

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Filière : Agro-ressources, aliments, nutrition et
santé
Option : Corps Gras



Réf :

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme
MASTER

Thème

***Incorporation de l'huile de sésame dans la
formulation d'une huile de table et d'une margarine***

Présenté par :

M^{elle} Bensadia Djazia & M^{elle} Ayouaz Sihem

Soutenu le : Jeudi 11 Juin 2015 à 13h00

Devant le jury composé de :

Mr Tamendjari A.	President.
M^{me} Hamitri F.	Encadreur.
M^{elle} Touati N.	Examinatrice.
Mr Hadjal S.	Co-encadreur.

Année universitaire: 2014/2015

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier en premier lieu le bon Dieu le seul miséricordieux, qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour l'accomplir.

Nous remercions très vivement notre promotrice M^{me} Hamitri F d'avoir accepté de nous guider et de nous aider pour réaliser ce modeste travail.

Nous voudrions exprimer nos sincères remerciements à :

Mr Tamendjari A, d'avoir accepté de présider notre jury

M^{elle} Touati N d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous souhaitons exprimer nos reconnaissances envers le personnel de la direction des recherches et développement au sein de « **Cevital Spa** », nous remercions en particulier

Mr Hadjal Samir pour nous avoir proposé ce sujet et de nous avoir encadré et surtout pour sa disponibilité et ses conseils.

Nous remercions également Mr Aliane Khellaf de nous avoir suivis et d'avoir participé au bon déroulement de notre travail ainsi que Brahim et Linda pour leurs conseils et leurs diverses orientations, encore on remercie Mr Ladjoudene qui nous a permis de faire l'extraction.

Djazia & Sihem

DÉDICACES

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail



Mes très chers parents pour leurs conseils, leurs sacrifices et surtout pour leurs soutiens tout au long de ma vie et auxquels je ne rendrai jamais assez et que le Bon Dieu me les gardes.

Mes grands parents papi Smail et mamy Koukou.

Mon frère Wahib, sa femme Karine et à ses deux fiertés Mathias et Julian.
Mon deuxième frère M'hand à qui je souhaite la réussite et une très belle vie en France.

Ma sœur Souhila, son mari Madjid et leurs anges Mayssa, Yani et Nazim.

Ma sœur Fadila, son mari Samy et leurs anges Aya et Adem.

Mes sœurs Hassina et Wahiba que j'adore tellement à qui je souhaite beaucoup de santé.

Ma tante Ghenima et son mari Djamel et leurs deux enfants Karim et Laura.

Les familles Bensadia, Yassa, Ikni, Aoudjehout, Hadjar.

Mes chères copines : Linda et sa famille, Samira, Amel et sa charmante famille, Zohra.

À celle avec qui j'ai partagé mon travail « **soussou** » et sa famille.

Djazia

DÉDICACES

Au non de Dieu, le clément et le miséricordieux

Avec l'aide de Dieu le tout puissant et enfin et achevé ce travail .Merci à vous, Dieu, autant de particules dans l'univers, d'eau dans la mer, de vie sur terre, lequel je dédie ce travail à toute les personnes qui me sont chers :

*A celle qui attendue avec patience les fruits de sa bonne éducation, qui m'a tout donné, qui a toujours été là pour moi, qui m'a donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance , à celle qui m'acceptera toujours comme je suis sans demander d'échange, à celle qui tient le paradis sous ses pieds, à mon ange, à ma mère.Merci **maman**, que Dieu te donne santé et langue vie.*

*Ama trèschèresœur,**Sabrina**, laquelle j'ai partagé tous mes secrets et mes meilleurs moments.**Bina** je te souhaite une réussite dans tes études chérie.*

*A mon petit, mon héros, à mon frère unique **Loucif**, je te souhaite aussi une réussite dans ta vie frère.*

*Ama petite et mon ange, à mon trésor, ma sœur **celia**. Un grand bisou à toi **cici**.*

*A la mémoire de mongrand père «**djedi**» que Dieu l'accueille en son vaste paradis.*

A mes très chères tantes et oncles maternel .Merci pour les précieux conseils qui ne cessent de m'accorder.

*Amon très cher oncle, notre commando et notre exemple, àcelui qui se sacrifie et qui donne toute sa vie pour son pays, à toi **khalidris**, bravo.*

Àles personnes que j'apprécie étant nombreuses, je ne pourrais les citer toutes, mais elles savent que je leur suis très reconnaissante pour tous les moments qu'on àpartagé ensemble, qu'elles trouvent ici l'expression de mon indéfectible amitié. A vous mes cousine.

*Amatrès chère et mon binôme **Djazia**.*

Atoutes les personnes qui ont contribué aux progrès de la science et de la recherche, et à toute la promotion 2014/2015.

Sihem. Merci Dieu

Sommaire

Remerciements

Dédicaces

Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction1

Partie bibliographique

CHAPITRE I : la graine et l'huile de sésame

I. Botanique, culture et production.....3

II. Huile de sésame.....3

II.1.Composition.....3

II.2.Caracteristiques physico-chimiques.....6

III. Utilisation6

CHAPITRE II : les huiles végétales alimentaires

I. Huile végétale alimentaire8

II. Utilisation des huiles en mélange.....8

II.1.La friture.....8

II.2. La margarine9

II.2.1. Composition.....9

II.2.2.Caractéristiques.....10

II.2.3.Les différentes sortes de la margarine.....10

II.2.4. Facteurs d'altération de la margarine.....	11
--	----

Partie pratique

CHAPITRE I : Matériels et méthodes

I. Matériels et méthodes	12
I.1. Matériel végétale.....	12
I.1.1. Extraction de l'huile de sésame.....	12
I.1.2. Analyses physico-chimiques effectuées.....	14
I.1.2.1. Analyses effectuées sur l'huile de sésame pure/ huile combinée.....	14
1. Détermination de la couleur.....	14
2. Indice de réfraction.....	14
3. Détermination de l'acidité.....	14
4. Détermination de l'indice de peroxyde.....	14
5. Détermination de l'indice de saponification.....	15
6. Détermination de l'indice d'iode.....	15
7. Test d'oxydation accélérée ou détermination de la stabilité à l'oxydation.....	15
I.1.2.2. Test de friture	16
1. Principe.....	16
2. Echantillonnage.....	17
3. Mesures des composés polaires.....	18
I.1.2.3. Analyses effectuées sur la margarine.....	18
1. Taux d'humidité.....	18
2. pH.....	18
3. Taux de sel.....	18

4. Point de fusion.....	18
5. SFC.....	19

CHAPITRE II : Résultats et discussion

I. Résultats et discussion.....	20
I.1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de sésame.....	20
I.1.1. Indice de Saponification.....	20
I.1.2. L'indice d'Iode.....	20
I.1.3. L'indice de Réfraction.....	20
I.1.4. La composition en acide gras.....	21
I.1.5. L'indice de peroxyde.....	21
I.2. Incorporation de l'huile de sésame non torréfiée dans la formulation d'une huile de table.....	22
I.2.1. Test de friture.....	22
I.2.2. Etude de la qualité de mélange d'huile au cours de fritures.....	23
➤ Acidité.....	24
➤ Indice de peroxyde.....	25
➤ Composés polaires.....	26
I.2.3. Test d'oxydation accélérée.....	26
I.3. Incorporation de l'huile de sésame torréfiée dans la formulation d'une margarine...26	
I.3.1. Indices physico-chimiques de la margarine.....	27
➤ Taux de solide par RMN (SFC).....	27
➤ Point de fusion.....	27
➤ Le pH.....	28
➤ Taux de sel.....	28
➤ Humidité.....	28

Conclusion.....29

Références bibliographiques

Annexes

LISTE DES TABLEAUX

Tableau	Titre	Page
01	Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame.	5
02	Principales constantes physique-chimiques de l'huile de sésame.	6
03	Rapport quantité frite sur l'huile dans la friteuse.	17
04	Echantillons prélevés.	17
05	Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de sésame torréfié et non torréfié.	20
06	Profil en AG de la matière grasse du l'huile de sésame torréfié et non torréfié.	21
07	Les observations faites au cours des tests de friture.	23
08	Indices de qualité d'une margarine enrichie en l'huile de sésame torréfiée.	27

LISTE DES FIGURES

Figure	Titre	Page
01	Schéma d'extraction a froid de l'huile de sésame.	13
02	Evolution de l'acidité en fonction de nombre de friture.	24
03	Evolution de l'indice de peroxyde en fonction de nombre de friture.	25
04	Evolution des composés polaires en fonction de nombre de friture.	26

LISTE DES ANNEXES

Annexe	Titre
01	Les modes opératoires de la caractéristique de l'huile de sésame.
02	Profil en acides gras du mélange d'huile (tournesol, soja et sésame).
03	Test au Rancimat de l'huile combinée.
04	Quelques photos de la pratique.

LISTE DES ABRÉVIATIONS

AFNOR : Association française de **n**ormalisation.

AG : Acide gras.

AGE : Acide Gras Essentiels.

AGI : Acide Gras Insaturé.

AGL : Acide gras libre.

AGPI : Acide gras polyinsaturé.

AGS : Acide Gras Saturé.

CG : Corps gras.

FFA : Fat free acid (Acides gras libres).

HSNT : Huile de Sésame Non Torréfiée.

HST : Huile de Sésame Torréfiée.

ISO : International standard organisation.

MG : Matière Grasse.

OMS : Organisation Mondiale de la Santé.

RMN: Résonance Magnétique Nucléaire.

SFC : Solid Fat Content.

TG: Triglycerides.

Introduction

Introduction

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire. Le consommateur que nous sommes, se montre de plus en plus exigeant en termes de qualité ; la sécurité alimentaire et les aspects nutritionnels sont au centre des préoccupations sociétales actuelles (**Carol Kohle et al., 2001**).

Les huiles végétales offrent un large choix tant au niveau du goût, de l'utilisation, du prix, que de la qualité. Quelle que soit l'huile, la teneur lipidique reste identique. La différence entre les diverses huiles réside dans la qualité des acides gras qui les composent. Selon leur nature, elles sont plus ou moins riches en certains acides gras polyinsaturés qui sont dit essentiels car notre organisme ne peut pas les synthétiser. Elles constituent également la meilleure source de vitamine E connue pour ses propriétés antioxydantes (**Carol Kohle et al., 2001**).

Ces huiles végétales ont des utilisations multiples telles que la friture, assaisonnement, la margarine, industries alimentaires...etc.

Les huiles de friture sont très utilisées par les consommateurs, les industries alimentaires pour diverses applications, et beaucoup d'huiles riches en AGPI (principalement l'acide linoléique ou oméga 6 et l'acide alpha linoléique ou oméga 3) sont en effet plus sensible à l'oxydation et doivent donc être renouvelées plus souvent (**Cossut et al., 2002**).

Si nous voulons augmenter la durée de vie des baignoires de friture, nous pouvons ajouter soit des huiles essentielles ou des extraits naturels, soit élaborer un mélange d'huiles végétales dont la teneur en acide linoléique (oméga 3) ne dépasse 2% (**Karleskind, 1992**).

C'est dans ces perspectives qu'on a pensé d'inscrire une étude par un travail réalisé au sein de la société « **Cevital spa** » qui porte d'une part, sur l'incorporation de l'huile de sésame non torréfiée afin de stabiliser la formulation de ces huiles dans la friture, et d'autre part ; d'incorporer l'huile de sésame torréfiée pour avoir une bonne amélioration de la qualité organoleptique dans une formulation de la margarine.

Le présent travail est subdivisé en deux parties:

- Dans la première partie, nous avons rapporté les principaux éléments bibliographiques concernant la graine de sésame et l'huile de sésame, les huiles végétales alimentaires ainsi que la margarine.
- La seconde partie portera sur le travail pratique, les méthodes d'analyses, les paramètres physico-chimiques et les indicateurs de qualité et de suivi pour l'élaboration d'une huile combinée et d'une margarine.

Chapitre I

I. Botanique, culture et production

Le Sésame (*Sésamum indicum*), est une plante herbacée de la famille des Pédaliacées, les graines sont enserrées dans le fruit, constitué d'une capsule. Le sésame est cultivé pour ses graines comestibles et pour l'huile qui peut en être extraite. Cette plante a un cycle de 75 à 135 jours suivant les variétés et un développement de 0,70 à 2,30m. La culture très ancienne du sésame s'étend dans les zones chaudes et moyennement humides du monde surtout de l'Afrique de l'ouest (**Terrones, 1990**).

La graine de sésame se cultive aisément, s'intègre bien dans la rotation des cultures du coton biologique et offre des rendements modérés de quelques 380 kg de semences par hectare.

La production mondiale en graines de sésame atteindrait 31000 tonnes durant la campagne 2005/ 2006 (**Khady Mbaye, 2007**). Ainsi, les principales régions productrices sont : l'Inde avec 680 millions de tonnes suivi de la Chine qui a produit jusqu'à 650 millions de tonnes (**Terrones, 1990**).

La teneur en huile des graines oscille entre 35% à 57%, mais se situe plus généralement entre 50% à 57%. Il existe des graines de couleur blanche, brune ou noir ; celles de couleur claire ont des teneurs en huile plus élevées, les graines noires ayant des coques plus épaisses (**Tashiro, 1990**).

II. Huile de sésame

L'huile de sésame est obtenue selon des procédés classiques de l'huilerie : prétraitement thermique des graines, pression et extraction au solvant ou par pression « à froid » (**Terrones, 1990**).

II. 1. Composition

➤ En acides gras

L'huile de sésame est riche en acides gras polyinsaturés, nutriments ferreux, magnésium, manganèse, cuivre et calcium et contient des vitamines B1 et E.

Cette huile fait partie du groupe « oléique-linoléique » de famille oméga 9, elle possède une quantité faible en acide linoléique de famille oméga 3. La présence de trace de C₁₇:0 a été signalée par **Bailey (1979)**, celle de l'acide érucique par **Kuksis (1978)**.

➤ **En insaponifiable**

La teneur en insaponifiable est assez élevée de 1% à 1,5%. Les teneurs en hydrocarbures et en alcools triterpéniques ont été calculées d'après **Itoh (1973)**.

L'insaponifiable contient une classe de produits spécifique au sésame : la sésamine (moyenne de 360mg/100g de CG) et la sésamoline (moyenne de 270mg/100g de CG) (**Tashiro, 1990**) qui conduit à la formation de sésamol et de sésaminol au cours du raffinage ou de l'hydrogénation ; le sésamol disparaît sensiblement au cours de la désodorisation, le sésaminol étant moins affecté par cette étape du raffinage. Sésamol et sésaminol sont deux antioxygènes puissants (**Terrones, 1990**). **Coors (1985)** a évalué la quantité à 10mg/100g de sésamol dans une huile de sésame extraite en laboratoire à partir de graines d'origine chinoise.

Le tableau N°01 rassemble la composition en insaponifiable de l'huile de sésame.

Tableau N°01 : Composition de l'insaponifiable de l'huile de sésame (Terrones, 1990).

Insaponifiable : 1,0% à 1,5%			
Teneur en stérol :		Teneur en tocophérols :	
(en mg/100g de CG) 593-636		(en mg/100g de CG) 20-50	
Composition des stérols		Composition des tocophérols	
(en % des stérols totaux)		(en % des tocophérols totaux)	
Cholestérol	<0,3	Alpha tocophérol	4
Brassicastérol	<0,1	Beta tocophérol	2
Campestérol	18-19	Gamma tocophérol	83
Stigmastérol	6-7	Delta tocophérol	11
Fucostérol	<0,5	Sésamoline	
		(mg/100g d'huile)	20-480
		Sésamine	
		(mg/100g d'huile)	70-610

II. 2. Caractéristiques physico-chimiques

Le tableau N°02 rassemble les principaux indices chimiques et constantes physiques de l'huile. Certaines valeurs correspondent aux spécifications de la norme Codex (densité, indice de réfraction, indices d'iode et de saponification) (Codex, 1983).

Tableau N°02 : Principales constantes physiques et chimiques de l'huile de sésame (Codex, 1983).

Caractéristiques	Valeurs
Densité « D ₂₀ »	0,915-0,923
Viscosité « V ₂₀ » (c.p)	64-67
Indice de réfraction à 20°C	1,474-1,477
Point de solidification (°C)	-3 à -6
Indice d'iode « I _i » (g d'iode/100g de CG)	104-120
Indice de saponification « I _s » (mg KOH/g CG)	187-195

III. Utilisation

Les graines de sésame sont souvent utilisées entières dans la cuisine pour leur goût prononcé de noisette, incorporées dans une grande gamme de pains salés et sucrés, de farines, de biscuits et de collations, ou simplement saupoudrées sur les petits pains pour hamburger.

Une partie de la production de sésame (environ 20%) est réservée à la consommation des graines qui sont consommées grillées ou pour la confection de plats traditionnels « purée de sésame ». Pour ces débouchés, les graines sont décortiquées par des méthodes chimiques ou physiques (trempage, flottation, séchage) (Caty, 1996).

La pâte obtenue après broyat des graines entre dans la préparation de nombreux mets locaux, elle sert à faire des gâteaux et du chocolat. Par ailleurs, la pâte issue du filtrage de l'huile est utilisée dans la préparation de savon et de crème de massage.

Pour l'huile de sésame, remarquablement stable grâce à la présence d'antioxygènes naturels spécifiques (sésamol et sésamoline) est utilisée pour la friture et l'assaisonnement et également sous forme hydrogénée dans les margarines et shortenings. Elle trouve aussi des débouchés ; telles que médecine traditionnelle et industrie pharmaceutique (prévention des maladies cardiovasculaires, protège le foie, réduction du cholestérol, antidépresseur et limitation de la dégradation des cellules) (**Caty, 1996 ; Terrones, 1990**).

Le tourteau de sésame est un concentré de grande valeur nutritive et énergétique pour l'alimentation du bétail et de la volaille. Il est particulièrement riche en acides aminés et il apporte dans la ration des animaux une amélioration du rapport Ca/P qui se rapproche de l'optimum. D'excellents résultats ont été obtenus dans l'alimentation des vaches laitières et l'engraissement du bétail et des poulets de chair avec le tourteau de sésame (**Terrones, 1990**).

Chapitre II

I. Huile végétale alimentaire

Les huiles alimentaires d'origine végétale sont obtenues par extraction des graines oléagineuses (sésame, soja, colza, tournesol, arachide, etc...) ou de fruits oléagineux comme l'huile de coprah, olive, palme, obtenue respectivement de la noix de coco, l'olivier, le palmier à huile (**Uzzan, 1984**).

Chaque l'huile possède une saveur, un parfum et une qualité nutritive spécifique. Les huiles alimentaires végétales sont donc des aliments importants qui apportent chacune des nutriments très utiles à la santé (**Cossut et al., 2002**).

Les huiles végétales sont principalement composées de triglycérides (90% à 99 %) eux-mêmes essentiellement constitués d'AG (90% à 95 %), de glycérol (3% à 5 %), et de constituants mineurs naturels (1% à 5 %) regroupant des composés de structure variées tels que les stérols, les tocophérols, les caroténoïdes ou les phospholipides (0,1% à 0,2 %) (**Evrard et al., 2007**).

Les huiles végétales sont toutes différentes, que ce soit en matière de goût ou de qualité nutritionnelle. Les mélanges sont donc un bon moyen de profiter de leurs bienfaits sur la santé.

II. Utilisation des huiles de mélange

II.1. La friture

La friture est l'une des procédés les plus populaires pour faire cuire un aliment-tant chez soi que l'industrie qui fournit une alimentation savoureuse dans une période relativement courte de temps, cependant l'utilisation des huiles de friture à plusieurs reprises et à de haute température peut produire des constituants qui compromettent non seulement la qualité des aliments mais peuvent aussi promouvoir la formation d'une variété d'éléments de décomposition avec des implications nutritionnelles défavorables pour la santé humaine (**Marquez-Ruiz, 1996**).

La dégradation des corps gras au cours d'une friture est en fonction de la composition de l'huile de départ, de la nature de l'aliment, ainsi que des conditions de friture : température, durée d'utilisation, surface de l'huile exposée à l'air par rapport au volume, emplois périodiques, capacité de friture (kg aliment frit/heure) et mode de transformation de chaleur (gaz ou électrique) (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

Le choix des matières grasses de friture résulte d'un compromis entre la sensibilité à la thermo oxydation (grande en présence de systèmes polyinsaturés) et le bénéfice nutritionnel.

Le choix du type ou de mélange d'huile utilisée dépendra en outre de la perception et de l'acceptabilité du produit frit par le consommateur (odeur, texture, sensation en bouche, arrière-gout, stabilité de l'huile lors du stockage avant utilisation ou dans le produit final) (**Graille, 2003**).

II.2. La margarine

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile (W/O) qui correspond à deux phases essentielles : une phase continue qui constitue la phase grasse, elle est plus importante (82% à 84%) par rapport à la phase dispersée qui constitue la phase aqueuse (16% à 18%), contenant de l'eau et/ou du lait. Le tout additionné de quelques constituants dits mineurs mais dont l'influence est considérable (**Faur, 1988 ; Linden et Lorient, 1994**).

Les margarines peuvent être fabriquées à partir d'une seule huile exemple (margarine de tournesol) ou à partir d'un mélange d'huile (tournesol, soja coprah, palme.etc) et quelque fois de matière grasse animales (saindoux, huiles de poisson) (**Vincent Boggio, 2012**).

II.2.1. Composition

La margarine est un mélange de deux phases non miscibles qui comprend :

➤ La phase grasse

Elle représente la partie la plus importante de l'émulsion, elle peut être constituée de CG alimentaires en proportions variables tels huiles végétales fluides ; graisse végétales concrètes et graisse animales. Ces CG sont utilisés tels quels ou modifiés (hydrogénation des huiles, interestérisation et fractionnement des graisses) (**Francois, 1974**).

➤ La phase aqueuse

Cette phase représente environ 16-18% de la composition globale de la margarine. Elle comprend soit l'eau, lait soit un mélange eau/ lait (**Karleskind, 1992**).

➤ Les additifs

Ces produits sont ajoutés soit pour faciliter la fabrication soit pour donner aux produits des caractères organoleptiques conformes au goût du consommateur (**Faur, 1992**). On a des additifs hydrosolubles (sel, amidon, acide citrique). Ainsi que des additifs liposolubles (émulsifiant, vitamines liposolubles (vit A et D) (**François, 1974**).

II.2.2. Caractéristiques

La margarine est caractérisée par sa plasticité, puisque elle contient une phase solide baignant dans une phase liquide.

Le point de fusion qui n'est en fait que le changement de l'état solide, doit être de l'ordre de 34 à 37°C puisque la margarine doit fondre dans la bouche, elle peut être dure et sa dureté doit résister au travail mécanique qui sera exercé sur elle, ainsi que l'aptitude à l'étalement **(Francois, 1974)**.

Les caractères chimiques sont variables selon : les différents types de margarines, les pays producteurs, leurs utilisation et les méthodes de fabrication...etc **(Francois, 1974)**.

Parmi l'ensemble des caractères sensoriels de la margarine : le goût, la texture, la saveur et l'arôme. La dégustation de la margarine est liée, d'une part à la flaveur propre des constituants lipophiles (matières grasses), hydrophile (lait, amidon, sel) et des aromatisants **(Francois, 1974)**.

Les margarines sont avant tout des CG alimentaires à ce titre rien ne doit les différencier sur le plan nutritionnel des autres CG alimentaires. Elles apportent des éléments biologiquement importants : énergie métabolisable, AGE (surtout linoléique), vitamines et provitamines liposolubles (A, D, E et des carotènes) **(Trimoliere J et al., 1984)**.

II.2.3. Les différentes sortes de la margarine

✓ Les margarines de table

Appelées aussi margarine à usage domestique. Elles sont destinées aux emplois ménagers culinaires. Pour cela, elles doivent être suffisamment fermes à 20° C, tartinables aisément et avoir des qualités organoleptiques proches de celles de beurre. Elles sont préparées à partir de triacylglycérols riches en AGI **(Alias, 2003)**.

✓ Les margarines diététiques ou spéciales

Ces margarines sont fabriquées pour certains emplois particuliers (sportif, régime amaigrissant, enfants et vieillards, certaines catégories de malades) **(Francois, 1974)**.

✓ Les margarines pour l'industrie alimentaire

Selon l'usage, les propriétés fonctionnelles recherchées sont, soit l'absence d'AGL et la stabilité à haute température dans le cas de graisse pour la friture, soit une plasticité convenable

dans le cas de produits destinés à la biscuiterie et à la pâtisserie (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

II.2.4. Facteurs d'altération de la margarine

L'altération de la margarine peut être d'ordre chimique, bactériologique ou physique.

Liaison ester et double liaison sont la cause des deux principales formes de l'altération des CG alimentaires qui sont : l'acidification et l'autoxydation.

- L'acidification résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides. Cette hydrolyse conduit à la formation d'AGL préjudiciable à la qualité du CG. L'inconvénient de ces AGL tient au fait qu'ils s'oxydent plus vite que les TG.
- L'autoxydation est accélérée par la lumière, la température et les métaux dits pro-oxydants (Cu, Fe, Mn principalement) (**Trémolieres, 1980**).

Des microorganismes présents dans la margarine sont généralement introduits par l'atmosphère ambiante, l'appareillage de traitement insuffisamment stérilisé, les contacts humains, les constituants de la phase aqueuse (eau, lait) surtout en présence d'amidon et ils sont favorisés par certaines conditions de température et d'un pH du milieu supérieur à 5.

L'action de ces microorganismes a pratiquement pour résultat la formation d'enzymes génératrices d'AG, de produit d'oxydation d'aldéhydes et des cétones. Ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de structure, de saveur et aussi par l'apparition de toxicité dans la margarine (**François, 1974**).

Materiels et Méthodes

I. Matériels et méthodes

Notre travail a porté sur l'extraction de l'huile à partir des graines de sésame et son incorporation dans la margarine et dans l'huile de friture au niveau de l'unité agroalimentaire « **Cevital Spa** ».

Nous nous sommes intéressées à la caractérisation de cette huile avant et après incorporation.

I.1. Matériel végétal

L'huile étudiée a été extraite à partir des graines de sésame (*Sesamum indicum*) du commerce provenant de l'Inde.

L'extraction de l'huile de sésame a été effectuée à froid au moyen d'une presse au niveau d'une unité d'extraction d'huile à partir de divers produits agricoles tels que (olivier sauvage, nigelle, sésame, olivier...) de la région de **Seddouk Oufella** daïra de **Seddouk, Bejaia**.

I.1.1. Extraction de l'huile de sésame

Le processus de transformation est relativement simple et comporte les opérations suivantes :

- Les graines nettoyées passent directement dans le broyeur puis dans la presse.
- Le broyage est réalisé par un broyeur à marteau fixe pour une durée d'environ une heure ;
- Pressage à l'aide des scourtains pendant 30min qui sépare la phase liquide de la phase solide. Il en ressort de l'huile brute extraite à froid dirigée vers des cuves de stockage, et du tourteau mis en sac de façon manuelle,
- Après décantation, les huiles sont recueillies dans des flacons en verre ombré, remplis, étiquetés et conservés à une température de 6 C°.

La figure N°01 récapitule les principales étapes d'extraction à froid de l'huile de sésame.

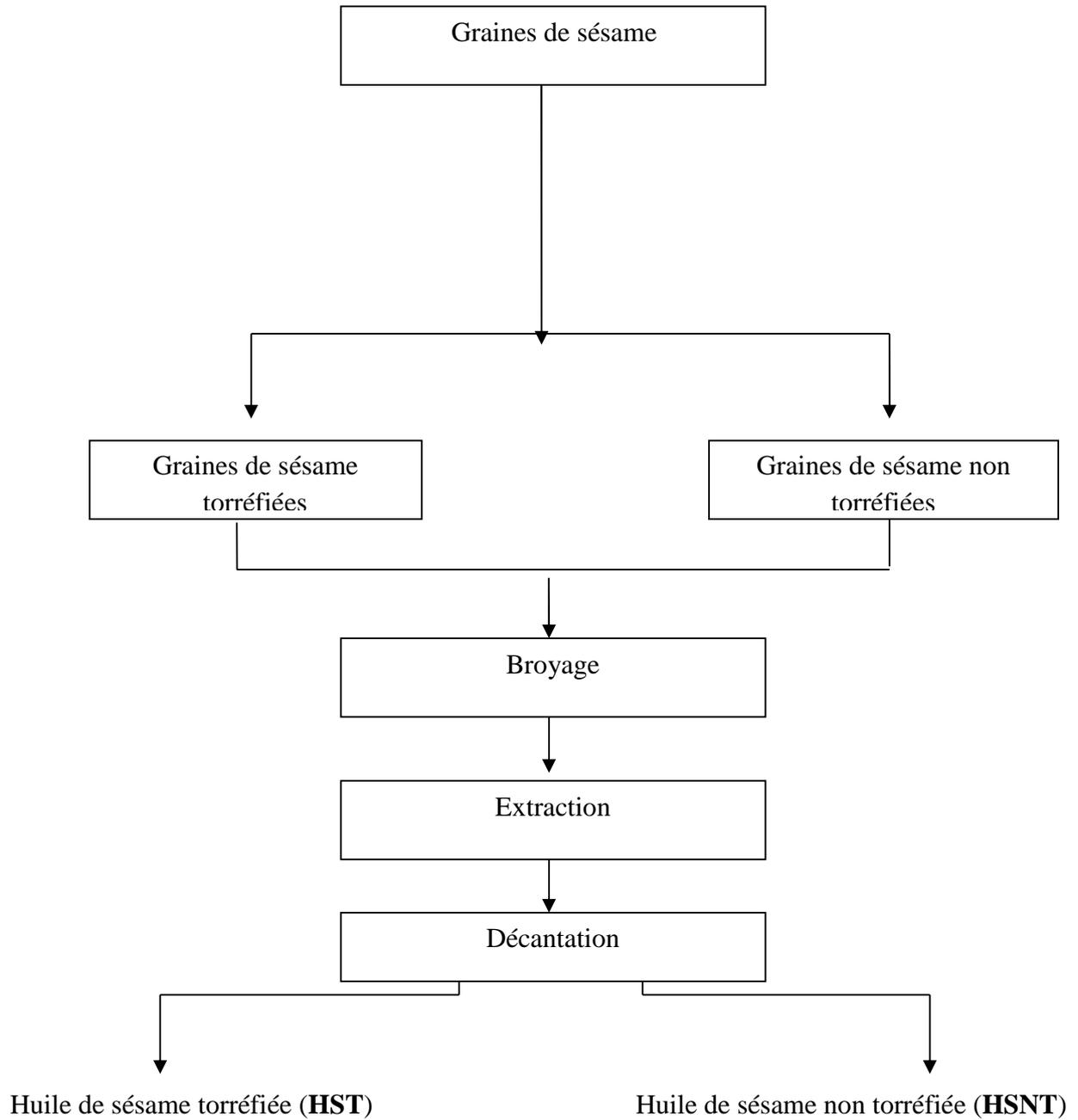


Figure N°01 : Schéma d'extraction à froid de l'huile de sésame.

I.1.2. Analyses physico-chimiques

I.1.2.1. Analyses effectuées sur l'huile de sésame / huile combinée

1. Détermination de la couleur (ISO 15305 1^{ère} édition, 1998)

La mesure de la couleur de l'huile se fait par l'utilisation d'un calorimètre « **Lovibond** » qui est composé de deux séries de verres de couleur jaune et rouge.

✓ Principe

Il consiste à comparer la couleur de la lumière transmise à travers l'huile dans une cuve à face parallèle, à la lumière provenant toujours de la même source transmise à travers des lames colorées standardisées. A l'aide d'une monoculaire les verres et l'échantillon sont éclairés par la réflexion sur un bloc de carbonate de magnésium d'une lampe de 6W.

2. Indice de réfraction (ISO 6320, 2000)

On entend par indice de réfraction « I_r » d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance (**Adrian et al., 1998**).

✓ Principe

Mesurer à 40°C à l'aide d'un réfractomètre approprié l'indice de réfraction de la matière grasse.

3. Détermination de l'acidité (ISO 660, 1996)

L'acidité « A » est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile) elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique.

4. Détermination de l'indice de peroxyde (ISO 3960 4^{ème} édition, 2007)

L'indice de peroxyde « I_p » est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de CG oxydant l'iode de potassium (**Adrian et al., 1998**).

✓ Principe

Consiste à un traitement d'une quantité d'huile en solution dans l'acide acétique et le chloroforme par une solution d'iode de potassium (KI), le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

5. Détermination de l'indice de saponification

L'indice de saponification « I_s » est la quantité d'hydroxyde de potassium (potasse caustique KOH) en mg nécessaire pour saponifier les acides gras libres qui nous renseignent sur la longueur de la chaîne et nous permet de déterminer la masse moléculaire moyenne de l'AG (Adrian *et al.*, 1998).

✓ Principe

C'est une réaction lente et incomplète, pour l'accélérer on l'apporte à une température élevée d'excès d'alcalin.

6. Détermination de l'indice d'iode

L'indice d'iode « I_i » est le nombre en gramme d'iode fixé par 100g de CG.

✓ Principe

Cette réaction d'addition est utilisée pour déterminer qualitativement l'insaturation des CG.

7. Test d'oxydation accélérée ou détermination de la stabilité à l'oxydation (ISO 6886, 1996).

Ce test est très utilisé pour évaluer la qualité des huiles et graisses alimentaires en évaluant de façon rapide et simple, la stabilité et la durabilité des produits.

L'appareil utilisé est le «**Rancimat**», la spécification du temps d'induction au test d'oxydation accélérée, exprimé en heure (h), correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif.

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température bien déterminée, sous un bullage intensif d'air. Les produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une cellule de mesure remplie d'eau distillée (Rahmani, 2007).

Une prise d'essai de 3g d'huile est placée dans un bloc de chauffage de «**Rancimat**», la température est maintenue à 98°C, le débit d'air est réglé à 10 L/h et les composés volatils libérés pendant le processus de dégradation sont rassemblés dans une cellule contenant 60 ml d'eau distillée dans laquelle est immergée une électrode de la mesure de la conductivité électrique.

La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement.

I.1.2.2. Test de friture

Notre travail porte sur l'élaboration d'une huile combinée à usage friture et / ou cuisson avec un mélange de trois huiles : soja, tournesol et sésame.

1. Principe

Pour élaborer cette formule d'huile à l'échelle laboratoire, les indicateurs de qualité utilisés comme outil de suivi et de sélection sont :

- Acides gras saturés < 10% ;
- Oméga 3 < 2%.

Pour cela, la meilleure formulation pour un bon usage friture et cuisson est une configuration à : 71% Tournesol, 27% Soja & 2% Sésame.

Le test a été réalisé à l'aide d'une friteuse électrique à :

- ✓ Couvercle amovible.
- ✓ Thermostat.
- ✓ Chronomètre.
- ✓ Capacité d'un Kg de produit à frire.
- ✓ Contenance de 2,5 l en huile.

Le produit utilisé est la pomme de terre en raison de sa composition simple, elle est la plus utilisée en friture en plus qu'elle est dépourvue de graisses. Les pommes de terre sont découpées en frites de tailles plus au moins égales, puis séchées par du papier absorbant.

Après chauffage du bain d'huile à 180°C, la friture est entamée en introduisant la première pesée de frites tout en fixant le temps de friture à 4mn, ensuite la deuxième pesée est introduite en chronométrant à nouveau et cela est répété jusqu'à la dixième pesée.

Le rapport quantité frites /quantité huile dans la friteuse est illustré dans le tableau N° 03.

Tableau N°03 : Rapport quantité frites sur huile dans la friteuse.

<i>Friture</i>	<i>Quantité huile (g)</i>	<i>Quantité pomme de terre (g)</i> <i>(pomme de terre /huile 100g/kg)</i>
<i>1^{ère}</i>	2380	238
<i>2^{ème}</i>	2380	238
<i>3^{ème}</i>	2380	238
<i>4^{ème}</i>	2380	238
<i>5^{ème}</i>	2380	238
<i>6^{ème}</i>	2260	226
<i>7^{ème}</i>	2260	226
<i>8^{ème}</i>	2260	226
<i>9^{ème}</i>	2260	226
<i>10^{ème}</i>	2260	226

2. Échantillonnage

Un échantillon témoin est prélevé de notre mélange avant friture, deux autres de la cinquième et dixième friture respectivement, filtrés, refroidis puis mis dans des préformes de bouteilles d'huile (120ml) .

L'ensemble des échantillons prélevés est résumé dans le tableau N°04.

Tableau N°04 : Échantillons prélevés.

Échantillon témoin (E₀)	La formule avant friture
Deuxième échantillon (E₅)	Prélèvement a la cinquième friture
Troisième échantillon (E₁₀)	Prélèvement a la dixième friture

3. Mesure des composés polaires (ISO 8420, 2008)

La mesure des composés polaires de l'huile se fait par un «**Testeur OPTIFRY**».

Cet appareil permet une mesure précise des composés polaires présents dans l'huile et une approche des polymères responsables de la dégradation des huiles de friture. Le principe consiste à :

- Contrôler les différents paramètres d'appareil ;
- Tremper la sonde d'appareil dans l'huile de telle façon que les trous d'aération soient complètement couverts ;
- Tenir le testeur dans l'huile à un angle d'environ 45°C afin que l'air puisse s'échapper ;
- Le résultat est affiché après environ 5 secondes (Mode d'emploi OPTIFRY).

I.1.2.3. Analyses effectuées sur la margarine

Une recette margarine à l'échelle réduite est élaborée avec une proportion de 2% d'huile de sésame torréfiée.

Les analyses effectuées sur la margarine enrichie sont :

1. Taux d'humidité (ISO 662 2^{ème} édition, 1998)

Consiste à déterminer le taux d'humidité dans une margarine.

2. Le pH (NE. 1. 2.430, 1989)

A l'aide d'un pH-mètre on détermine le pH de produit (margarine).

Pour déterminer le pH, il faut séparer les deux phases grasse et aqueuse et n s'intéresse à la phase aqueuse.

2. Taux de sel (NE. 1. 2.429, 1989)

Consiste à doser la concentration de sel dans la margarine, en principe c'est le dosage des chlorures (Cl⁻).

3. Point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)

C'est la température à laquelle un corps passe de l'état solide à l'état liquide. La température de fusion des lipides dépend à la fois de la longueur de la chaîne de carbones et du degré de saturation. Plus la chaîne est longue, et plus la température de fusion est élevée, plus l'acide gras est insaturé, plus la température est basse.

4.SFC (Solid Fat Content) (NF EN ISO 8292 T60-250, 1995)

Analyse SFC nous renseigne sur le comportement de la margarine ou la matière par rapport à une température de stockage, ambiante et éventuellement une température élevée, elle est réalisée par la **RMN** (**R**ésonance **M**agnétique **N**ucléaire) et le résultat est exprimé en pourcentage.

Résultats et discussion

I. Résultats et discussion

I.1. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile de sésame

L'ensemble des résultats de la caractérisation de l'huile de sésame torréfiée et non torréfiée sont regroupés dans le tableau N°05.

Tableau N°05 : Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de sésame torréfiée et non torréfiée.

Paramétrés	HSNT	HST	Normes
Indice de Saponification (mg KOH/g CG)	190	191	187-195 (Codex, 1983)
Indice d'Iode (g d'iode/100g de CG)	109	108	104-120 (Codex, 1983)
Indice de Réfraction à 40°C	1,4650	1,4648	1,474-1,477 (Codex, 1983)
Indice de Peroxyde (méq d'O ₂ / Kg de CG)	9,6	7,6	10 max (Codex, 2005)

HSNT : Huile de Sésame Non Torréfiée.

HST : Huile de Sésame Torréfiée.

I.1.1. Indice de Saponification

Les valeurs de l'indice de saponification des deux huiles de sésame : torréfiée et non torréfiée, sont conformes aux valeurs données par **Codex (1983)**.

I.1.2. L'indice d'Iode

Les valeurs obtenues sont similaires à celles trouvées par **Codex (1983)**, notre huile est de nature sésame.

I.1.3. L'indice de Réfraction

Les valeurs de l'indice de réfraction obtenu pour l'huile de sésame non torréfiée et torréfiée à 40°C correspondent à celle données par **Codex (1983)**, ces valeurs confirment que l'huile de sésame étudiée est une huile conforme.

I.1.4. La composition en acide gras

Les résultats de la détermination de profil en AG par la chromatographie de l'huile de sésame torréfiée et non torréfiée sont consignés dans le tableau N°06.

Tableau N° 06 : Profil en AG de l'huile de sésame torréfiée et non torréfiée.

Acide Gras	HSNT (%)	HST (%)	Selon Codex, 1983 (%)
Acide Palmitique (C16 :0)	9,54	9,3	8-11
Acide Stéarique (C18 :0)	6,27	6,1	4-6
Acide Oléique (C18 :1)	42,59	42,0	37-42
Acide Linoléique (C18 :2)	40,91	40,74	39-47
Acide Linoléique (C18 :3)	Traces	0,28	<0,6
Acide Arachidonique (C20 :0)	0,68	0,7	<1
Acide Eicosénoïque (C20 :1)	00	00	<0,4

Le tableau ci-dessus représente la composition des acides gras de type C16 :0, C18 :0, C18 :1, C18 :2. L'analyse chromatographique en phase gazeuse en mode FID (Déflecteur Ionisation à flamme), montre la présence des quatre acides gras (C16 :0, C18 :0, C18 :1, C18 :2) respectivement palmitate, stéarique, oléique et linoléique.

L'observation des proportions relatives aux acides gras identifiés et dosés, confirme qu'elles sont conformes aux valeurs données par **Codex (1983)**, par conclusion, notre huile extraite à froid est de nature sésame (oléique-linoléique).

I.1.5. L'indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde exprimé en méq d'O₂/Kg de CG renseigne sur son état d'altération par oxydation qui se traduit par la formation de peroxyde (**Afnor, 1988**).

Le processus d'oxydation de l'huile étudiée est suivi par la détermination de l'indice de peroxyde (I_p). La matière grasse s'altère essentiellement par l'oxydation, phénomène chimique mettant en œuvre des mécanismes réactionnels très différents aboutissant au rancissement oxydatifs ou hydrolytiques (**Rahmani, 2007**).

Les résultats obtenus (9,6 et 7,6 méq d'O₂/Kg de CG respectivement pour l'huile de sésame non torréfiée et torréfiée) confirment la bonne qualité de notre produit.

I.2. Incorporation de l'huile de sésame non torréfiée dans la formulation d'une huile de table

Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de notre huile élaborée à l'oxydation, un test d'oxydation accéléré a été appliqué sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil « **Rancimat** ».

Le résultat de ce test montre que l'huile combinée présente un temps d'induction de 11,73H.

I.2.1. Test de friture

Le tableau qui suit N°07 reprend les résultats obtenus des tests organoleptiques de notre mélange d'huile durant la friture.

Tableau N°07 : Les observations faites au cours des tests de friture.

Fritures	Couleur du bain	Odeur	Couleur de la frite	Huile de fume	Etat de la frite
1 ^{er} e	Clair, limpide	La note du sésame	Doré	Néant	Croquante
2 ^{ème}	Clair, limpide	La note du sésame	Doré	Néant	Croquante
3 ^{ème}	Clair, limpide	La note du sésame	Doré	Néant	Croquante
4 ^{ème}	Clair, limpide	La note du sésame	Doré	Néant	Croquante
5 ^{ème}	Coloration+	Neutre	Doré	Néant	Croquante
6 ^{ème}	Coloration +	Neutre	Doré	Néant	Croquante
7 ^{ème}	Coloration++	Neutre	Doré	Néant	Croquante
8 ^{ème}	Coloration++	Neutre	Doré	Néant	croquante
9 ^{ème}	Coloration++	Neutre	Doré	Néant	croquante
10 ^{ème}	Coloration+++	Neutre	Doré	Néant	croquante

Ces observations notées par un groupe des laborantins de complexe agro-alimentaire « **Cevital spa** » montrent que pendant le procédé de friture, notre mélange d'huile présente une stabilité remarquable avec l'absence de la fumée, d'odeur indésirable et la couleur d'huile reste clair limpide jusqu'à la quatrième friture. Une légère coloration commence à apparaître à partir de la cinquième friture ; à la dixième friture cette dernière marque une coloration foncée.

I.2.2. Etude de la qualité de mélange d'huile au cours de friture

L'étude de l'évolution de la qualité du mélange d'huile au cours de la friture a été réalisée par la détermination des indices de qualité mentionnés ci-dessus.

➤ Acidité

L'évolution de l'acidité de mélange d'huile est donnée dans la figure N°02.

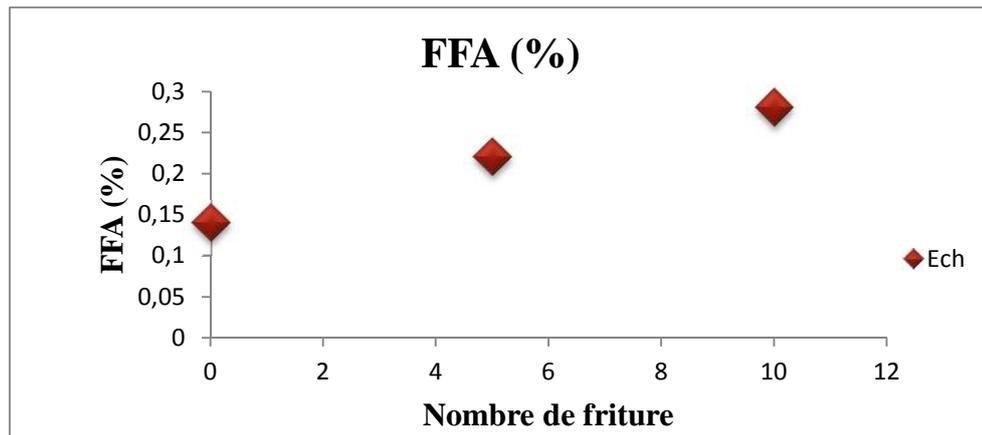


Figure N°02 : Evolution de l'acidité en fonction du nombre de friture.

D'après ces résultats, la variation de l'acidité est proportionnelle au nombre de fritures, nous avons enregistré des valeurs de 0,14% et 0,22% à la première et la cinquième friture respectivement tandis que la plus importante est de 0,28% (dixième friture).

L'augmentation de l'acidité de l'huile est à l'origine des AG libérés suite à une oxydation hydrolytique et l'augmentation de la teneur d'une huile en AGL conduit à la dégradation de ses propriétés (Gertz et Kochlor, 2001).

➤ Indice de peroxyde

L'évolution de l' I_p en fonction du nombre de fritures réalisés est représentée dans la figure N°03.

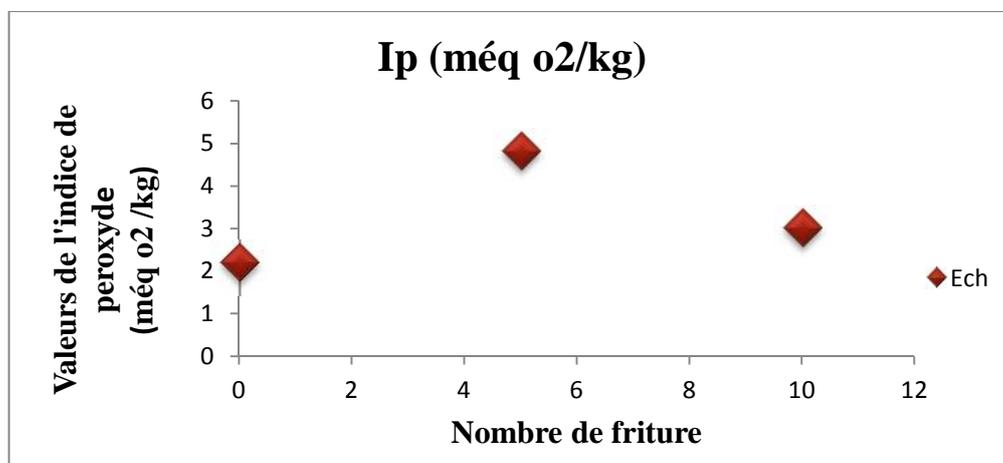


Figure N°04 : Évolution de l'indice de peroxyde en fonction du nombre de friture.

D'après la figure N°04, on remarque que l' I_p du mélange d'huile avant friture est de 2,2 méqO₂/Kg et il s'augmente progressivement avec le nombre de fritures pour atteindre une valeur maximale de 4,8 méq/Kg lors de la cinquième friture puis il diminue au cours de la dixième friture à la valeur de 3méq/Kg.

L'augmentation de l' I_p en premier lieu est expliquée par une oxydation primaire qui s'est déroulée au cours des fritures aboutissant à la formation de composés primaires de type peroxydes et radicaux libres, les peroxydes sont sans couleur ni odeur et ils n'ont pas de goût particulier (Abdulkarim *et al.*, 2007).

Au cours des fritures, les réactions d'oxydation vont s'accroître donnant naissance à des produits secondaires (oxydation secondaire) tels que les aldéhydes et les cétones qui sont responsables du goût de rance (Vitrac *et al.*, 2003), ce qui se traduit dans nos résultats par une diminution de l' I_p (3méq/Kg).

La formation des peroxydes selon Ohshima, 2003, affecte la valeur nutritionnelle des huiles car leurs AG essentiels sont détruits.

➤ Composés polaires

La teneur en composés polaires de mélange d'huile varie en fonction du nombre de fritures réalisées comme s'est montré dans la figure N°04.

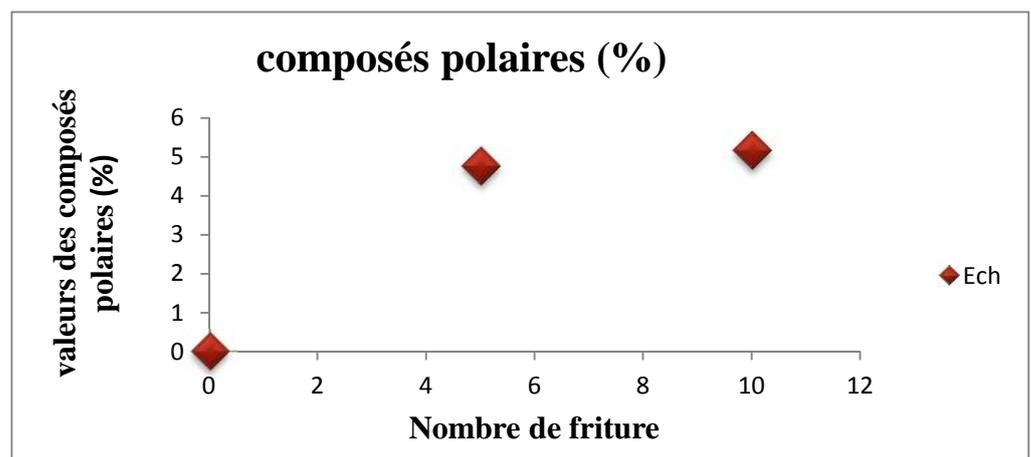


Figure N°04 : Évolution des composés polaires en fonction du nombre de friture.

D'après nos résultats, la teneur en composés polaires pour le mélange d'huile est de 0% où elle s'accroît à partir de la cinquième friture avec 4,76% pour atteindre une valeur de 5,16% à la dixième friture.

La mesure des composés polaires est l'un des plus importants indicateurs de l'état de dégradation de l'huile, de ce fait, le taux de composés polaires dans l'huile traduit son taux de dégradation et de dissociation des TG (Sanchez-Gimeno et al., 2008 ; Tsuzuki et al., 2008).

Selon Masson et al., 1999, dans la législation européenne, le pourcentage maximal autorisé en composés polaires varie de 25% à 27% et c'est au delà que l'huile est considérée impropre à la consommation voir toxique. De ce fait, on peut considérer notre huile de friture conforme à la norme internationale.

I.2.3. Test d'oxydation accélérée

Les résultats du test d'oxydation accélérée pour notre formule sont illustrés dans l'annexe N°03.

Le temps d'induction du mélange d'huile est de 11,73h.

I.3. Incorporation de l'huile de sésame torréfiée dans la formulation d'une margarine

Les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur la margarine préalablement enrichie avec l'huile de sésame torréfiée sont présentés dans le tableau N°08.

Tableau N°08 : Indices de qualité d'une margarine enrichie en huile de sésame torréfiée.

Analyses	Résultats			Normes
Humidité (%)	13,67			max 30 (A.O.C.S., 1989)
Taux de Sel (%)	0,47			0,10-0,40 (NE 1.2.429, 89)
Point de fusion (°C)	36			28-37 (NE 1.2.91, 88)
pH	3,9			4-5,5 (NE 1.2.430, 89)
SFC (%)	20°C	30°C	40°C	
	15,3	7,3	1,8	

I.3.1. Indices physico-chimiques de la margarine

➤ Taux de solide par RMN (SFC)

L'indice SFC se rapporte au pourcentage des matières grasses qui sont solides à des températures différentes. Cet indice indique plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général, fluidité d'huile et propriétés organoleptiques (Noor Lida et al., 2002).

Pour les margarines à tartiner, le SFC ne doit pas dépasser 40% à 5°C, pas plus de 6% à 35°C (**De Greyt et Huyghebert, 1993**) ou pas plus de 32% à 10°C (**Charteris et Keogh, 1991**).

Les résultats obtenus par le RMN nous confirment que notre margarine est de nature plastique et facile à tartiner. A 37°C, l'indice de SFC est inférieur à 6%, ce qui indique que notre margarine est fondante (**De Greyt et Huyghebert, 1993**).

➤ **Point de fusion**

Le résultat de point de fusion de notre margarine est dans la norme.

D'après **Froncois, (1974)**, le point de fusion dépend des facteurs suivants :

✓ Longueur de la chaîne carbonée : Le point de fusion croît avec le nombre d'atome de carbone.

✓ Nombre de doubles liaisons : Pour une même longueur de la chaîne, le point de fusion décroît avec le nombre de doubles liaisons.

✓ Forme géométrique : Le point de fusion des formes *Cis* est plus bas que celui des formes *Trans*.

Le point de fusion est toujours en corrélation avec la tartinabilité et la plasticité de la margarine à température ambiante et cela nous impose de garder la température de point de fusion adéquate à chaque type de margarine.

➤ **Le pH**

Pour notre margarine le pH est de l'ordre de 3,9 qui est dans l'intervalle déjà cité, pour cette valeur, on remarque la stabilité des deux émulsions.

Les faibles valeurs de pH, conduisent à une sensation acide, qui ne peut pas plaire aux consommateurs (**Karleskind et Wolff, 1992**).

➤ **Taux de sel**

La teneur en sel de notre margarine est de l'ordre de 0,47%, elle est jugée conforme aux normes recommandées.

D'après **Karleskind et Wolff, 1992**, la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture. Elle est de l'ordre de 0,1 à 0,3% pour les margarines tartinables.

Le sel joue un rôle très important dans la stabilisation de l'émulsion (**Frasch-Melnik et al., 2010**).

➤ **Humidité**

Le résultat de l'humidité de notre margarine est conforme à la norme, cela est justifié avec la formulation initiale de la margarine qui contient 82% de phase grasse et 18% de phase aqueuse, et qui est composée de l'eau et des composés hydrosolubles.

Conclusion

Conclusion

Cette étude effectuée en collaboration avec le département de recherche et développement de l'entreprise « **Cevital spa** », a pour objectif de :

- L'obtention de l'huile de sésame à partir de la graine de sésame par pression à froid ;
- Caractérisation de cette huile extraite ;
- Elaboration d'une formule d'huile à usage friture avec un mélange de trois huiles (Tournesol, Soja et Sésame) ;
- Elaboration d'une formulation d'une margarine à 2%.

Les résultats obtenus dans notre travail montrent que :

- Notre huile de sésame obtenue par pression à froid est de nature sésame (oléique-linoléique), elle présente une activité antioxydante intéressante par comparaison aux autres huiles de consommation ;
- Les essais organoleptiques et les analyses physico-chimiques montrent que la recette dégagée est une huile combinée riche en oméga 9 et en oméga 6, offrant un rapport AGMI /AGPI intéressant et avec une teneur en AGS proche de 10 pour un bon usage en friture et cuisson.
- L'essai de formulation de notre margarine a été expérimenté en vue de substituer l'arôme et le colorant utilisés dans l'industrie par les flaveurs et les pigments colorés présents dans l'huile de sésame et avec une bonne qualité organoleptique.

Les résultats de notre étude confirment l'intérêt de l'ajout d'huile de sésame dans une huile de friture et d'une margarine, pour cela, l'huile de sésame est considérée comme une autre source de la matière grasse qui contribue à la diversification des huiles combinées.

Ce travail est certainement appelé à être approfondi puisque de nombreux points restent à élucider dont par exemple :

- ✓ Effectuer des analyses sensorielles qui permettraient de mieux juger l'acceptation de ces mélanges par les consommateurs ;
- ✓ Effectuer un test de toxicité (aiguë et chronique) de cette huile ;
- ✓ Evaluer le pouvoir antioxydant et de définir les effets réels de la consommation de cette huile sur la santé humaine.

Références Bibliographiques

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

A

Abdulkarim S.M.; Long K.; Lai O.; Muhammad S.K.S. et Ghazali H.M. 2007. Frying quality and stability of high-oleic *Moringa oleifera* seed oil in comparison with other vegetable oils. *Food Chemistry*, 105,1382-1389.

Adrian J. ; Dauvillier P. ; Poiffait A. et Potus J. 1998. Introduction à l'analyse nutritionnelle des denrées alimentaires. Lavoisier.Ed .Tec et Doc.100-110.

Afnor, 1988. Recueil de normes françaises des corps gras, oléagineuses, produits dérivés.

Alias , 2003. Biochimie alimentaire. 5^{ème} Edition, Dunod, Paris. 325p.

C

Caty T. 1996. Sésame, découvre-toi !. France Diététique, 6, 15-17.

Chateris W. et Keogh K. 1991. Fats and oil in table spread. *Lipid Technology*. 3, 335-341.

Cheftel J. C. et Cheftel H. 1977. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Lavoisier.Ed. Tec et Doc.2, 300- 315.

Codex, 1983. Norme pour les huiles végétales comestibles, Huile comestible et sésame, CODEX STAN 26-1981. (XI) FAO/OMS, Rome.63p.

Coors U.; Montag A. 1985. Fette Seifen Anstrichmittel, 87, 177-180.

Cossut J. 2002. Les corps gras entre tradition et modernité. Agroalimentaire de Lille. 215 p.

D

De Greyt W.O. et Huyghebaert A. 1993. Food and nonfood applications of milk fat. *LipidTechnol* .5, 70-82.

E

Evrard J. Pages X. P. X, Argenson C. et Morin O. 2007. Procédés d'obtention et compositions nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cah. Nutr. Diet. 42, 13-23.

F

Faur L. 1988. L'industrie des corps gras. In « Les industries agricoles et alimentaires : progrès des sciences et techniques ».Lavoisier.Ed. Tec et Doc. 287p.

Faur L. 1992. Technologie des margarines. In : « manuel des corps gras ».Lavoisier.Ed.Tec et Doc.2, 938-985.

Francois , 1974. Les industries des cors gras.Lavoisier.Ed.283-291.

Frasch-Melnik S,Norton I.TetSpyropoulos, 2010. Fat crystal- stabilized w/o emulsions for controlled salt release. Food Engineering.1-14.

G

Gertz C. et Kochlor P. 2001. A new method to determine oxidative stability ofvegetable fats and oils at simulated frying temperature .Oléagineux des corps gras –lipide. 82 - 91.

Graille J, 2003.Lipides et corps gras alimentaires. Lavoisier.Ed. 315p.

I

Itoh T., Tamura T., Matsumoto T. 1973. J. Oil Chem. Soc. 10, 122-125.

K

Karleskind A, 1992. Manuel des corps gras. Tome2. Lavoisier. Ed Tec. et Doc. 1571-1578.

Khady Mbaye, 2007. « Amélioration de la productivité et valorisation du sésame au Sénégal », Rapport analytique des activités agronomie, ISRA. 27p.

Carol Kohler. Philippe Msika. Antoine Piccirilli. 2001. Huile végétale naturelle concentrée en insaponifiable comme ingrédient alimentaire. 128–220.

L

Linden G. et Lorient D. 1994. Biochimie agroindustrielle : valorisation alimentaire de la production agricole. Ed. Masson. 225–251.

M

Masson L. Robert P. Lgourieta M. Romero N. et Ortiz J. 1999. Fat deterioration in deep fat frying of “French fries” potatoes at restaurant. Food shop sector, 460-468.

N

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 .J. Amer. Oil Chem Soc.79, 89p.

O

Ohshima T. 2003. Quel avenir pour les antioxydants naturels? In : Lipides et corps gras alimentaires. Ed. 379-389.

R

Rahmani M. 2007. Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Oléagineux des Corps gras-Lipide, 2, 18-21.

S

Sanchez-Gimeno A.C., Negueruela A .I., Benito M and Vecet R.O, 2008. Some physical changes in Aragon extra virgin olive oil during frying process. Food chemistry. 110,654-658.

T

Tashiro T. Fukuda Y. Osawa T. Namiki M. 1990. J. Amer.Oil Chem. Soc.76, 508-511.

Terrones A. 1990. Sésame, safflower seeks new impetus in Mexico.Inform, 1, 701-704.

Trémolieres J. Serville Y. R. Jacquot et al., 1980. Manuel d'alimentation humaine. Les bases d'alimentations. Tome I. Ed. 17, 143-144.

Trimoliere J et al., 1984. Manuel d'alimentation humaine. Tome II. Lavoisier.Ed. Tec et Doc. 95 - 140.

Tsuzuki W. Nagata R. Yunoki R.Yunoki R.Nakajima M. et Nagata T. 2008. Cis/trans-isomirisation of triolein, trilmolein and trilinoliennin induced by heat treatment. Food chemistry, 108, 75-80.

U

Uzzan A. 1984. Propriétés et emploi des huiles et graisses. In «Manuel d'alimentation humaine. Ed. 131-140.

V

Vincent Boggio. 2012. La formation des préférences alimentaires. Congrès de physiologie, pharmacologie et thérapeutique. 44-46.

Vitrac O. Trystran G. et Raoult-Wack A.L. 2003. Procédé de friture et produits frits. In: lipides et corps gras alimentaires. Lavoisier. Ed. Tec et Doc. 231 -269.

W

Wolf J. P. 1992. Manuel des corps gras. Lavoisier. Ed. 248-249.

RÉFÉRENCES ÉLECTRONIQUES

WWW.FAO.org/DOCREP/003/TO700F/TO700F06.htm.

WWW.webecologie.com/Melange-de-5-huiles-vegetales-bio-riche-en-Om.

.

.

Annexes

La couleur

✓ Mode opératoire

On verse l'échantillon à analyser dans une cellule de (5 pouces et 1/4) puis on détermine la couleur on faisant la comparaison avec les lames de la cellule standard.

✓ Expression des résultats

Les valeurs de la couleur sont données comme suit : X_J , Y_R ;

J : la couleur jaune ;

R : la couleur rouge ;

X, Y : les valeurs déterminés par « Lovibond ».

L'humidité

✓ Mode opératoire

Peser environ 20g de l'échantillon dans une capsule préalablement séchée P_1 , ensuite mettre à l'étuve pour chauffer à $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant une durée de deux heures, refroidir dans un dessiccateur puis peser P_2

✓ Expression des résultats

$$H(\%) = [(P_1 - P_2)] \times 100$$

H : La teneur en eau (%) ;

P₁ : Le poids de la capsule et la prise d'essai avant chauffage (g) ;

P₂ : Le poids de la capsule et la prise d'essai après chauffage (g)

P : La prise d'essai en gramme (20g).

Indice de réfraction

✓ Mode opératoire

Filtrer sur papier filtre une quantité d'huile à analyser disposer quelques gouttes entre prisme d'un réfractomètre de façon à remplir complètement l'espace entre ces prismes, attendre quelques minutes pour permettre à la matière grasse d'atteindre la température des prismes. Effectuer la mesure.

✓ Expression des résultats

$$I_r = (T - T_1) * F + I_r'$$

I_r : Indice de réfraction;

I_r' : Indice de réfraction lu sur le réfractomètre ;

T : Température de référence : 40 °C pour l'huiles de Tournesol et Soja ;

T₁ : Température de mesure ;

F : Facteur de correction = 0,00035 pour T= 20°C.

L'acidité

✓ Mode opératoire

En premier lieu on effectue la neutralisation de la solution qui peut présenter un caractère acide.

En deuxième lieu on effectue la neutralisation uniquement des acides gras libres par une solution de NaOH à chaud en présence de phénolphtaléine ces derniers se caractérisent par le virage de la couleur.

Préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisée (éthanol+quelques gouttes de phénolphtaléine qui est un indicateur coloré, titrer le NaOH jusqu'à apparition d'une

coloration rose). Ajouter 10g de l'huile à analyser, qu'on fait dissoudre en portant sur une plaque chauffante, puis procéder à un deuxième titrage des AGL par NaOH à 0.1N jusqu'à apparition de la couleur rose persistante (10 secondes) et noter la chute de la burette.

✓ **Expression des résultats**

$$A \% = M \times N \times V/p \times 10$$

A : Acidité de l'huile (%) ;

M : masse molaire d'acide oléique = 282g/mol

N : Normalité de **NaOH** à 0.1N ;

P : Poids de la prise d'essai ;

V : Volume de **NaOH** utilisé pour le titrage.

Donc on aura :

$$A \% = 0,282 \times V$$

L'indice de peroxyde

✓ **Mode opératoire**

Peser 5g d'huile à 0.01g près dans un erlenmayer, ajouter 12ml de chloroforme et 18ml d'acide acétique puis incorporer à cette solution 1ml d'iodure de potassium (KI). Agiter la solution et mettre à l'abri de la lumière pendant une minute puis ajouter 75ml d'eau distillée et agiter vigoureusement en présence d'empois d'amidon. Titrer avec le thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) à 0,01N et parallèlement effectuer un essai à blanc (sans huile) jusqu'à décoloration totale de la solution.

✓ **Expression des résultats**

L'indice de peroxyde est donné par la relation suivante :

$$I_p \text{ (meqg / kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000/P$$

I_p : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme ;

V₀ : Volume de la solution de **Na₂S₂O₃** utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

V₁ : Volume de **Na₂S₂O₃** utilisé dans le titrage en ml ;

N : Normalité de la solution de **Na₂S₂O₃** 0,01N ;

P : Prise d'essai en gramme.

L'indice de saponification

✓ Mode opératoire

Peser dans un ballon de 100ml, 2g d'huile puis ajouter 25ml de **potasse alcoolique (KOH)** à 0,5N, laisser saponifier pendant une heure à froid, ajouter quelques gouttes de phénolphaléine et faire un essai à blanc, effectuer un titrage avec **HCL** à 0.5N pour l'échantillon ainsi que l'essai à blanc.

✓ Expression des résultats

$$I_s \text{ (mg/g)} = \frac{56,1 \times N \times (V_0 - V)}{M}$$

I_s : Indice de saponification exprimée en milligramme par gramme ;

V₀ : Volume d'**HCL** 0,5 N pour l'essai à blanc en ml ;

V₁ : Volume d'**HCl** 0,5 N pour l'échantillon pris en ml ;

M : Prise d'essai en gramme ;

N : Normalité exacte de la solution d'**HCl** utilisée (0,5 N).

L'indice d'iode

✓ Mode opératoire

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 à 500ml bouché à l'émeri préalablement lavé et séché, faire dissoudre dans 15ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25ml de réactif de Wijs, agiter légèrement et placer le flacon à l'obscurité pendant une heure. Au bout de ce temps ajouter 20ml d'iodure de potassium à 10% avec 150 ml d'eau, enfin agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium à 0,1N en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Faire en parallèle un essai à blanc dans les mêmes conditions.

✓ Expression des résultats

$$I_i = N (V_0 - V) \times 12,69/P$$

I_i : Indice d'iode ;

V₀: Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc en ml ;

V : Volume de **Na₂S₂O₃** utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml ;

N : Normalité de **Na₂S₂O₃** ;

12,69 : Masse d'iode correspondant à 1ml de **Na₂S₂O₃** pour 100g de CG.

✓ Mode opératoire

Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 ml, bouchant à l'émeri préalablement lavé et séché, et la dissoudre dans 15 ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25ml, exactement mesuré, du réactif de **Wijs**.

Boucher, agiter légèrement et placer le flacon à l'abri de la lumière pendant une à deux heures. Au bout de ce temps, ajouter 20ml de la solution d'iodure de potassium à 10%, et environ 150ml d'eau, agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium (0,1 N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur, à la fin de titrage, il faut agiter vivement.

L'indice d'iode déterminé selon la formule :

$$I_i = (V_0 - V_1) * 1,29 / P$$

I_i : indice d'iode en g/100g ;

V₀ : volume en ml de **Na₂S₂O₃ (0,1 N)** utilisé pour l'essai avec l'échantillon ;

V₁ : volume en ml de **Na₂S₂O₃ (0,1 N)** utilisé pour l'essai à blanc;

1,29 : nombre de gramme d'iode correspondant à 0,1ml de **Na₂S₂O₃ (0,1 N)** ;

P : prise d'essai exprimée en g d'iode correspondant à 0,1 ml de **Na₂S₂O₃ (0,1 N)** ;

Humidité

✓ Mode opératoire

- On fait peser le Becher vide c'est : **P₀** ;
- On fait peser le produit tous seul c'est : **P₁** ;
- On chauffe le produit (la margarine) au bain marie, pour avoir la séparation des deux phases (aqueuse et grasse) ;
- Evaporer l'eau, pour obtenir le produit sécher ;
- On pèse le Becher avec le produit sécher c'est le : **P₂** ;
- Puis on applique la formule suivante pour calculer le taux d'humidité.

$$\text{Taux d'humidité} = (P_0 + P_1 - P_2 / P_1) \times 100$$

L'acidité

✓ Mode opératoire

- Introduire 75ml d'alcool éthylique neutralisé en présence de phénolphtaléine (indicateur

coloré) jusqu'à coloration rose ;

- Peser 10gr de produit, puis chauffer le mélange (avec agitation) pendant quelques secondes afin d'améliorer la réaction ;
- Titrer par une solution de NaOH à 0,1 N jusqu'à une coloration rose persistante ;
- Noter le volume de la chute de burette.

$$A\% = \frac{N \cdot V \cdot M}{10 \cdot m}$$

A : Acidité de produit ;

N : Normalité de **NaOH** (0,1N) ;

V : Volume de la chute de Burette **NaOH** (ml) ;

M : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression ;

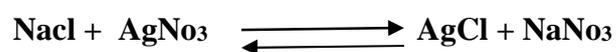
M=282g/mol pour l'acide oléique et **M=256g/mol** pour l'acide palmitique ;

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

Taux de sel

✓ Mode opératoire

Dans un Erlen on met 5gr de produit (la prise d'essai) en ajoutant 100ml d'eau distillé chaude. Fondre le produit dans l'eau par l'agitation, après refroidir le mélange à -50 °C généralement on aura la température de mélange 40°C. En ajoute quelques gouttes de **chromate de potassium (K)** au mélange. La couleur de mélange avant le titrage est jaune. Titrer par une solution du nitrate d'argent **AgNO₃** à (0,1 N) jusqu'à une coloration rouge brique ; on arrête le titrage, ce virage est dû à la formation d'un précipité **AgCl** selon la réaction suivante :



Puis noter le volume de la chute de burette.

$$\text{Sel \%} = \text{V.N.M} / 10.\text{m}$$

V : Volume de la chute de burette **AgNO₃** (ml) ;

N : Normalité d'**AgNO₃** (0,1N) ;

M : Masse moléculaire de sel **NaCl**, M=58,5 g/mole ;

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

Huile % AG	T.Sol	Soya	Sésame	Recette elio			
				% Tournesol	% Soya	% Sésame	Total
				71	27	2	100,00
C12:0	0,3	0		0,21	0,00	0,00	0,21
C14:0	0,2	0		0,14	0,00	0,00	0,14
C16:0	6,35	10,59	10,1	4,51	2,86	0,20	7,57
C18:0	3,19	4,13	5,56	2,26	1,12	0,11	3,49
C18:1	32,42	23,53	41	23,02	6,35	0,82	30,19
C18:2	56,69	53,22	42,35	40,25	14,37	0,85	55,47
C18:3	0	7,66	0,32	0,00	2,07	0,01	2,07
C20:0	0,1		0,6	0,07	0,00	0,01	0,08
Total	99,25	99,13	99,93	70,47	26,77	2,00	99,23
% Saturé	10,14	14,72	16,26	7,20	3,97	0,33	11,50
% Double liaison	89,11	84,41	83,67	63,27	22,79	1,67	87,73
% AGE ($\omega 3 + \omega 6$)	56,69	60,88	42,67	40,25	16,44	0,85	57,54
$\omega 6 / \omega 3$	56,69	6,95	132,34		6,95	132,34	26,74
AGMI/AGPI $\omega 9 / \omega 3 + \omega 6$	0,57	0,39	0,96	0,57	0,39	0,96	0,52
AGPI/AGS	5,59	4,14	2,62	5,59	4,14	2,62	5,00

ω9 ←
 ω6 ←
 ω3 ←

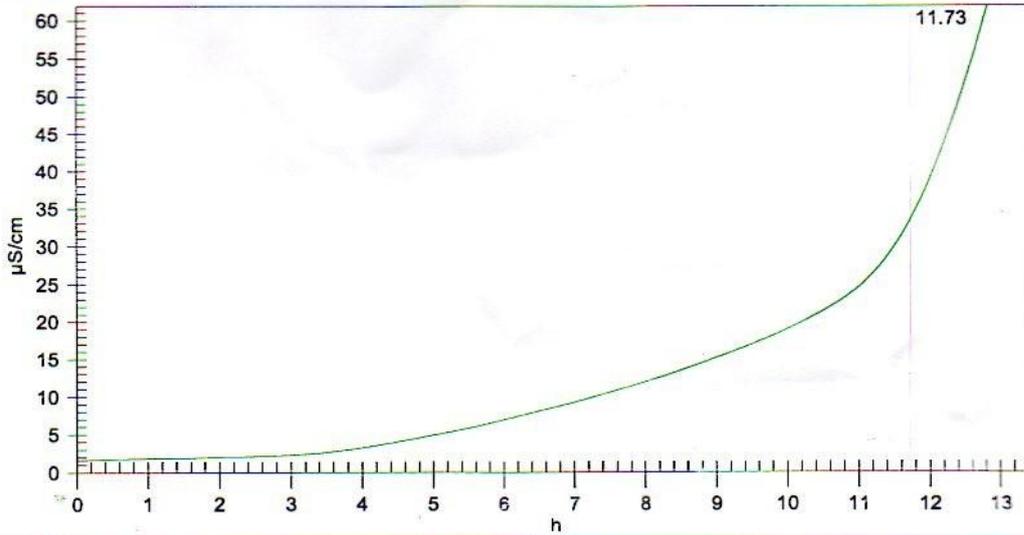
SA **ceVital** BEJAIA
 Huile, Sucre et Margarine
 Nouvelle Qualité Port de Bejaia
 10341 20 20 60 Fax (034) 2127 73
 Direction Recherche et Développement

Unit	1	Serial number	34132	Printing date	26.05.2015 09:08:20
Block	A	Cell constant	1	Determination date	25.05.2015 16:17:59
Channel	2	User	Administrator		

ID 1
Ech.1

ID 2
Huile combinée: (71%Tournesol+ 27%Soja+ 2%Sé

Induction time 11,73 h



Method name	Test Rancimat		
Creator	Administrator	Creation date	21.04.2015 09:07:45
Temperature	98 °C	Stop time	0,00 h
Delta T	1,60 °C	Stop at conductivity	0 µS/cm
Gas flow	10 L/h	Stop at endpoint	<input checked="" type="checkbox"/>
Start delay	0 min	Delta Kappa	0 µS/cm
Start mode	<input checked="" type="radio"/> per channel <input type="radio"/> per 2 channels <input type="radio"/> per block	Evaluation delay	0,00 h
		Evaluation suppression start	0,00 h
		Evaluation suppression end	0,00 h
		Evaluation sensitivity	1,00

Send to file



Broyeur à marteaux fixe.



Huile de Sésame Non Torréfiée.



Huile de Sésame Torréfiée.



Aspect général des frites.

Résumé

Notre travail au sein de l'unité de « **Cevital Spa** » a porté sur l'extraction de l'huile de sésame et son incorporation dans la margarine et dans une huile de friture.

Dans un premier temps, nous avons réalisé une extraction de l'huile de sésame à froid puis une caractérisation physico-chimique. Un suivi de la qualité est effectué après l'incorporation de l'huile de sésame non torréfiée dans une huile de friture ainsi l'incorporation de l'huile de sésame torréfiée dans une formulation d'une margarine pour une bonne amélioration de la qualité organoleptique.

Les résultats (profil en acide gras et le test de stabilité) de notre étude confirment l'intérêt de l'ajout d'huile de sésame dans une huile de friture et d'une margarine, pour cela, l'huile de sésame est considérée comme une autre source de la matière grasse qui contribue à la diversification des huiles combinées.

Abstract

Our work in the unit of "**Spa Cevital**" focused on the extraction of sesame oil and its incorporation in the margarine in frying oil.

Initially, we conducted a cold extraction of sesame oil and a physicochemical characterization. A quality monitoring is carried out after the incorporation of unroasted sesame oil in frying oil and the incorporation of roasted sesame oil in a formulation of margarine for a good improvement in the organoleptic quality.

The results (fatty acid profile and stability test) of our study confirm the usefulness of adding sesame oil in frying oil and margarine for this, sesame oil is considered as another source of fat that contributes to the diversification of the combined oils.