forme Réactive de l'Oxygène
HCl:	Acide Chlorhydrique
ISO :	Organisation International de Standardisation
MF:	Matière fraîche
MS :	Matière sèche.
NE :	Norme d'Entreprise
PCA :	Plate Count Agar
pH :	Potentiel Hydrogène
ppm :	Partie par million
RMN :	Résonance Magnétique Nucléaire
SFB :	Bouillon au Sélénite de Sodium
Uf° :	Unité Fourragère
UFC :	Unité Formant une Colonie
UV :	Ultra-violet
Vit. :	Vitamine
VRBL :	Gélose Biliée Lactosée au cristal Violet et au Rouge neutre

Liste des figures

N°	Titre	Page
01	Photographie du figuier de barbarie de la région de Chemini	02
02	Photographies de différentes variétés de la figue de barbarie	03
03	Structures chimiques de flavonoïdes identifiés dans la pulpe de la figue de barbarie	09
04	Structure chimique d'un tanin hydrolysable et d'un tanin condensé	10
05	Structure des β -carotène	11
06	Structure chimique de la bétanine et de l'indicaxanthine	12
07	Diagramme de fabrication de la margarine	16
08	Structure d'alpha-tocophérols	18
09	Photographie de la figue de barbarie de la région de Chemini.	21
10	Photographies des pelures de la figue de barbarie de la région de Chemini	21
11	Protocole d'extraction des composés phénoliques totaux	22
12	Pouvoir réducteur de l'extrait de pelures de figue de barbarie et des standards quercetine et BHA	33

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I	Compositions chimiques et minérales de la pulpe de la figue de barbarie	04
II	Composition physico-chimique des pelures de la figue de barbarie et leur fraction lipidique	08
III	Principales vitamines liposolubles présentes dans la pelure de la figue de barbarie	11
IV	Principaux additifs ajoutés pour la préparation de la margarine	15
V	Les ingrédients des margarines élaborées	26
VI	Germes recherchés dans les margarines élaborées et les conditions d'analyses.	30
VII	Caractéristiques de la variété de la figue de barbarie étudiée.	31
VIII	Teneurs des pelures de la figue de barbarie en antioxydants	32
IX	Inhibition du DPPH (IC ₅₀ , EA) de l'extrait de pelures de la figue de barbarie et des standards quercetine et de BHA.	34
X	Propriétés physico- chimiques des deux margarines élaborées à l'échelle pilote.	35
XI	Taux de solides des deux margarines élaborées (%).	37
XII	Propriétés microbiologiques de la ME2	37

Sommaire

Sommaire

Liste des abréviations	i
Liste de figures	ii
Liste de tableaux	iii
Introduction	1

Partie théorique

Chapitre I : Généralités

1. Généralités sur le figuier de barbarie	2
2. Définition de la figue de barbarie (<i>Opuntia ficus-indica</i>)	2
3. Classification botanique	2
4. Les variétés de la figue de barbarie	3
5. Composition chimique et valeur nutritionnelle	4
6. Utilisations	5

Chapitre II: Les pelures

1. Définition	7
2. Morphologie de la pelure de la figue de barbarie.....	7
3. Composition	7
3.1. Composition physico-chimique.....	7
3.2. Composition en antioxydants	8
3.2.1. Composés phénoliques	8
3.2.2. Flavonoïdes	9
3.2.3. Les tanins.....	9
3.2.4. Vitamine C	10
3.2.5. Vitamine E.....	10
3.2.6. Caroténoïdes.....	11
3.2.7. Bétalaines	11
4. Valorisation des pelures de la figue de barbarie.....	12

Chapitre III: La margarine

1. Compositions de la margarine	14
1.1. Phase grasse.....	14
1.2. Phase aqueuse.....	14
1.3. Additifs.....	15
2. Procédé de fabrication de la margarine	15
3. Facteurs de détérioration de la margarine	17
4. Moyens de lutte	18
4.1. Les antioxydants synthétiques : La vitamine E.....	18
4.2. Autre alternative: valorisation des ressources naturelles.....	19

Partie pratique

I. Matériel et méthodes

1. Matériel et végétal	21
1.1. Récolte.....	21
1.2. Prétraitement	21
2. Analyses	22
2.1. Détermination du taux d'humidité	22
2.2. Extraction des composés phénoliques totaux	23
2.3. Dosage des antioxydants	23
2.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux.....	23
2.3.2. Dosage des flavonoïdes	23
2.3.3. Dosage des tanins	23
2.4. Evaluation des activités antioxydante et anti-radicalaire	24
2.4.1. Pouvoir réducteur	24
2.4.2. Activité anti-radicalaire sur le DPPH.....	25
3. Elaboration d'une margarine avec de l'extrait de pelures de figue de barbarie.....	25
3.1. A l'échelle laboratoire :	25
3.2. A l'échelle pilote	26
3.3. Mesure de la stabilité oxydative (test de Rancimat) des margarines élaborées	26
4. Détermination des propriétés physico-chimiques des margarines élaborées	27
4.1. Détermination de pH.	27
4.2. Détermination du taux d'humidité	27
4.3. Détermination de la teneur en sel.....	27
4.4. Détermination de taux de solide par Résonance Magnétique Nucléaire (teneur en corps gras solides).....	27
4.5. Détermination du point de fusion.....	28
4.6. Détermination de l'indice de qualité	28
5. Analyses microbiologiques des margarines élaborées	28
5.1. Dénombrement des germes aérobies à 30°C.....	29
5.2. Recherche des Salmonelles	29
5.3. Recherche des coliformes.....	29
5.4. Recherche de staphylococcus aureus	29
5.5. Dénombrement des levures	29
6. Analyses statistiques	30

II. Résultats et discussions

1. Caractéristiques de la variété d' <i>Opuntia ficus-indica</i> étudiée.....	31
2. Taux d'humidité	31
3. Teneur en antioxydants dans les pelures de figue de barbarie	32
3.1. Les composés phénoliques	32
3.2. Les flavonoïdes	32

3.3. Les tanins condensés	32
4. Activité antioxydantes et antiradicalaires	33
4.1. Pouvoir réducteur	33
4.2. Activité anti-radicalaire sur le DPPH.....	33
5. Margarines élaborées.....	34
5.1. Stabilité oxydative des margarines élaborées.....	34
5.1.1. A l'échelle laboratoire.....	34
5.1.2. A l'échelle pilote.....	34
5.2. Propriétés physico-chimiques des deux margarines élaborées.....	35
5.2.1. pH.....	35
5.2.2. Taux d'humidité	35
5.2.3. Teneur en sel	36
5.2.4. Point de fusion.....	36
5.2.5. Indice de peroxyde (Indice de qualité).....	36
5.2.6. Taux de solide, SFC (Solid Fat Content)	36
5.3. Propriétés microbiologiques.....	37
Conclusion.....	38

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

Les fruits sont intégrés dans l'alimentation humaine quotidienne depuis toujours. Ils constituent avec leurs pelures et graines une source inépuisable de nutriments dont les métabolites secondaires sont parmi les plus importants (**Grigora, 2012**).

Opuntia ficus-indica, connu sous le nom de la figue de barbarie, est l'une des plantes les plus anciennes ; elle est originaire du Mexique mais qui a pu se naturaliser dans d'autres pays et proliférer, aujourd'hui, sur des terrains arides, secs et pierreux des cinq continents (**Houérou et Monjouze, 1965; Arba et al., 2000**). La première importance économique de cette plante, dans le monde, réside dans la production de fruits comestibles (**Pimienta-Barrios et al., 1993**). Celui-ci est principalement consommé frais ; il est également transformé sous forme de boissons (nectars, jus) ou de confitures, marmelades etc. Cette exploitation génère une importante quantité de sous-produits (Graines et pelures) (**Habibi, 2004**). Les pelures représentent une large proportion ; elles varient de 40% à 50% de fruit entier qui constitue une source de composés phénoliques, flavonoïdes, bétalaines... (**Kuti, 2004 ; Arrizon et Carderon-Sandoval, 2006**).

L'isolement et la caractérisation de ces composés bioactifs constituent un sujet de recherche très actuel. De nombreuses études explorent aujourd'hui la possibilité de leur transformation en additifs dans différents produits alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques (**Khan, 2010**).

L'oxydation est un phénomène largement répandu aussi bien dans le domaine alimentaire (oxydation des lipides) que physiologique (stress oxydant). Parmi ces produits la margarine qui représente un exemple typique car 82% de sa composition est constituée de matière grasse: première cible de l'oxydation (**Karleskind, 1992**). En effet, l'oxydation des lipides est une cause majeure de dégradation de la margarine lors de sa fabrication et de sa conservation. La conséquence la plus perceptible de celle-ci est l'apparition d'odeurs désagréables. Ces odeurs conduisent souvent au rejet du produit par le consommateur (**Prior, 2003**).

Pour lutter contre l'oxydation de la margarine, l'entreprise Cevital utilise des antioxydants d'origine synthétique telle que la α -tocophérol (vit. E) qui est le plus employé. La tendance, aujourd'hui, étant d'utiliser des substances d'origine naturelle qui jouerait le même rôle sans modifier les propriétés du produit. L'une des approches la plus appropriée consiste en l'exploitation d'extraits de déchets alimentaires ; c'est dans ce cadre que s'inscrit ce présent travail et dont l'objet d'étude a été les pelures de figue de barbarie. L'étude visait à substituer le Tocoblend par l'extrait de pelures dans la margarine de table et à vérifier si cet extrait possédait des propriétés antioxydantes permettant de favoriser la résistance de la margarine élaborée à l'oxydation, sans modifier ses caractéristiques physico-chimiques et microbiologiques.

Partie théorique

Chapitre I

1. Généralités sur le figuier de barbarie

Le figuier de barbarie est une plante originaire des régions arides et semi-arides du Mexique, qui a été introduite en Afrique du Nord vers le 16^{ème} siècle. C'est une plante qui peut mesurer jusqu'à 5 mètres de hauteur, avec un tronc épais et ligneux. Ses articles aplatis en forme de raquettes (cladodes) de couleur vert mat, ayant une longueur de 30 à 50cm et une largeur de 15 à 30cm, sont couverts de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs. Ses fleurs, marginales sur le sommet des cladodes, sont hermaphrodites, de couleur jaune et deviennent rougeâtres à l'approche de la sénescence de la plante (Habibi, 2004).



Figure 1 : Photographie du figuier de barbarie de la région de Chemini (Anonyme, 2012).

2. Définition de la figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*)

Opuntia ficus-indica est une baie charnue ovoïde, allongée ou ronde pourvue d'épines, généralement verdâtre ou jaune à maturité. La pulpe est toujours juteuse, de couleur jaune-orangé, rouge ou pourpre, parsemée de nombreuses petites graines (Habibi, 2004).

3. Classification botanique

Les cactacées sont des angiospermes dicotylédones dialypétales caliciformes de l'ordre des caryophyllacées (Wallace et al., 1997). Elles font partie des plantes xérophytes et succulentes. Les xérophytes sont des plantes qui ont réussi à développer une aptitude à se contenter de peu d'eau et qui peuvent donc survivre à des très longues périodes de sécheresse, telles que celles que l'on rencontre dans les régions arides et péri-désertiques (Habibi, 2004).

Wallace et Gibson (2002) ont rapporté la classification suivante :

Règne :	Plantae
Sous-Règne :	Spermaphyte
Division :	Angiosperme
Classe :	Dicotylédone
Sous-Classe :	Caryophyllale
Famille :	Cactaceae
Sous-Famille :	Opuntiadiaceae
Genre :	Opuntia
Espèce :	<i>Opuntia ficus indica</i>

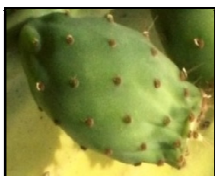
4. Les variétés de la figue de barbarie

Selon Araba et al. (2000), *Opuntia ficus-indica* est la plus répandue. Il existe plusieurs cultivars qui se distinguent par :

- La forme du fruit (ovoïde, allongée ou ronde) ;
- La couleur de la fleur (jaune, orange ou rose) ;
- La couleur de la pulpe de fruit (verte, jaune, orange ou rose) ;
- Les périodes de floraison et de maturité (précoce ou tardive) ;
- Les caractéristiques organoleptiques des fruits (les fruits sucrés, juteux, de bonne consistance et avec le moins possible de grains sont les plus appréciés).

Par ailleurs, les nombreuses variétés ou cultivars de la figue de barbarie se distinguent en deux groupes :

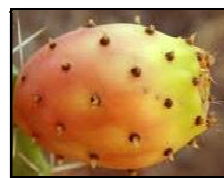
- Variétés inermes qui sont souvent domestiquées et cultivées sur des surfaces limitées ;
- Variétés épineuses qui sont les plus répandues car elles résistent à la destruction par le bétail.



Verte



Rouge propre



Orange



Jaune

Figure 2 : Photographies de différentes variétés de la figue de barbarie (Anonyme, 2012).

5. Composition chimique et valeur nutritionnelle

La figue de barbarie à une composition et une valeur nutritive semblable à d'autres fruits. Elle est très rafraichissante et nutritive (**Sàenz et Sepulveda, 2001**).

La composition chimique de la figue de barbarie dépend de la variété, de l'état de maturation et des conditions environnementales (**El kossori et al., 1998**).

Le tableau suivant illustre la composition chimique et minérale de la pulpe de la figue de barbarie.

Tableau I : Composition chimique et minérale de la pulpe de la figue de barbarie (**Diazmedina et al., 2006**)

Paramètre	Teneur	Paramètre	Teneur
Humidité %	82.27	Composés phénoliques (mg/100g)	45.20
pH	6.36	Acide ascorbique (mg/100g)	17.10
Acidité g/100g	0.078	Na (mg/Kg)	6.25
Brix %	14.58	K (mg/Kg)	1583
Protéines%	0.90	Ca (mg/Kg)	263
Lipides%	0.50	Mg (mg/Kg)	251
Cendres%	0.392	Fe (mg/Kg)	1.98
Fibres totaux%	5.35	Zn (mg/Kg)	2.05

La figue de barbarie est composée de 48% d'écorce et 52% de pulpe. Cette dernière contient 88% de jus et 12% de graines (**Kaanane, 2000**).

Plusieurs auteurs considèrent que le fruit et, exclusivement la graine comme une nouvelle source d'huile végétale de haute valeur. La richesse de ce fruit en vitamines principalement la vitamine C, en minéraux (calcium, potassium et magnésium), en pigments bétalaines (bétacyanines et bétaxanthines) ainsi qu'en d'autres antioxydants naturels (polyphénols, flavonoïdes et tanins) expliquent le nombre d'études consacrées à ce fruit (**Feugang et al., 2006 ; El Samahy et al., 2009**).

6. Utilisations

La figue de barbarie est employée dans divers secteurs, utilisant ses différentes parties. Dans le secteur alimentaire, mise à part sa consommation directe à l'état frais, elle est également, utilisée dans la préparation des confitures, boissons alcooliques, sirops, fruit glacé et miel de Tuna (**Barbera et al., 1993 ; Arba, 2009 ; Kunyanga et al., 2009**).

Récemment, dans certains pays (Italie, Mexique, Chili...), le fruit est conditionné industriellement et stabilisé par différentes méthodes (froid, séchage, chaleur) ou transformé en miel, boissons alcoolisées, confiture, colorant alimentaire (pourpre de barbarie) (**Mohamed-yasseen et al., 1996 ; Hamdi, 1997**).

Les raquettes sont utilisées pour l'alimentation du bétail et constituent une réserve fourragère sur pied disponible à tout moment et exploitable sur plusieurs années (**El Alaoui, 1998**). Cependant ce fourrage est pauvre en protéines et en lipides. Il présente par contre un rapport élevé en calcium/phosphore et des niveaux intéressants en glucides, eau et en vitamines. Il a ainsi une valeur fourragère moyenne de 0.06 à 0.08 Uf^o/kg de raquettes (**Russel et al., 1985**).

Les mucilages de la figue de barbarie possèdent des propriétés fonctionnelles importantes ainsi ils pourraient servir d'agents épaississants ou émulsionnants et forment des colloïdes visqueux ou gélatineux (**Nobel, 2002 ; Piga, 2005**). Il a été démontré que le mucilage isolé des raquettes permet de réduire le cholestérol total dans le sang. L'effet hypoglycémique de la figue de barbarie est utilisé dans le traitement des diabètes non dépendants de l'insuline (**Pimienta-Barrios, 1993**).

Les femelles des cochenilles, qui prolifèrent sur des raquettes d'*Opuntia ficus-indica*, sont utilisées pour la production d'un colorant de couleur rouge « le carmin » ou l'acide carminique. Ce colorant (*E-120*) est très utilisé par les industries alimentaires, cosmétiques et médicinales. Récemment au Mexique et en Afrique du sud, des producteurs ont adapté des systèmes de production intensifs en micro-tunnels pour la culture de ces cochenilles (**Pimienta-Barrios, 1993**).

Avec un calendrier apicole qui dure 7 mois (mars-septembre), l'activité des abeilles a eu lieu sur les fleurs de l'*Opuntia ficus-indica* pendant 3 mois (avril-juin), ce qui permet de développer l'apiculture en parallèle. Les rendements des ruches sont de 1 à 4 litres de miel (**Habibi, 2004**).

Les fleurs sont aussi utilisées à des fins médicinales. En effet, les capsules des corolles des fleurs séchées sont utilisées comme remède du dysfonctionnement de la prostate (hypertrophie bénigne de la prostate), et aussi comme régulateur diurétique (**Palevitch, 1994**).

La figue de barbarie peut être considérée comme un aliment important, nutritif et fonctionnel ; elle est connue en médecine traditionnelle par ses actions hypoglycémiques et hypolipidémiques (**Cassano et al., 2009**).

En Sicile, le thé préparé avec les fleurs de *Opuntia ficus-indica* est utilisé comme traitement contre les douleurs rénales (**Park et al., 2001**).

Chapitre II

1. Définition

La pelure constitue le deuxième sous produit généré par les diverses transformations industrielles de la figue de barbarie (**Habibi, 2004**).

La proportion de la pelure est importante par rapport à la pulpe. Elle varie de 40% à 50 % de fruit entier, cette variabilité dépend de cultivar approprié (**Cai et al., 2010**)

La couleur attrayante de la pelure et de la pulpe du fruit varie entre les tonalités vertes, verdâtre- blanches, canarie-jaune, jaune citron, rouge, cherry-rouge et pourpres (**Sàenz et Sepulveda, 2001 ; El Samahy et al., 2009**)

2. Morphologie de la pelure de la figue de barbarie

D'après l'étude morphologique effectuée par microscopie électronique à balayage, les cellules de la pelure de fruit de figue de barbarie sont principalement composées de collenchyme et de parenchyme (**Habibi et al., 2004**).

3. Composition

3.1. Composition physico-chimique

La composition chimique d'un végétal varie selon les espèces et au sein d'une même espèce. Elle dépend des conditions de culture (qualité du sol, climat, irrigation, traitements...) et de la période de récolte (précoce ou tardive). La composition chimique est récapitulée dans le tableau suivant :

Tableau II : Composition physico-chimique des pelures de la figue de barbarie.

Constituant		Teneur	Références
Eau (%)		84.7	Ramadan et Morsel, 2003
Protéines (%)		8.3	El Kossori et <i>al.</i> , 1998
Mucilages (Da)		2.3x 10 ⁴ à 4.3x10 ⁶	Diaz et <i>al.</i> , 2010
Fibres(%)	Cellulose	71.4	El Kossori et <i>al.</i> , 1998
	Hémicellulose	20.8	
	Pectine	7.71	
Glucides(%)	Glucose	21	El Kossori et <i>al.</i> , 1998; Habibi, 2004; Nebbache et <i>al.</i> , 2009
	Arabinose	9.3	
	Galactose	8.4	
Minéraux (mg/100g)	K	3430	El Kossori et <i>al.</i> , 1998
	Ca	2090	
	Mg	322	
Lipides(%)	Lipides neutres	63.3	Ramadan et Morsel, 2003
	Tri-acylglycerols	38	
	Glycolipides	26.2	
	Phospholipides	8.75	
	Stérols estérifiés	6.83	

3.2. Composition en antioxydants

Les antioxydants sont des molécules capables de neutraliser les formes actives de l'oxygène et permettent de maintenir au niveau de la cellule et de l'organisme des niveaux non cytotoxiques des radicaux libres. Le système de défense antioxydant utilise soit des enzymes (catalase, glutathion, peroxydase, thioredoxine et la réductase), soit des antioxydants d'origine alimentaire. Ces derniers présentent de nombreux groupes (caroténoïdes, vitamines, flavonoïdes et d'autres composés phénoliques) présents dans l'activité antioxydante des végétaux est largement attribuée à la présence des composés phénoliques, les caroténoïdes, les flavonoïdes, etc. (Wang, 2003).

3.2.1. Composés phénoliques

Les polyphénols constituent un des groupes les plus communs et largement répandus dans les plantes. Ils sont considérés comme des métabolites secondaires et ils n'ont pas de fonction métabolique spécifique dans les cellules végétales. Plus de mille polyphénols sont

connus, ce sont des composés contenant un cycle aromatique avec un ou plusieurs groupes hydroxyles, ils peuvent être divisés en 15 grandes classes selon leurs structures chimiques. Certaines de ces classes sont des composés avec C6 aromatique, d'autres avec la structure C6-C1, et d'autres avec des squelettes plus complexes (Bennick, 2002).

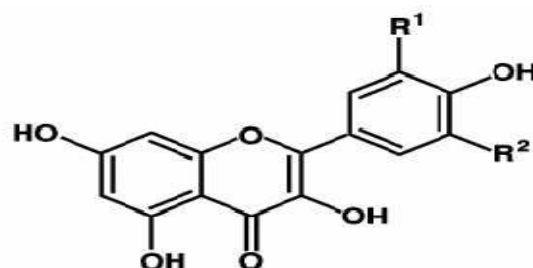
Les pelures de la figue de barbarie présentent une teneur significative en composés phénoliques qui est approximativement 400mg /100g de matière sèche et qui est plus élevée que celle de la pulpe (Barbara et al., 1995 ; Feugang et al.,2006)

3.2.2. Flavonoïdes

Les flavonoïdes sont des polyphénols naturels et complexes, présents sous forme de dérivées glucosidiques dans de nombreux fruits et légumes (Alais et al., 2003)

Les flavonoïdes sont des pigments responsables de la coloration des fleurs, des fruits et des feuilles. Ils sont présents dans les cellules épidermiques de feuilles et ils sont susceptibles d'assurer la protection des tissus contre les effets nocifs des rayonnements UV (Hadi, 2004).

Les pelures de la figue de barbarie présentent une teneur en flavonoïdes qui est de 555mg/100g de matière sèche (Cai et al., 2010). Onze flavonoïdes ont été identifiés dans l'extrait méthanoïque de pelure de la figue de barbarie (El Mannoubi et al., 2011).



Quercetin ($R^1 = OH$; $R^2 = H$)

Kaempferol ($R^1 = R^2 = H$)

Isorhamnetin ($R^1 = OCH_3$; $R^2 = H$)

Figure 03: Structures chimiques de flavonoïdes identifiés dans la pelure de la figue de barbarie (Kuti, 2004).

3.2.3. Les tanins

Les tanins sont des polyphénols que l'on trouve dans de nombreux végétaux tels que les écorces d'arbres et des fruits (raisin, datte, café, cacao...). Leur structure complexe est formée d'unités répétitives monomériques qui varient par leurs centres asymétriques, leur degré d'oxydation (Hemingway, 1992). Les tanins sont divisés en deux groupes :

a. Les tanins condensés (flavan-3-ols)

Il a été rapporté par **Haslam (1998)**, que les tanins jouent un rôle important dans les qualités organoleptiques et nutritionnelles des produits.

b. Les tanins hydrolysables

Les tanins hydrolysables sont des esters de glucides ou d'acides phénols, ou de dérivés d'acides phénols ; la molécule glucidique est en général du glucose, mais dans certains cas des polysaccharides (**Ribereau, 1968**).

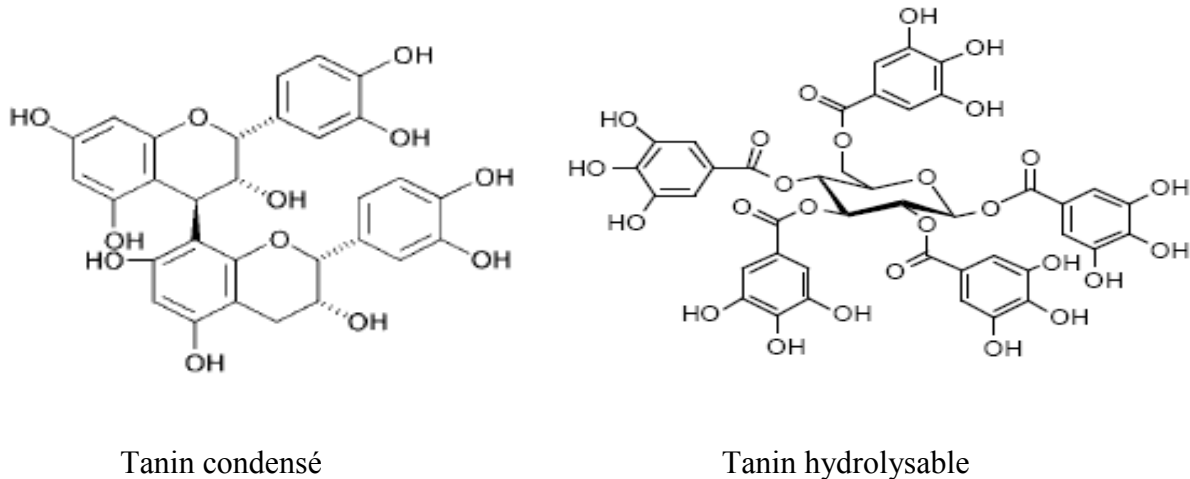


Figure 04: Structures chimiques d'un tanin hydrolysable et d'un tanin condensé (**Kumbasli, 2005 ; Peronny, 2005**).

3.2.4. Vitamine C

La vitamine C ou l'acide L- ascorbique est une molécule soluble dans l'eau. Elle est considérée comme l'antioxydant le plus important (**Stocker et Frei, 1991 ; Sies et Stahl, 1995**). Il a été démontré que la vitamine C est efficace pour réduire le superoxyde, l'hydrogène oxygéné, l'hypochlorite, le radical hydroxyle et les radicaux peroxydes et l'oxygène singlet (**Sies et Stahl, 1995**). Les pelures de la figue de barbarie présente une teneur en acide ascorbique qui varie de 12 à 81 mg /100g (**Feugang et al., 2006**).

3.2.5. Vitamine E

La vitamine E se comporte comme un antioxydant puissant qui empêche le rancissement des graisses (**Couplan, 1998**). Des études effectuées sur les lipides des pelures de la figue de barbarie ont montré une teneur élevée en α -tocophérols (Tableau III)

Tableau III : Les principales tocophérols présentes dans la pelure de la figue de barbarie (Ramdan et Morsel, 2003)

Composant	Teneur (%)
α -tocophérols	1.76
β -tocophérols	0.22
γ - tocophérols	0.17
δ - tocophérols	0.03
vitamine E	2.18

3.2.6. Caroténoïdes

Ils sont trouvés dans les fruits et légumes colorés tels que l'abricot, le cantaloup, les carottes, citrouilles et la patate douce qui constituent une source considérable en α -carotène et β -carotène (Rock et al., 1998 ; Paiva et Russell, 1999).

Les caroténoïdes sont généralement responsables des couleurs des fruits et légumes et contribuent dans l'apparition attractive de ces derniers. L'action antioxydante des caroténoïdes est basée sur leur capacité à neutraliser les radicaux peroxy (Sies et Stahl, 1995).

Les pelures de la figue de barbarie contiennent d'environ 934.72mg/100g de matière sèche de caroténoïdes (Ramadan et Morsel, 2003).

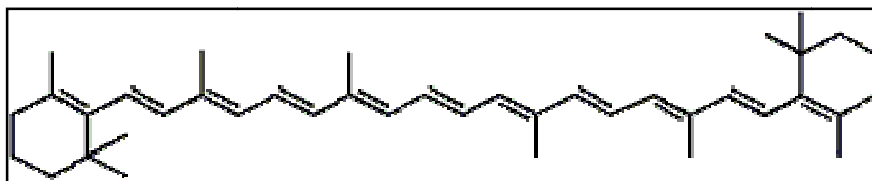


Figure 05 : Structure du β -carotène (Alais et al., 2003).

3.2.7. Bétalaines

Les bétalaines sont des pigments produits par condensation de l'acide bétalamique avec des acides aminés. Ces molécules sont synthétisées et stockées dans le compartiment vacuolaire de plantes de l'ordre des Caryophyllales (Stintzing et al., 2002 ; Livrea et Tesoriere, 2006).

Deux de ces composés, bétanine et indicaxanthine, caractérisent le fruit d'*Opuntia ficus-indica*, ont reçu récemment l'attention des chercheurs par leurs activités antioxydantes (Tesoriere et al., 2005).

La figue de barbarie et sa pelure présentent l'une des rares sources de bétalaines dans la nature et présentent une teneur en bétacyanines de 60mg/100g de matière sèche, par conséquent, se présentent comme une alternative intéressante pour remplacer les colorants de synthèse (Stintzing et Carle, 2004 ;Stintzing et al., 2005) .

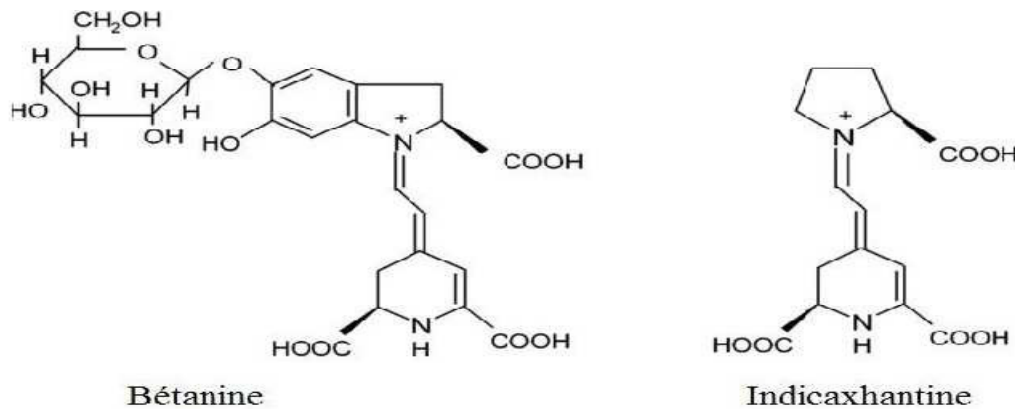


Figure 06: Structures chimiques de la bétanine et de l'indicaxanthine (Butera et al., 2002).

4. Valorisation des pelures de la figue de barbarie

La consommation et la transformation industrielle des figues de barbarie engendre la production de quantités énormes des pelures qui sont considérées comme une source renouvelable qui peut servir à des fins variées (Araba et al., 2000 ; Ramadan et Morsel, 2003).

Les couleurs attrayantes des pelures les rendent une source principale des pigments bétalaines, les bétacyanines (rouge-violettes) et les bétaxanthines (jaune-orange) (Fernandez et Almela, 2001 ; El Samahy et al., 2009). Ces pigments, contrairement aux anthocyanines maintiennent leur aspect sur une intervalle de pH de 4 à 7, et cette propriété les rend des colorants idéaux pour les produits alimentaires de coloration différente, et particulièrement les aliments à acidité élevée (Moffhammer et al., 2005 ; El Samahy et al., 2009).

Les pelures de la figue de barbarie sont riches en antioxydants. Beaucoup d'études ont montré que les antioxydants naturels d'origine végétale peuvent être employés dans l'industrie alimentaire comme additifs alimentaires pour empêcher l'oxydation des aliments. Dans le corps humain, ces substances peuvent, aussi, exercer des effets antioxydants et réduire le risque des maladies liées au vieillissement (Lee et al., 2002 ; Ayala-Zavala et al., 2011). La tendance est d'utiliser les antioxydants naturels pour remplacer les antioxydants

synthétiques tel que (BHA) et (BHT), en raison de leur activité possible comme instigateurs de la carcinogénèse (**Rahman et al., 2008**).

Les lipides récupérés des pelures de la figue de barbarie sont riches en acides gras essentiels, elles peuvent convenir à l'exploitation commerciale, l'utilisation alimentaire, à la fabrication de savon ou à la production de produits de beauté (**Ramadan et Morsel, 2003**).

Elles sont, également, riches en fibres et en pectine qui peuvent être employés comme agents épaississants et gélifiants en industries de boissons et confiserie (**Habibi, 2004 ; Càrdenas et al., 2007**).

Les pelures de la figue de barbarie sont aussi remarquables par leur teneur élevée en calcium (2.09%) et potassium (3.4%) qui peuvent être utilisés en cosmétique, en pharmaceutique (incorporés dans les préparations de dentifrices, de médicaments...) (**El Kossori et al., 1998**).

Autre composé important des pelures, les mucilages qui leur confèrent la possibilité d'être utilisées dans la fabrication assouplissante des cheveux, des crèmes dermiques et des laits hydratants (**Arba, 1998**).

Certains chercheurs ont pu exploiter ce sous-produit dans d'autres domaines tels que **Flore et al. (1994)**, qui ont pu aboutir à une production économiquement faisable de l'acide citrique par la fermentation à semi-conducteur des pelures de la figue de barbarie par *aspergillus niger*. **Gad et al. (2010)**, ont contribué à la production d'une bio-protéine nutritive à partir des déchets de la figue de barbarie (pris comme source de carbone), et cela par fermentation à l'aide de moisissures (*Phanerochaete chrysosporium*, *Rhizopus oryzae* et *Aspergillus terreus*).

Chapitre III

La margarine a été initialement développée en tant que sous-beurre du point de vue aspect et emploi (**Dupin, 1992 ; Kone, 2001**). Elle a été conçue pour répondre aux pénuries de beurre causées par l'augmentation des populations durant la révolution industrielle ainsi que pour le prix élevé de celui-ci (**Chrysam, 1996**).

Structurellement, la margarine est constituée d'une phase aqueuse dispersée dans d'une phase continue grasse sous certaines conditions (**Juriaanse et Heertje, 1988**).

Les caractéristiques de la margarine sont très importantes vu sa cohérence, l'étalement ainsi que l'aspect rhéologie diversifié (**Segura et al., 1990**).

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" développées par le produit, elles sont intimement liées à la nature des composantes de la fraction grasse. La tartinabilité de la margarine est surtout en fonction du rapport entre les fractions solides et liquide de la phase grasse.

Enfin il semble important de relever que la texture de la margarine est plus molle et son goût moins prononcé, le consommateur a tendance à mettre une plus grande quantité de margarine sur ses tartines que de beurre.

1. Compositions de la margarine

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile. Sa composition varie beaucoup selon l'origine des graisses et le type d'huile ainsi que l'usage auquel elles sont destinées. Des agents émulsifiants et stabilisants sont toujours ajoutés (**Alais et al., 2008**). En générale la margarine est constituée :

- D'une phase continue : la phase grasse (80 à 82%) ;
- D'une phase dispersée : la phase aqueuse (16 à 18%) ;
- Des additifs (2%).

1.1. Phase grasse

C'est un mélange de graisse et d'huile raffinée en l'état et/ou modifiée par fractionnement, tans-estérification ou hydrogénation. Elle représente la partie la plus importante de la margarine (80% à 82%) (**Karleskind, 1992; Kone-Issa, 2003**).

1.2. Phase aqueuse

Cette phase est constituée généralement d'eau et/ou de lait, exempte de goût et de métaux qui pourraient nuire à sa conservation. Elle constitue 16% à 18% de la composition de la margarine. Le lait utilisé dans la margarine est traité de manière à développer un arôme important qui apporte à la margarine une saveur et un goût agréable voisin de celui du beurre (**Kone-Issa, 2003; Lefrancq et Roudaut, 2005**).

1.3. Additifs

Ces ingrédients sont incorporés dans la margarine afin d'augmenter la durée de conservation d'une part, ils contribuent à l'amélioration de la qualité organoleptique et nutritionnelle de la margarine. Ces additifs sont répartis entre ces deux phases en fonction de leur solubilité ou de leur caractère dispensable (**Kone-Issa, 2003; Dilmi- Bouras, 2004**).

Le tableau ci-dessous permet de donner les principaux additifs ajoutés pour la fabrication de la margarine.

Tableau IV: Principaux additifs ajoutés pour la préparation de la margarine (**Karleskind, 1992; Dilmi-Bouras, 2004**)

Additifs	Rôle
Emulsifiants	- Présente à la fois des propriétés hydrophile et hydrophobe ce qui permet d'apporter la stabilité et la texture de la margarine. Ex : lécithine
Colorants	- Donne la couleur de la margarine Ex. : β -carotène
Sels et Sucres	- Sels 0,1% à 2%, donne le gout, améliore la sapidité et un conservateur de la margarine. - Sucre 0,2 à 0,3%, donne la coloration brune au chauffage.
Aromes	- Donne le gout de la margarine. Ex : Di-acétyle.
Anti-oxygènes	- Prolongent la durée de conservation de la margarine Exemple: BHT, BHA, Vitamine E
Révélateurs	- Permettent d'éviter toutes les fraudes de vente, la quantité utilisée est de 0,01 à 0,2%. Ex : Amidon
Vitamines	- Apport nutritionnelle. Ex : A, D et E - Rôle d'antioxydant

2. Procédé de fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine est une technologie connue est maitrisée. Elle comprend les étapes suivantes (**Ahmad et al., 1992**):

- **Préparation de la phase grasse** : comprend un mélange d'huiles raffinées et/ou modifiées par hydrogénation, inter-estérification, et des ingrédients liposolubles (émulsifiant, β -carotène, di-acétyl, vitamine E) ;
- **Préparation de la phase aqueuse** : comprend l'eau et/ou le lait, et les ingrédients hydrosolubles (sel, conservateurs, anti-oxygènes, révélateur, correcteur de pH) ;
- **Préparation de l'émulsion** : constitue le mélange des deux phases dans un bac d'émulsifiant. L'émulsion obtenue passe par plusieurs étapes (pasteurisation, refroidissement et malaxage) permettant d'atteindre des caractéristiques rhéologiques de la margarine et d'assurer sa stabilité.

A la fin de ces étapes la margarine est prête au conditionnement et au stockage. L'ensemble des étapes est résumé dans le schéma ci-dessous :

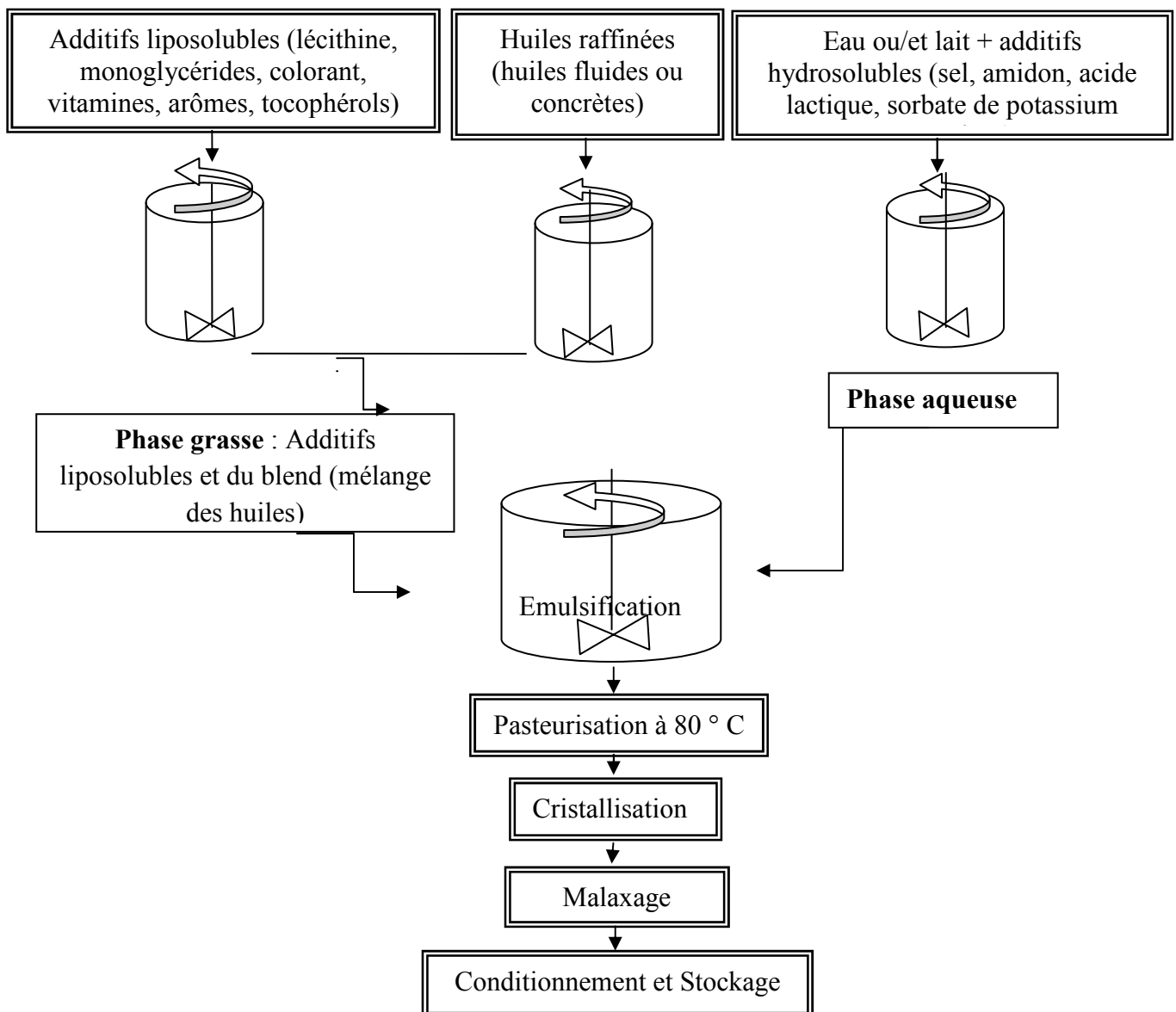


Figure 07: Diagramme de fabrication de la margarine (Cossut et al., 2002).

3. Facteurs de détérioration de la margarine

L'altération de la margarine peut être d'ordres physique, chimique ou bactériologique. La margarine étant formée de 82% de matière grasse, est sensiblement exposée à l'oxydation qui est le principal facteur de détérioration de ce produit.

Dans le but de ralentir l'oxydation de la margarine, les industries agro alimentaires utilisent la vitamine E « α - Tocophérol » en tant qu'un conservateur et un antioxydant.

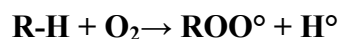
- **Oxydation des lipides**

L'oxydation des matières grasses se manifeste par formation d'un polymère de poids moléculaires élevés ce qui entraîne l'épaississement des corps gras. L'apparition dans le milieu de cétones, d'aldéhydes et d'époxydes est à l'origine de l'odeur et du goût désagréable des corps gras. A un niveau d'altération moindre, l'ingestion des graisses oxydées ait des effets néfastes sur la qualité nutritionnelle des denrées, par exemple en entraînant la destruction des vitamines sensibles à l'oxydation telle que la vitamine A, ou la dégradation d'acides gras essentiels qui sont indispensables à l'organisme. Il faut noter également que les produits issus de la dégradation des lipides peuvent être toxiques pour l'organisme.

Les principaux substrats de l'oxydation sont les acides gras insaturés. On distingue les réactions suivantes :

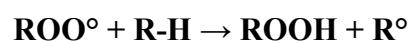
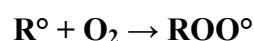
a) L'initiation primaire: correspond à la formation de radicaux libres R° , H° .

Ces réactions nécessitent une énergie d'activation élevée et sont catalysées par la lumière, l'élévation de température et par la présence d'ions métalliques (Cu, Fe) (**Penfield et campbell 1990 ; Judde, 2004**). La formation de radicaux libres est réalisée selon les réactions suivantes :

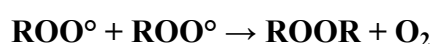
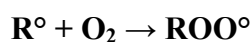


Lorsque la teneur en peroxydes (générés lors des réactions primaires) s'accroît, on observe une oxydation dite secondaire qui résulte de la décomposition des peroxydes.

b) La propagation : où l'oxygène fixé donne un radical peroxyde qui réagit avec une autre molécule et conduit à un néo-radical libre et un hydroperoxyde. Les hydroperoxydes instables se scindent en composés plus courts (**Penfield et campbell, 1999 ; Judde, 2004**). Les réactions de la propagation sont comme suit :



c) **La terminaison** : Où se recombinaient différents radicaux formés. Globalement, ce processus conduit à des hydrocarbures, des aldéhydes, des cétones, des acides, des esters, et des produits de polymérisation. Sous son effet, l'aliment accuse une perte de qualité nutritionnelle ou organoleptique (rancissement, changement de couleur...) (**Penfield et campbell, 1990 ; Judde, 2004**). La terminaison se manifeste par les réactions ci-dessous :



4. Moyens de lutte contre l'oxydation des lipides

Les répercussions économiques peuvent être importantes car les denrées alimentaires deviennent inconsommables. Il suffit de très faibles doses de matières grasses oxydées (de l'ordre de 1%) pour rendre un aliment impropre à la consommation car le goût de rance apparaît nettement. D'où l'intérêt des industriels d'avoir recours à des antioxydants tels que la vitamine E pour limiter ces phénomènes

4.1. Les antioxydants synthétiques : La vitamine E

a) Définition

Les tocophérols est un nom proposé pour la première fois en 1936 par Evans et collaborateurs, ce sont des composés liposolubles regroupés sous le terme vitamine E. Selon **Pennocket al. (1964)** la vitamine E regroupe quatre substances, β -tocophérol, γ -tocophérol, δ -tocophérol, et α -tocophérol qui est la seule forme reconnue pour répondre aux besoins humains.

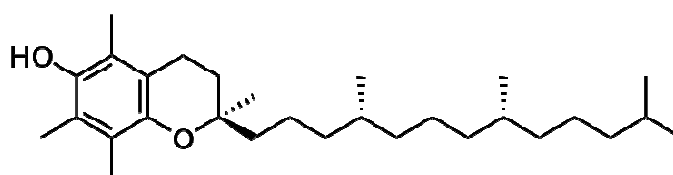


Figure 08: Structure d'alpha-tocophérols (**Ju, 2012**).

La vitamine E est reconnue comme antioxydant, grâce à sa capacité à inhiber les peroxydations lipidiques (**Cheeseman et Slater, 1993**). A cet égard, elle participe, avec de nombreuses autres substances, à la lutte contre les formes réactives de l'oxygène (FROs).

b) Propriétés physico-chimiques

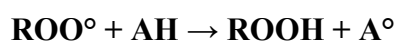
Les tocophérols se présentent, à la température ambiante, sous la forme d'une huile visqueuse de coloration jaune pâle. Ils sont insolubles dans l'eau, très solubles dans les graisses, les huiles et les solvants organiques.

La vitamine E existe également sous forme synthétique: il s'agit du dl-alpha-tocophérol que l'on retrouve dans les suppléments en vitamine E. On retrouve également l'acétate ou le succinate de tocophérol. Bien que la forme synthétique soit bénéfique, la forme naturelle est particulièrement recommandée. En effet, elle est deux fois mieux assimilée par les tissus que sa forme synthétique. De plus, la forme naturelle est la plus active.

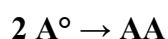
c) Rôle en industrie agroalimentaire

Les constituants lipidiques des aliments ont tendance à s'oxyder au contact de l'air atmosphérique. Ce qui entraîne une altération de l'odeur, du goût et de la couleur des denrées alimentaires.

La vitamine E stoppe l'oxydation des acides gras en s'oxydant à leur place. C'est la réaction qui nécessite le moins d'énergie qui se fera préférentiellement. La vitamine E intervient surtout au stade de l'initiation, en cédant un de ses atomes d'hydrogène au radical peroxyde qui se stabilise et devient non réactif. Cela permet ainsi d'arrêter les réactions en chaîne selon la réaction suivante.



Le radical libre A° formé par la vitamine E (AH) se stabilise en s'associant avec d'autres molécules selon les réactions suivantes :



La vitamine E peut également intervenir au cours de la phase de propagation en absorbant préférentiellement l'oxygène.

d) Toxicité

La vitamine E est caractérisée par une très faible toxicité. Aucun cas de E hypervitaminose n'a jamais été signalé. Des doses orales quotidiennes allant jusqu'à 100 mg sont considérées comme étant à l'intérieur de la normale gamme physiologique. Toutefois, les doses quotidiennes de 200-1000 mg pendant plusieurs mois ne sont pas toxiques pour les adultes. Dans certains cas, des symptômes gastro-intestinaux tels que des nausées, des maux d'estomac, des vomissements et la diarrhée ainsi que la fatigue et la dermatite ont été observées. Cependant, les effets mutagènes, tératogènes ou cancérigènes n'ont pas été rapportés.

4.2. Autre alternative: valorisation des ressources naturelles

La valorisation des ressources naturelles telle que des extraits végétaux et produits du métabolisme secondaire de la plante est notée d'un grand intérêt. En fait, des extraits de plantes ont suscité un grand intérêt scientifique en raison de leur potentiel une source

d'antioxydants naturels et composés biologiquement actifs, tels que des substances antibactériennes, antifongiques et insecticides (**Celiktas et al., 2007**).

Les avantages nutraceutiques des fruits de cactus découlent de leurs propriétés antioxydantes liées à l'acide ascorbique, les bétalaines et les composés phénoliques dont les flavonoïdes, la présence de ces différents composés a été démontrée dans les fruits des différentes variétés d'*Opuntia* (**Kuti, 2004**). Les propriétés antioxydantes des bétalaines (bétanine et indicaxanthine) ont été révélées récemment (**Stintzing et al., 2005**), de nombreuses études invitro ont démontré les effets bénéfiques des composés phénoliques et des bétalaines (**Tesoriere et al., 2004**).

La richesse des pelures de la figue de barbarie en substances antioxydantes naturelles lui donne l'avantage de faire appel à l'exploitation de ces déchets en tant qu'additifs alimentaires qui jouent le rôle comme conservateur.

Partie pratique

Matériel
Matériel
et
méthodes

1. Matériel et végétal

1.1. Récolte

Les fruits de figuier de barbarie « *Opuntia ficus-indica* » ont été récoltés au mois de Août 2012, dans la région de Chemini (Wilaya de Béjaia). La variété orange non épineuse a été sélectionnée. L'échantillon était composé de 32 baies saines et mûres.

Le choix de cette variété se justifie par son abondance dans la région de Bejaia.



Figure 09 : Photographie de figues de barbarie de la région de Chemini

1.2. Prétraitement

Les fruits récoltés ont été lavés abondamment à l'eau afin d'éliminer toutes les impuretés (poussière, glochides, etc) puis séchés à température ambiante. Leurs caractéristiques physiques ont été ensuite déterminées, cela englobe leurs dimensions (longueur et diamètre) mesurées à l'aide d'un pied à coulisse ainsi que leurs poids et de ceux des épiluchures (après épiluchage), mesurés à l'aide d'une balance de précision (Statorius AG Gottingen, Allemagne). Les pelures qui ont servis à cette présente étude ont été broyées et conservées à l'abri de la lumière et à -20°C.



Figure 10: Photographies des pelures de la figue de barbarie de la région de Chemini.

2. Analyses

2.1. Détermination du taux d'humidité

Elle consiste à sécher un poids déterminé de broyat de pelures à 105°C jusqu'à la stabilité de poids. La teneur en humidité a été déterminée par la formule suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{P_f - P_s}{P_f} \times 100$$

Où : **Pf** : poids frais de l'échantillon ; **Ps** : poids sec de l'échantillon.

2.2. Extraction des composés phénoliques totaux

Les composés phénoliques totaux ont été extraits par macération d'un poids déterminé de l'échantillon dans 120ml de solvant organique (éthanol). Le mélange a été soumis à une agitation à température ambiante et à l'abri de la lumière puis filtré.

Le solvant d'extraction a été ensuite évaporé sous vide par le Rotavapeur de type Heidolph (Allemagne). Les extraits obtenus ont été reconstitués dans du méthanol puis conservés à -20°C. Le protocole d'extraction est illustré dans la figure 11.

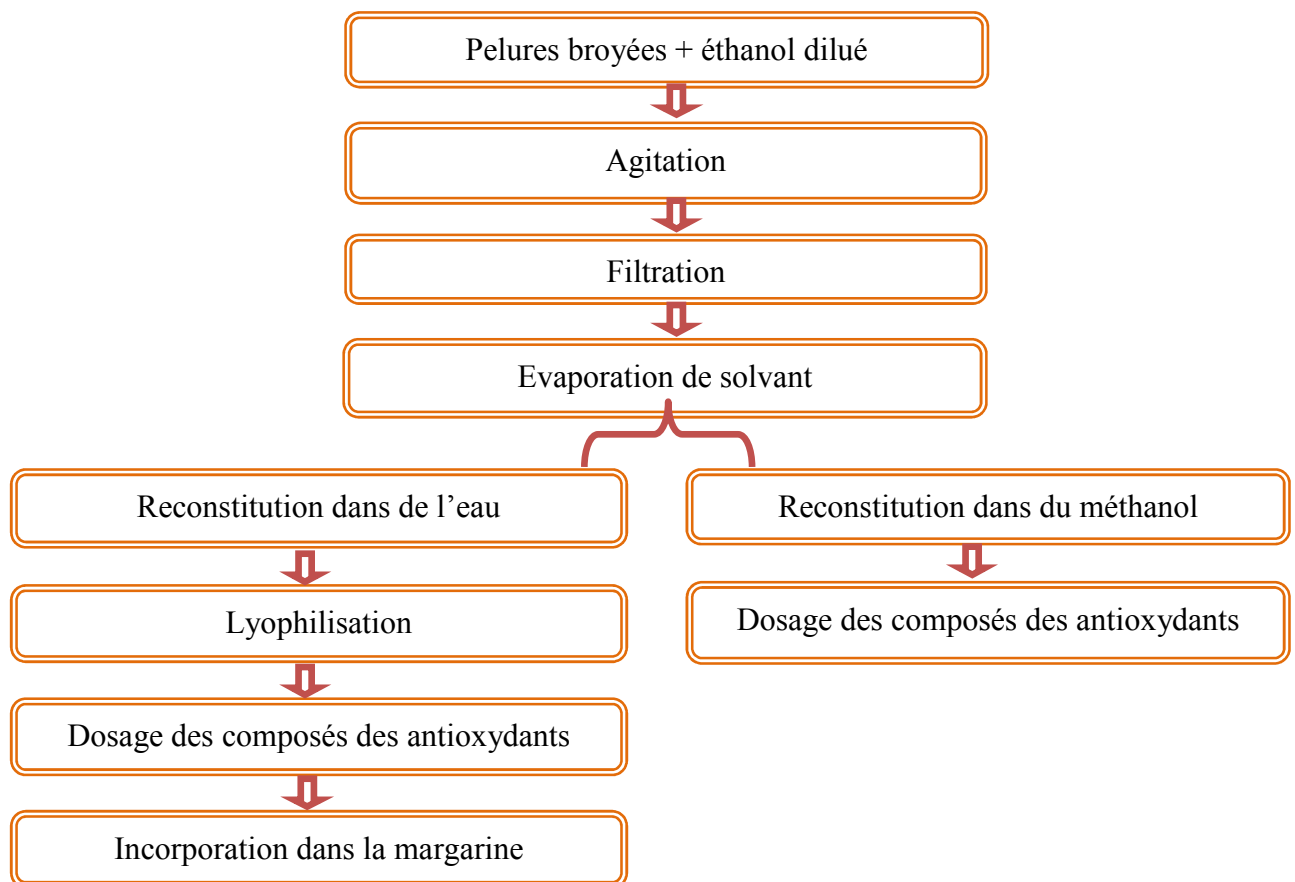


Figure 11: Protocole d'extraction des composés phénoliques totaux.

2.3. Dosage des antioxydants

2.3.1. Dosage des composés phénoliques totaux

La méthode colorimétrique utilisant le Folin Ciocalteu est souvent adoptée pour le dosage des composés phénoliques totaux. Ce réactif est un acide de couleur jaune constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMO_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène et de molybdène (**Ribereau, 1968**). L'intensité de la coloration produite, dont l'absorption maximum à 760 nm, est proportionnelle à la quantité totale des composés phénoliques présents dans les extraits (**Abdelhameed, 2009**).

La teneur en composés phénoliques totaux a été déterminée par la méthode de **Velioglu et al. (1998)**. Un volume connu d'extrait a été additionné de 1,5ml de réactif de Folin-Ciocalteu (10%). Après 5 min, 1,5ml de carbonate de sodium (6%) ont été ajoutés. Le mélange a été incubé à l'obscurité pendant 60min. Les absorbances ont été lues à 760nm contre un blanc.

La concentration en composés phénoliques totaux a été déterminée en se référant à une courbe d'étalonnage d'acide gallique (Annexe III.a). Les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par 100g de matière sèche (mg EAG/100g MS).

2.3.2. Dosage des flavonoïdes

Le dosage des flavonoïdes est basé sur la chélation des ions d'aluminium par les antioxydants (**Ribereau-Gayon, 1968**). Le complexe formé se traduit par une couleur jaune dont l'intensité dépend de la concentration de ces derniers.

La méthode adoptée pour le dosage des flavonoïdes a été celle décrite par **Djeridane et al. (2006)**, avec quelques modifications ; un volume connu d'extrait a été additionné de 1,5ml de la solution $AlCl_3$ (2%). Après 30min de réaction, les absorbances ont été lues à 430nm contre un blanc.

La concentration des flavonoïdes a été déduite à partir d'une gamme d'étalonnage établie avec de la quercétine (Annexe III.b). Les résultats sont exprimés en mg équivalent quercétine par 100g de matière sèche (mg EQ/100g MS).

2.3.3. Dosage des tanins

En raison de la grande variation de leur structure, la mesure de la teneur en tanins condensés est complexe. Plusieurs méthodes de dosage ont été proposées. Cependant, la méthode colorimétrique mettant en jeu l'HCL-butanol est la souvent utilisée ; elle est basée sur l'oxydation des tanins en milieu acide (**Porte et al., 1986 ; Terrill et al., 1992**).

La méthode de dosage Butanol/HCL rapporté par **Gessner et al. (2005)** permet de quantifier les tanins dans les extraits des pelures de la figue de barbarie. Elle consiste à mélanger un volume connu d'extrait avec 2,5ml du réactif [n-Butanol /HCl (3/2) (v/v), sulfate de fer $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$: 7.5mg]. Après une incubation à 95°C pendant 50min, les absorbances ont été lues à 530nm contre un blanc.

La concentration des tanins a été déduite par la relation suivante :

$$[C] \left(\frac{\text{mg}}{\text{ml}} \right) = \frac{A \times FD \times PM}{\epsilon l} \times 1000$$

Ou **A** : absorbance de l'échantillon ; **PM** : poids moléculaire de cyanidine (287,24 g/mol) ;
FD : facteur de dilution ; **ε**: facteur d'absorption molaire cyanidine (34700 L/ mol.cm) ;
l: trajet optique (1cm).

Les résultats sont exprimés en mg équivalent cyanidine par 100g de matière sèche (mg EC/100g MS).

2.4. Evaluation des activités antioxydante et anti-radicalaire

L'évaluation de l'activité anti-oxydante des pelures de la figue de barbarie a été réalisée dans le but de déterminer l'efficacité de cet extrait à piéger les radicaux et à réduire les oxydants. Ceci permet d'apporter des indications sur la performance des composants de l'extrait destiné à être incorporé dans la margarine.

Deux évaluations ont été réalisées pour répondre à ce sujet, il s'agit du pouvoir réducteur et de l'inhibition du radical DPPH (1,1- Diphényl- 2- Picryl- Hydrazyl).

2.4.1. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur est la capacité d'un extrait à réduire le fer. De nombreux auteurs considèrent la capacité réductrice d'un composé comme indicateur significatif de son pouvoir antioxydant (**Li et al., 2005 ; Verzelloni et al., 2007 ; Liu et al., 2008**).

Le pouvoir réducteur des pelures de figue de barbarie a été déterminé selon la méthode d'**Oyaizu (1986)**. Un volume d'extrait a été mélangé avec 1.25ml de tampon phosphate (pH 6.6, 0.2M) et 1.25ml du ferricyanure de potassium (1%). Le mélange a été incubé à 50°C pendant 20min puis 1.25ml du trichloroacétique (10%) ont été ajoutés. A partir de ce mélange, 1.25ml ont été prélevés puis additionnés au même volume d'eau distillée et de 0.25 ml de chlorure ferrique (FeCl_3) (0.1%). Après 30min d'incubation à l'obscurité, les absorbances ont été lues à 700nm contre un essai à blanc.

Cette activité a été testée à différentes concentrations de l'extrait. Afin de situer l'efficacité de l'extrait, deux standards (quercétine et BHA) ont été préparés en parallèle à différentes concentrations.

Le pouvoir réducteur a été déduit à partir d'une gamme d'étalonnage établie avec de l'acide ascorbique (Annexe III.c). Les résultats sont exprimés en mg d'équivalent d'acide ascorbique par 100g de matière sèche (mg EAA/100g MS).

2.4.2. Activité anti-radicalaire sur le DPPH

Le radical DPPH est largement employé comme substrat pour évaluer l'activité antioxydante. La réduction de ce radical est déterminée par la diminution de son absorbance à 517 nm induite par des antioxydants naturels ou de synthèse (Molyneux, 2004 ; Marxen et al., 2007).

L'activité du radical DPPH a été déterminée selon le protocole décrit par Lopeslutz et al. (2008) ; un volume d'extrait a été ajouté 2.44ml de la solution DPPH. Après agitation, les échantillons ont été placés à l'obscurité à température ambiante pendant 60 min. Les absorbances ont été lues à 515nm.

Afin de déterminer la concentration permettant de réduire le DPPH de moitié (EC₅₀), différentes concentrations de l'extrait ont été testées. A titre de comparaison, les mêmes standards (quercétine et BHA) ont, également, testés à différentes concentrations.

Le pourcentage d'inhibition (PI) du radical libre a été calculé comme suit :

$$PI = \frac{Ac - Ae}{Ac} \times 100$$

Où : **Ac**: absorbance du control ; **Ae** : absorbance de l'extrait.

3. Elaboration d'une margarine avec de l'extrait de pelures de figue de barbarie

3.1. A l'échelle laboratoire :

Pour déterminer la concentration nécessaire à être incorporée dans la margarine, 3 concentrations d'extrait ont été testées (x, y et zppm).

Une margarine a été produite manuellement à l'échelle laboratoire (Annexe II.a); les deux phases liquide et grasse ont été préparées séparément dans deux béchers. L'extrait a été incorporé dans la phase liquide. Après dosage des deux phases, l'émulsion passe par une agitation et un refroidissement avec de l'eau glacé avant d'être répartie dans des barquettes de 125g. Une margarine témoin élaborée avec de la vitamine E a été, également, préparée en parallèle. Les concentrations ont été réparties comme suit :

- ✓ Barquette 01 : à xppm.
- ✓ Barquette 02 : à yppm.
- ✓ Barquette 03 : à zppm.
- ✓ Barquette 04 : avec vitamine E (témoin) à 100 ppm

3.2. A l'échelle pilote

La quantité d'extrait nécessaire à être incorporé dans la margarine, à l'échelle pilote, a été déterminée précédemment (3.1). La production de margarine au sein de la chaîne pilote du complexe agro-alimentaire Cevital est décrite en (Annexe II.b).

Les ingrédients entrent dans la composition de celle-ci sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau V : Les ingrédients des margarines élaborées

	Margarine témoin avec de la Vitamine E (ME1)	Margarine avec l'extrait de pelures de figue de barbarie (ME2)
Blend	Huile de palm, tournesol, équivalent de soja hydrogéné	
Phase grasse	100 ppm	x ppm
	β -Carotène	
	Arôme (diacétyle)	
	Emulsifiant	
Phase aqueuse	L'eau	
	Lait	
	Sel	
	Acide lactique	
	Sorbate de potassium	

Les barquettes obtenues ont été stockées à 4°C.

3.3. Mesure de la stabilité oxydative (test de Rancimat) des margarines élaborées

Le but du test de rancimat est de prédire la stabilité oxydative de l'huile ainsi que sa durée de conservation (**Hidalgo et al., 2006**). Les résultats de ce test sont représentés sous forme d'une courbe du temps d'induction en fonction de la conductivité. D'après **Arain et al. (2009)** la dégradation d'un produit est suivie par la formation de composés volatiles. Ces derniers sont ensuite piégés dans les tubes contenant de l'eau distillée ce qui provoque l'augmentation de la conductivité.

La stabilité oxydative des margarines fabriquées a été réalisée par le test du rancimat (norme ISO 6886). Elle consiste à mettre la margarine préparée dans des conditions d'oxydation accélérée : température fixée à 98°C, débit de l'air à 10 l/h et addition d'eau distillée jusqu'à 60 ml. Les flacons contenant les mélanges ont été introduit dans un appareil connecté à un microordinateur pour le contrôle de l'analyse et l'enregistrement automatique des résultats. La période d'induction et la stabilité à l'oxydation des échantillons sont exprimées en heure.

4. Détermination des propriétés physico-chimiques des margarines élaborées

4.1. Détermination de pH

Le pH des margarines a été déterminé directement à l'aide d'un pH- mètre sur la phase aqueuse après séparation de celle-ci de la phase grasse.

4.2. Détermination du taux d'humidité (ISO, 1998)

Ce test permet de déterminer la teneur en eau dans la margarine. Elle consiste d'abord à chauffer l'échantillon (3g) à 100°C jusqu'à évaporation totale de l'eau, puis à le refroidir dans un dessiccateur. Le taux d'humidité a été calculé par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{(P1 + P2) - P}{P2} \times 100$$

Ou **P1**: poids du bécher en g ; **P2**: poids de la prise d'essai ; **P**: poids de bécher contenant l'échantillon après chauffage.

4.3. Détermination de la teneur en sel (Méthode de MOHR)

La détermination de la teneur en sel dans la margarine, consiste à dissoudre 5g d'échantillon dans 100ml d'eau distillée bouillante. Le mélange obtenu a été ensuite titré par une solution de nitrate d'argent $AgNO_3$ (0,1N) en présence de quelques gouttes de chromate de potassium, utilisé comme un indicateur coloré. Le virage de la couleur en rouge brique indique la formation d'un précipité de chlorure d'argent ($AgCl$).

La teneur en chlorure de sodium est donnée par la formule suivant :

$$TS (\%) = \frac{58,5 \times (V1 - V0) \times N}{M0 \times 1000} \times 100$$

Ou **Ts** : Taux de sel (%) ; **V₀** : Volume (ml) de la solution de nitrate d'argent utilisée pour l'essai à blanc ; **V₁** : Volume (ml) de la solution de nitrate d'argent utilisée pour la prise d'essai ; **M₀** : prise d'essai (g) ; **N** : normalité de la solution de nitrate d'argent (0,1N) ; **58,5** : Masse molaire (g/mol) du chlorure de sodium.

4.4. Détermination de taux de solide par Résonance Magnétique Nucléaire (teneur en corps gras solides) (ISO, 1955)

Afin de déterminer le taux de solide dans les échantillons de margarines, une quantité de chaque échantillon a été fondu dans une étuve à 100°C puis filtré. Le filtrat obtenu a été ensuite réparti dans trois tubes propres et secs à raison de 2cm qui ont été par la suit congelés pendant 20 min. Après congélation, les tubes ont été incubés séparément à trois différentes températures : 20°C/ 20min, 30°C/20min, 40°C/ 20min. Les valeurs ont été lues à l'aide d'un appareil RMN de type minispec mq 20 (Allemagne). Les données ont été traitées par le logiciel et les résultats sont exprimés en pourcentage de solides.

4.5. Détermination du point de fusion (NE, 1988)

Les premières étapes de la détermination du point de fusion des margarines sont similaires à celles décrites précédemment (en 4.4). Après congélation, les tubes capillaires ont été attachés à un thermomètre et l'ensemble a été introduit dans un bêcher contenant de l'eau froide dont la température a été inférieure à 10°C. Le bêcher a été placé sur une plaque chauffante ou la température s'élève d'environ 0.5 °C par minute. La température qui permet au corps gras de monter dans le tube capillaire correspond à la température de fusion de la margarine.

4.6. Détermination de l'indice de peroxyde (ISO, 2007)

La détermination de l'indice de peroxyde consiste à mélanger 5 g de la margarine fondue avec 12 ml de chloroforme, 18ml d'acide acétique et 0,5 ml de solution d'iodure de potassium. Après incubation à l'abri de la lumière pendant 1 min, 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur coloré) ont été additionnés. Le mélange a été titré ensuite par une solution de thiosulfate de sodium (0.01N) jusqu'au virage de la couleur au jaune pâle. Un blanc a été préparé dans les mêmes conditions.

L'indice de peroxyde est exprimé en milliéquivalent d'O₂/Kg calculé selon cette l'équation :

$$\text{Indice de peroxyde} \left(\frac{\text{meq}}{\text{Kg}} \right) = \frac{V - V_0}{P} \times 1000$$

Où : **V** : volume (ml) de thiosulfate de sodium de l'échantillon ; **V₀** : volume (ml) requis pour titrer le blanc; **P** : prise d'essai (g).

5. Analyses microbiologiques des margarines élaborées

Les risques de contamination microbiologique de la margarine proviennent surtout de la phase aqueuse, car les huiles constituent un milieu défavorable au développement des bactéries. Cette phase est plus vulnérable aux contaminations microbiennes, ainsi le lait même pasteurisé, peut servir de milieu de culture à des microorganismes introduits accidentellement (**Karleskined, 1992**)

Les bactéries, les levures et les moisissures provenant de la phase aqueuse, détériorent la qualité de la margarine en libérant des acides gras libres, des aldéhydes et des cétones responsables des mauvaises odeurs. La margarine est un produit sain, mais les bactéries sont des agents sournois (**Karleskined, 1992**).

Les analyses microbiologiques ont été réalisées sur les produits finis afin de déterminer leur qualité hygiénique. Elles englobent le dénombrement des microorganismes et la

recherche de certains germes pathogènes (germes aérobies, levures, Coliformes fécaux, *Staphylococcus aureus* et Salmonelles)

5.1. Dénombrement des germes aérobies à 30°C

C'est l'ensemble des germes ayant une température moyenne de croissance située entre 25 et 45°C. Cet ensemble englobe les bactéries pathogènes et divers microorganismes d'altération.

Le dénombrement des germes aérobies consiste à déposer 1ml de la dilution (1/10) de chaque échantillon dans une boîte de pétrie. Il s'agit d'un ensemencement en masse avec de la gélose PCA. Après incubation à 30°C pendant 72 h, les colonies blanches ont été dénombrées.

5.2. Recherche des Salmonelles

La recherche des Salmonelles consiste tout d'abord à un pré-enrichissement par mélange de 2.5 ml de la solution mère de chaque échantillon avec 225 ml d'eau peptonée suivie d'une incubation à 37°C pendant 24 h. L'enrichissement a été réalisé dans le milieu SFB avec (1ml/10ml) à 37°C pendant 24 h. Le test est considéré positif si la couleur obtenue est rouge brique. Les tubes positifs ont servi pour l'isolement des Salmonelles en stries sur milieu Hektoen. L'incubation a été effectuée à 37°C pendant 24 à 48 h. Les colonies apparaissent vertes ou bleues avec un centre noir.

5.3. Recherche des coliformes

Les coliformes ne sont généralement pas dangereux du point de vue sanitaire sauf en cas de prolifération extrêmement abondante (**Guiraud et Rose, 2004**).

La recherche des coliformes consiste à ensemencer 1 ml de la solution mère de chaque échantillon dans une boîte de pétrie en double couches avec la gélose VRBL. Après incubation à 44°C pendant 24 à 48 h, les colonies apparaissent rouges à violettes de 0,5 à 1mm de diamètre entourées d'un halo

5.4. Recherche de *Staphylococcus aureus*

La recherche des *Staphylococcus aureus* consiste à ensemencer 1 ml de la solution mère de chaque échantillon une boîte de pétrie en masse avec de la gélose BP. Après incubation à 37°C pendant 24 à 48 h, les colonies apparaissent noires, avec un halo clair autour de la colonie.

5.5. Dénombrement des levures

Le dénombrement des levures consiste à ensemencé 1 ml de chaque échantillon et en masse avec de la gélose de Sabouraud fondue. Après incubation à 25°C pendant 5j, les colonies de levures se présentent sous forme rondes et opaques

Le tableau suivant récapitule les germes recherchés et les conditions utilisées.

Tableau VI: Germes recherchés dans les margarines élaborées et les conditions d'analyse.

Germes recherchés	Prélèvement	Milieu	Ensemencement	Incubation	Résultat	Méthode d'essai
Germes aérobies	1 ml de la dilution 1/10	PCA	En masse	30°C /72h	Colonies blanches	ISO : 4833
Levures	1 ml Echantillon	Sabouraud	En masse	25°C /5j	Colonies rondes et opaques	ISO : 21527-2
Coliformes	1 ml de la solution mère	Gélose VRBL	Double couche	44°C / 24 à 48h	Colonies rouges-violettes	ISO : 7251
<i>Staphylococcus aureus</i>	1 ml de la solution mère	Gélose BP	En masse	37°C / 24 à 48h	Colonies noires avec un halo	ISO : 6888-1
Salmonelles	2.5 de la SM+ 225 ml d'eau peptonée	SFB	En masse	37°C / 24 à 48h	Colonies vertes-bleues et centre noir	ISO : 6579

6. Analyse statistique

Une analyse descriptive des résultats de caractéristiques physique, test de rancimat et les analyses physico-chimique de la margarine a été réalisée à l'aide du logiciel Microsoft Office Excel 2007, pour calculer les moyennes, les écarts types et les coefficients de corrélation Une analyse de la variance (ANOVA) à un seul facteur au seuil de probabilité $p < 0,05$ a été appliqué à l'aide du logiciel STATISTICA (5.5).

Résultats
Résultats
et
discussions

1. Caractéristiques de la variété d'*Opuntia ficus-indica* étudiée

Les caractéristiques morphologiques et physiques de la variété de figue de barbarie étudiée sont résumées dans le tableau VII.

Tableau VII : Caractéristiques de la variété de figue de barbarie étudiée.

Paramètres étudiés des fruits	Caractéristiques
Forme	Ovoïde
Couleur	Orange
Longueur (cm)	7
Diamètre (cm)	4
Poids de fruit entier (g)	85
Poids de fruit comestible (g)	47
Poids de la pelure (g)	37

La variété d'*Opuntia ficus-indica* étudiée est de couleur orange, forme ovale et de poids moyen 85g. La partie comestible est de l'ordre de 47g, alors que la pelure représente environ la moitié du fruit entier, soit 37g. Les fruits étaient, en moyenne, de 4cm de largeur et de 7cm de longueur.

Ces résultats sont proches de ceux obtenus par **Chougui et al. (2013)** pour la même variété récoltée à Aokas (Algérie) dont les poids étaient de 76, 34g et 42g pour le fruit, la partie comestible et les pelures respectivement ; la longueur et la largeur étaient de 7,06 et 4,54cm respectivement. Ils sont encore plus proches de ceux enregistrés par **Arba (2009)** pour celle cultivée dans la région de Sidi Ifri (Maroc), particulièrement, concernant le poids de la partie comestible (48.65g) et du poids du fruit (81.37g) ; tandis que la largeur et la longueur, elles étaient de 4.92cm et de 6.49cm respectivement.

Les différences notées sont probablement dues aux conditions climatiques de chaque région, à la nature du sol ou même au stade maturation des fruits.

2. Taux d'humidité

Les pelures de la variété étudiée présentent une teneur élevée en humidité qui est de l'ordre de 85.76%. Cette valeur est proche de ce que **Chougui et al. (2013)** ont enregistré sur la même variété récoltée à Aokas (89.6%).

Ce résultat rentre dans les intervalles obtenus par d'autres auteurs. En effet, des taux d'humidité variant entre 83.5 et 86% ont été enregistrés dans les pelures de figue de barbarie de la région de Chaouia (Maroc) (**Maataoui et al., 2002**).

3. Teneur en antioxydants dans les pelures de figue de barbarie

Le tableau ci-dessous résume les teneurs en antioxydants dosés dans l'extrait de pelures de figue de barbarie.

Tableau VIII : Teneurs des pelures de figue de barbarie en antioxydants

Antioxydants	Résultats
Polyphénols totaux (mg EAG/100g MS)	1512
Flavonoïdes (mg EQ/100g MS)	10
Tanins condensés (mg EC/100g MS)	6

3.1. Les composés phénoliques

La teneur en composés phénoliques totaux de l'extrait de pelure de figue de barbarie est de 1512.58 mg EAG/100g MS. Cette valeur est largement supérieure à celles rapportées par **Barbera et al. (1995)** (400 mg/100g), par **Moussa-Ayoubet al. (2011)** (760 mg/100g) pour les cultivars d'Italie et par **Cardador-Martínez et al. (2011)** pour les pelures de cultivars du Mexique, dont les teneurs variaient entre 194mg et 362mg/100g.

Comparée aux pelures d'autres fruits et légumes, l'échantillon testée est plus riche que les pelures de citron (435.76 mg/100g), l'orange (1.13mg/100g), la pomme de terre (240 mg/100g), la tomate (462 mg/100g) et de l'ananas (120.87mg/100g) (**Ramandeep et Geoffrey, 2004 ; Li et al., 2006 ; Zidani, 2009 ; AL-Weshahy et al., 2010; Kalaiselvie et al., 2012**).

3.2. Les flavonoïdes

La teneur en flavonoïde dans l'extrait de pelures de figue de barbarie est de 10.33mg EQ/100g MS. La concentration obtenue dans cette présente étude est inférieure à ce qui a été rapporté par d'autres auteurs. En effet, **Ndhalala et al. (2007)** a enregistré 29mg/100g et 30mg/100g MS dans les pelures de la même espèce, **Cardador-Martínez et al. (2011)** ont trouvé des teneurs de 35mg/100g et 66mg/100g pour les pelures du cultivar du Mexique, alors que **Cai et al. (2010)** et **Xue et al. (1999)** ont noté des teneurs beaucoup plus importantes qui sont respectivement de 555 mg et 450 mg/100g dans les pelures des cultivars de Chine.

Comparée à certains fruits, cette teneur est proche à celle des pelures d'ananas d'Inde (11.20 mg EC/100g) (**Kalaiselvie et al., 2012**) mais elle est plus faible que celles des pelures de certaines variétés de raisins (30-220 mg EQ/100g) (**Poudel et al., 2008**).

3.3. Les tanins condensés

La teneur en tanins des pelures de figue de barbarie est de 6.16 mgEC/100gMS. Cette valeur est plus faible à celle notée par **Cardador-Martínez et al. (2011)** pour les variétés du Mexique, dont les teneurs allaient de 144mg à 53mg/100g.

4. Activités anti-oxydantes et anti-radicalaires:

4.1. Pouvoir réducteur

Les résultats de pouvoir réducteur de l'extrait et des deux standards sont présentés dans la figure suivante :

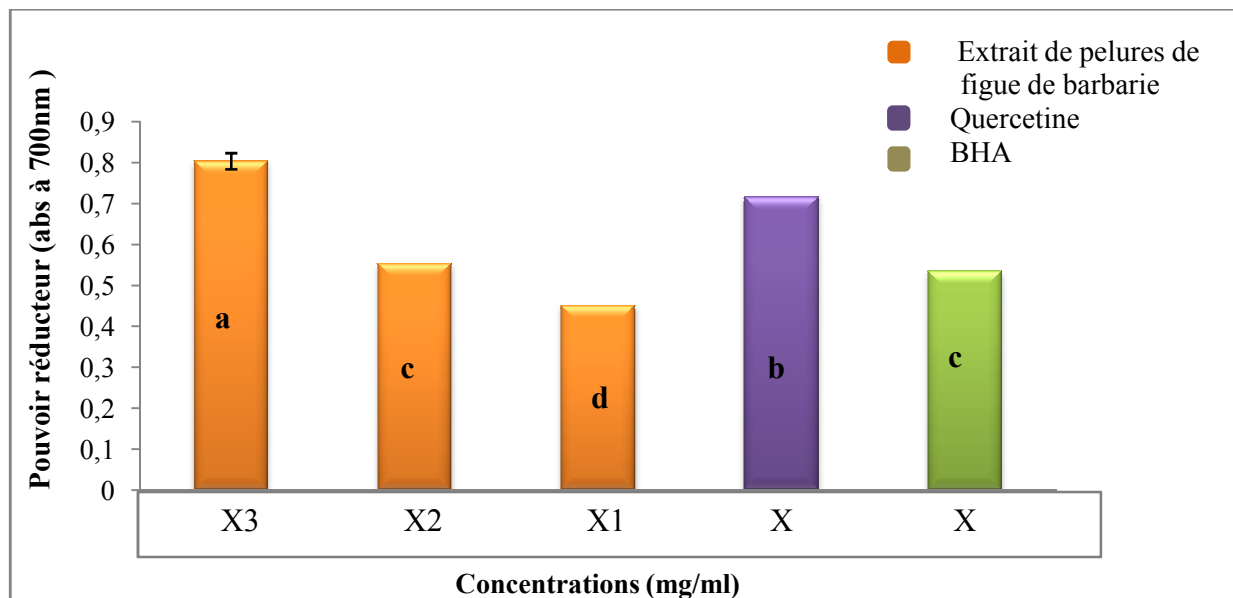


Figure 12: Pouvoir réducteur de l'extrait de pelure de figue de barbarie et des standards quercetine et le BHA.

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative. $a > b > c > d$ à $P \leq 0.05$.

Les résultats obtenus montrent que l'extrait testé possède un potentiel intéressant dans la réduction du fer oxydé et cet effet augmente avec la concentration de l'extrait. Les absorbances enregistrées pour les différentes concentrations analysées (X1, X2 et X3mg/ml) correspondent à 0.46, 0.55 et 0.80 respectivement. Les concentrations de l'extrait analysé ont été exprimées en équivalence d'acide ascorbique et les valeurs correspondent à (0.05, 0.06, 0.08 mg EAA/ml).

Pour évaluer l'efficacité de l'extrait de pelures, deux standards souvent utilisés en industries alimentaire et non alimentaire la quercetine et le BHA. Les absorbances de leur pouvoir réducteur à la concentration Xmg/ml étaient respectivement 0.72 et 0.53.

Les différences observées sont toutes significatives à $P < 0.05$. Pour réduire l'oxydation de 50%, il faudrait environ X1mg/ml d'extrait, Xmg/ml de BHA et moins de quercetine. La performance de l'extrait apparait proche de celle des standards testés.

4.2. Activité anti-radicalaire sur le DPPH

Le test a été réalisé à différentes concentrations de l'extrait de pelures. Le pourcentage d'inhibition du radical DPPH est d'autant plus important que la concentration de l'extrait est plus élevée. La concentration qui a permis de piéger 50% du radical de DPPH (IC_{50}) a été déduite à partir de ces différentes concentrations, que ce soit pour l'extrait que pour les deux

standards (Quercetine et le BHA). Plus faible est l'IC₅₀ plus élevée est l'activité anti-radicalaire de l'échantillon et vis vers ca pour l'EA (1/IC₅₀). Les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau IX: Inhibition du DPPH (IC₅₀, EA) par l'extrait de pelures de figue de barbarie

Echantillon	IC₅₀ mg/ml	1/IC₅₀
Extrait	77.81	0.01

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative. $a > b > c$ à $P \leq 0.05$.

Pour réduire le radical DPPH a 50%, il faut une concentration importante de l'extrait des pelures de la figue de barbarie. Donc l'extrait de pelure semble avoir une meilleure activité antioxydant qu'une activité anti-radicalaire.

5. Margarines élaborées

5.1. Stabilité oxydative des margarines élaborées

5.1.1. A l'échelle laboratoire

L'élaboration d'une margarine de table à l'échelle laboratoire a été dans le but de déterminer la concentration nécessaire de l'extrait de pelure de la figue de barbarie en vue de son incorporation dans la margarine. Des margarines avec des concentrations de xppm, yppm et zppm d'extrait de figue de barbarie et une margarine référence avec 100ppm de vitamine E (α -tocophérol) ont été préparées dans les mêmes conditions. La stabilité des margarines ont été évaluées par le test du rancimat.

Les temps d'induction obtenus pour les margarines élaborées avec l'extrait de pelures de figue de barbarie, à l'échelle laboratoire, ME2 (xppm), ME2 (yppm), ME2 (zppm) sont respectivement X1, X2 et X3. Concernant la margarine ME1 (100ppm), le temps était 14h63. Il apparait clairement, que les margarines ME2 (x et yppm) induisaient des temps d'induction plus longs qui se traduisait par un ralentissement de l'oxydation et donc une meilleure résistance à celle-ci et ca grâce à l'extrait de pelures comparée à celle préparée avec de la vit E à 100ppm.

La concentration prise pour l'élaboration des margarines dans la chaine pilote est de xppm qui est inférieure à celle de la vit. E.

5.1.2. A l'échelle pilote

Suite aux résultats obtenus précédemment, la concentration xppm d'extrait de pelure a été choisie pour préparer une margarine à l'échelle pilote (ME2) en parallèle, une margarine témoin avec 100ppm de vit. E (ME1).

Les résultats obtenus montrent que l'extrait de pelure de figue de barbarie, même à plus faible concentration a permis de ralentir l'oxydation de la margarine et de confirmer ainsi les résultats préalablement obtenus à l'échelle laboratoire.

Comparé à d'autres produits tels que les huiles essentielles de *Citrus limon*, extrait à froid ou par hydrodistillation, le temps enregistré dans cette présente étude a été largement supérieur que ceux obtenus avec ces deux huiles et dont les valeurs étaient de l'ordre de 6h42 et 6h32 respectivement (Himed, 2011).

5.2. Propriétés physico-chimique des deux margarines élaborées

L'ensemble des résultats physico-chimiques des margarines à l'échelle pilote sont résumés dans le tableau ci-dessous:

Tableau X: Propriétés physico- chimiques des deux margarines élaborées à l'échelle pilote.

Margarine	ME1	ME2	Normes
Analyses effectuées			
pH (Phase aqueuse)	4.00	4.50	4- 5.5
Humidité (%)	20	17	Max 16
La teneur en sel (%)	0.22	0.34	0.1- 0.4
Point de fusion (°C)	32	33	28- 34
Indice peroxyde	0.39	0.38	Max 10

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($a < b$) à $P \leq 0.05$.

ME₁ : Margarine Témoin ; ME₂ : Margarine élaborées avec l'extrait des pelures de la figue de barbarie.

5.2.1. pH

La détermination de pH renseigne sur l'état de fraîcheur de l'échantillon. Les résultats du pH de la phase aqueuse des deux margarines ME1 et ME2 rentrent dans l'intervalle des normes fixées par de l'entreprise. Le pH de ME1 est significativement plus acide que celui de ME2. Cette différence peut être expliquée par des erreurs de dosage ou de mélange de l'acide ascorbique ajoutée.

5.2.2. Taux d'humidité

D'après la norme **ISO 662 (1998-90-1)**, le taux d'humidité d'une margarine ne doit pas dépasser 16%, néanmoins, l'entreprise tolère des taux entre 16 et 18%. Les margarines

élaborées ME1 et ME2 présentent des taux de 20 et 17% respectivement. La margarine ME1 renferme significativement plus d'eau, ceci est peut être du à un défaut de dosage de la phase aqueuse au cours de la fabrication de la margarine.

5.2.3. Teneur en sel

En plus de son rôle dans l'amélioration de goût et de la sapidité dans la margarine, le sel joue aussi un rôle bactériostatique.

Les taux de sel dans les deux échantillons sont de l'ordre de 0.22% et 0.34% dans les margarines ME1 et ME2 respectivement. Ces résultats sont conformes à la norme fixée par l'entreprise de (0.1-0.4%).

La différence notée au niveau des teneurs en sel peut être expliquée par une erreur au niveau de la préparation de la solution de saumure.

5.2.4. Point de fusion

Le point de fusion donne une indication sur la température à laquelle la margarine devrait se fondre dans la bouche.

Selon la composition de la margarine, celle-ci pourrait fondre entre 28 et 34°C comme l'indique les normes fixées par l'entreprise. Les margarines élaborées sont conformes à ces normes ; ME1 et ME2 fondent à 32°C et 33°C respectivement. La différence observée est peut être due aux erreurs de manipulation.

5.2.5. Indice de peroxyde (Indice de qualité)

L'indice peroxyde est le nombre d'oxygènes libres en Meq d'O₂/Kg de corps gras ; il renseigne sur le degré d'oxydation de ce corps. L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative **(Karleskind, 1992)**.

D'après les résultats obtenus, les indices de peroxyde des deux échantillons sont de 0.39 Meq d'O₂/ Kg pour ME1 et de 0.38 Meq d'O₂/ Kg pour la ME2. Ces valeurs sont inférieures au seuil fixé par l'entreprise (Max 10).

5.2.6. Taux de solide, SFC (Solid Fat Content)

Le SFC est un facteur essentiel car il est responsable de plusieurs caractéristiques d'un produit, y compris son aspect général et ses propriétés organoleptiques **(Noor Lida et al., 2002)**. Selon des protocoles définis par IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), le SFC est le pourcentage de triglycérides solidifiés dans une huile à une température donnée, il peut être utilisé en tant qu'une mesure du degré de cristallisation des graisses. Il peut être utilisé pour la description de la cristallisation et du comportement des mélanges de matières grasses pendant le traitement **(Bongers et al., 2011)**.

✓ Les résultats de taux de solide sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau XI: Taux de solides des deux margarines élaborées (%)

Echantillon/ Température	20°C	30°C	40°C
ME1 (100ppm)	12.20	5.15	1.15
ME2 (x ppm)	12.50	5.40	0.93

Les valeurs portant les mêmes lettres ne présentent aucune différence significative ($a < b$) à $P \leq 0.05$.

Le taux de solide obtenu dans cette présente étude varie selon la température testée. En effet, il diminue avec l'augmentation de la température. Les valeurs obtenus pour la ME1 et ME2 sont proche quelque soit la température testée. Ceci prouve que les deux margarines ont été préparées selon le même procédé de fabrication et que, par conséquent, présentent la même composition. Le taux de solide est d'environ 12% à 20°C, et 5% à 30°C. Ces résultats concordent avec les résultats obtenus par **Ribeiro et al. (2009)** et **Karleskind (1992)**. A 37°C le taux de solide doit être inférieur à 6%. Dans cette présente étude, les margarines présentaient déjà une valeur plus faible à partir de 30°C, ce qui prouve que la margarine fond facilement dans la bouche.

5.3. Propriétés microbiologiques

. Les résultats microbiologiques des margarines élaborées avec l'extrait de figue de barbarie à xppm sont résumés dans le tableau ci-dessous :

Tableau XII: Propriétés microbiologiques de la ME2

Désignation	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech5	Normes
Germes aérobies UFC/g	$<10^2$					$<10^2$
Coliformes fécaux UFC/g	Absence					Absence
<i>Staphylococcus aureus</i> UFC/g	<10					10
Levures UFC/g						10
Salmonella UFC/ 25g	Absence					Absence

Les résultats des dénombrements des germes recherchés sont conformes aux normes. En effet, les coliformes fécaux et les salmonelles sont été absents ; les germes aérobies, *Staphylococcus aureus* et les levures étaient inférieurs à 10UFC/g. Ceci indique que la fabrication des margarines a été maîtrisée et menée dans de bonnes conditions et par conséquent leur qualité hygiénique a été assurée.

Conclusion

La présente étude avait pour but de substituer la vit E souvent utilisée comme antioxydant dans les aliments tels que la margarine, par des extraits obtenus à partir de déchets alimentaires représentés dans ce cas par les pelures de la figue de barbarie. La procédure à suivre était brièvement, tout d'abord d'obtenir l'extrait de pelures, de quantifier et d'évaluer l'activité antioxydante de ses composants et enfin d'incorporer celui-ci dans la margarine de table.

Les pelures ont été obtenues à partir de la variété orange récoltée dans la région de Chemini (Bejaia), possèdent un taux d'humidité élevé, ce qui indique que les composants extraits sont de nature hydrophile et que par conséquent leur incorporation doit se faire dans la partie aqueuse pour favoriser leur dissolution.

Les résultats des dosages d'antioxydants dans l'extrait éthanolique des pelures de figue de barbarie obtenu ont révélé des teneurs importantes en composés phénoliques, flavonoïdes qui jouent un rôle important contre l'oxydation. A ce propos, l'étude des activités antioxydante et anti-radicalaire de cet extrait, a mis en avant, particulièrement, la performance de celui-ci vis-à-vis de l'oxydation du fer ferrique.

Les testes réalisés au niveau de l'entreprise des corps gras « CEVITAL », ont permis de déterminer à partir de différentes concentrations d'extrait de pelures, celles qui pourraient substituer la vit. E (utilisée à 100ppm), il s'agit de xppm qui est beaucoup plus faible.

Par ailleurs, les propriétés physico-chimiques (pH, taux de solide et point de fusion, indice de peroxyde...) s'avèrent conformes à la recette préétablie et aussi aux normes internes et réglementaires. Il en est de même pour les résultats microbiologiques, ce qui permet de déduire que la margarine élaborée avec l'extrait de pelures est aussi d'une bonne qualité que celle commercialisée par CEVITAL.

Afin d'élargir cette étude, d'autres aspects peuvent être développés tels que :

- purifier l'extrait afin d'identifier les types d'antioxydants présents dans l'extrait ;
- élargir la valorisation de sous-produit de la figue de barbarie dans d'autres domaines agro-alimentaires ;
- effectuer des recherches plus approfondies sur le pouvoir antioxydant, les effets thérapeutiques...de ces sous-produits ;
- améliorer les conditions de culture des figues de barbarie et construire éventuellement des unités spécialisées dans la valorisation des différentes parties de ce fruit.

Références Bibliographiques

A

- Abdel-Hameed E.S.S.** (2009). Total phénolic contents and free radical scavenging activity of certain Egyptian *Ficus* species leaf samples. *Food Chemistry*, 114:1271-1277.
- Ahmad M., Clydes .** (1992). Les matières grasses destinées aux produits boulangerie que sont-elle ? Comment fonctionnent- elles. *United Soybean Board* .
- Alais C., Linden G. et Miclo L.** (2003). Biochimie alimentaire, 6^{ème} édition de l'abrégé. Editon: Dunod. Paris, p41-68.
- Albarracin S.L., Stab B., Casas Z.** (2012). "Effects of natural antioxidants in neurodegenerative disease," *Nutritional Neuroscience*, 15:1-9.
- Al-Weshahy A., El Nokty M., Bakhete M. et Rao A.** (2010). Effet of storage on antioxidant activity of freeze-dried potato peel. *Food Research International*, 10:265-284.
- Anonyme** (2012). Figuiers de barbarie : http://fr.wikipedia.org/wiki/Opuntia_ficus-indica (page consulté le 17/04/2012 a 15:40.
- Araba A., El Aich A. et Sarti B.** (2000a). Valorisation du figuier de barbarie en élevage. Bull. Liaison du PNTTA. *MADRPM/DRED*, 68:1-4.
- Araba A., EL Aich A., Sarti B., Belbahri LL., Boubkraoui A., Aït Hammou A., Zemmouri A. et Sbaa H.** (2000b). Valorisation du figuier de barbarie en élevage. *Transfert de technologie en agriculture*, p1-4.
- Arain S., Sherazi S. T. H., Bhangar M. I., Talpur F. N., Mahesars A.** (2009). Oxidative stability assessment of Bauhinia purpurea seed oil in comparison to two conventional vegetable oils by differential scanning calorimetry and Rancimat methods. *Thermochimica Acta, International Standard Serial Number*, 484:1-3.
- Arba M.** (2009). Le cactus *opuntia*, une espèce fruitière et fourragère pour une agriculture durable au Maroc. Laboratoire d'Ecophysiologie Végétale, Département d'Horticulture Institut d'Agronomie et vétérinaire Hassan II, p215-222.
- Arrizon J.; Calderon C.; Sandoval G.** (2000). Effect of different fermentation conditions on the kinetic parameters and production of volatile compounds during the elaboration of a prickly pear distilled beverage. *Journal of Industrial Microbiology and Biotechnology*, 33: 921-928.
- Ayala-Zavala J., Vega-Viga V., Rosas-Dominguez C., Palafox-Carlos H., Villa-Rodriguez J., Wasim Siddiqui M., Dávila-Avinà J. et Conzàlez-Agillar G.** (2011). Agro-industrial potential of exotic fruit byproducts as a source of food additives. *Food Research International*, 44:1866-1874

B

- Barbera G., Ingless P. et La Mantia T.** (1993). Research strategies for the improvement of cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit quality and production. *Journal of Arid Environments*, 29:455-468.
- Barbera G., Ingless P. et Pimlenta B.** (1995). Agro-ecology, cultivation and uses of cactus pear. *FAO Plant Production and Protection Division*, p120-136.
- Bennick A.** (2002). Interaction of plant polyphénols with salivary proteins. *Critical Reviews in Oral Biology and Medicine*, 13(2):184-196.

- Diaz M., Ornelas-Paz J., Martínez-Téllez M.A., Santillán C., Barbosa-Cànovas G.V., Zamudio-flores PB. et Olivas GI.** (2010). Development and Characterization of Edible Films Based on Mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). *Journal of Food Science*, 75:6.
- Dilmi -Bouras A.** (2004). Biochimie alimentaire. *Paris*, p35-67.
- Djeridane A., Yousfi M., Nadjemi B., Boutassouna D., Stocker P., Vidal N.** (2006). Antioxidant activity of some algerian medicinal plants extracts containing phenolic compounds. *Food Chemistry*, p654-660.
- Dupin H.** (1992). Alimentation et nutrition humaine. *Edition: European Science Foundation* p1533.

E

- El Alaoui.** (1998). Role du cactus dans l'amélioration des parcours et l'alimentation du bétail. *I^{ère} Journée Nationale du Culture de Cactus. Directions Provinciales de l'Agriculture EL Kalà*, p19.
- El kossori R.L., Villaume C., El Boustani E., Sauvaire Y. et Méjean J.** (1998). Composition of pulp, skin and seeds of prickly pears fruit (*Opuntia ficus- indica sp.*); *Plant food for Human Nutrition*, 52:263-270.
- El Mannoubi I., Barrek S., Skanji T., Zarrouk H.** (2011). Antioxydant Activites and HPLC/UV/MS Characrerization of Flavonoide Extracts From *Opuntia ficus- indica* Seeds and Peels. *International symposium on Medicinal and Aromatic Plants-SIPAM*, p853.
- El-Samahy S.K., Youssef K.M. et Moussa-Ayoub T.E.** (2009).Producing ice cream with concentrated cactus pear pulp: A preliminary study. *Journal of professional Association for Cactus Development*, 11:1-12.

F

- Fernandez-Lopez J. A. et Luis-Almela L.** (2001). Application of high-performance liquid chromatography to the characterization of the betalain pigments in cactus pear fruits. *Journal Chromatography*, 913:415-420.
- Feugang J.M., Konarski P., Zou D., Stintzing F.C. et Zou C.** (2006). Nutritional and medicinal use of Cactus pear (*Opuntia sp.*) cladodes and fruits. *Frontiers in Bioscience*, 11:2574-2589.
- Flores C.A., Felker P., Moss J.R. et Gallegos C.** (1994). The production of prickly pear in the north-central region of Mexico. *Edition: Proceedings Fifth Annual Texas Prickly Pear Council, Kingsville*, p13-28.

G

- Gad A.S., Hasan E.A. et Abd El Aziz A.** (2010). Utilization of *Opuntia ficua-indica* waste for production Phanerochaete chrysosporium bioprotein. *Journal of American Science*, 6(8): 413-419.
- Galati E.M., Tripodo M.M., Trovato A., Miceli N., Monforte M.T.** (2002). Biological effect of *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill. (Cactaceae) waste matter. *Note I. Diuretic activity. Journal of Ethnopharmacol*, 79(1):17-21.
- Gessner M.O. et Steiner D.** (2005). acid butanol assay for proanthocyanidins (condensed tanins). *Springer. Printed in The Netherlands. A Practical Guide*, p107 -114.

Butera D.L., Tesoriere F., Di Gaudio A., Bongiorno M., Allegra A., Pintaudi R., Kohen. et Livrea M. (2002). "Antioxidant activities of Sicilian prickly pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit extracts and reducing properties of bétalaines it s: bétanine and indicaxanthin." *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50(23):6895-6901.

C

Cai W., Gu X. et Tang T. (2010). Extraction, Purification, and Characterisation of the Flavonoids from *Opuntia milpa Skin*. *Czech Journal of Food Science*, 28:108-116.

Cardador-Martinez A., Jiménez-Martinez C., Sandoval G. (2011). Revalorization of cactus pear (*Opuntia* spp.) wastes as a source of antioxidants. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, 31(3):782-788.

Cárdenas A., Higuera-Ciapara I. et Goycoolea F. (2007). Rheology and Aggregation of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) Mucilage in Solution. *Journal of the professional Association for Cactus Development*, p152-155.

Cassano A., Conidi C. et Drioli E. (2009). Physico-chemical parameters of cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) juice clarified by microfiltration and ultrafiltration processes. *Desalination*, 250:1101-1104.

Celiktas O.Y., Kocabas E.E.H., Bedir E., Sukan F.V., Ozek T., Baser K.H.C. (2007). Antimicrobial activities of methanol extracts and essential oils of *Rosmarinus officinalis*, depending on location and seasonal variations. *Food Chemistry*, 100:553-559.

Ceislik E., Greda A., Adamus W. (2006). Contents of polyphénols in fruit and vegetables. *Food Chemistry*, 94:135-142.

Charterris W.P. and Keogh M. K. (1991). Fats and oils in table spreads. *Lipid Technology*, 3:16-22.

Chougui N., Louaileche H., Mohedeb S., Mouloudj Y., Hammoui Y. et Tamendjari A. (2013). Physico-chemical characterisation and antioxidant activity of some *Opuntia ficus-indica* varieties grown in North Algeria. *African Journal of Biotechnology*, 12(3):299-307.

Chougui N., Tamendjari A., Hamidji W., Hallal S., Barras A., Richard T., Larbat R. (2013). Oil caractérisation of phénolic compounds of *Opuntia ficus-indica* seeds. *Food chemistry*, 139:798, 799- 801.

Chrysam M. M. (1996). Margarines and spreads. In Hui, Y. H. Bailey's industrial oil and fat products, (4th edition.) *John Wiley and Sons Inc.*

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet s., Humbert S., Roelstraete L., Vanuxem M. et Vidal D. (2002). Les corps gras: entre tradition et modernité. *Université des sciences et Technologies de Lille*, p140.

Couplan F. (1998). Guide nutritionnel des plantes sauvages et cultivées. *Edition : Delachaux et Niestlé SA, Lausanne. Paris*, p228.

D

Diabate S., KonanK., Allou D., Coulibaly O. et Defranqueville H. (2009). Performance de deux techniques d'extraction des phénols racinaires pour l'évaluation du marquage de tolérance à la fusariose des clones de palmier à huile (*Elaeis guineensis* Jacq.). *Sciences de la Nature*, 6:117-123.

Diaz-medina E.M., Rodriguez E.M. et Diaz Romero C. (2006). Chemical characterization of *Opuntia dillenii* and *Opuntia ficus-indica*. *Food Chemistry*, 103:38-45.

Grigora C.G. (2012). Valorisation des fruits et sous produits de l'industrie de transformations des fruits par extractions des composés bioactifs. *Chimie. Genie de l'Environnement*, p15.

Guiraud J.P. et Rose J.P. (2004). Pratique des normes en microbiologie alimentaires. Edition : AFNOR, Paris, p1- 96.

H

Habibi Y. (2004). Contribution à L'Etude Morphologique, Ultrastructural et Chimique de la figue de barbarie, Les Polysaccharides Pariétaux: Caractérisation et Modification Chimique. Thèse de Doctorat en chimie molécules organiques d'intérêt biologique et industriel. *Université Josep Fourier et Cadi Ayyed, Faculté des sciences Semlalia-Marrakech*, p3-115.

Habibi Y., Heyraud A., Mahrouz M. et Vignon MR. (2004). Structural features of pectic polysaccharides from the skin of *Opuntia ficus-indica* prickly pear fruits. *Carbohydrate Research*, 339:1119-1127.

Hadi M. (2004). La quercétine et ses dérivés: molécules à caractère pooxydant ou capteurs de radicaux libres; études et applications thérapeutiques. Thèse de Doctorat en pharmacochimie. Université de Louis Pasteur Strasbourg I, *Faculté des sciences*, p22-24.

Hamdi M. (1997). Prickly pear fruit and cladodes a potential raw material for bioindustries: a review. *Bioprocess Engineering*, 17(6):387-391.

Haslam E. (1998). Preatical polyphénolics: from structure to molecular recognition and physiological action, *Cambridge University press, Cambridge*.

Hemingway R.W. (1992). Structural variation in proanthocyanidins and their derivatives. In: Lpant polyphenols: synthesis, properties, significande. *Hemingway R W, Laks P. E. New York*.

Hidalgo F.J., Leon M.M. et Zamora R. (2006). Antioxidative Activity of Amino Phospholipids and Phospholipid/Amino Acid Mixtures in Edible Oils As Determined by the Rancimat Method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 54:5461-5467.

Himed L. (2011). Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles de *Citrus limon* : application à la margarine. *Département de Technologie Alimentaire* Mémoire Magister, p46.

Holliday., Sarah L., Barbara B., Adler., Larry R., Beuchat. (2003). Viability of Salmonella, *Escherichia coli* O157:H7, and *Listeria monocytogenes* in butter, yellow fat spreads, and margarine as affected by temperature and physical abuse *Food Microbiology*, p159-168.

Houerou H. N et Monjauze A. (1965). Le rôle des *Opuntia* dans l'économie agricole nord Africaine. *Bulltin Supérieur d'économie, Natural et Agriculture de Tunis*, p8-9.

I

ISO Norme Internationale. (1999). Méthode ISO 6888-1, Microbiology of food and animal feeding stuffs -Horizontal method for the enumeration of coagulase-positive staphylococci (*Staphylococcus aureus* and other species) -Part 1: Technique using Baird-Parker agar medium.

ISO Norme Internationale. (2002). Méthode ISO 6579, Microbiology of food and animal feeding stuffs -Horizontal method for the detection of salmonella sp.

- ISO Norme Internationale.** (2003). Méthode ISO **4833**, Microbiology of food and animal feeding stuffs -Horizontal method for the enumeration of the micro-organisms - Technique of counting of the colonies at 30°C.
- ISO Norme Internationale.** (2005). Méthode ISO **7251**, Microbiology of food and animal feeding stuffs -Horizontal method for the detection and enumeration of presumptive *Escherichia coli* -Most probable number technique.
- ISO. 6886.** (2006). Corps gras d'origines animale et végétale – Détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accélérée). *2^{ème} édition*, p1-14.
- ISO Norme Internationale.**(2008) .Méthode ISO **21527-2**, Microbiology of food and animal feeding stuffs - Horizontal method for the enumeration of yeasts and moulds -Part 2: Colony count technique in products with water activity less than or equal to 0.95.

J

- Ju.**(2012).Structure of alpha-tocophérol. *Structural Formulae*
http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Alpha-Tocopherol_Structural_Formulae_V.1.svg.
Consultée le 25avril 2013 à 13 : 00
- Judde A.** (2004). Prévention de l'oxydation des acides gras dans un produit cosmétique : Mécanisme, conséquence, moyens de mesures, quels antioxydants pour quelles applications, *Parc Industriel Bersol*, 11(6) :414- 418.
- Juriaanse A. C., et Heertje I.** (1988). Microstructure of shortenings, margarine and butter: A review. *Food Microstructure*, 7:81-188.

K

- Kaanane A.** (2000).Techniques de valorisation industrielle des figues de barbarie. Actes de la deuxième journée nationale sur la culture de cactus. *Actes de la deuxième journée nationale sur la culture de cactus, Maroc*.
- Kalaiselvi M. D., Gomathi C., Uma.**(2012).Occurrence of Bioactive compounds in *Ananus comosus* (L.): A quality Standardization by HPTLC . *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, p1342.
- Karleskind A.** (1992). Manuel des corps gras. *Edition : Technologie et Document*, 1:938-988.
- Karleskind A.** (1992). Manuel des corps gras. *Edition : Technologie et Document*, 1:65-112, 318-617.
- Khan M.K.** (2010).Polyphénols d'Agrumes (flavanones) : extraction de glycosides de la peau d'orange, synthèse de métabolites chez l'homme (glucuronides) et étude physico-chimique de leur interaction avec le sérum albumine. *Chimie des aliments*, p8.
- Kone-Issa B.** (2003). La margarine. Volume I. *Edition : BETJ. Micouleau*, 1:8-22.
- Kone S.** (2001). Fabrication artisanale de margarine. <http://www.gtz.de/gate/>
- Kumbasli M.** (2005). Études sur les composés polyphénoliques en relation avec l'alimentation de la tordeuse des bourgeons de l'épinette (*Choristoneura fumiferana* (Clem.)). *Université Laval Québec*. Thèse de doctorat.
- Kunyanga C.N., Strum S., Sipiiek J. and Imungi J.K.** (2009). Physico-chemical methods for preservation of *opuntia* cactus fruit syrup. *African Crop Science Conference Proceedings*, 9:333-337.

Kuti J.O. (2004). Antioxidant compounds from four *Opuntia* cactus pear fruit varieties. *Food Chemistry*, 85:527-533.

L

Laia O.M., Ghazalia H.M., France Cho A., Chong C.L. (2000). Physical and textural properties of an experimental table margarine prepared from lipase-catalysed transesterified palm stearin: palm kernel olein mixture during storage. *Food Chemistry*, 71:173-179.

Lee J.C., Kim H.R., Kim J. et Jang YS. (2002). Antioxidant Property of an Ethanol Extract of the Stem of *Opuntia ficus-indica* var. Saboten. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50:6490-6496.

Lefrancq E. et Roudaut H. (2005). Alimentation théorique Biosciences et techniques. *Sciences des aliments. Edition : Doin*, p303.

Li B.B., Smith B. et Hossain M.M. (2006). Extraction of phenolics from citrus peels in solvent extraction method. *Separation and purification Technology*, 48:148-188.

Liu X., Mouming Z., Wang J., Yang B., Jiang Y. (2008). Antioxidant activity of methanolic extract of emblica fruit (*Phyllanthus emblica* L.) from six region in China. *Journal of food Composition and Analysis*, 21:219-228.

Livrea M.A. et Tesoriere L. (2006). Health Benefits and Bioactive Components of the Fruits from *Opuntia ficus-indica*[L]Mill. *Journal of the professional Association for Cactus Developemet*.

Lopes-Lutz D., S. Alviano D., S. Alviano C., P. Kolodziejczyk P. (2008). Screening of chemical composition, antimicrobial and antioxidant activities of *Artemisia* essential oils. *Phytochemistry*, 69:1732-1738.

M

Maataoui B.S. et Hilali S. (2002). Caractérisation physico-chimique de jus de deux types de fruits de figuier de Barbarie (*Opuntia ficus indica*) de la région Chaouia. *Congrès de biochimie, Casablanca*.

Marxen K., K H Vanselow., Lippemeier K. S., Ralf. Hintze., A. Ruser., U-P Hassen. (2007). Determination of DPPH Radical Oxidation Caused by Methanolic Extraction of Some Microalgal Species by Linear Regression Analysis of Spectrophotometric Measurements. *Full Research Paper*, 7:2080-2095.

Moßhammer M.R., Stintzing F.C. et Carle R. (2005). Development of a process for the production of a betalain-based colouring foodstuff from cactus pear. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6:221-231.

Mohamed-Yasseen Y., Barringer S.A., Splittstoesser W.E. (1996). A note on the uses of *Opuntia* sp. in Central/North America. *Journal of Arid Environment*, 32:347-353.

Molyneux P. (2004). The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH^o) for estimating antioxidant activity Songklanakarinn. *Original Article*, 26(2): 211-219.

Moussa-Ayoub T., El- Samahy S.K., Rohn S. et Kroh L.W. (2011). Flavonols, betacyanin content and antioxidant activity of cactus *Opuntia macrorrhiza* fruit. *Food Research International*, 44:2169-2174.

N

- Ndhalala A.R., Kasiyamhuru A., Mupure C., Chitindingu K., Benhura M.A., Muchuweti M.** (2007). Phenolic composition of *Flacourtia indica*, *Opuntia megacantha* and *Sclerocarya birrea*. *Food Chemistry*, 103:82-87.
- Nebbache S., Chibani A., Chadli R. et Bouznad A.** (2009). Chemical composition of *Opuntia ficus-indica*(L.) fruit. *African Journal of Biotechnology*, 8(8):1623-1624.
- NF EN ISO Norme Internationale.** (1955). Méthode ISO **8292**. Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée. Edition : 2.
- NF EN ISO Norme Internationale.** (1998). Méthode ISO **662** les graisses et huiles animales et végétales la détermination du contenu des impuretés insolubles.and oils - Determination of peroxide value -Iodometric (visual) endpoint determination.
- N F EN ISO Norme Internationale.** (2007). Méthode ISO **3960**. Animal and vegetable fats.
- Nobel P.** (2002). Cactus pear fruit production. Edition. Cactus, biology and uses. *University of California press, Berkely, los Ingeles, London*, p160-166.
- Noor Lida H.M.D., Sundram K., Siew W.L., Aminah A. et Mamot S.**(2002). TAG composition and solid fat content of palm oil, sunflower oil, and palm kernel olein blends before and after chemical interesterification. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 79:1137-1144.

O

- Oyaizu M.** (1986). Studies on products of brown in greaction: Antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *Japanese Journal of Nutrition*, 44: 307-315.

P

- Paiva S. et Russell M.** (1999). B-carotène and other caratenoids as antioxydants. *Journal of the American college of nutrition*, 18(5):426-433.
- Palevitch, D.** (1994). *International Journal and comparative Medicine*.
- Park E.H., Kahng J.H., Sang H.L.K.H., Shin K.H.** (2001). *Fitoterapia*, 72(3): 288-290.
- Penfield M.P., Campbell A.M.** (1990). Fats and their lipids consstituents. Chemical reactions of lipids. In:”*Experimental food science*” 3^{ème} Edition: *San Diego Academic Press*, p340-347.
- Pennock J.F, Hemming F.M., Kerr J.D.A.** (1964). Areassessment of tocopherol chemistry. *Biochiestry and biophycis Ressources commun*, 17: 542-548.
- Peronny P.** (2005). La perception gustative et la consommation des tannins chez les Maki. *Muséum National d’Histoire Naturelle*. Thèse de doctorat.
- Piga A.** (2005). Cactus Pear: Fruit Quality Management and Potential for Processing. Ramdane Dris PhD. (edition.), *Fruits: Growth, Nutrition and Quality*, p124-150.
- Pimienta-Barrrios E.** (1993). El nopal (*Opuntia sp.*): una alternativa ecologica productiva para las zonas aridas y semiaridas. *Ciencia*, 44:339-350.

- Porter L.J., Hrstich L.N., Chan B.G.** (1986). The conversion of procyanidins and prodelphinidins to cyanidin and delphinidin. *Phytochemistry*, 1:223-230.
- Poudel P.R., Hirotohi T., Ikuo K., Ryosuke M.** (2008). Phenolic compounds and antioxidant activities of skins and seeds of five wild grapes and two hybrids native to Japan. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21:622-625.
- Prior E.** (2003). Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire. In : *Graille Journal.Edition. Lipides et corps gras alimentaires*, p87-147.

R

- Ramadan M.F. et Morsel J.T.** (2003). Recovered lipids from prickly pear [*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill] peel: a good source of polyunsaturated fatty acid, natural antioxidant vitamine and sterols. *Food Chemistry*, 83:447-456.
- Rahman A., Mizanur Rahman M., Sheik M.S., Mashiar Rahman M., Shadli S.M. et Alam M.F.** (2008). Free radical scavenging. Activity and phenolic content of *Cassia sophera* L. *African Journal of Biotechnology*, 7(10):1591-1593.
- Ramandeep K. T. and Geoffrey P. S.** (2004). Antioxidant activity in different fractions of tomatoes. *Food Research International*, 38: 487-494.
- Ribeiro M.C., Metzger J.P., Martensen A.C., Ponzoni F., Hirota M.M.** (2009). Brazilian Atlantic forest: how much is left and how is the remaining forest distributed, Implications for conservation. *Biological Conservation*, 142:1141-1153.
- Ribéreau-Gayon P.** (1968). Les composés phénoliques des végétaux. *Edition. Dunod. Paris* p1-23.
- Rock C.L., Lovallo J.L., Emenhiser C., Ruffin M.T., Flatt S.W., Schwartz S.J.** (1998). Bio-availability of b-carotene is lower in raw than in processed carrots and spinach in women. *Journal of nutrition*, 128:913-916.
- Russel C.E., Felker P., Econ.** (1985). The prikly pears (*Opuntia sp.*, Cactaceae): a source of human and animal food in semiarid regions. *Economic Botany*, 41:433-445.
- Russell .**(1986). University Honors Program Anniversary Scholarship.

S

- Sàenz C. et Sepulveda E.** (2001). Cactus-pear Juices. *Journal of the professional Association for Cactus Development*.
- Segura J. A., Herrera M. L., et Ana on M. C.** (1990). Storage of commercial margarine at different temperatures. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 67:989-992.
- Sies H. et Stahl W.** (1995). Vitamins E and C, β -carotène, and other carotenoide as antioxidants. *American Journal of Clinical Nutrition*, 62:1315-1321.
- Stintzing F., Schieber A. et Carle R.** (2002). Identification of betalains from yellow beet (*Beta vulgaris* L.) and cactus pear [*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill] by high- performance liquid chromatography-electrospray ionization mass spectrometry. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50:2302-2307.
- Stintzing F.C., Schieber A., et Carle R.** (2003). Evaluation of colour properties and chemical quality parameters of cactus juices. *European Food Research and Technology*, 216: 303-311.

Stintzing F.C. et Carle R. (2004). Cactus stems (*Opuntia sp.*): A review on their chemistry, technology, and uses. *Nutritional Food Research*, 49:175-194.

Stintzing F.C., Herbach K.M., Mosshammer M.R., Carle R., Yi W., Casimir S.S., Bunch R. and Felker P. (2005). Color, betalain pattern, and antioxidant properties of cactus pear (*Opuntia spp.*) clones. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53:442-451.

Stocker R., Frei B. (1991). Oxidative stress: Oxidant and antioxidants: *Academic Press, London*, p213-243.

Strack D., Steglich W., et Wray V. (1993). Betalains. In P.M. Dey, & J. B. Harborne, *Methods in plant biochemistry: Alkaloids and sulphur compounds*, London: *Academic Press*, 8:421-450.

T

Terrill T.H., Rowan A.M., Douglas G.B., Barry T.N. (1992). Determination of extractable and bound condensed tannin concentrations in forage plants, protein concentrate meals and cereal grains. *Journal of Agricultural and Food Science*, 58:321-329.

Tesoriere L. D., Butera A., Pintaudi M., Allegra et Livrea M. (2004). "Supplementation with cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) fruit decreases oxidative stress in healthy humans: a comparative study with vitamin C." *American Journal of Clinical Nutrition*, 80(2):391.

Tesoriere L., Fazzari M., Allegra M. et Livrea M. (2005). Biothiols, taurine and lipid-soluble antioxidants in the edible pulp of Sicilian cactus pear (*Opuntia ficus-indica*) fruits and changes of bioactive juice components upon industrial processing. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53:7851-7855.

V

Velioglu Y.S., Mazza G., Gao L. et Omah B.D. (1998). Antioxidant activity and total phenolics in selected fruits, vegetables, and grain products. *Journal of Agriculture Food Chemistry*, 46:4113-4117.

Verzelloni E., Tagliacozzi D., Cont A. (2007). Relationship between the antioxidant properties and the phenolic and flavonoids content in traditional balsamic vinegar. *Food Chemistry*, 105:564-571.

W

Wallace R.S., Gibson, A.C. (1997). Evolution and systematics. Dans *Cacti: Biology and uses*; P.S. Nobel Edition, p1-21.

Wallace R.S., Gibson A.C. (2002). Evolution and systematics. In *Cacti: Biology and uses*. Edition. Nobel PS, *université of California. Press berkely-Los Angeles-London*, p1-21.

Wang S.W. (2003). Antioxidant Capacity of Berry Crops, Culinary Herbs and Medicinal Herbs. *XXXVI. IHC. Asian Plants*. Eds. Jung-Myung Lee and Donglin Zhang. *Acta Hort*, p462-469.

X

Xue Y.S., Shu H. et Wu X. (1999). Study of the nutritive composition of edible cactus. *Natural product research and development*, 15:8-15.

Z

Zidani S. (2009). Valorisation des pelures de tomates séchées en vue de leur incorporation dans la margarine. Mémoire Magister, p59.

Annexes

Annexe I

(a) Appareil de Rotavapor de type (Heidolph, Allemagne)

(b) Appareil de 743 Rancimat de type (Metrohm , Allemagne)

(c) Spectromètre à résonance nucléaire (RMN) basse résolution de type (minispec mq 20, Allemagne)



(a)



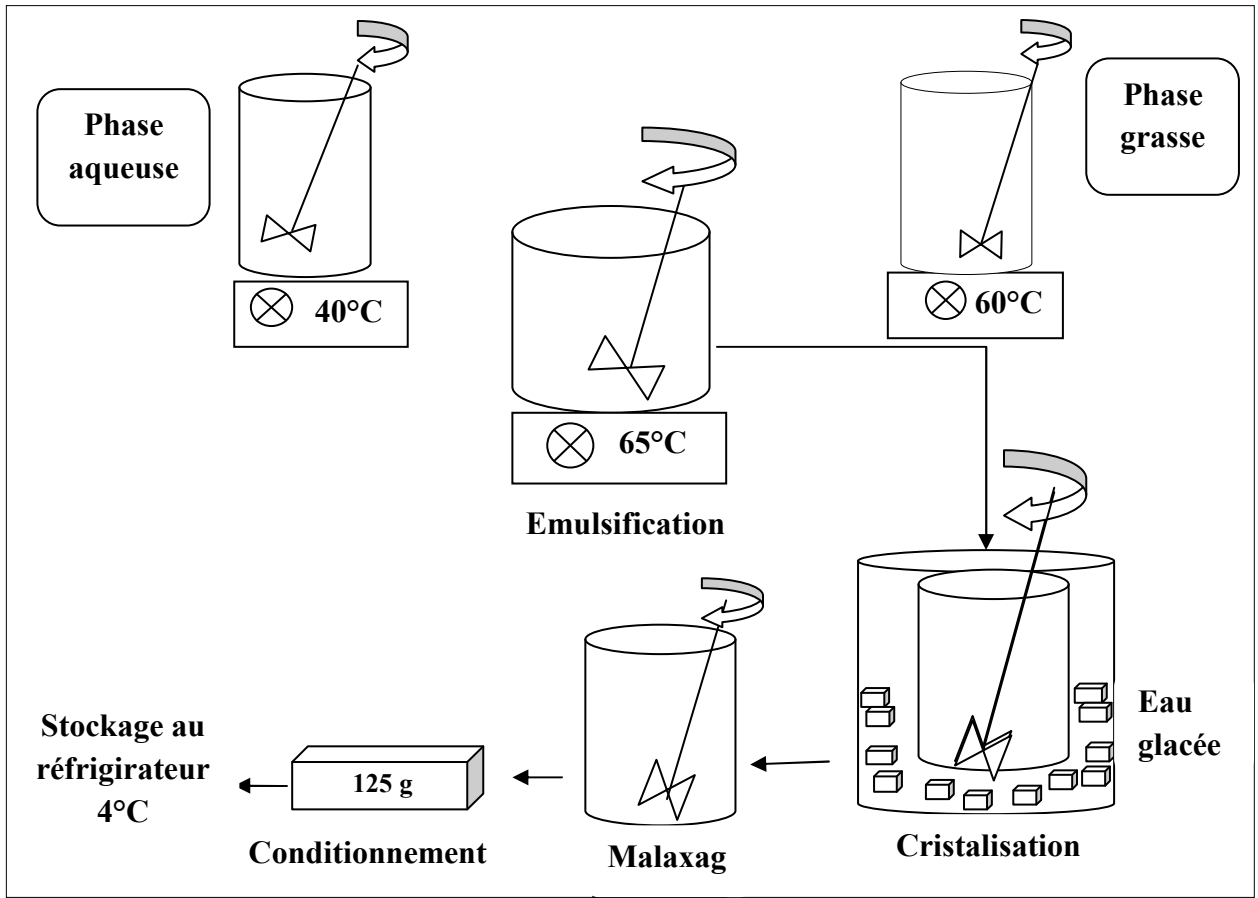
(b)



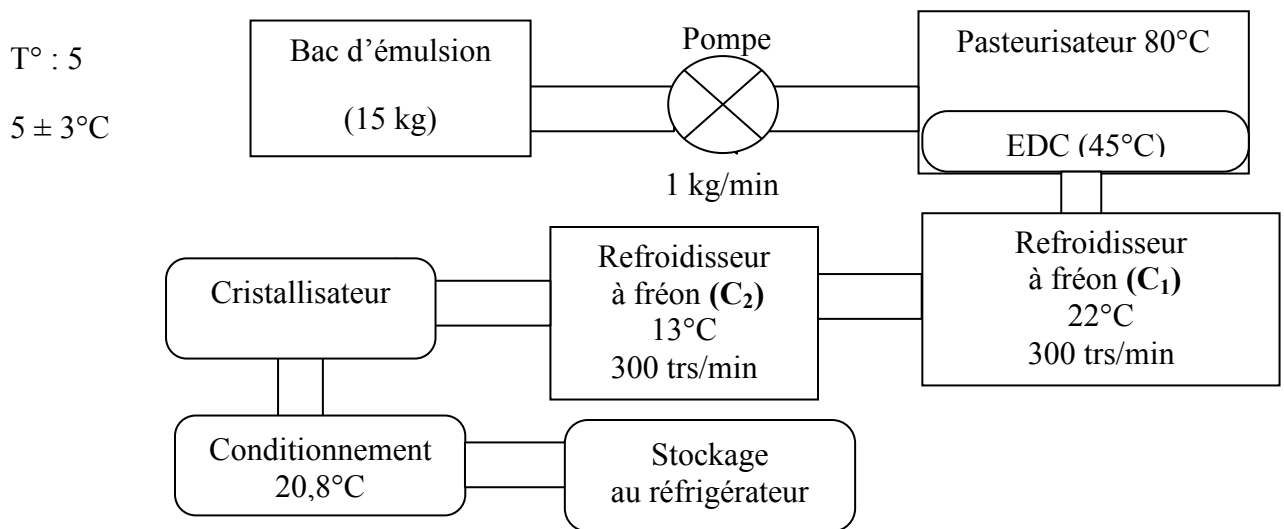
(c)

Annexe II

- (a) Diagramme de fabrication de la margarine à l'échelle laboratoire.
 (b) Procédé de fabrication de la margarine dans la chaîne pilote.



(a)



C_1 : premier cylindre de refroidissement ; C_2 : deuxième cylindre de refroidissement ;

EDC : échangeur de chaleur

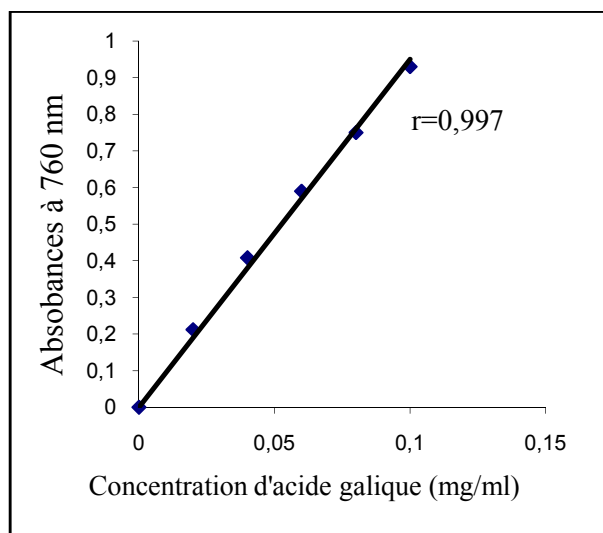
(b)

Annexe III

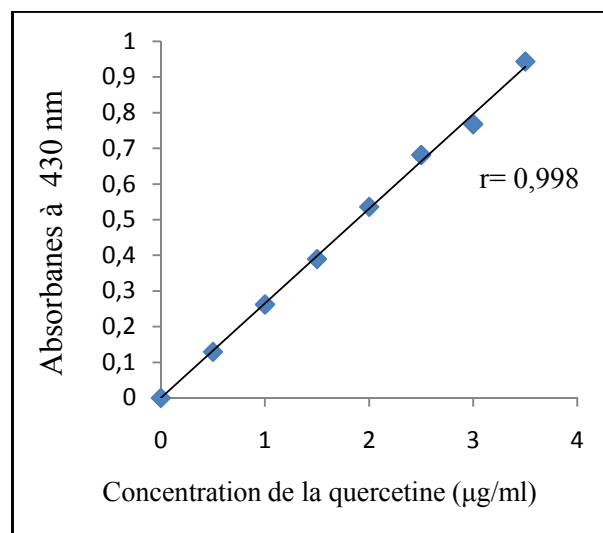
(a) Courbe d'étalonnage pour le dosage des composés phénoliques.

(b) Courbe d'étalonnage pour le dosage des flavonoïdes.

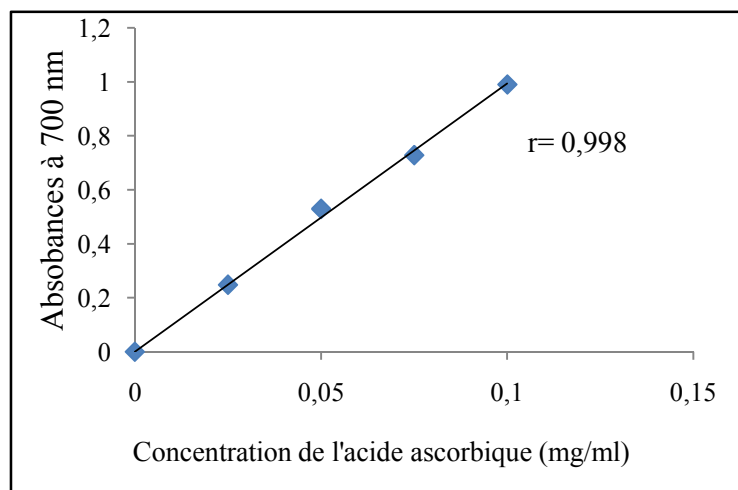
(c) Courbe d'étalonnage la détermination du pouvoir réducteur.



(a)



(b)



(c)

RESUME

Cette étude rentre dans le cadre de la valorisation industrielle des sous-produits de la figue de barbarie (*Opuntia ficus-indica*). L'étude a été réalisée sur la partie pelures de la variété orange récoltée dans la région de Chemini (Bejaia). L'objectif était de substituer la vit E utilisée comme antioxydant dans la conservation de certains aliments tels que la margarine. L'extrait éthanoloïque de pelures obtenu a servi pour l'ensemble des analyses. Les résultats des dosages d'antioxydants ont montré la richesse des pelures, particulièrement, en composés phénoliques totaux (1512 mg EAG/100g MS) et en flavonoïdes (10 mg EQ/100g MS). L'évaluation des activités antioxydantes et antiradicalaires par deux méthodes (pouvoir réducteur et inhibition du DPPH) a révélé des effets réducteurs qui sont plus intéressants vis-à-vis de l'oxydation du fer et qui sont proches de ceux de la quercétine et du BHA. Les tests réalisés à deux échelles laboratoire et pilote ont permis de montrer qu'avec l'extrait de pelures, même à plus faible concentration, les margarines élaborées résistent plus longtemps à l'oxydation que la margarine témoin, sans modification des propriétés physico-chimiques et microbiologiques. Les pelures de la figue de barbarie renferment des substances bioactives qui s'avèrent de grand intérêt et qui pourraient être exploitées dans différents secteurs agro-alimentaires.

Mots-clés : *Opuntia ficus-indica*, pelures, antioxydants, activités antioxydantes et antiradicalaires, vitamine E, margarine, oxydation lipidique.

SUMMARY

This study returns within the scope of the industrial development of by-products of the prickly pear (*Opuntia ficus-indica*). The study was carried out on the peel of the orange variety which is picked in the region of Chemini (Bejaia). The objective was to substitute the vit E, which is used as an antioxidant in preserving certain foods such as margarine. The obtained peel ethanolic extract have served for all analyses. The results of antioxidant measurement quantity showed richness of the peels, particularly, in total phenolics compounds (1512 mg AGE/100g MS) and flavonoids (10 mg QE/100g MS). The evaluation of the antioxidant and antiradical activities by two methods (reducing power and inhibition of DPPH) showed most interesting reducing effects, in comparison with the iron oxidation, and which are close to those of quercetin and BHA. The Tests, which are realized on the laboratory and pilot scales have allowed to show that with peel extract, the margarines elaborated were more resistant to oxidation than the control margarine even at lower concentration and without any modification of the physico-chemical and microbiological properties. Prickly pear peels contain bioactive substances that are of great interest that could be exploited in different food sectors.

Keywords: *Opuntia ficus-indica*, peels, antioxidants, antioxidant and antiradical activities, vitamin E, margarine, lipid oxidation.