

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Abderrahmane Mira – 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 de Master en Biotechnologie, Agro-Ressources
Aliments et Nutrition, Option : Corps Gras**

Thème



**Caractérisation et incorporation dans une margarine
des extraits de noyaux de datte d'une variété sèche**

Présenté par : M^{elle} ANNOUN Nesrine

M^{elle} BILEK Hassina

Devant le jury composé de :

Président : D^r. MADANI k.

Examineur : M^r KATI D. E .

Examinatrice : M^{me} BOULEKBACHE L .

Encadreur: M^r ZEROUAL B.

Promoteur : M^{me} HAMITRI- GUERFI F.

2012-2013

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire de recherche & développement de *Cevital* et au laboratoire de sciences Alimentaires de l'université de Bejaia.

On tien a remercier en premier lieu Dieu le tout puissant de nous avoir donné courage et santé pour achever ce travail.

Un grand merci pour notre promoteur M^rHADJAL .S. le directeur de la direction de R&D du complexe agroalimentaire *Cevital* de nous avoir accordé la réalisation de notre travail au sein de son laboratoire et qui a mit à notre disposition tous les moyens nécessaire, ainsi que le Co-promoteur M^r ZAROUAL .B pour son entière disponibilité et coopération lors de ce travail.

Nous tenant à remercier notre promotrice M^{me} GUERFI .F. d'avoir accepté de diriger ce travail et pour ces conseils qu'elle trouve ici l'expression de nos profonde gratitude.

Nos remerciements vont également à tous ce qui ont contribué à la réalisation de ce travail de près ou de loin en particulier : M^r BILEK.A, M^r et M^{me} BRADAI, M^r SAAD ADINE, M^r BOUHKALFA .F, et toutes les techniciennes de laboratoire Microbiologie Alimentaire.

Qu'il nous soit permet de remercier : D^r MADANI. K, D^r KATI D.E ainsi D^r BOULEKBACHE L , d'avoir respectivement présidé le juré et d'examiné ce travail.



Dédicaces

*Quoi que de plus que de pouvoir partager les meilleurs
moments de sa vie avec les êtres qu'on aime.*

Arrivé au terme de mes études, j'ai le grand plaisir de Dédier ce modeste travail :

*A ma très chère mère "Tassadit", qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a jamais cessé de
prier pour moi.*

*A mon très cher père "Ahmed", pour ses encouragements, son soutien, surtout pour son amour et
son sacrifice afin que rien n'entrave le déroulement de mes études*

A mes chères sœurs en particulier Arbiha.

A mes chères frères surtout Ramdhan

A toute ma grande famille, Bilek.

A mes meilleurs amis(es) chacun à son nom.

*A celui qui ma encouragé et soutenu dans mes moment les plus difficiles et à qui
je dois tant Derrouiche Amine*

A mes copines de chambres :Adiba,Basma,noria,noria.

A tous les êtres cher s à mes y eux que je n'est pas évoqués.

A la fin je dédie très chaleureusement ce mémoire à ma camarade d'étude Announ Nesrine.



Hassina



Dédicaces

Je dédie se modeste travail

*À ceux qui m'ont tous donné sans rien en retour à ceux qui m'ont
encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs et ceux à qui je dois tant*

A mes chers parents pour leurs sacrifices

A la mémoire de mon oncle Messaoudi Ali et grands-pères que

Dieu les accueille dans son vaste paradis.

A mes très chers frères Amine et Mahdi.

A mes très chères sœurs Amina, et Dehia.

A mes chères grands-mères

A mes oncles et leurs épouses

A mes tantes et leurs familles

A mes cousins et cousines en particulier le petit Mouhand

A toute la famille ANNOUN et MESSAOUDI

A mes ami (es) Faroudja , Hassina, Nadjma, Kahina et Zoubir

pour leurs écoute et leur Sincère amitié

A Bachir qui m'a soutenu et épaulé tout le temps

je le remercie d'être là pour moi

A ma très chère collègue Hassina et à toutes sa famille

A tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer

A toute ma promotion cors gras 2012/2013

Nesrine

Liste des abréviations

AG : Acide Gras

BHA : Butylhydroxyanisol

BH : Butylhydroxytoluène

DPPH: Radical 2,2-diphényl-1-picryldrazyl

EGA : Equivalent Acide Gallique

HND : Huile de Noyaux de Datte

MF : Matière Fraiche

MG : Matière Grasse

MS : Matière Sèche

ND : Noyaux de Datte

PPM : Particule Par Million

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire

SFC : Solide Fat Content

TIR : Temps d'Induction de test Rancimat

trs /min : Tour par Minute

FAO : Food and Agriculture Organisation

Liste de Tableaux

Liste de tableaux

Tableau I : la composition chimique de noyau de datte	4
Tableau II : caractéristiques morphologiques des ND MechDegla.....	30
Tableau III : Caractéristiques physicochimique des extraits de ND MechDegla.....	31
Tableau IV : Teneurs en composées phénoliques des deux extraits.....	33
Tableau V : Pourcentage d'inhibition de radical DPPH par les extraits.....	35
Tableaux VI : Enrichissement de la margarine avec les deux extraits	36
Tableau VII : Caractéristiques physicochimiques de la margarine avec l'extrait de ND.....	37
Tableau VIII : Indice SFC de la margarine témoin et la margarine enrichie.....	37
Tableau IX : les résultats de rancimat des margarines enrichies avec les extraits de ND.....	41

Liste des Figures

Figure 1 : Principales étapes de fabrication de la margarine	17
Figure 2 : Protocole de récupération des deux phases.....	19
Figure 3 : Extraction des composés phénolique de l’HND.....	22
Figure 4 : Réaction des flavonoïdes avec le chlorure d’aluminium.....	23
Figure 5 : Etapes de l’élaboration de la margarine.....	26
Figure 6 : Teneur en composés phénoliques des extraits.....	34
Figure 7 : Réduction du radical libre DPPH.....	35
Figure 8 : Courbe de SFC des deux margarines en fonction de la température.....	37
Figure 9 : le taux d’humidité des deux margarines.....	39
Figure 10 : les valeurs des points de la fusion des deux margarines.....	39
Figure 11 : pH de la phase aqueuse pour les deux margarines témoin et enrichie.....	40
Figure 12 : les temps d’induction exprimés en (h) des échantillons de margarine.....	41

Liste des photos

oto N° 1 :Photo (A,B ,C) :A) datte entière, B) noyaux de datte, C) poudre de noyaux de datte.....	18
oto N°2 : Observation visuelle de la couleur de l’huile.....	32

Liste d'Annexes

Annexe I

Figure I : Principaux acides phénoliques et quelques uns de leurs dérivés simples

Figure II : Les principales classes des flavonoïdes

Figure III : Exemples de structures des tanins végétaux

Figure IV : Les monomères constitutifs des lignines

Tableau 1 : principales classes de composés phénoliques

Tableau 2 : représente quelques propriétés biologiques liées à certains composés phénoliques

Tableau 3 : La teneur en acides gras de différents HND est récapitulée dans le tableau

Annexe II

Figure I.1 : courbe d'étalonnage polyphénols totaux

Figure I.2 : courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

Figure I.3 : courbe d'étalonnage des caroténoïdes

Figure I.4 : courbe de la stabilité oxydative au teste Rancimat à 150ppm pour l'extrait aqueux.

Figure I.5 : courbe de la stabilité oxydative au teste Rancimat à 100ppm pour l'extrait aqueux.

Figure I.6 : courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat à 70/30 ppm pour le couplage des deux extraits aqueux/huileux.

Figure I.7 : courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat à 50/50 ppm pour le couplage des deux extraits aqueux/huileux

Annexe III

Photo I : l'appareil Rancimat

Photo II: centrifugeuse du laboratoire

Photo III: le vortex

Photo IV : balance analytique

Photo V: balance de précision

Photo VI : Appareil RMN

Photo VII : broyeur électrique

Sommaire

<u>Introduction générale</u>	1
------------------------------------	---

Partie théorique

Chapitre I : Noyaux de datte et sa valorisation

I. Introduction.....	3
II. Caractéristiques physico-chimiques des ND	3
II.1 Caractéristiques physiques (morphologie) du ND	3
II.2 Composition chimique du ND	4
III. Utilisation du noyau de datte.....	4

Chapitre II : Huile de noyaux de datte

I.Introduction.....	7
II. caractéristiques organoleptique de l'huile de noyaux de datte	7
III. composition chimique de l'HND	7
III.1. Composition en acide gras.....	7
III.2 Composition en antioxydants naturels.....	8
III.3 Les polyphénols.....	8
III.4 Les stérols	8
III.5 Les tocophérols.....	8

Chapitre III : Antioxydants phénoliques

I. Introduction.....	9
II. Activité anti-oxydante	9
II.1 Définition d'un antioxydant phénolique	9
II.2 Mécanismes générale d'action des antioxydants phénoliques.....	9
III. Principaux antioxydants	10
III.1 Antioxydants synthétiques.....	10
III.2 antioxydants naturels	10

Chapitre IV : Margarine

I. Introduction.....	13
II. Définition d'une margarine	13
III.Formulation générale.....	13

IV. Fabrication de la margarine.....	14
--------------------------------------	----

Partie pratique

Chapitre V : Matériels et méthodes

I. Matériels et méthodes	18
I.1. Description et choix de la variété	18
II. Méthodes d'analyses.....	18
II.1 Caractérisation physiques de ND	19
II.2 Méthodes d'extraction par soxhlet (extrait huileux et aqueux)	19
II.4.1 Extraction des polyphénols	21
II.4.2 Détermination de la teneur en polyphénols totaux	22
II.4.3 Détermination de la teneur en flavonoïdes	23
II.4.4 Détermination de la teneur en tanins condensés	23
II.4.6 Détermination de la teneur en caroténoïdes	24
II.5 Détermination du pouvoir antioxydant.....	25
II.6 Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée.....	26
II.6.1 Elaboration de la recette de la margarine	26
II.6.2 Caractérisation physicochimiques de la margarine à l'extrait et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée	27
II.6.2.1 Détermination du taux de solide par RMN	27
II.6.2.2 Détermination de la teneur en eau	28
II.6.2.3 Détermination du point de fusion	28
II.6.2.4 Détermination du pH de la phase aqueuse	28
II.6.2.5 Détermination de la résistance à l'oxydation accélérée par le test Rancimat	29

Chapitre VI : Résultats et discussion

I. Caractéristiques morphologiques des ND étudiés	30
II. Rendement d'extraction des deux phases	30
III. caractéristiques physicochimiques des extraits	31
III.1 <i>extrait huileux</i>	31
II.1.1 la teneur en eau (humidité).....	31
III.1.2 la couleur.....	31
III.2 <i>l'extrait aqueux</i>	32
III.2.1 teneur en l'acidité titrable	32

III.2.2 Teneur en solides solubles (°Brix).....	32
III.3 Teneur en composés phénoliques des extraits.....	32
III.3.1 Teneur en polyphénols totaux.....	33
III.3.2 Teneur en flavonoïdes.....	33
III.3.3 Teneur en tanins condensés.....	33
III.3.4 teneur en tanins hydrolysables.....	34
III.3.5 Teneur en caroténoïdes.....	34
IV. Détermination de l'activité antioxydante des extraits.....	34
V. Élaboration de la recette du la margarine sa caractérisation, et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée.....	35
V.1 Elaboration de la recette de la margarine.....	35
V.2 Caractéristiques physicochimique de la margarine avec les extraits de ND.....	36
V.3 Résistance à l'oxydation accélérée d'après le test Rancimat.....	40
Conclusion.....	43

Références bibliographiques

Annexes

Introduction

Le palmier dattier (*Phoenix dactylifera*) est une plante vitale pour les régions sahariennes où il constitue une base de survie à leurs populations. L'Algérie avec son riche et diversifié patrimoine en palmiers dattiers qui compte plus de 13 millions de palmiers et 940 cultivars (**Hannachiet al., 1998**), elle occupe le 7^e rang mondiale avec une production totale de dattes de 440 000 tonnes (**FAO, 2004**).

La variété Deglet Nour pour sa haute qualité nutritionnelle et son appréciation à travers le monde est la plus commercialisée à l'échelle nationale et internationale alors que les variétés communes sont de moindre importance économique avec une production nationale de 30% et destinées généralement à l'alimentation animale, les plus répandues sont : Ghars, Degla-Beïda et Mech-Degla.

Les sous produits de palmier dattier (feuilles, noyaux, tronc ,.....etc) ont divers utilisation dans les régions sahariennes, en particulier les noyaux de datte qui sont destinés en alimentation de bétail quant ils ne sont pas carrément jetés .

Plusieurs travaux de recherches sont consacrés à la valorisation de noyaux de datte sous différentes formes tel qu'en en médecine traditionnelle(**Elgasimet al .,1995**), et en charbon actif(**Girgis et al.,2002**)...etc ,ont révélés sa richesse en différents substances biochimiques et minérales de valeur :fibres dietitique(22,5à 94%) , cendre(0,9 à 1,8%) , protéines (2,3 à 6,4 %) , polyphénols (3102 à 4430 mg /100g) et matière grasse (7 à 13 %). (**Abdel Nabey ,1999**)

Voire que les résultats des études antérieures (**Lecheb.,2010 ;Djouab,2007**) réalisées sur des extrait de noyaux de datte Mech-Degla montrent des caractéristiques bénéfiques qui sont due à leur richesse en substances a propriétés antioxydantes et antiradicalaires, ceci nous a motivé pour effectué un essai d'incorporation de deux extraits huileux et aqueux dans une margarine (tartinable)élaborée au sein de complexe agro -alimentaire Cévitale de la wilaya de Bejaïa afin de constaté les effets sur sa stabilité oxydative.la margarine étant définie comme une émulsion du type eau dans l'huile (W/O)qui comprend deux phases essentielles : Une phase aqueuse dispersée(20%) dans une phase grasse continue (80%) elle contient aussi des additifs (lécithine ,monoglycerides ,sel, colorants, antioxygènes, conservateurs ,vitamines) répartie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse ,en fonction de la solubilité des additifs .(**Jean ,2003**), pour cela notre travail sera réparti comme suite :

-Des dosages biochimiques ont été effectués (le dosage des polyphénols totaux, des tanins et des flavonoïde).

- l'étude in vitro de l'activité biologique des extraits aqueux et huileux de la variété Mech-Degla: l'activité antioxydante .

-caractérisation physicochimique de la margarine bio enrichie par les extraits de noyaux de datte Mech-Degla et son aptitude à la résistance à l'oxydation accélérée.

I. Introduction

Les noyaux du palmier dattier sont des déchets de beaucoup d'industries de transformation des dattes. Ils constituent un sous-produit intéressant (**Djerbi, 1994**).

Par contre, seuls **Chaira et al. (2007)** et **Al-Farsi et al. (2008)** se sont intéressés à la caractérisation des propriétés antioxydantes des noyaux de dattes, ces derniers représentent une proportion de 6 à 15 % du poids total de la datte selon la variété et la qualité des dattes (**Barreveld, 1993 ; Jassim et Naji, 2007**).

II. Caractéristiques physico-chimiques des ND

La caractérisation physicochimique et structurale nous semble nécessaire pour une meilleure compréhension des aptitudes technologiques à la valorisation des noyaux de datte.

II.1 Caractéristiques physiques (morphologie) du ND

Le noyau est entouré d'un endocarpe parcheminé ; il est de forme allongée, plus ou moins volumineux, lisse ou pourvu de protubérances latérales en arêtes ou ailettes, avec un sillon ventral; l'embryon est dorsal, sa consistance est dure et cornée (**Dammak et al., 2007**).

Le noyau possède un albumen (endosperme) dur et corné dont l'embryon dorsal est toujours très petit par rapport à l'albumen de 2 à 3 mm (**Darleen et al., 1985**).

Une différence significative entre arbres a été relevée sur le diamètre, le poids, la longueur du noyau même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation. (**Acourene et Tama, 1997**) ces différences peuvent être induites par les types de pollen utilisés par les phoeniculteurs.

Une étude menée par **Khalifa** en **1980** a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau.

Les résultats de cette étude ont montré que le poids du noyau de dattes algériennes (Ziban) peut varier d'un cultivar à un autre selon différents paramètres : poids : 0,6 – 1,69 g, diamètre: 0,58 – 1 cm et longueur: 2,9 – 3,15 cm.

II.2. Composition chimique de ND

La composition chimique moyenne du noyau de datte selon différents auteurs et différentes variétés est rassemblée dans le tableau suivant :

Tableau I : la composition chimique de noyau de datte.

Composition chimiques	Teneur	Références
Teneur en eau en %	7à19	Boudechiche <i>et al.</i>, 2009
Matière protéique (Shahal) (% MS)	2,29	A-Farsi <i>et al.</i>, 2007 (Variété Shahal)
Matière grasse en %	13,2	Amellal, 2008 ; Djouab, 2007
Minéraux : (%MS)	25,4- 28,9	Devshony <i>et al.</i> (1992)
K	1,35- 1,87	(Variétés Israéliennes)
Ca	-	
Mg	6,74 – 9,36	
P	0,38- 1,48	
Na	0,22- 1,68	
Fe	-	
Zn	0,07 – 0,2	
Cu	0,06 – 0,09	
Mn		
Fibres en %	70	Almana <i>et al.</i>, 1994
Polyphénols (% MS)	0.0215-0.0526	Besbes (2004b) (variété algérienne)
Carbohydrates en %	60-86,89	Besbes ,2004b ; Al-Farsi <i>et al.</i>, 2007
Les cendres :(% MS)	0.98-2.9	Rahman <i>et al.</i>,2007 ;El-shazly <i>et al.</i>,2009
Sucres en %	4,4 à 4,6	Lecheb, 2010

III. Utilisation du noyau de datte

Dans le palmier dattier tout est utilisable de sa racine aux noyaux. Ces derniers montrent également une large gamme de propriétés intéressantes leurs confèrent une possibilité d'utilisation dans différents domaines.

III.1 Fabrication du pain

La richesse des noyaux de dattes en fibres diététiques totale est une caractéristique très recherchée pour la fabrication du pain. Avec un taux de 10%, la poudre de noyau de datte peut remplacer les autres sources de fibres non céréalières comme le son de blé par exemple. surtout dans les pays dont les conditions climatiques ne permettent pas de cultiver ce type de céréales et dont la production de datte est importante (**Almana *et al.*, 1994**).

III.2 Alimentation de bétail

Les sous produits de palmier dattier peuvent être utilisés comme aliment de bétail .En effet une étude à été faite par **Chehema et Longo,(2001)** sur la valeur alimentaire de ces sous produits chez le dromadaire et le mouton .cette étude à révélée une grande efficacité dans l'alimentation de ces animaux.

La poudre du noyau de datte est additionnée à l'alimentation de bétail Pour augmenter le taux de croissance chez les animaux, elle a une action qui contribue à une augmentation des oestrogènes et /ou testostérones dans le plasma (**Jassim et Naji, 2007**).

La farine des noyaux de datte peut être incorporer avec un taux de 10% dans l'alimentation de poissons et des poulets sans influencer négativement leurs performances (**Gualtieriet Rappacci,1994 ;Youccif et al.,1996 ;Rahman et al.,2007**)

Actuellement, les noyaux de différentes variétés de dattes sont principalement utilisés dans l'alimentation du bétail (bovin, mouton, chameaux, et les volailles) (**Al-Farsi, 2008 ; Rahman et al., 2007**).

III.3 Extraction de polysaccharides

Les noyaux de dattes ont une fraction polysaccharidique très importante et ce qui peut être exploitée. Un travail visant à valoriser la fraction polysaccharidique du noyau de datte variété *Degla Baïda* algérienne a donné des résultats encourageants (**Bouanani et al., 2007**).

Les polysaccharides végétaux sont des macromolécules qui forment au contact de l'eau des solutions colloïdales ou des gels, ces propriétés permettent d'obtenir des gélifiants, épaississants à usage industriel intéressant.

III.4 Fabrication du charbon actif

Selon **Addounet ces collaborateurs en 2000**,la propriété principale des charbons actifs semble liée à la présence de micropores responsables de leur pouvoir adsorbant tandis que les macropores et les mésopores s'apparentent à des conducteurs de fluides vers la surface interne.

Les précurseurs du charbon peuvent être d'origine botanique (les noyaux de fruits), minérale (charbon) ou issus de matériaux polymères (caoutchouc) (**Banat et al., 2003**).

Environ 50% de charbon actif utilisé dans la pratique industrielle sont d'origine botanique (**Garcia ,2002**).

Les travaux d'**Addoun et al. (2000)** montrent que la carbonisation du noyau de dattes peuvent conduire à l'obtention de charbon actif, et peuvent avoir des applications diverses comme la purification des gaz, élimination des phénols et dans la pharmacologie.

III.5 Utilisation pharmacologique et cosmétologique

- **Action pharmacologiques**

Les extraits des noyaux de dattes ont l'aptitude de reconstituer les fonctions normales des foies empoisonnés, Ils les protègent également contre l'hypatotoxicité. (**Jassim et Naji, 2007 ; Al-Qarawi et al.(2005)**)

- **L'activité antivirale**

L'utilisation du noyau ou des grains de différents fruits et légumes est connue depuis l'antiquité comme un complément alternatif dans la médecine.

les noyaux et les pépins possèdent des actions bénéfiques contre le stress et les symptômes secondaires.

Les études réalisées par **Jassim et Naji (2007)** montrent qu'une faible concentration d'un extrait acétonique (100–1000 µg/ml) du noyau de datte (variété *Abu Dhabi*) est capable d'inhiber les états infectieux.

- **Action cosmétologique**

L'extrait du noyau de datte abaisserait clairement et rapidement les rides du visage (**Bouza et al., 2002 ; Chaira et al.,2007**).

III.6 Utilisation dans l'environnement

Actuellement la poudre des noyaux des dattes est utilisée en environnement comme agent de détoxification et de dépollution des eaux polluées par des substances toxiques (**Alhamed.2009**).

Les résultats d'**El Nemer et ses collaborateurs en 2007** montrent que Le charbon actif produit par les noyaux de dattes a une capacité d'adsorption élevée qui permet d'éliminer le chrome toxique de différentes solutions.

III.7 Autres utilisations

Les noyaux de datte sont un sous produit intéressant. En effet, de ces derniers, il est possible de fabriquer de l'acide citrique et des protéines à l'aide des microorganismes suivants : *Candida lipolytica*, *Aspergillus oryzae* et *Candida utilis* (**Jassim et Naji, 2007**).

Le noyau de datte torréfié peut être additionné à une boisson traditionnelle décaféinée qui peut substituer le café quand la caféine est une contrariété ; une telle boisson est aussi utilisée depuis longtemps dans le monde arabe(**Rahman et al.,2007**).un mélange de poudre du noyau

de dattes grillées de manière semblable avec la poudre du café comme une boisson chaude, cette dernière permet de réduire le taux de caféine (**Al-Turki, 2008 ; Rahman *et al.*, 2007**).

I. Introduction

L'huile de noyaux de datte possède des caractéristiques physico chimiques et organoleptiques intéressantes vue sa richesse en composés essentiels : tocophérols, stérols et polyphénols. Cette composition offre des possibilités d'utilisation dans divers domaines (agroalimentaire, pharmaceutique, cosmétique).

II. Caractéristiques organoleptiques de l'huile de noyaux de datte

L'huile extraite de noyaux de datte est de couleur jaunâtre verte avec une odeur pâle et agréable (**Barreveld,1993**).selon **Besbes et al .(2004a)** cette couleur est due a la présence des caroténoïdes .

Elle possède un touché très sec, très doux et très pénétrant en plus de son aspect liquide huileux fluides a température ambiante (**Anonyme., 2012**).

Besbes et al.(2004a) a évalué la viscosité des huiles des noyaux de deux variétés de dattes Deglet Nour et Allig qui sont respectivement de :20-40 mPa.s. cette dernière est légèrement plus faible que celle de l'huile d'olive (60 mPa.s) (**Fomuso et akoh ,2002**) par ailleurs, **Oomah et al. (2000)** ont montrés que la viscosité de l'huile de framboise est semblable à celle des noyaux de dattes.

III. composition chimique de l'HND

III.1. Composition en acide gras

Selon les études effectuées par plusieurs auteurs (**Barreveld,1993 ;Abdel Nabey,1999,Besbes et al.,2005**) le pourcentage en matière grasse de l'huile de noyaux de datte peut varier de 7 % à 13% ce qui peut justifier sa valorisation . l'huile de deux variétés de datte tunisiennes (Deglet-Nour et Allig)est mono-insaturés .Par ailleurs, les acides gras de l'huile de noyaux de datte se présentent sous deux formes :saturés et insaturé selon le types de noyaux **Besbes et al. ,2004a,2005**.

Al-Showiming (1990), Al-Hooti et al.(1998) , Al-shahib et Marshall(2003),Besbes et al.(2004a) rapportent un taux élevé en acides oléiques (41,1-58,8 g/100g) dans vingt (20) variétés de datte analysées .La composition de l'HND est donnée en (Annexe I).

III.2 Composition en antioxydants naturels

Des auteurs suggèrent d'exploiter l'HND comme source assez riche en antioxydants naturels : poly-phénols, stérols, tocophérols et caroténoïdes (**Besbes *et al.*, 2007**).

Selon ces derniers, ces substances ont une activité anti-oxydante supérieures à celle des antioxydants synthétiques (BHA, BHT) d'autre parts, elles présentent un avantage émanant naturel ; de ce fait, leur utilisation rationnelle n'implique pas de risques sur la santé humaine contrairement aux antioxydants synthétique .

III.3 Les polyphénols

L'huile de noyaux de datte est riche en composés phénoliques (**Besbes *et al.*, 2004b**) la composition en phénols de l'huile de noyaux de datte dépend des conditions de stockage (**Marinova et Yanishlieva, 2003**).

III.4 Les stérols

Selon **Salvador *et al.* (2001)**, les stérols contenus dans l'huile du noyau de dattes (3000 à 3500 mg/kg) sont plus élevés que ceux de l'huile d'olive (1500 mg/kg). Par ailleurs, **Besbes *et al.* (2004b)** révèlent que dans l'huile du noyau de dattes le β - sitostérol est associée au Campesterol.

III.5 Les tocophérols

L'huile du noyau de dattes est une source importante en tocophérols, composés antioxydants dont la teneur est de 30 g/100 g d'huile sachant tout de même que l' α -tocophérol est la molécule prédominante ; les autres stéréo-isomères (β , et d) sont présents à l'état de traces (**Besbes *et al.*, 2004b**).

Les tocophérols présentent une activité antioxydante importante en prévenant l'action de l'oxygène singulet, initiateur de la peroxydation des lipides (**Chan, 1998; Lu Curto *et al.*, 2001 ; Hastya *et al.*, 2007**). Par son caractère hydrophobe, l' α -tocophérol peut s'insérer au niveau des membranes biologiques et neutraliser les radicaux peroxydes (LOO°) ; en outre, ce tocophérol présente un effet synergique avec le β -carotène en le protégeant contre l'oxydation (**Perrin, 1992**).

I. Introduction

L'oxydation est une des plus importantes manifestations à l'origine de vieillissement des produits alimentaires et cosmétiques, les dégradations oxydatives affectent les qualités nutritionnelles des aliments et peuvent avoir des répercussions sur la santé de consommateur.

Les principaux agents oxydants sont les espèces réactives de l'oxygène, des enzymes, des ions métalliques et les peroxydes lipidiques qui concourent tous à la formation en chaîne de radicaux libres.

L'alimentation apporte une grande variété d'antioxydants : vitamines E et C, polyphénols, pigments caroténoïdes. Ainsi, l'apport dans les formulations alimentaires n'a plus pour seul l'objet de préserver les qualités sensorielles du produit, mais également, espère-t-on, de renforcer sa valeur nutritionnelle (**Berset, 2006**).

II. Activité anti-oxydante

Les plantes, comme tous les êtres vivants, ont à se défendre contre les agressions de l'oxygène. Pour ce faire, elles ont développé tout un ensemble de substances dont certaines ont pérennisé (**Hamia, 2007**).

II.1 Définition d'un antioxydant phénolique

Il est toujours difficile d'utiliser une nomenclature simple et homogène pour désigner les différents composés phénoliques (**Jean et al. , 2006**).

Selon (**Berset ,2006**) le terme « phénolique » s'adresse à des composés comportant un ou plusieurs groupements hydroxyles greffés sur un noyau benzénique, c'est cette particularité structural qui confère aux composés phénoliques leur caractère antioxydant.

II.2 Mécanismes générale d'action des antioxydants phénoliques

L'oxydation des lipides est un phénomène irréversible et l'ajout d'antioxydant ne permet pas de revenir à l'état non oxydé. L'action de ce dernier se traduit par un allongement de la phase d'initiation et un retard de démarrage de l'oxydation cet effet est limité dans le temps puisque l'antioxydant est progressivement consommé. Les réactions d'oxydation reprennent ensuite, souvent avec la même vitesse qu'en absence d'antioxydant. Les polyphénols peuvent aussi inhiber l'oxydation de façon indirecte, en désactivant l'oxygène singulier, oxydant très puissant des acides gras insaturés, ou en chélatant les métaux de transition (Fe^{2+} , Cu^+) qui accélèrent fortement l'oxydation des lipides. Certains en fin sont des inhibiteurs des enzymes d'oxydation (poly-oxygénase et cyclo-oxygénase) (**Berset , 2006**).

III. Principaux antioxydants

III.1 Antioxydants synthétiques

les antioxydants synthétiques sont utilisés depuis longtemps parce que le rapport cout/efficacité est très favorable, on trouve principalement butylhydroxyanisole (BHA), butylhydroxytoluène (BHT), gallate propylée (PG) et le tetra-butylhydroquinone (TBHQ) et d'autres antioxydants de synthèse.(**Tibogo Sanogo et al.,2006**). Cependant leur sécurité, est très discutée, car ils génèrent un besoin de recherche comme matières de substitution d'après des sources naturelles comme antioxydants de la nourriture (**Lisu Wangl et al ., 2003**)

III.2 antioxydants naturels

Selon **Bahorun. (1996)** Les polyphénols végétaux sont des métabolites secondaires largement utilisés en thérapeutique comme anti-inflammatoires, inhibiteurs enzymatiques, antioxydants et antiradicalaires, en particulier les flavonoïdes et les proanthocyanidines ainsi, l'acide ascorbique ou vitamine C (**Szent-Gyorgyi ,1928**) et les tocophérols (**Schuler, 1990**).

III.2.1 La vitamines E

Elle est composée d'une ou de plusieurs substances de nature phénolique appelées tocophérols ou tocotriénols Sa grande solubilité dans les huiles et les graisses fait d'elle le meilleur antioxydant naturel lipidique (**Chazan , 1987**).

III.2.2 L'acide ascorbique

Il peut être capteur d'oxygène, donneur d'hydrogène aux antioxydants phénoliques, synergiste et antioxydant préventif par chélation des métaux.

III.2.3 Les composés phénoliques

Les composés phénoliques constituent un ensemble de molécules très largement répandues dans le règne végétal. On les trouve dans les plantes, depuis les racines jusqu'aux fruits. Les deux classes principales sont les composés non flavonoïdes et les flavonoïdes.

III.2.3.1 Les formes simples

III.2.3.1.1 Les composés non flavonoïdes

Les composés non flavonoïdes regroupent les acides phénoliques ainsi que les stilbènes. Ils ne possèdent pas de squelette «flavone».

III.2.3.1.2 Les acides phénoliques

Ils appartiennent à deux groupes, les acides hydroxybenzoïques et les acides hydroxycinnamiques. (Jean *et al.*, 2006). Ils protègent efficacement contre la thermooxydation des lipides (Ohshima, 2003).

III.2.3.1.3 Les stilbènes

Les stilbènes sont connus pour leurs propriétés antioxydantes vis-à-vis des lipoprotéines à basse densité (LDL). Ils pourraient ainsi jouer un rôle protecteur contre les maladies cardiovasculaires (Jang *et al.*, 1997). On leur attribue aussi des activités chimio-préventives contre le cancer (Harborne, J.B, 1975).

III.2.3.1.4 Les composés flavonoïdes

Les flavonoïdes C₁₅(C₆-C₃-C₆) regroupent plus de dix classes : anthocyanes, les flavonol, flavanes (Jean *et al.*, 2006).

III.2.3.2 formes condensées

Selon la nature des constituants impliqués et selon le type de condensation on obtient des composés plus au moins complexes pouvant encore présenter une hydrosolubilité suffisante (tanins) ou au contraire acquérir un caractère lipophile marqué et s'accumule alors dans les structures pariétales (lignine) (Jean *et al.*, 2006).

III.2.3.2.1 les tanins

Se sont des polyphénols capables de se lier aux protéines en solution et de les précipiter. On distingue deux groupes de tanins : les tannins hydrolysables et les tanins condensés (Jean *et al.*, 2006).

III.2.3.2.2 les tanins hydrolysables

Ils sont caractérisés par le fait qu'ils peuvent être dégradés par l'hydrolyse chimique (alcaline ou acide) ou enzymatique. Ils libèrent alors une partie phénolique et une partie non phénolique (Jean *et al.*, 2006).

III.2.3.2.3 les tanins condensés

Se sont les molécules ayant une masse moléculaire plus importante se sont les plus actives. Ils sont résistants à l'hydrolyse et seuls les attaques chimiques fortes et les traitements acides à chaux qui permettent de les dégrader (Jean *et al.*, 2006).

III.2.3.2.4 lignines

Elles résultent de la polymérisation tridimensionnelle de trois unités phénoliques. (Jean *et al.*, 2006) voire (annexe I)

IV. Action et intérêt des polyphénols

Les composés phénoliques dans le monde végétal jouent un rôle important dans les qualités sensorielles et nutritionnelles des produits végétaux, ils sont impliqués dans différents domaines de la physiologie de la plante et ces relations avec l'environnement physicochimiques et biologiques (**Jean *et al.*,2006**).

En tant qu'antioxydant les polyphénols renforcent nos défenses naturelles en protégeant les constituants tissulaires contre le stress oxydant les préviendrait ainsi divers maladies chroniques associées (**Scalbert *et al.*,2000**).

(**Hames , 2000**) Ils ont montré que les polyphénols limitent le développement de tumeurs induites expérimentalement par exposition à des agents cancérogènes .

I. Introduction

La margarine est une émulsion plastique obtenus à partir de mélange des huiles végétales par différent procédés (hydrogénation, interestérisation ou fractionnement).elle est composée généralement de trois phases ; phase grasse majoritaire, phase aqueuse et des additifs.

Suite au progrès technologiques la consommation de la margarine s'accroît de plus en plus ce qui a poussé les industriels à chercher des nouvelles formulations de caractère bio par l'incorporation des aliments d'intérêt nutritionnel.

II. Définition d'une margarine

La margarine est une émulsion du type eau dans l'huile (W/O)qui comprend deux phases essentielles étant : Une phase continue : la phase grasse de 80% à 82 %

Une phase dispersée : la phase aqueuse de 16% à18%.

L'émulsion est un système liquide comprenant deux phases non miscibles, une des deux phases étant finement dispersée dans l'autre. mais de fait de son instabilité thermodynamique ,l'émulsion tend à se séparer ,pour redonner les deux phases d'origine.il est donc nécessaire ,dans le cas de la margarine de faciliter la mise en émulsion et de stabiliser celle-ci .c'est le contrôle des émulsifiants qui réduisent la quantité d'énergie nécessaire à la formation d'un mélange homogène à partir de ces deux phases non miscibles ;la stabilité finale du produit sera obtenue par cristallisation de la phases grasse au sein de l'émulsion.(karleskind,1992) Elle contient aussi des additifs (lécithine ,monoglycerides, sel, colorants ,antioxygènes, conservateurs ,vitamines) répartie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse ,en fonction de leurs solubilité des additifs (**Jean ,2003**).

III. Formulation générale

En général, les margarines ont une composition globale identique :

80% à 82% de lipides ,16% à18% d'eau et/ou de lait et 2% additifs obligatoires ou facultatifs (**karleskind,1992**).

IV. Fabrication de la margarine

Les principales étapes de fabrication de la margarine sont schématisées dans la (Figure1) :

IV.1 préparation de la phase grasse

Huiles et graisses raffinée et /ou modifiées par hydrogénation, inter-estérification ou fractionnement et lécithine, mono- glycérides ,colorants (Jean,2003).

IV.1.2 Les additifs liposolubles :

Se sont des additifs dissous dans la phase grasse tel que : les émulsifiants, colorants, conservateurs, vitamine et aromes :

Emulsifiants : Selon Faur, (1992) Se sont des composés ayant des propriétés tensioactives , dues a leurs caractère amphiphatique ce qui leurs permet de se dissoudre dans les deux phases , permettant leurs union sous forme d'émulsion homogène. on distingue deux types : des produits naturels (la lécithine, le jaune d'œuf) et des produits non naturels(les mono glycérides et diglycérides) ce qui ajouté à la margarine (françois,1974).

Colorants : Les colorants sont des substances qui par leurs propriétés physico-chimiques peuvent etre utilisées aux fins de colorer les denrées alimentaires (Etournau *et al.*,1992),dans la margarine ils sont utilisées pour lui conférer une couleur assez voisine à celle de beurre (B-carotène) (Faur ,1992).

Aromes (aromatisants) :L'addition dans la margarine de parfums ,essences, arômes chimiques artificiels ou autre similaires est interdites .l'aromatisation peut être réalisées par l'addition de diacétyle ou l'addition d'un cocktail d'aromes (Faur.1992).

Vitamines liposolubles : Il s'agit de la vitamine A et vitamine D (faur.1992).

VI.2 préparation de la phase aqueuse :

Eau : L'eau utilisée doit subir un adoucissement pour éliminer les ions métalliques catalyseurs d'oxydation et les substances toxiques et un traitement à l'ultra-violet pour éliminer les microorganismes (Djouab ,2007).

Lait : On utilise un laitensemencé par des ferments lactiques préparés spécialement pour l'aromatisation de la margarine (Faur,1992).

VI.2.1 Les additifs hydrosolubles

Toute une liste d'additifs hydrosolubles est ajoutée

Le sel et le sucre : Ils sont employés pour donner à la margarine son goût propre .ils interviennent ,l'un et l'autre, dans *le profil* de flaveur (**françois,1974**).

Les conservateurs : le sel de table (NaOH) , l'acide sorbique (E200),de potassium(E202)et de calcium (E203) .

Les correcteurs de pH : Les acides citrique, lactique et leurs sels de Na⁺, K⁺, Ca⁺⁺ sont autorisés. En effet, l'addition du sel dans les margarines n'est pas élevée pour que ça constitue un véritable bactériostatique (**Faur, 1992**).

Les antioxygènes : sont des tocophérols (extrait naturel ou synthétiques) ayant pour rôle d'éviter l'oxydation des huiles en retardant l'apparition du rancissement (**Djouab ,2007**).

On peut aussi utiliser des gallates de propyle, BHT (butylhydroxytoulène) (**Hoelinger, 2002**).

Les révélateurs : L'amidon en tant que révélateur permet de différencier la margarine du beurre (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

IV.3 Préparation de l'émulsion

L'émulsion se prépare à l'aide d'une pompe proportionnelle et agitation pour disperser finement la phase aqueuse dans la phase grasse (**Jean, 2003**).

IV.4 Pasteurisation

La pasteurisation désigne un traitement qui détruit des éléments microbiens sous leur forme végétative pour assurer la sécurité du produit (**Leyrat et Vierling, 2001**). On assure ainsi la destruction des germes tout en préservant les qualités organoleptiques (**Dia et al., 2001**).

IV.5 Malaxage

Il sert à bien mélanger les phases de la margarine afin de lui conférer les caractéristiques rhéologique désirées .cette étape peut avoir lieu séquentiellement ou bien simultanément avec les étapes de refroidissement et de la cristallisation.

IV.6 refroidissements et cristallisation

La cristallisation est le passage d'un état désordonné liquide à un état ordonné solide (**Cansell *et al.*,2007**).les phénomènes de cristallisation permettent la création de la structure de produit et contribué a sa stabilité (**faur ,1992**).

IV.7 Conditionnement et stockage

Le conditionnement peut se faire sous enveloppe (margarine traditionnelle) ou bien en pots confectionnés en différents matériaux. (**Djouab , 2007**).

Les margarines étant des produits alimentaires, leur durée de vie est limitée car elles peuvent subir un certain nombre d'altérations. En matière de goût, il peut être altéré par un rancissement du à l'oxydation. Au niveau microbiologique, il peut y avoir un développement de moisissures causé par un stockage dans l'humidité. Pour éviter ces altérations, il faut stocker les margarines dans de bonnes conditions et en particulier dans des locaux secs et tempérés (10 à 13°C), à l'abri de toute source vive de chaleur et de lumière. Enfin, il faut éviter la proximité de produits pouvant communiquer des odeurs fortes et persistante.

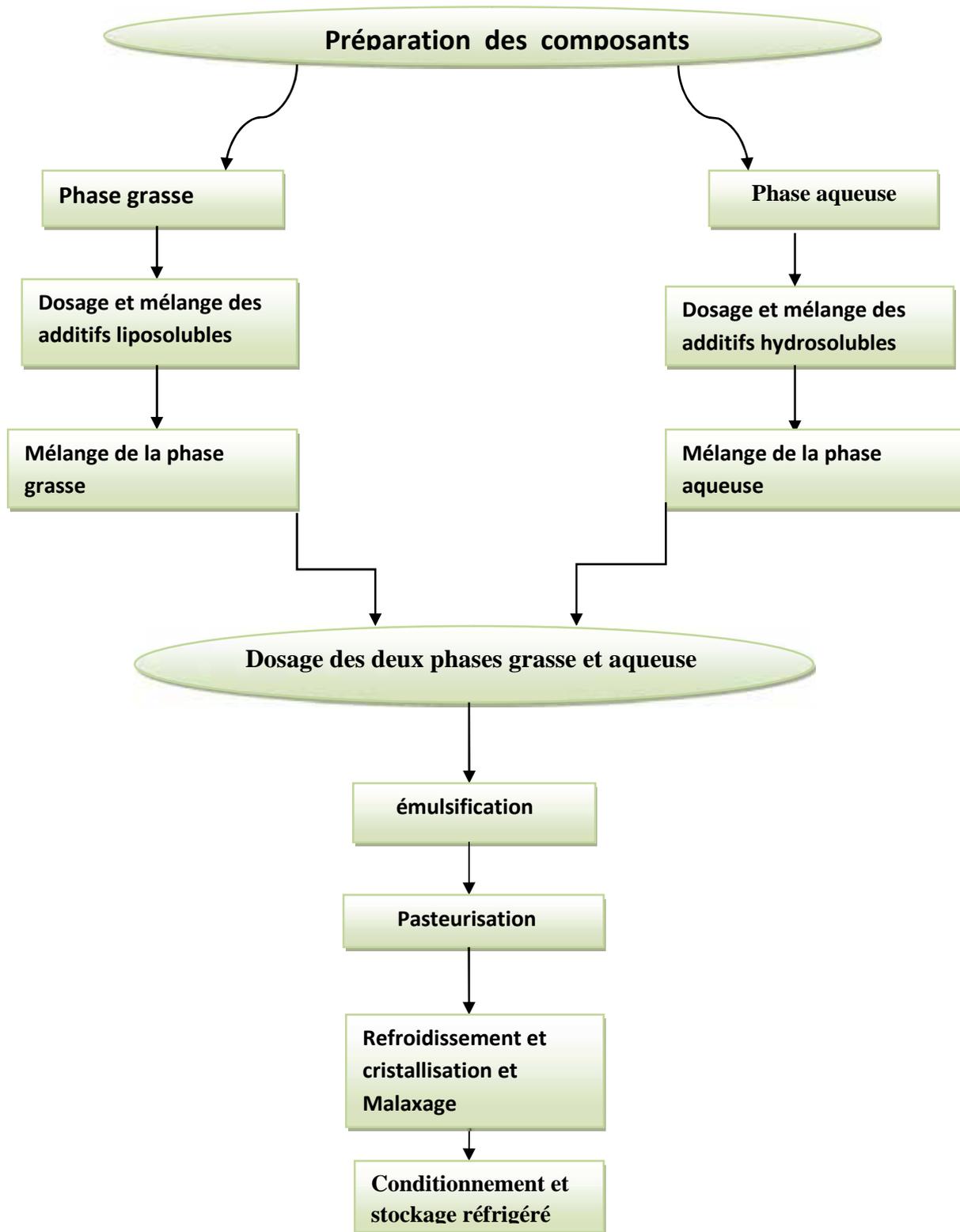


Figure 1 : Principales étapes de fabrication de la margarine (Karleskind.1992).

I. Matériels et méthodes

I.1. Description et choix de la variété

Les noyaux étudiés proviennent de la datte variété Mech-Degla (kentichi) récupérés du marché local de Bejaia récoltés en 2012 /2013 et qui sont d'origine sud-est (Biskra). Le choix de cette variété se justifié par sa qualité gustative, son abondance au niveau national et sa facilité de conservation étant qu'une datte sèche.

les noyaux obtenus après dénoyautage sont lavés, séchées à 50°C /48heures puis concassés manuellement à l'aide d'un mortier et d'un pilon, finalement broyés à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre de granulométrie fine conservée au réfrigérateur (4°C) jusqu'à l'analyse (**Besbes et al., 2005**).

La datte Mech-Degla est de forme sub-cylindrique légèrement rétrécit à l'une de ces extrémités, teintés d'un marron peu prononcé. A maturité, la datte est plutôt beige claire, l'épicarpe est ridé, peu brillant et cassant. Le mésocarpe est plus charnu de consistance séché et de texture fibreuse (**Buelguedj, 1996**).

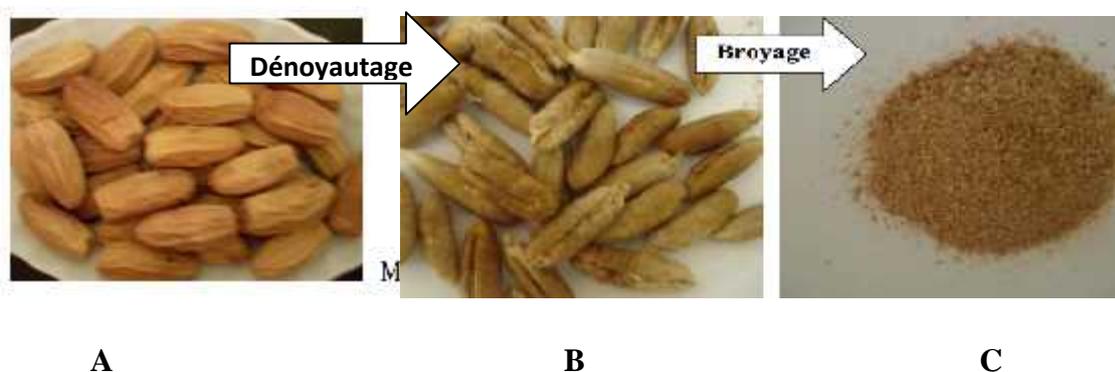


Photo N° 1 :A) datte entière, B) noyaux de datte, C) poudre de noyaux de datte

II. Méthodes d'analyses

Elles se rapportent aux étapes suivantes :

1. Caractérisation physique des noyaux de datte (ND) ;
2. Obtention et caractérisation des deux extraits (huileux et aqueux) de ND ;
3. Détermination de l'activité antioxydante des extraits ;
4. Elaboration d'une recette de margarine par incorporation des deux extraits séparément ;
- 5.élaboration de la même recette par l'incorporation des deux extraits couplés avec l'application des démarches suivantes :
 - Elaboration de la margarine à l'échelle laboratoire ;
 - Analyse de cette margarine et évaluation de sa stabilité à l'oxydation accélérée (Rancimat) en fonction de temps, température et le pourcentage d'incorporation des extraits).

II.1 Caractérisation physiques de ND

Les caractéristiques physiques sont déterminées sur les ND (10) prélevés au hasard du lot acheté sur lesquels nous avons déterminé : les dimensions des noyaux à l'aide d'un pied à coulisse avec une Précision de $\pm 0,1$ cm ainsi que les poids des noyaux, à l'aide d'une balance analytique de précision de $\pm 0,001$ g.

II.2 Méthodes d'extraction par soxhlet (extrait huileux et aqueux)

Il s'agit d'une extraction solide liquide. Quand on chauffe le ballon, le solvant se vaporise et passe par le tube d'adduction où il est condensé par le réfrigérant puis déversé dans la cartouche pour solubiliser le produit que l'on cherche à extraire du solide. Lorsque l'appareil soxhlet est plein la solution siphonne et retourne dans le ballon. Le solvant se concentre en produit recherché, alors que le solide de départ s'en appauvrit. Ce cycle se répète jusqu'à l'épuisement.

Dans ce travail l'obtention des extraits de ND est réalisée selon le protocole ci-après :

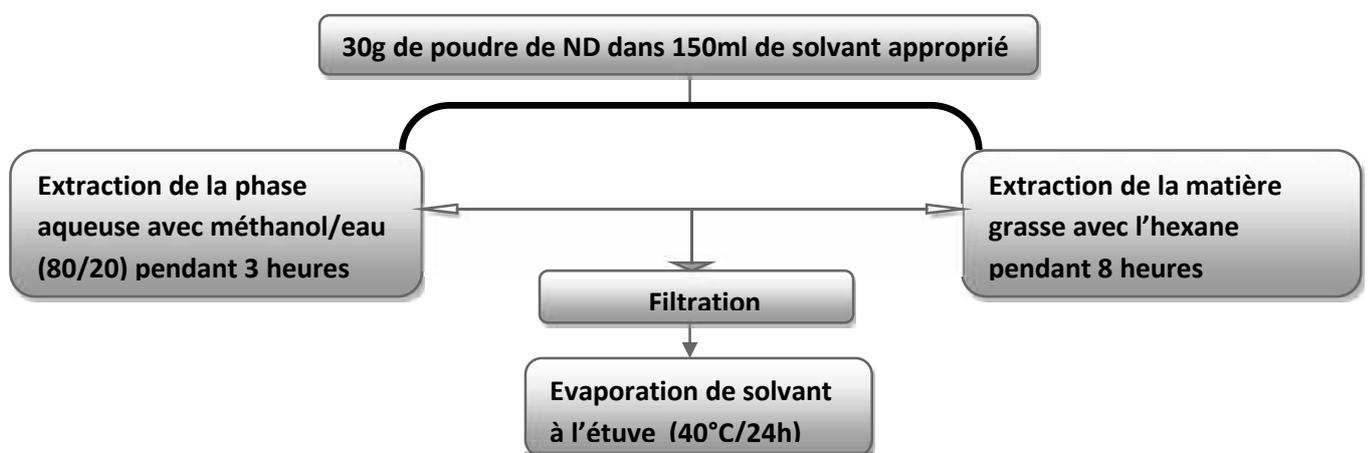


Figure 2 : protocole de récupération des deux phases

Le rendement d'extraction en MG est calculé par la formule suivante :

$$MG \% = \frac{(P_3 - P_1)}{P_3} \times 100$$

Soit : **P3**: Poids de la prise d'essai (g)

P1: Poids du ballon vide (g).

P2: Poids du ballon avec l'huile extraite (g).

Le rendement de l'extrait aqueux est calculé par la même formule ci-dessus.

II.3 Caractérisation physicochimique des extraits (aqueux et huileux)

II.3.1 L'extrait huileux

II.3.1.1 Détermination de la teneur en eau (NF V 03-903)

L'humidité est un facteur qui favorise l'hydrolyse des TG au cours de stockage qui donne naissance à des acides gras libres et du glycérol, donc la détermination du taux d'humidité sert à évaluer les risques d'altération de l'échantillon par hydrolyse.

La teneur en eau est déterminée sur une quantité d'huile (1g) séché dans une étuve réglée à une température de 103 ± 2 °C, jusqu'à obtention d'un poids constant. La teneur en eau est déterminée par la formule :

$$H (\%) = \frac{M_1 - M_2}{P} \times 100$$

Soit : **M₁** : poids de l'échantillon avec la capsule en porcelaine.

M₂ : poids après séchage.

P : la prise d'essai.

II.3.1.2 Détermination de la couleur (NE 1.2-364, 1989)

La détermination de la couleur se fait à l'aide d'un colorimètre «LOVIBOND PX 880».en faisaient comparer la couleur de l'échantillon avec des lames de couleurs standard jaune, rouge, et bleu dont la superposition permet de réaliser une couleur identique à celle de l'échantillon. L'échantillon à analyser est versé dans la cellule du Lovibond de 10pouces. La lecture se fait par le réglage de deux faces jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux cotés.

Les résultats s'expriment en terme de nombre d'unités jaune, rouge et bleu nécessaires afin d'obtenir la couleur correspondante.

II.3.2 L'extrait aqueux

II.3.2.1 Détermination de l'acidité titrable (NF V 05-101 ,1974)

Titration de l'acidité d'une solution aqueuse de ND avec une solution de l'hydroxyde de sodium en présence de la phénolphthaléine comme indicateur.

Une quantité de l'extrait aqueux (25ml) est prélevée puis titré avec la solution de l'hydroxyde de sodium (0.1N) en présence de phénolphthaléine jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante pendant 30secondes.

- **Expression des résultats**

L'acidité titrable est exprimée en gramme d'acide citrique pour 100g de produit :

$$A\% = \frac{250 \cdot V_1 \cdot 100}{V_0 \cdot M \cdot 10} \quad \text{Soit :}$$

M : masse en gramme de produit prélevé.

V₀ : volume en millilitre de la prise d'essai.

V₁ : volume en millilitre de la solution d'hydroxyde de sodium (0.1N) utilisé.

II.3.2.2 Détermination de taux de solide soluble (°Brix) (NF V05-109 ,1970)

La valeur de résidu sec soluble à été déterminé par le refractomètre à main de type Refractomètre (Brix 0-80%).

II.4 Détermination de la teneur en polyphénols

II.4.1 Extraction des polyphénols

Les composés phénoliques l'HND sont extraits suivant la méthode proposée par **Gutfinger, (1981)** comme le montre le schéma ci-après :

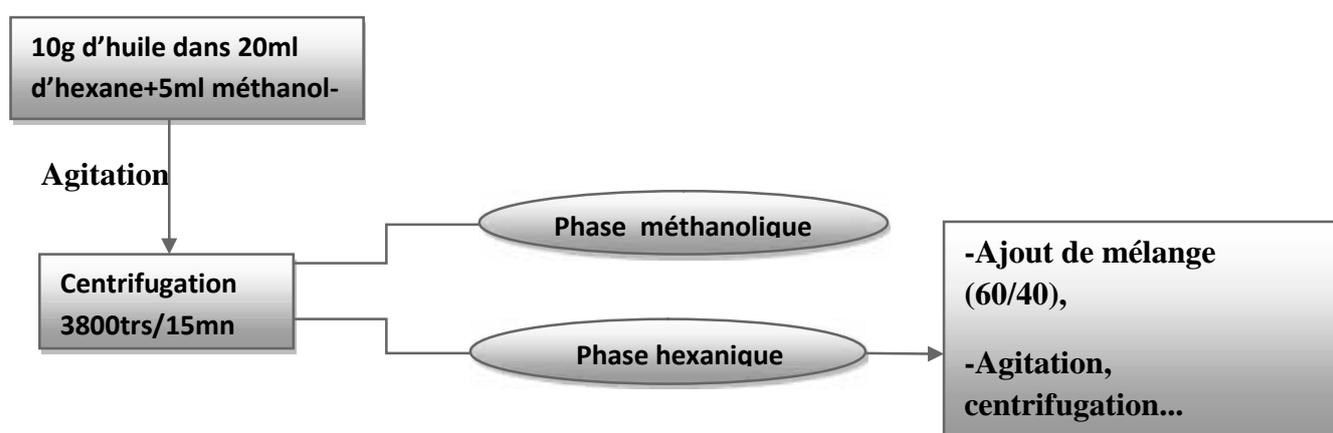


Figure 3: extraction des composés phénolique de l'HND.

Les dosages des polyphénols ont été effectués sur l'extrait aqueux et les deux phases (méthanolique et hexanique) récupérées de l'extrait huileux.

II.4.2 Détermination de la teneur en polyphénols totaux

En présence des phénols, le mélange d'acide phosphotungstique (H₃PW₁₂O₄₀) et d'acide phosphomolybdique (H₃PMo₁₂O₄₀) est réduit en oxyde bleu de tungstène (W₈O₂₃) et de molybdène (Mo₈O₃₂). La coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 760 nm (**Ribéreau-Gayon et al., 1982**).

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par la méthode décrite par **Juntachote et ses collaborateurs** en **2006** : Une quantité d'extrait (0,5ml) en présence de réactif de folin ciocalteu's (0,5ml) est laissé au repos 3mn, ensuite (0,5ml de Na₂CO₃ +5ml d'eau distillée) sont additionnés pour faire la lecture à 760nm après 60mn d'incubation à température ambiante.

La teneur en composés phénoliques est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenu avec l'acide gallique, les résultats sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique (EAG) par 100g d'échantillon (**voir Annexe II**).

II.4.3 Détermination de la teneur en flavonoïdes

Les flavonoïdes sont susceptibles de donner en présence de chlorure d'aluminium un complexe jaunâtre en présence de l'ion Al^{3+} (figure 5). (**Boulekbache, 2005**).

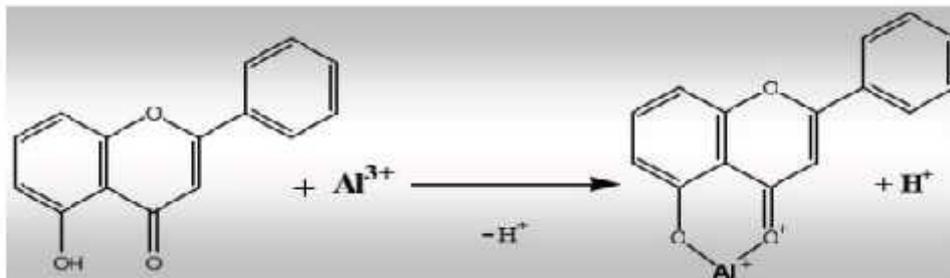


Figure 4: réaction des flavonoïdes avec le chlorure d'aluminium.

L'estimation quantitative des flavonoïdes totaux contenus dans l'extrait du noyau de datte est réalisée par la méthode colorimétrique de **Bahorun et al., (1996)** comme suite : 1ml de chlorure d'aluminium est ajouté à 1ml d'extraits, après 10mn d'incubation la lecture d'absorbance est réalisée à 430nm.

La quantité des flavonoïdes dans les extraits de ND est exprimée on se référant à la courbe d'étalonnage standard préparée avec de la Quercétine (**voir annexe II**).

II.4.4 Détermination de la teneur en tanins condensés

Le dosage des tanins condensés est basé sur la dépolymérisation des proanthocyanidines en milieu chaud et acidifié par un acide fort (HCl) donnant des anthocyanines et d'autres molécules **Miuda-martus et al. (2011)**.

La teneur en tanins condensés est déterminée par l'absorbance à 550nm selon la méthode de **Moksiomovic et al., (2005)** comme suite : une quantité de 0.5ml de l'extrait est mis en contact avec un volume (3ml) de mélange HCl /Butanol (95/5 :v/v) et 0.1ml de réactif ferrique (2% du sulfate ferrique préparé dans l'HCl à 2 M) .la durée de contact est fixée à 60mn au bain- marie à 100°C .

- **Expression des résultats**

Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$C \text{ (mg/g)} = \frac{(AB * MM * DF * 100)}{(L *)}$$

AB : absorbance de l'extrait à 550nm.

DF : facteur de dilution.

L : longueur de la cuve (1cm).

MM : poids moléculaire de sulfate de fer d'aluminium (284,14g/mole).

:facteur d'absorbance molaire de réactif ferrique ($35700\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$).

II.4.5 Détermination de la teneur en tanins hydrolysables (par la méthode de chlorure ferrique)

La méthode est basée sur l'apparition d'une couleur bleue sombre en présence de tanins hydrolysables. Le chlorure ferrique réagit avec les tanins pour former des chélates de couleur violette (**Ribéreau-Gayon, 1968 ;Hagerman et Butler,1978**).

Le dosage des taux des tannins hydrolysables contenu dans les deux extraits à été effectué selon la méthode décrite par **Mole et Waterman, (1987)** le protocole expérimental appliqué se présente comme suite : faire réagir pendant 15 mn un extrait de 0.28ml avec le réactif de chlorure ferrique (1ml) préparé dans l'HCl (FeCl_3 0.01M +HCl 0.001M).puis la lecture d'absorbance est fait à 660nm.

- **Expression des résultats**

La teneur en tanins hydrolysables des extraits de ND est déterminée à partir de la formule suivante :

$$T(\%) = DO * [M * V] / [E_{\text{mole}} * P]$$

V : volume d'extrait.

DO : densité optique à 660nm.

M : 300.

E_{mole}:216gacidegallique.

II.4.6 Détermination de la teneur en caroténoïdes

Les caroténoïdes sont extraits par la méthode de **Sass-Kiss et al. (2005)**. 20 ml du mélange hexane/acétone/éthanol (2 :1 :1) sont ajoutés à 5 g d'huile du noyau de datte. Après agitation pendant 30 min, la phase supérieure est récupérée. 10 ml d'hexane sont ajoutés pour une deuxième extraction. Le mélange des deux phases est utilisé pour le dosage des caroténoïdes totaux par spectrophotométrie à 450 nm. La concentration des caroténoïdes est

estimée en se référant à la courbe d'étalonnage de β -carotène et les résultats sont exprimés en mg/100g de HND.

II.5 Détermination du pouvoir antioxydant

L'activité antioxydante peut être évaluée par différentes méthodes biochimiques : mesure de pouvoir réducteur, test antiradicalaire, test du DPPH,...etc(**Gulçin et al.,2004**).

II.5.1 Pouvoir antiradicalaire

L'effet des extraits sur le radical 2,2-diphenyl -1-picrylhydrazyl (DPPH), à été mesurée on utilisant la méthode de **Sacan et Yanardag(2010)** : 3,9ml de DPPH est additionné à 0,5ml d'extrait afin de réalisé une lecture à 517nm après 30mn d'incubation à température ambiante.

- **Expression des résultats**

Les résultats d'inhibition de radical DPPH sont exprimés en pourcentage selon la formule suivante :

$$\% \text{ d'inhibition de DPPH} = [\text{Abs}_{\text{cont}} - \text{Abs}_{\text{éch}} / \text{Abs}_{\text{cont}}] * 100$$

Abs_{cont} : absorbance de control (témoin).

Abs_{éch} : absorbance d'extrait.

II.6 Elaboration de la recette de la margarine, sa caractérisation et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée

II.6.1 Elaboration de la recette de la margarine à l'échelle laboratoire

Les différentes étapes sont récapitulées dans le schéma ci-après :

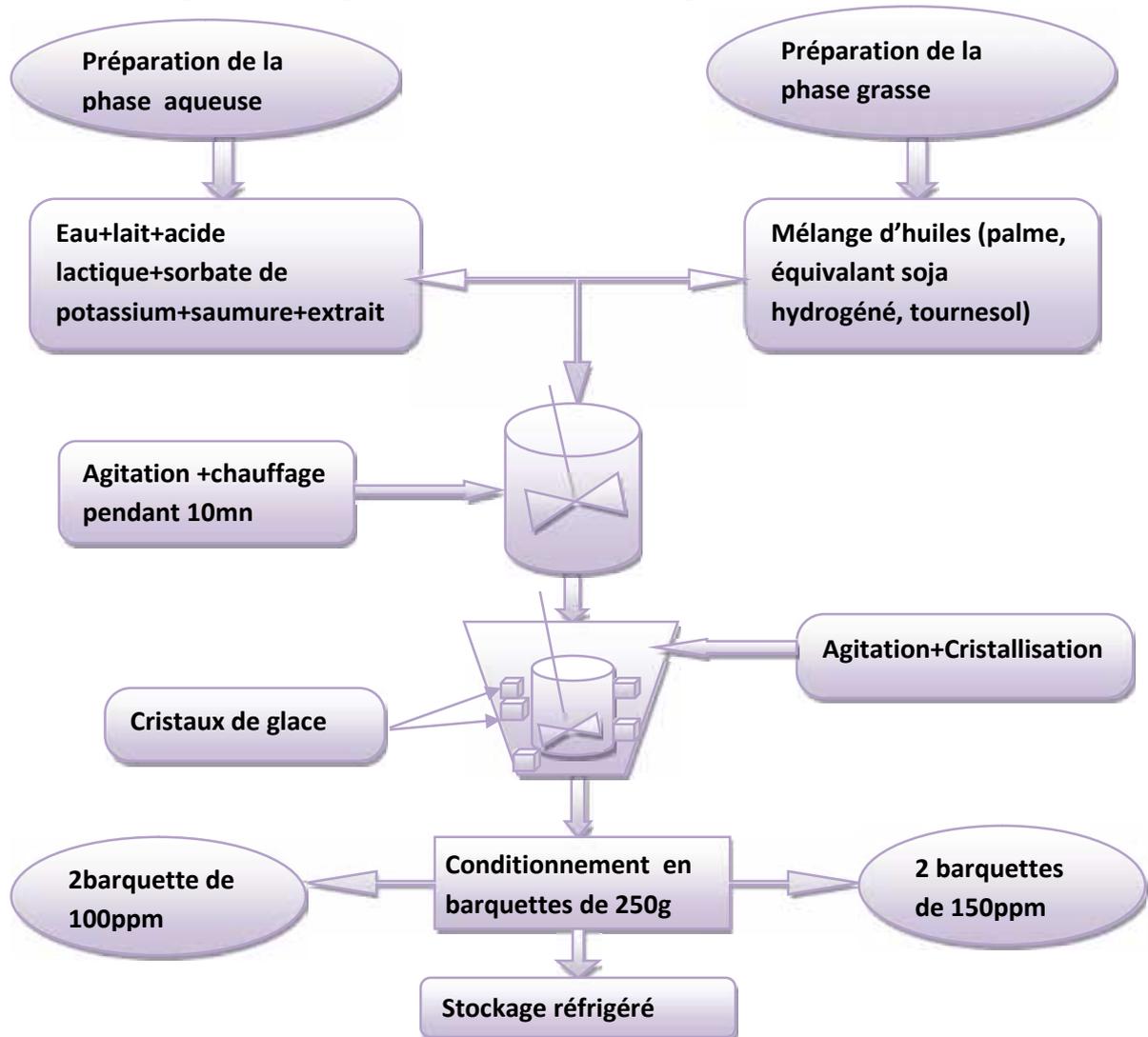
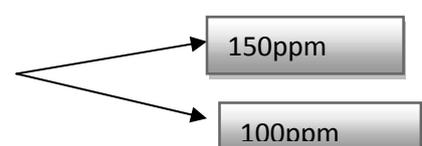


Figure 5 : Etapes de l'élaboration de la margarine.

L'huile du ND et l'extrait aqueux sont incorporés dans la margarine afin de substituer l' - tocophérol synthétique utilisée par l'entreprise *Cévit*. Une margarine sans HND et l'extrait aqueux est élaborée en parallèle afin de servir comme témoin (standard).

L'incorporation des extraits de ND lors de l'élaboration de la margarine de table « fleurial » a été réalisée comme suite :



1.L'extrait aqueux : on a réalisé deux essais d'incorporation

2. le couplage des deux extraits pour 100ppm :

On a réalisés deux essais comme suite

70/30(Extrait aqueux /Extrait huileux)

50/50(Extrait aqueux/Extrait huileux)

II.6.2 Caractérisation physicochimiques de la margarine à l'extrait et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée

Les margarines élaborées subissent une caractérisation physicochimique et un test Rancimat pour apprécier leurs résistances à l'oxydation.

II.6.2.1 Détermination du taux de solide par RMN (NF EN ISO 8292 T60-250, 1995)

La teneur en corps gras solides est déterminée à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée basse résolution, de type (minispec mq 20, Germany) (**voir l'annexe III**). C'est une méthode rapide et non destructrice qui permet de connaître les propriétés rhéologiques d'une graisse.

La RMN nécessite de connaître la nature de la matière, car l'appareil doit être étalonné avec un corps gras identique à celui que l'on veut doser. Elle ne peut s'appliquer à des composés contenant des corps gras inconnus présents dans les graines oléagineuses, préalablement séchées à 103 ± 2 °C (**Ollé, 2002**).

L'échantillon est tempéré dans un état stable à une température spécifique et ensuite chauffé est stabilisé à la température de mesure. Les températures de mesure sont : 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40°C. Après équilibrage électromagnétique dans le champ magnétique statique du spectromètre RMN et l'application d'une impulsion de radiofréquence à 90°, le signal de décroissance de magnétisation des protons dans la phase liquide uniquement est mesuré et le corps gras solides sont calculés en référence à un échantillon étalon constitué entièrement de corps gras liquides.

La méthode standard consiste à faire préparer des tubes d'échantillons d'huiles bien mélangés après avoir fait fondre la margarine, ces tubes doivent être remplis à hauteur de 3cm ensuite les essayer. Après on procède à des incubations : 15 min à 100°C, 5 min à 60°C, 60

min à 0°C, 30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 °C en faisant la lecture à chaque température. Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides.

II.6.2.2 Détermination de la teneur en eau (NE 1. 2-47, 1985)

Elle est déterminée par l'évaporation de l'eau ainsi que les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur (plaque chauffante) comme suite : un bécher avec un poids vide mentionné (p_0) sera rempli avec une quantité de 2g de la prise d'essai (p_E) chauffée ensuite sur une plaque chauffante en agitant de temps à autre et laissé refroidit dans un dessiccateur, l'opération est répétée jusqu'à avoir un poids constant mentionné (p_1).

- **Expression des résultats**

La teneur en eau est déterminée par la formule donnée précédemment.

II.6.2.3 Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)

Le point de fusion correspond à la température à laquelle une matière grasse solidifiée remonte dans un tube Capillaire.

C'est le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de chaleur-Après avoir fait fondre une quantité de margarine, un blend est obtenu ce dernier est filtré puis introduit dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 c m. ensuite refroidit dans le réfrigérateur (20min).les tubes capillaires sont fixés à une pince en bois qui est suspendue sur les côtés du bécher et les deux capillaires sont immergés dans l'eau , ensuite le milieu est chauffé lentement (0.5°C/min) dans un bain -marie.après une observation attentive on note la température à laquelle l'huile commencent à remonter dans les tubes.

- **Expression des résultats**

La température notée correspond au point de fusion de la margarine fluidisée exprimée en °C.

II.6.2.4 Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique (NE.1. 2.430, 1989)

Le pH est la différence de potentiel à une température donnée, entre deux électrodes immergées dans la phase aqueuse de la margarine, exprimé en unité du pH.

On fait introduire les électrodes de pH mètre étalonné par l'eau distillée à pH =7 dans la phase aqueuse à la température de mesure et lorsque il se stabilise on fait la lecture de la valeur de pH indiqué.

II.6.2.5 Détermination de la résistance à l'oxydation accélérée par le test Rancimat (ISO 6886, 2006)

Ce test est utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La durée de la résistance de cette dernière au stress oxydatif correspond au Temps d'Induction au test Rancimat (TIR) exprimé en heures (**Rahmani, 2007**).

Le TIR est défini selon la norme internationale **ISO 6886. (2006)** comme suit : c'est le temps écoulé entre le début de mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement. Il est déterminé suivant la méthode ci-après.

Le principe du test c'est une décomposition de la matière grasse à une température comprise entre 100 et 120 °C, 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 fiole contenant de l'eau distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. Le temps est déterminé par conductimètre et correspond au TIR. La fin de celle-ci est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation.

On fixe la pompe à membrane pour gaz et on règle le débit à 10 l/h et le bloc chauffant est mené à 100°C pendant la durée d'essai. Puis les cellules de mesure sont remplies avec 50ml d'eau distillée à l'aide d'une pipette de mesure. 3g de l'échantillon sont pesés et introduit dans le flacon d'oxydation à l'air. Mettre en marche l'appareil. Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son bouchon hermétique dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant, qui doivent être tous les deux à la température requise. Arrêter les mesures au moment où le signal a atteint 100% de l'échelle de l'enregistreur (**voir Annexe III**).

- **Expression des résultats**

L'appareil utilisé permet de réaliser un calcul automatique de TIR, en utilisant le maximum de seconde dérivée de la courbe. La stabilité à l'oxydation est exprimée en heure.

I. Caractéristiques morphologiques des ND étudiés

Les caractéristiques physiques des noyaux de dattes de la variété Mech-Degla sont données dans le tableau suivant :

Tableau II : Caractéristiques morphologiques des ND Mech-Degla.

Auteurs résultats moyens	Djouab,(2010)	Abdullah et Salah (1999)	Lecheb,(2007)	Nos résultats
Poids (g)	1,06	0,7 à 2	0,82	0,96±0,45
Largeurs (cm)	0,81	0,8 à 1,1	0,77	0,75±0,44
Longueurs (cm)	2,49	1,8 à 2,8	2,25	2,21±0,3

La comparaison de nos résultats avec les valeurs moyennes donnés par les différents auteurs montre qu'il ya une similarité.

Cela confirme que les caractéristiques morphologiques des ND Mech-Degla sont pareilles depuis 1999 jusqu'à cette année.

II. Rendement d'extraction des deux phases

La durée d'extraction de 8 heures pour l'huile et 3 heures pour la phase aqueuse par l'appareil Soxhlet a été suffisante pour un bon épuisement de la poudre des noyaux de datte selon **Djouab, 2007**.

Le rendement de la matière grasse obtenu par extraction à chaud est (12,79%) peut être comparé à celui trouvé par **Hamada et al. (2002)** (8,7-12,3%), pour 11 variétés des noyaux de dattes cultivés dans la région de Qassim de l'Arabie saoudite et à celui trouvé par **Chaira et al. (2007)** pour la variété Allig (12,73%), **Hamada et al. (2002)** pour la variété *Khalas* (13,2 %), **Besbes et al. (2004)** pour la variété Allig (12,67 %). Cependant, ce taux est relativement élevé comparé à celui rapporté par **Al-Farsi et al. (2007)** qui est de (5 - 6%) dans une étude effectuée sur des variétés tunisiennes (Mabsili, Um-Salah et Shahal).

Le rendement d'extrait aqueux de noyaux de datte Mech-Degla est de 8,58% ce résultats est faible mais à notre connaissance il n'y a pas de données bibliographique pour pouvoir comparés nos résultats.

III. Caractéristiques physicochimiques des extraits

Les résultats de la caractérisation physicochimique des extraits sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau III: Caractéristiques physicochimique des extraits de ND Mech-Degla.

	paramètre	teneur
Extrait aqueux	°Brix	8,5%
	Acidité titrable(% en acide citrique)	0,312%
Extrait huileux	Humidité(%)	5.61%,
	couleur	2,3 rouge et 22,0 jaune.

III.1 *Extrait huileux*

II.1.1 La teneur en eau (humidité)

La teneur en eau de l'HND est de 5.61%, Cette valeur est très proche de celle trouvée par **Lecheb (2010)** sur la variété Mech-Degla Algérienne qui est de 5,73 %.

III.1.2 La couleur

Les résultats de la détermination de la couleur sont exprimée en terme de nombres d'unités jaune, rouge, et bleu nécessaire pour l'obtention de la couleur adéqua ,la couleur de HND est de 2,3 rouge et 22,0 jaune.

L'interprétation des résultats de la couleur s'avère délicate car sa détermination à l'aide du colorimètre « Lovibond »est difficilement reproductible en raison de faible sensibilité de l'œil humaine à la lumière jaune tout de même l'observation visuelle montre une couleur jaune claire (figure7), cette couleur est liée certainement à la quantité importante de pigments jaunes (caroténoïdes) comme le confirme **Besbes et al. (2009)** dans son étude.



Photo N° 2 : Observation visuelle de la couleur de l'huile.

III.2 Extrait aqueux

III.2.1 La teneur en l'acidité titrable

L'acidité titrable est de 0,312% cette valeur est analogue a celle trouvée par **Rygg et al.,(1953)** [0,2 et 6,3 g d'acide/kg] dans une étude faite sur les variétés de datte étudiées ,mais elle est faible par rapport à (3,2%) résultat de **Lecheb,(2010)**.

III.2.2 Teneur en solides solubles (°Brix)

Le °Brix de notre extrait est de 8.5% cette valeur est inférieur à celle trouvé par **Khalil et al.,(2002)** qui est de [69,15% et 69,58 %] pour les variété Siwi et Amhat respectivement. cette valeur est aussi inférieure au valeurs trouvées par **Barreveld .,(1993)** qui sont de [76 et 76,8] pour des variété iraqiennes et libyennes respectivement.

III.3 Teneur en composés phénoliques des extraits

Les composés phénoliques sont l'objet de nombreuses études à cause de leur action bénéfique sur la santé (**Richard et al.,2001**).Les différents dosages réalisés ont mis en évidence la présence de polyphénols totaux, flavonoïdes, tanins condensés et hydrolysable et les caroténoïdes dans les extraits .

Les résultats de ces dosages sont illustrés dans le tableau ci-après :

Tableau IV : Teneurs en composées phénoliques des deux extraits.

Teneurs Extraits	Polyphénols totaux (mgEGA/100g)	Flavonoïdes (mg/100g)	Tanins condensés (mg/100g)	Tanins hydrolysables (mg/100g)	Caroténoïdes (mg/100g)
Extrait aqueux	11,74	10,12	12,06	0,01	–
Extrait huileux	5,45	1,59	5,30	0,018	254,37

III.3.1 Teneur en polyphénols totaux

Le dosage des polyphénols nous donne une estimation globale de la teneur en différentes classes des composés phénoliques contenu au niveau des extraits de ND Mech-Degla.

La teneur en composés phénoliques totaux exprimée en mg EGA /100g d'extrait est de 11,74mg/100g pour l'extrait aqueux et de 5,45mg/100g pour l'extrait huileux ,ces résultats sont supérieurs à ceux trouvés par **Mansouri et al.,(2005)** sur des variétés algériennes (2 à 8 mg EAG/100g) et ils sont aussi supérieurs a celles trouvées par **Khalil et al.,(2002)** sur des variétés Egyptiennes (1,8 et 2,35mg EAG /100g).mais nos résultats sont largement inférieur à ceux trouvés par **Djouab.(2007)**sur l'extrait aqueux de ND (2130mgEAG/100g).

Ces différences sont peut être expliquées par la combinaison (solvant/eau) utilisée pour l'extraction.

III.3.2 Teneur en flavonoïdes

La teneur en flavonoïdes est de 10,12mg/100g pour l'extrait aqueux, cette valeur est inférieure à celle trouvée par **Djouab.(2007)** sur l'extrait méthanolique de ND Mech-Degla (69,61mg/100g).Mais elle est supérieure aux résultats trouvés par **Daas Amiour.(2009)** sur trois variétés de dattes qui ont révélé des teneurs de [1,79-2,06-6,01]mg /100g pour Ghars, Deglet-nour et Mech-Degla respectivement.

Alors que les résultats obtenus sur l'extrait huileux 1,59mg/100g sont inférieurs à ces résultats .

III.3.3 Teneur en tanins condensés

La teneur en tanins condensés est de 12,06 mg dans 100g d'extrait aqueux et 5,30mg dans 100g d'extrait huileux .Ces teneurs sont inférieures aux valeurs trouvées par **Daas Amiour.(2009)** sur des extraits de trois variétés de dattes (Mech-degla, Ghars et Deglet-Nour) dont les résultats sont respectivement 152,49mg/100g ,61,76 mg/100g ,34,33mg/100g.

III.3.4 teneur en tanins hydrolysables

Le dosage des tanins hydrolysables a révélé des teneurs de 0,01mg/100g et 0,018 mg/100g pour l'extrait aqueux et huileux respectivement.

Aucune donnée bibliographique n'existe pour ce paramètre à notre connaissance pour pouvoir nos résultats.

D'après les résultats ci-dessus les extraits récupérés de ND Mech-Degla représente une source importante en polyphénols mais avec des teneurs différentes comme le montre la représentation graphique suivante :

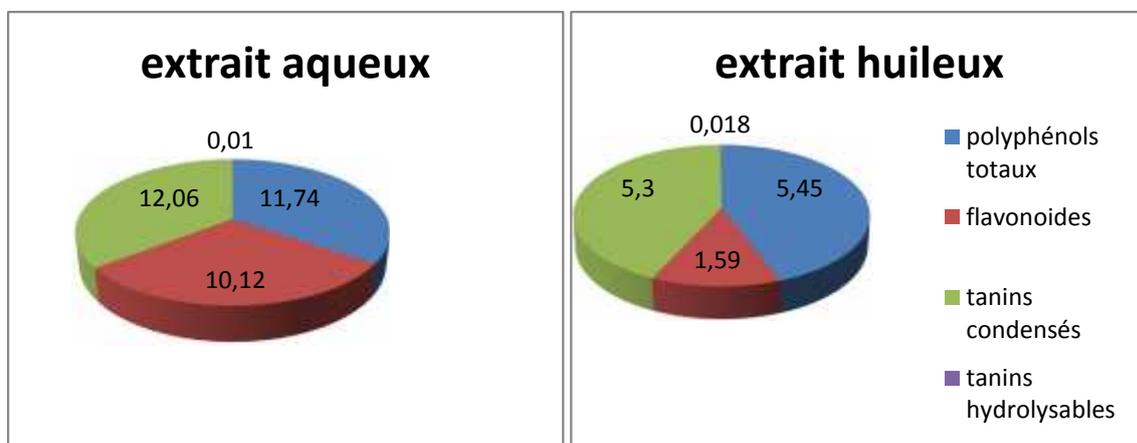


Figure 6 : Teneur en composés phénoliques des extraits.

III.3.5 Teneur en caroténoïdes

La teneur en caroténoïde est de 254,37mg/100g(MS) et elle est de 235,01mg/100g de(MF) cette valeur est supérieure au résultat trouvé par **Lechab,(2010)** sur le ND Mech-Degla

(99mg/100g) et à celles obtenus par **Boudries *et al.*,(2007)** sur trois variétés algériennes (0,051 à 0,145 mg/100g de matière fraîche).

IV. Détermination de l'activité antioxydante des extraits

La mise en évidence du pouvoir antioxydant de nos extraits a été réalisée par un test chimique : mesure du pouvoir antiradicalaire.

Le test DPPH permet d'obtenir des informations sur le pouvoir antiradicalaire direct de différentes substances phénoliques de nos extraits.



Figure 7 : Réduction du radical libre DPPH.

La mesure du pourcentage d'inhibition du DPPH provoquée par la présence des extraits après 30minutes ont permis de déterminer les valeurs représentés dans le tableau suivant :

Tableau V : Pourcentage d'inhibition de radical DPPH par les extraits.

extraits	Pourcentage d'inhibition du radical DPPH
Extrait aqueux	49,12
Extrait huileux	66,14

La comparaison de nos résultats avec ceux donnés par **Djouab ,(2007)** indique que l'extrait aqueux présente une activité inhibitrice inférieur à 52,15 % tandis que la phase méthanolique de l'extrait huileux à donné un pourcentage supérieur à 61,82% .

Ces résultats montrent que l'extrait huileux possède un potentiel antioxydant meilleur dû au polyphénols et éventuellement au caroténoïde.

V. Élaboration de la recette du la margarine sa caractérisation, et évaluation de sa résistance à l'oxydation accélérée

V.1 Elaboration de la recette de la margarine

La recette des margarines incorporées avec les extraits de ND et le témoin sont préparées avec la même matière première comme suite :

- 1) *Phase grasse* : l'huile de palme, huile de tournesol et équivalent soja hydrogéné ;
- 2) *Additifs liposolubles* : émulsifiants (monoglycérides), -carotène et l'arome ;
- 3) *phase aqueuse* : l'eau ;
- 4) *Additifs hydrosolubles* : acide lactique, sorbate de potassium, saumure.

L'incorporation des extraits de ND Mech-Degla dans la margarine est réalisée comme le montre le tableau ci-après :

Tableaux VI : Enrichissement de la margarine avec les deux extraits.

Extractions	margarine	Témoin	Incorporée (enrichie)
Extrait aqueux		-	100ppm
		-	150ppm
Couplage de deux extraits aqueux/huileux		-	70/30
		-	50/50
-tocophérol		+	-

Toutefois, pour être efficace, les antioxydants doivent être additionnés le plus tôt possible dans le processus de fabrication. Ils ne peuvent en effet inverser la réaction d'oxydation, mais seulement la ralentir ou la stopper (Niki, E, 1987).

V.2 Caractéristiques physicochimique de la margarine avec les extraits de ND

Les résultats de la caractérisation physicochimique des margarines élaborées sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau VII : Caractéristiques physicochimiques de la margarine avec l'extrait de ND.

Paramètre	Teneur	
	Margarine témoin	Margarine enrichie
Taux de solide (%)	15,88	14,18
H ₂ O(%)	13,85	15,82
pH	4,2	4,4
Point de fusion (°C)	35,8	34,6

V.2.1 Taux de solide(SFC)

Le pourcentage de taux de solide (SFC) des deux margarines enrichies est représenté dans le tableau suivant :

Tableau VIII : Indice SFC de la margarine témoin et la margarine enrichie en fonction de la température (°C).

Température (°C)	5	10	15	20	25	30	35	40
SFC(%) margarine témoin	34,6	38,3	20,9	14,3	9,7	6	3	0,3
SFC(%) margarine enrichie	32,1	26,25	20,45	14,05	9,6	6,35	3,55	1,1

les résultats obtenus confirment que notre margarine : facilement tartinable, plastique et fond facilement dans la bouche (37°C).

Ces résultats sont convertis sous forme d'une représentation graphique :

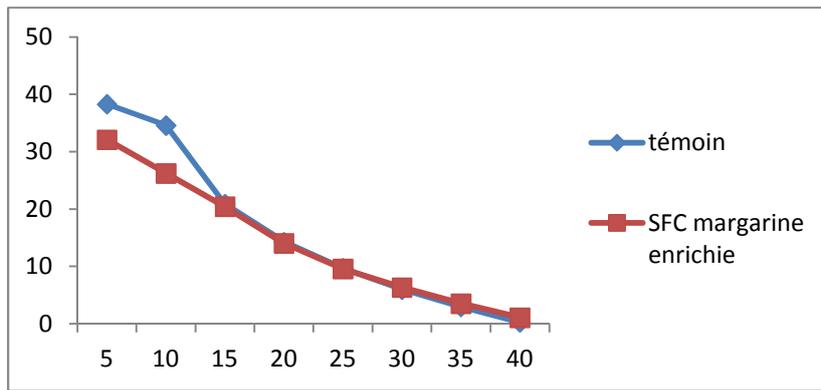


Figure 8: Courbe de SFC des deux margarines en fonction de la température.

Les courbes de solide (SFC) permettent de prévoir la compatibilité du corps gras ainsi les caractéristiques du produit fini. Les taux de solides à diverses températures fournissent d'une part de bonnes indications du comportement général du corps gras, et d'autre part l'information à utiliser avant tout pour la formulation et le développement de nouveaux produits. En fait, il est bien connu qu'à chaque type de margarine (cuisine, à tartiner, crème, feuilletage) correspond à un type de courbe de solide déterminé (**Karleskind et Wolff, 1992 ; Ribeiro et al., 2009**).

Les valeurs moyennes de SFC des deux margarines témoin et enrichie sont respectivement (15,88%) et (14,18%) sont en accord avec les préconisations de **Ribeiro et al. (2009)** dont le SFC des margarines à 10°C ne doit pas dépasser 32 % pour que la tartinabilité soit garantie aux températures de réfrigération.

Le SFC détermine plusieurs caractéristiques propres aux margarines : leur aspect, leur apparence, tendance à la tartinabilité, exsudation de l'huile et les propriétés organoleptiques.

-le SFC à 5 et 10°C contrôle le comportement à l'étalement du produit en relation avec le procédé et les conditions de fabrication.

-A 15 et 20 °C le SFC est un facteur important pour le procédé, la dureté du produit final et l'exsudation huileuse.

- A 20 et 25°C, il est lié à la stabilité de la margarine.

-A 30 et 35°C, il est lié à la texture et aux propriétés de libération de l'arôme et de la saveur dans la bouche.

V.2.2 Teneur en eau

La teneur en humidité des deux margarines est représentés en **(figure 11)**.

Il existe une différence entre le taux d'humidité de la margarine témoin (13,85%) et la margarine enrichie (15,82%), cette différence est due aux conditions de leurs élaborations.

Ces résultats restent toujours conformes aux critères de l'élaborateur ainsi qu'aux normes **(ISO 662 deuxième édition 15-09-1998)** qui fixe le maximum à 16%.

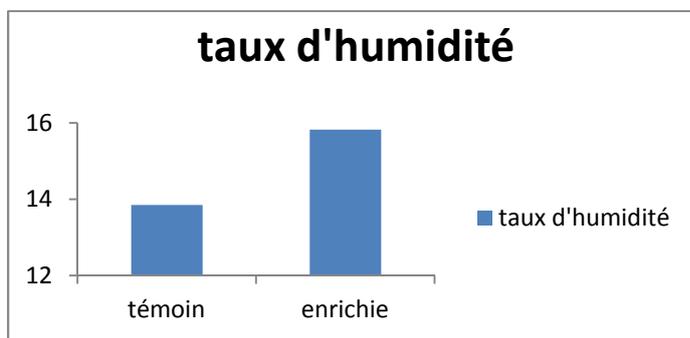


Figure 9: le taux d'humidité des deux margarines.

V.2.3 Le point de fusion

Pour le point de fusion, les résultats trouvés pour la margarine enrichie (34,6°C) sont proches de celles de la margarine témoin (35,8 °C), ces valeurs sont situées dans l'intervalle [34-36°C] qui est similaire à celui donné par **Karabulut et al.,(2006)** sur les points du fusion de 15 margarines de la Turquie[33,0 -36,9°C]. Ce qui confer aux margarines élaborées un aspect fondant dans la bouche et une texture plastique à température ambiante permettant leurs résistances au travail mécanique lors de la tartinabilité.

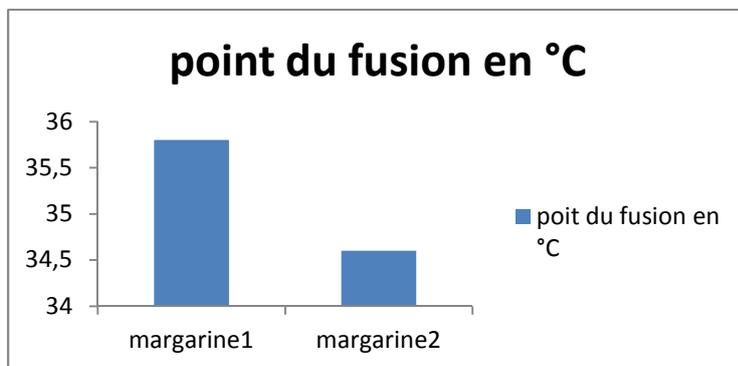


Figure 10: les valeurs des points de la fusion des deux margarines.

V.2.5 Le pH de la phase aqueuse

Les pH de la phase aqueuse pour les deux margarines 1 et 2 sont de l'ordre de (4,2) et (4,4) respectivement, présentés en (**Figure 13**).

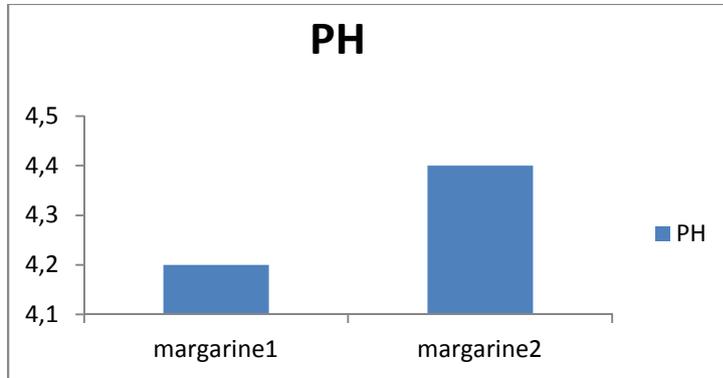


Figure 11 : pH de la phase aqueuse pour les deux margarines témoin et enrichie.

On remarque que les pH des deux margarines sont quasi égaux et que pour ces pH les deux émulsions sont stables.

Sachant qu'il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse(en général on le fixe à 4,0 et 5,5) car d'une part une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes d'autre part ces faibles valeurs conduisent à une sensation acide, qui peut ne pas plaire aux consommateurs d'après **Karleskind et Wolff (1992)**.

V.3 Résistance à l'oxydation accélérée d'après le test Rancimat

L'oxydation des lipides est aujourd'hui bien connue comme un problème de la protection des produits dans l'industrie agroalimentaire et selon **Hidalgo et al.,(2006)** elle tend à réduire la durée de conservation du produit, induit sa palatabilité, fonctionnalité et sa qualité nutritionnelle. La mesure de la stabilité oxydative peut être évaluée par les méthodes d'accélération de l'oxydation et l'une de ces méthodes est le test Rancimat (**Moser, 2009**). Ce test peut prédire la stabilité oxydative de l'huile et ainsi sa durée de conservation (**Hidalgo et al., 2006**).

Les résultats de l'analyse des margarines sont représentés en (**annexe II**) et dans le tableau suivant :

Tableau IX : les résultats de Rancimat des margarines enrichies avec les extraits de ND.

Margarines avec extraits de ND		TIR obtenu exprimé en heures
100ppm de l'extrait aqueux		15,27
150ppm de l'extrait aqueux		14,86
Couplage des extraits (aqueux /huileux)	70/30	15,34
	50/50	15,45

Ils sont présentés sous forme de graphes représentant le temps d'induction en fonction de la conductivité. Le graphe se présente sous forme d'une fonction parabolique. Cette allure est expliquée d'après **Arain et al. (2009)** par le fait que les produits de dégradation volatiles sont piégés dans l'eau distillée induisant ainsi l'augmentation de la conductivité. La période d'induction(TIR) est déterminée à partir du point d'inflexion de la courbe de conductivité.

Nous avons constatés que les valeurs de TIR varient d'un échantillon à l'autre et ils sont représentés en figure ci-après :

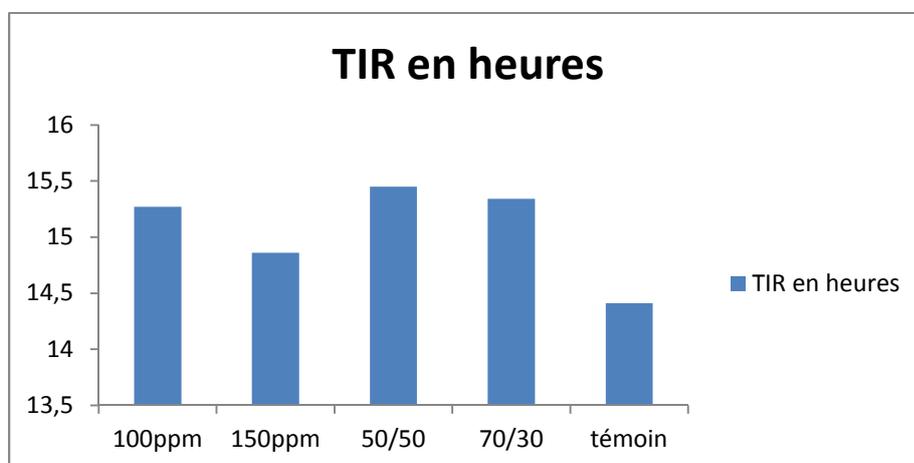


Figure 12: les temps d'induction exprimés en (h) des échantillons de margarine.

Pour l'incorporation séparée le temps d'induction (TIR) le plus court (14,86h) a été relevée pour la margarine incorporée à 150ppm de l'extrait aqueux par rapport à 100ppm (15,27h) mais ces deux valeurs reste toujours supérieures au TIR de la margarine témoin (14,41h) .

Pour l'incorporation couplée des extrait aqueux et huileux le TIR de raport50 /50 (15,45h) est plus important que celui de 70/30 (15,34h).

L'incorporation couplée à donné des résultats meilleur que celle de l'incorporation séparée dans tout les cas ce qui se traduit par une stabilité oxydative importante.

L'interprétation de cette expérience est difficile car le sujet de la pro -oxydabilité est délicat et nécessite un matériel de précision qui n'est pas disponibles au niveau de laboratoire de Recherche et Développement de l'entreprise Cévitral. Toutefois, une pro -oxydabilité de cet extrait au dessus de 150ppm est à suspecter.

Le témoin a révélé la plus petite valeur par rapport aux échantillons. Une résistance supérieure à la normale sera la preuve de la présence d'anti-oxygènes dans le corps gras étudié, et qui prolonge considérablement sa durée de résistance à l'oxydation. Dans notre cas la présence des composés phénoliques maintiennent la stabilité oxydative des huiles.

D'après ces résultats, on peut déduire que l'extrait aqueux des ND contient plus d'antioxydants par rapport aux extraits huileux mais n'empêche qu'ils peuvent réagir en synergie d'où l'amélioration de la résistance à l'oxydation accélérée. Cette stabilité est due d'une part aux composés phénoliques contenu dans les extraits de ND d'autre part à la composition de blend qui fait que la majorité des AG sur les triglycérides sont saturés et qui ne favorise pas les phénomènes d'oxydation et d'après **Farmani et al. (2007)**, l'huile qui contient une plus grande teneur en AGS et une moindre teneur en AGI possède un temps d'induction plus important, alors qu'une réduction plus importante de ce temps est due à la présence d'AGPI. C'est le cas du nos margarines témoin et enrichie qui possèdent un temps d'induction intermédiaire du à la nature des huiles utilisées pour leurs élaboration.

Pour évaluer la qualité des huiles et matières grasses, il est habituel de déterminer leur stabilité à l'oxydation. Le principe du Rancimat consiste à vieillir de façon accélérée les huiles et matières grasses par décomposition thermique. Le temps d'induction ainsi obtenu permet : De caractériser la résistance des composés à l'oxydation De mesurer l'efficacité des antioxydants ajoutés au cours de votre processus.

Conclusion

Ce travail vise à la fois l'obtention et la caractérisation des extraits aqueux et huileux de noyaux de datte Mech-Degla suivi d'une élaboration et l'analyses physicochimique d'une margarine de table à base de ces extraits, et enfin l'analyse de sa résistance oxydative par l'application d'un test d'oxydation accéléré (Rancimat).

L'étude de la caractérisation physicochimique et biologique des extraits de noyaux de datte de la variété sèche Mech-Degla obtenu par extraction avec l'appareil soxhlet permis de faire ressortir les points suivants :

-les résultats de l'extraction montre que les noyaux de datte Mech-Degla présente un rendement en matières grasse de 12,78% avec un taux d'humidité de 5,61% et celui d'extrait aqueux est de 8,58% avec une acidité titrable de 0,312% ;

-les résultats de dosage des composés phénoliques indiquent que les deux extraits constituent une source intéressante en polyphénols avec des concentrations différentes et l'extrait huileux étant riche en caroténoïdes (254,37mg/100g) présente l'activité antioxydante la plus importante.

Ces extraits de noyaux de datte ont une activité antioxydante élevée, cependant ils peuvent être considérés comme des ingrédients fonctionnels dans la formulation d'un produit alimentaire. En effet, un essai de la formulation d'une margarine « BIO » tartinable a été expérimenté.

La caractérisation physicochimique et rhéologique de notre margarine Bio indique la conformité de cette recette enrichie au normes fixés par l'entreprise *Cevital* , et les résultats de test Rancimat montre une amélioration de la résistance à l'oxydation accélérée des margarines enrichie avec les extraits de noyaux de datte.

Par conclusion, vu la teneur en polyphénols constatés dans les deux extraits (aqueux et huileux), nous pouvons exhorter la communauté scientifique algérienne à prendre conscience des trésors de notre pays surtout les merveilles du sud que sont les dattes et leurs sous produits (noyaux).

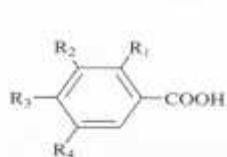
Comme complément a ce travail il sera souhaitable de :

Faire une étude comparative de l'activité antioxydante de ces extraits et de trouver d'autres possibilités pour leurs exploitation. Il ressort de cette étude que ces résultats sont intéressants

et nous incitent à chercher une méthodologie d'extraction plus adéquate pour une application plus appréciable.

Annexe I

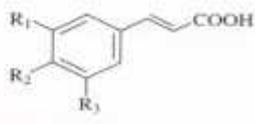
Composés phénoliques



- R₁=R₂=R₃=R₄= H
- R₁=R₂=R₄= H, R₃= OH
- R₁=R₄= H, R₂=R₃= OH
- R₁=R₄= H, R₂= OCH₃, R₃= OH
- R₁= H, R₂=R₃=R₄= OH
- R₁= H, R₂=R₄= OCH₃, R₃= OH
- R₁= OH, R₂=R₃=R₄= H
- R₁=R₄= OH, R₂=R₃= H

- acide benzoïque (non phénolique)
- acide *p*-hydroxybenzoïque
- acide protocatéchique
- acide vanillique
- acide gallique
- acide syringique
- acide salicylique
- acide gentisique

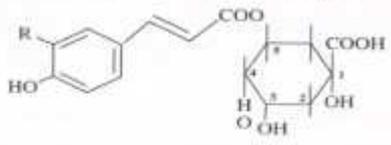
Acides hydroxycinnamiques (= phénylpropanoïdes « »)



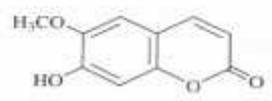
- R₁ = R₂ = R₃ = H
- R₁ = R₃ = H, R₂ = OH
- R₁ = R₂ = OH, R₃ = H
- R₁ = OCH₃, R₂ = OH, R₃ = H
- R₁ = R₃ = OCH₃, R₂ = OH

- acide cinnamique (non phénolique)
- acide *p*-coumarique
- acide caféique
- acide férulique
- acide sinapique

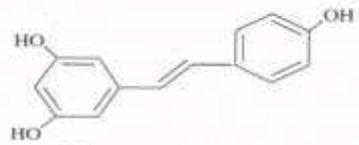
Principaux acides phénoliques



Acide chlorogénique (= 5-caféoylquinique)



Un exemple de coumarine simple :
la scopolétine



Un exemple de stilbène :
le resvératrol

Figure I : Principaux acides phénoliques et quelques uns de leurs dérivés simples

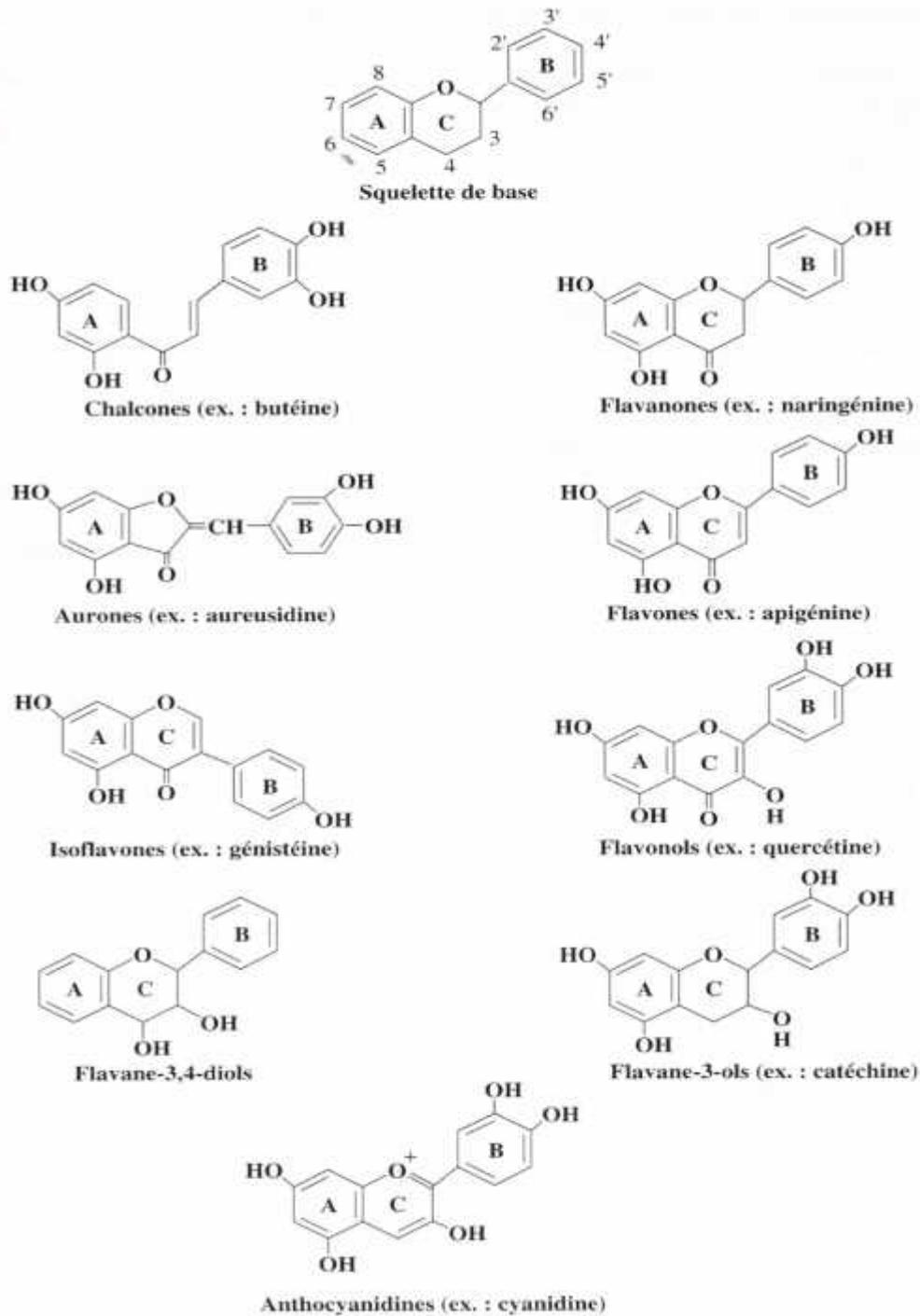
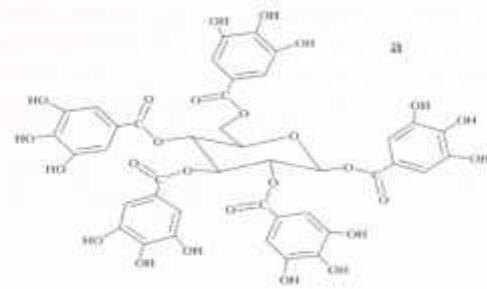
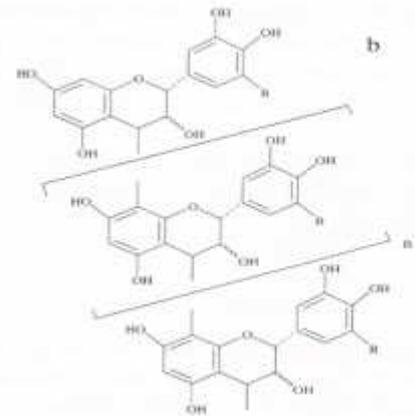


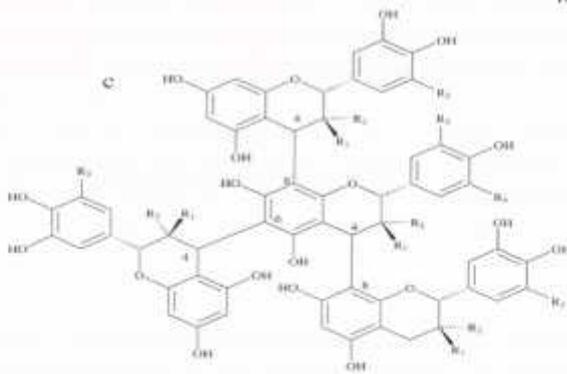
Figure II : Les principales classes des flavonoïdes



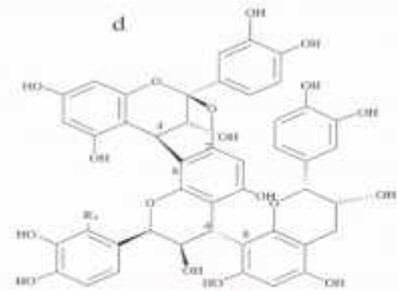
Pentagalloylglucose (l'une des structures de base des tanins hydrolysables)



Exemple de structure d'un tanin condensé
 R = H : unité procyanidine, dérivée de la catéchine
 R = OH : unité prodelphinidine, dérivée de la gallocatéchine



Exemple de structure d'un tétramère de type B



Exemple de structure d'un trimère de type A

R₁ = H et R₂ = OH et R₃ = H : unité procyanidine, dérivée de l'épicatéchine
 R₁ = OH et R₂ = H et R₃ = H : unité procyanidine, dérivée de la catéchine
 R₁ = H et R₂ = OH et R₃ = OH : unité prodelphinidine, dérivée de l'épigallocatéchine
 R₁ = OH et R₂ = H et R₃ = OH : unité prodelphinidine, dérivée de la gallocatéchine

Figure III : Exemples de structures des tanins végétaux

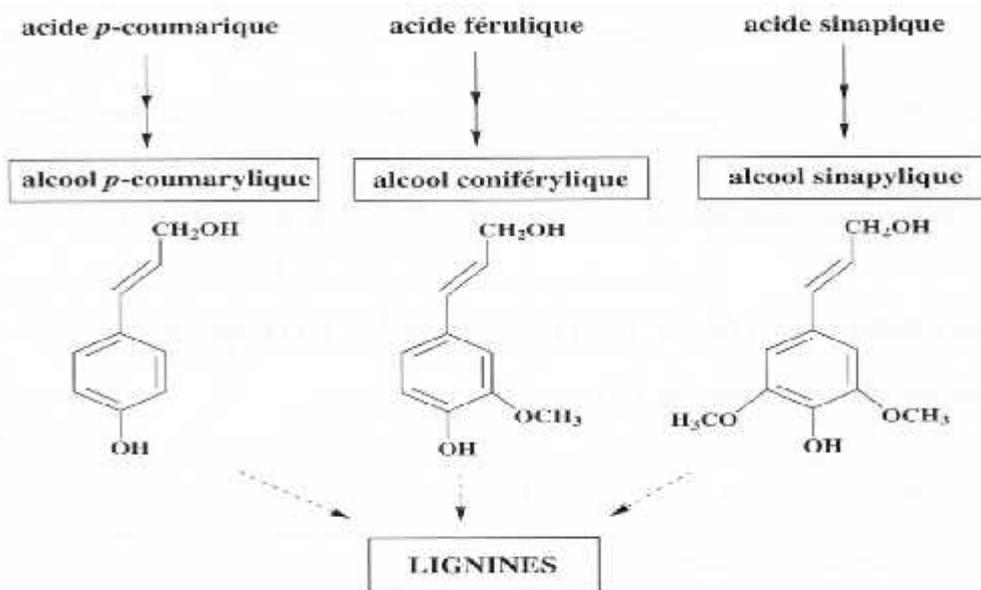


Figure IV : Les monomères constitutifs des lignines

Tableau 1 : principales classes de composés phénoliques d'après (Harborne,1989 ;Machiex et al ,1990)

Squelette carboné	Classe	Exemple	Origine (exemples)
C_6	Phénols simples	Catéchol	Nombreuses espèces
C_6-C_1	Acides hydroxybenzoïques	<i>p</i> -hydroxybenzoïque	Épices, fraise
C_6-C_3	Acides hydroxycinnamiques Coumarines	Acide caféique Scopolétine	Pomme de terre, pomme, Citrus
C_6-C_4	Naphtoquinones	Juglone	Noix
$C_6-C_2-C_6$	Stilbènes	Resvératrol	Vigne
$C_6-C_3-C_6$	Flavonoïdes Isoflavonoïdes	Quercétine, cyanidine Daidzéine	Fruits, légumes, fleurs soja, pois
$(C_6-C_3)_2$	Lignanés	Pinorésinol	Pin
$(C_6-C_3)_n$	Lignines		Bois, fruits à noyau
$(C_6-C_3-C_6)_n$	Tanins condensés		Raisin, kaki

Tableau 2 : représente quelques propriétés biologiques liées à certains composés phénoliques (T Bahorun, 1996).

Polyphénols	activités	Auteurs
Acides Phénoliques	Antibactériennes, Antifongiques et Antioxydantes	Hayase et Kato,1984 Ravn et al.,1984
Coumarines	Protectrices vasculaires et antioedémateuses	Mabry et ulubelen,1980
Flavonoides	Antitumorales, Anticarcinogènes, Anti-inflammatoires Hypotenseurs et diurétiques Antioxydantes	Stavric et Matula ,1992 Leake ,1998
Anthocyanes	Protectrices capillaro-veineux	Linden et Lorient,1994
Proanthocyanidines	Effets stabilisants sur le collagène, Antioxydantes, Antitumorales, Antifongiques et Anti-inflammatoires	Brownlee et al,1992 Bahorun et al.,1996
Tannins galliques et catéchiques	Antioxydantes	Murray et al.,1994

Tableau 3 : La teneur en acides gras de différents HND est récapitulée dans le tableau

Auteurs		Al- Showiming (1990)	Al-Hooti et <i>al.</i> (1998)	Al-shahib et Marshall (2003)	Besbes et al. (2004a)
Acides gras					
Acides gras saturés	C ₈ :0	-	-	-	-
	C ₁₀ :0	6,3-7,1	6,3-7,1	0-0,8	0,07 – 0,8
	C ₁₂ :0	5,2-10,5	5,2-10,9	0-6	5,81 - 17,8
	C ₁₄ :0	5,3-13	5,3-13,0	8,4-24,1	3,12 – 9,84
	C ₁₆ :0	10,6-12,00	10,6-12,00	10,7-12,7	10,9 -15,0
	C ₁₇ :0	1,4-3,7	1,4-3,7	11,1-13,0	-
	C ₁₈ :0	0,7-3,0	0,7-3,0	-	3,0 – 5,67
	C ₂₀ :0	0,5-0,8	0,5-0,8	2,8-4,8	-
	C ₂₁ :0	0,6-0,7	0,6-0,7	-	-
	C ₂₂ :0	-	-	-	-
	C ₂₃ :0	-	-	-	-
Acides gras insaturés	C ₁₄ : 1	0,1 - 0,5	57,1 – 58,3	-	-
	C ₁₆ : 1	42,6 - 56,9	11,6 – 58,8	40,6 – 52,8	0,11 – 1,52
	C ₁₈ : 1(9)	0,2 - 3,4	-	6 – 10,1	41,3 – 47,7
	C ₁₈ : 2	0,3 - 1,3	0,1 – 0,2	-	12,2 – 21,0
	C ₁₈ : 2(9, 12)	-	-	-	0,81 – 1,68
	C ₁₈ : 3	-	-	-	-

Annexe II

Résultats

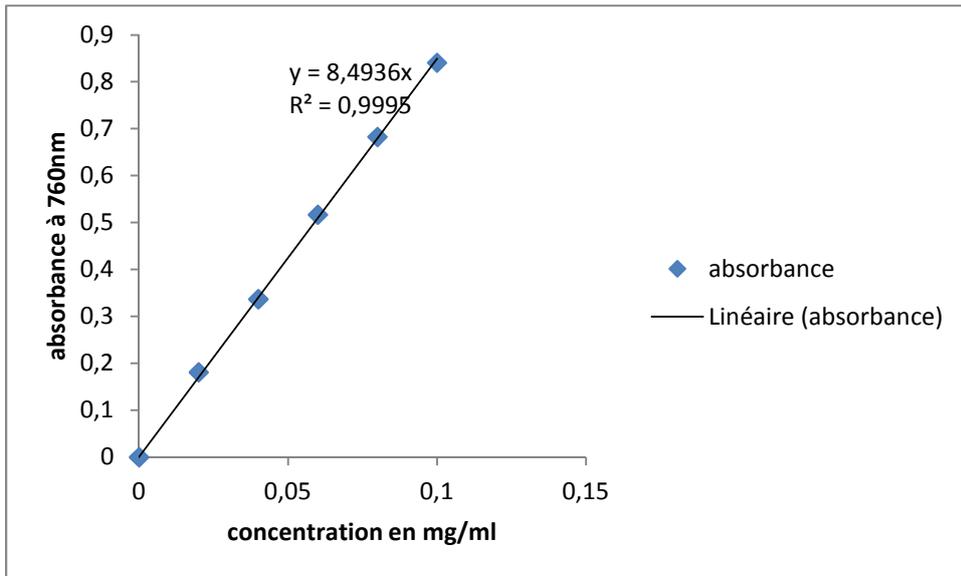


Figure I.1 : courbe d'étalonnage polyphénols totaux

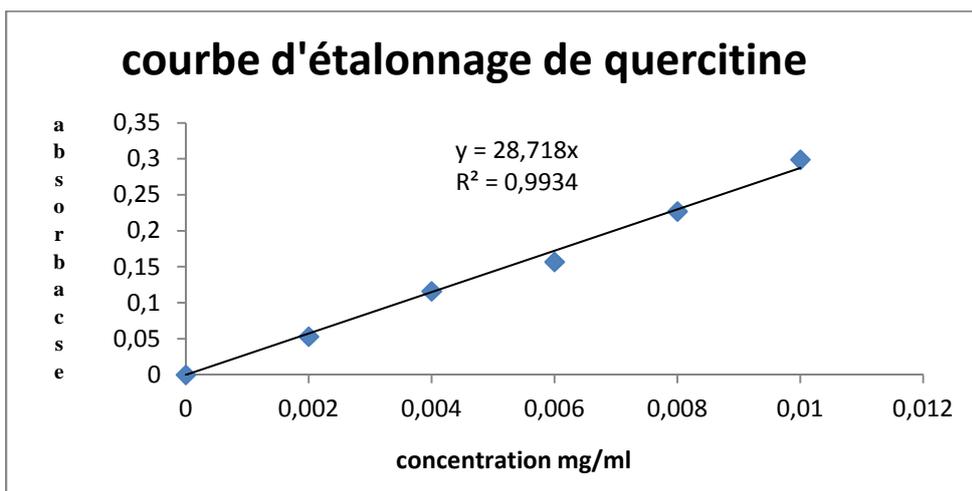


Figure I.2 : courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

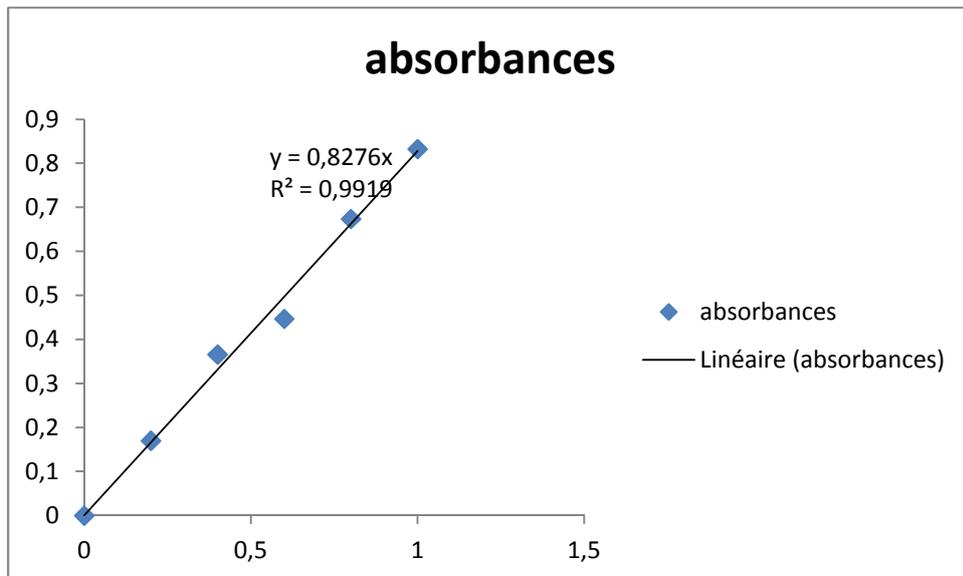


Figure I.3 : courbe d'étalonnage des caroténoïdes

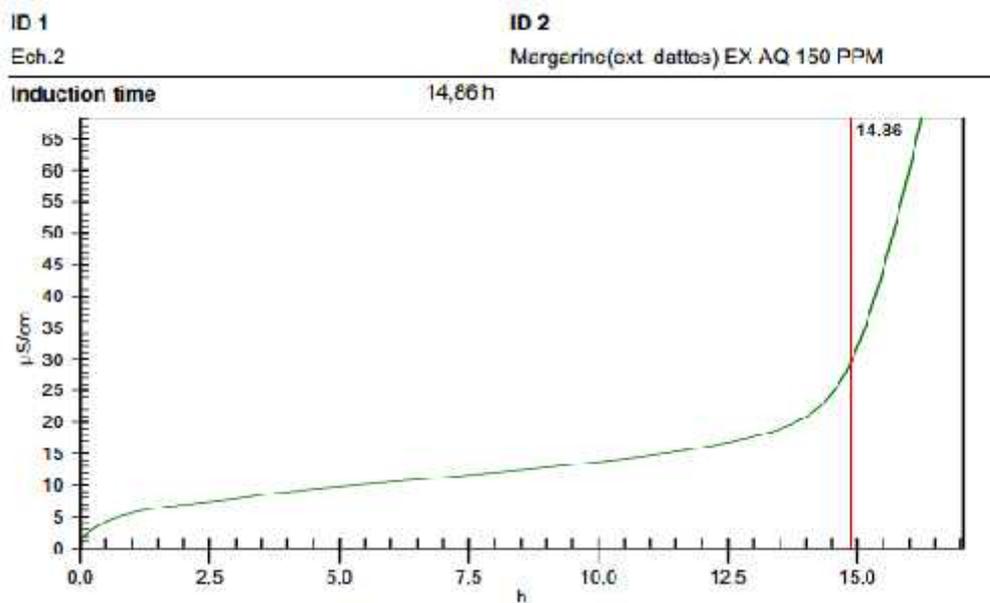


Figure I.4 : courbe de la stabilité oxydative au teste Rancimat à 150ppm pour l'extrait aqueux.

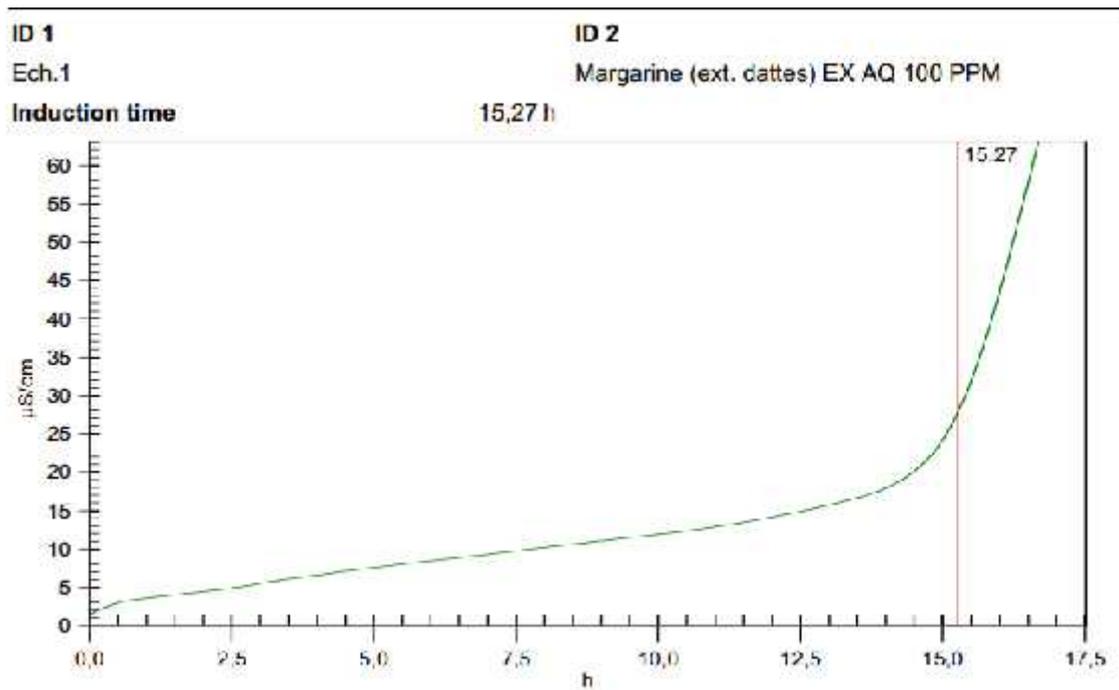


Figure I.5 : courbe de la stabilité oxydative au teste Rancimat à 100ppm pour l'extrait aqueux.

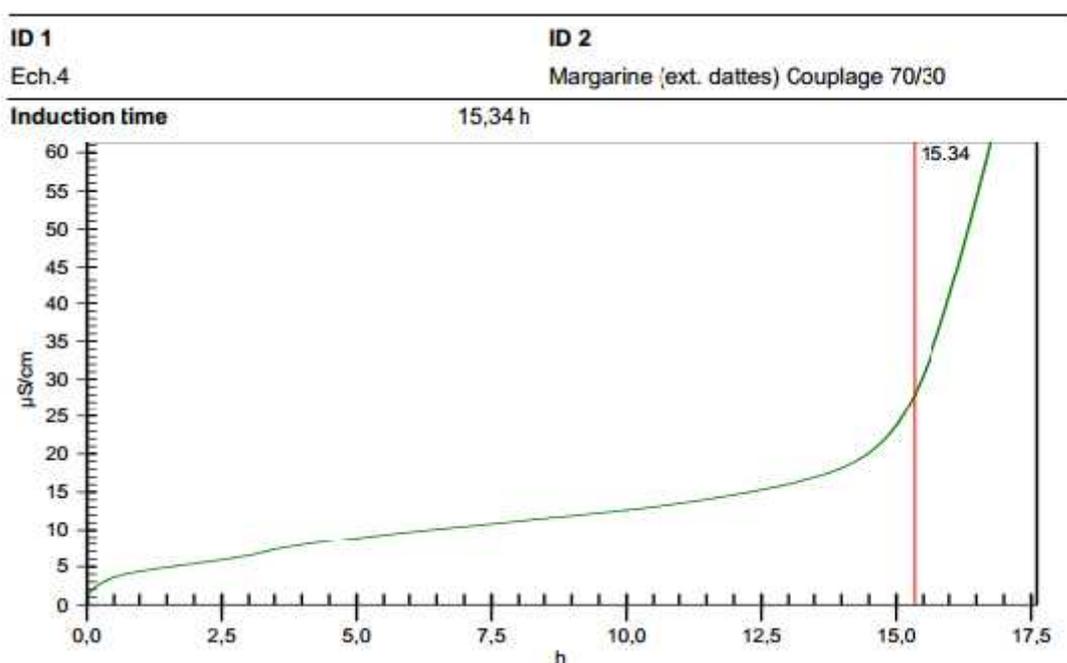


Figure I.6 : courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat à 70/30 ppm pour le couplage des deux extraits aqueux/huileux

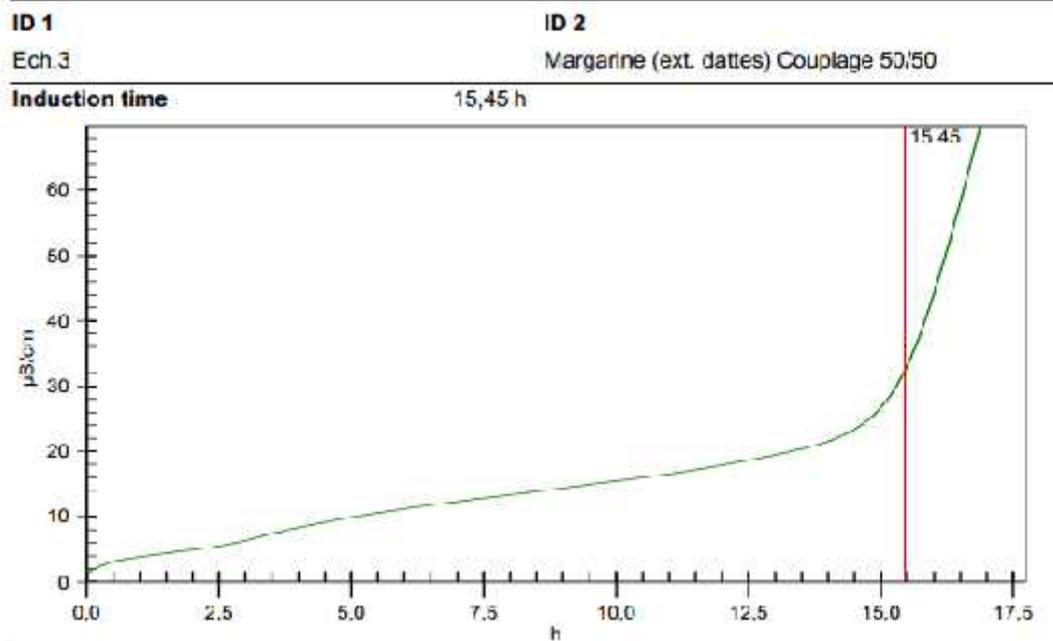


Figure I.7 : courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat à 50/50 ppm pour le couplage des deux extraits aqueux/huileux

Annexe III

Appareils utilisés



Photo I : l'Appareil Soxhlet



Photo II: Centrifugeuse du laboratoire



Photo III : le Vortex



Photo IV : Appareil Soxhlet



Photo V: Balance analytique



Photo VI : Un Spectromètre RMN



Photo VII : Balance de précision



Photo VIII : Broyeur Electrique

A

Abdel Nabey A.A, 1999.chemical composition and oil characteristics of date pits of six Egyptian cultivars.Alexandria journal of agricultural research .Vol.44, No.1.

Abdullah M., Salah S., E., 1999. Fruit Physical characteristic of date palm cultuvars grown in three Libyan Oses. pp. 662-669.

Acourene S., Tama M., 1997. Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de Datte de la région des Zibans.Recherche Agronomique,N° 1.Ed.INRAA ,59-66.

Addoun A., Merzougui Z. et Belhachemi M., 2000. Préparation et caractérisation de matériaux a grand pouvoir absorbant. Thèse Magistère.

Al-Farsi A.M., Lee C.Y., 2008. Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds.Food Chemistry, vol.108, pp. 977-985.

Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid C.M., Al-Shoaily K., Mansorah Al-Amry., Al-Rawahy F., 2007.Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and there by-products. Food Chemistry,vol. 104, pp.943–947.

Alhamed Y.A., 2009. Adsorption kinetics and performance of packed bed adsorber for phenol removal using activated carbon from dates' stones.J.Hazar.Mater.10.1016/j.05.002;

Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H., 1998. Physicochemical characteristic of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*, vol. 35, pp. 44-46.

Almana H.A., Mahmoud R.M., 1994. Palme date seeds as an alternative source of dietary fibre in Saudi bread.Ecology of food and nutrition ,vol.32,pp.261-270.

Al-Qarawi A.A.,Abdel-Rahman H., Ali B.H., Mousa., H.M., El-Mougy S.A., 2005. The ameliorative effect of dates (phoenix dactylifera L.) on ethanol-induced gastriculcer inrats.*journal of Ethanopharmacologie*,vol.98,pp.313-317.

Al-Shahib W., Marshall R.J., 2003. The fruit of date palm: its possible use as the best food for the future.*International Journal of Food Sciences and Nutrition* ,vol.54.pp.247-259.

Al-Showiming S.S., 1990. Chemical composition of some date palm seeds (Phoenix dactylifera L.) in Saudi arabia. Arab Gulf J.Sci Res. Vol. 8, pp. 15-24.

Al-Turki S.M., 2008. Antioxidant proprieties of Date Palm (Phoenix dactylifera L.) cultivars Département of Horticulture and landscape architecture.

Amellal H., 2008.Aptitude technologiques de quelques varies communes de dattes, formulation d'un yaourt naturellement sucré et aromatisé. Thèse doctorat, université M'hamed Bougara -Boumerdes.

Anonyme.,2013.Fiche technique huile végétale vierge de dattier du désert Bio.

Arain S., Sherazi S.T.H., Bhangar M.I., Talpur F.N. et Mahesar S.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.*, vol. 484 : pp. 1-3.

Attia H., Hentati B., 2007. Date seed oil limit oxidative injuries induced by hydrogen peroxide in human skin organ. *BioFactors*, vol. 29, pp. 137-145.

B

Banat F., Sameer Al-Asheh, Leema Al-Makhadmeh., 2003. Evaluation of the use of raw and activated date pits as potential adsorbents for dye containing waters. *Process Biochemistry*, vol. 39, pp. 193-202.

Barorun, T., Gressier, B., Trotin, F., Brunet, C., Dine, T., Luyckx, M., Vasseur, J., Czin, M., Can, J.C., Pinkas, M., 1996. Oxygène species scavenging activity of phenolic extracts from hawthorn fresh plant organs and pharmaceutical preparations *Arzneimittelforschung*. 46(11), 1086-1089.

Barrevelde W H., 1993. Date Palm Products. *Agricultural Services Bulletin*, N° 101, FAO, Rome, 39p.

Berset, C., 2006. Polyphénols en Agroalimentaires, antioxydant phénoliques, Ed. TEC & DOC, Lavoisier, Paris, pp 265-289.

Besbes S, Christophe Blecker, Claude Deroanne, Neila bahloul, Georges Lognay, Nour-eddine Drira et Hamadi Attia., 2004 b. Date seed oil phenolic, tocopherol and Sterol profiles'. *Journal of Food Lipides*, vol. 11, pp. 251–265.

Besbes S., Christophe B., Claude D., Georges L., Nour-Eddine D., Hamadi A., 2005. Heating effects on some quality characteristics of date seed oil. *Food Chemistry*, vol. 91, pp. 469–476.

Besbes S., Christophe B., Claude D., Nour-Eddine D., Hamadi A., 2004a. Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction, *Food Chemistry*, vol. 84, pp. 577–584.

Bouanani, S; Zeggar, M ; Alouadi, S., 2007. Valorisation des noyaux de dates (*Phoenix dactylifera*) variété Degla Baida par fractionnement des polysaccharides. *Revue des régions arides*, 2007, pp. 40-45.

Bouchelta C., Mohamed .M., Odil B., Jean-Pierre B., 2008. Préparation and caractérisation of activated carbon from date stone by physical activation with steam. *J.Anal.Appl.Pyrolysis* 82.70-77.

Boudries H., Kefala P., Hornero Mendez D., 2007. Carotenoides composition of Algerian date varieties (*Phoenix dactylifera*) at different edible maturation stages. *Food Chemistry*, 101 :1372-1377.

Boulekbache L., 2005. Profil GC-MS des polyphénols d'une plante médicinale : Eucalyptus globulus. Thèse de Magister. Université de Bejaïa, 71p.

Bozan B., Tosun G., Ozcan D., 2008. Study of polyphenol content in the seeds of red grape (*Vitis vinifera* L.) varieties cultivated in Turkey and their antiradical activity. Food Chemistry 109 426-430.

Butler, F. et McNulty, P. 1995. Time dependant rheological characterization of buttermilk 5°C. Journal of food Engineering, 25(4), 569-580.

C

Cansell, M., Leal Calderon, F., El Moueffak, H et Orliac, S., 2007. Etude bibliographique. In «Etude de la cristallisation de la matière grasse laitière anhydre : influence de l'émulsification et de la pascalisation». 9 p

Chaira N., Ferchichi A., Mrabet A., Sghairoun M., 2007. Chemical Composition of the

Chan A.C., 1998. Vitamin E and Atherosclerosis. Recent Advances in Nutritional Science, pp. 1593-1595.

Cheftel, J-C et Cheftel, H., 1977. Les principaux systèmes biochimiques alimentaires-comportement au cours des traitements. In «Introduction à la Biochimie et à la technologie des aliments». Tec et Doc-Lavoisier, Paris, ISBN : 2-85206-827-3, pp. 254- 264..

Chehma, A., et Longo., H.F., (2001) . Valorisation des sous produits du palmier dattier en vue de leur utilisation en alimentation du bétail. Revue des énergies renouvelables »U.N.E.S.C.O ». Numéro spécial ; Biomasse : production et valorisation . pp59.

D

Dammak I., Ben Abdallah F., Boudaya S., Besbes S., Keskes L., El Gaied A., Turki H.,

Darleen a., Demson R., Sexton M., Gorman . , Reid J.S.G., 1985. Structure and biochemistry of Endosperm Breakdown in Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Seeds. Protoplasma. 126:159-167.

denrées alimentaires et cosmétiques. In «Manuel suisse des denrées alimentaires». MSDA. 1

Devshony S., Eteshola E., Shani A., 1992. Characteristics and Some Potential applications

Dia, K., Munier, M et Vandredeuil, D., 2001. Autres valorisations de la matière grasse laitière. In «Valorisation de la matière grasse laitière». Université de Lille. 19.

Djerbi M., 1994. Précis de phoéniculture. F.A.O. Rome, 192 p.

Djouab A., 2007. Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Mémoire de magistère, Université M'hamed Bougara –Boumerdes.

E

El Nemer A., Khaled A., Abdelwahab O., El-Sikaily A., 2007. Treatment of wastewater containing toxic chromium using new activated carbon developed from date palm seed. *J. Hazard. Mater.* .doi:10.1016/j.jhazmat.2007.06.091 (in press).

El-Shazly K., Ibrahim E.A., Karam H ;A.,2009. Nutritional Value of Date Seeds for sheep. *J Anim Sci* 1963.22:894-897.

Etournaud, A., Aubort, J-D., Auderset, P., Buxtorf, U-P et al., 1992. Colorants pour

F

F.Zwobada, 1992. Manuel des corps gras , substituts des corps gras, Ed. TEC & DOC, Lavoisier, pari Vol 2, pp 1007-1011.

Faur L.,1992. Manuel des corps gras, Transformation des corps gras à des fins alimentaires. Ed. TEC et DOC, Lavoisier, Paris. pp. 938- 984. ISBN : 2-85206-662-9

Flesh and the Pits of Date Palm Fruit and Radical Scavenging Activity of Their extracts.

Fomuso L. B. ; Akoh C. C., 2002. Lipase-catalyzed acidolysis of olive oil and caprylic acid

François, R., 1974. Huilerie. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris,

François, R., 1974. Margarine. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier,

G

Garcia F.,Alonson A.,Tascon J.,2002.Pyrolysisof apple pulp :chemical activation with phosphoric acid .*JAnal appl Pyrol.*63 :283-301.

Geller ,D.P.,et Goodrum , J.W., 2000.Rheology of vegetal oil analogs and triglycerides.*Journal of American Oli chemist's society*,77,111-114.

grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin.

Gualtieriet M., Rapaccini S.,1994.Date stones in broiler's feeding in technologie de la date .Ed.Gridao,p35.

Gülcin İ., Oktay M., Kirreçci E. et Küfrevioglu Ö. I., 2003.Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum L.*) seed extracts .*Food chemistry*, vol. 83, pp. 371-382.

Gustone ,F.D., Harwood ,J. L., Padley ,F.B.(Eds),1986.The lipid handbook London: Chapman et Hall.(pp.81).

Gutfinger T., 1981. Polyphenols in olive virgin oils. *J.A.O.C.S.*, vol.58, pp. 966–968.

H

Hagerman A.E., Butler L.G., 1989. Choosing appropriate methods and standards for assaying tannin. *Journal of chemical Ecology*, 15(6), pp1795-1810.

Hamada J.S., Hashim I.B., Sharif F;A., 2002. Preliminary analysis and potential uses of date pits in foods. *Food Chemistry*, vol.76, pp. 135-137.

Hames.B.D , *L'essentiel en biochimie* .(Ed)BERTI.Paris,2000.

Hamia C., 2007. contribution à la composition et à l'étude chimique de l'huile du fruit d'Arganier « *Argania spinosa* ».université Kasdi Merbah Ouargla.

Harborne, J.B., "the flavonoids", Mabry ,T.M.,Mbray H.(Eds),Chapman and Hall,London,1975.

Hastya A.h., Gruena M.L., Terry E.S., Surmia B.K., Atkinson R.D., Gaob L. et Morrow J.D. 2007 .Effets of vitamines E on oxidative stress and atherosclerosis in an obese hyperlipidemic mouse model .*Journal of nutritional biochemistry*, 18:127-133.

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. *J. Agric. Food Chem*, vol.54, pp. 5461-5467.

Hoellinger, H., 2002. Introduction. In «Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires». Lavoisier, Paris, pp. 1-21.

Hsu, S. Y., Yu, S. H., 2002. Comparisons on 11 plant oil fat substitutes for low-fat kung-wans. *Journal of Food Engineering* ,vol.51, pp. 215–220.in a bench-scale packed bed bioreactor.*Food research international*, vol.35, N°1, pp. 15-21.

J

Jean, J.M., Annie F., Pascale S.M., 2006. les polyphénols en agroalimentaires ,pp1-26.

Jang, M. ,Cai,L.and Vdeani,G.O., "Cancer Chimio preventive Activity of Resverstrol, A Naturel products Derived from Grapes", *Science*, V.275,(1997),218-220.

Jassim S.A. A., Naji M.A., 2007. In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (*Phoenix dactylifera* L.) Pits on a *Pseudomonas* Phage. General Authority for Health Services for the Emirate of Abu Dhabi *Journal of Ethnopharmacology*, vol.98, pp. 313-317.

Juntachote T., Berghofer E., Siebenhandl S., Bauer F., 2006. The antioxidative properties

K

Karabulut I., Turan S., 2006. Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. *Journal of Food Composition and Analysis*, vol. 19, pp 55-58.

Karleskind. A., 1992.Manuel des corps gras .Ed. TEC & DOC, Lavoisier, paris ,Tome 1et
Tome 2,pp1579.

Khalifa ,A,1980.Effet of source of pollen on the physical and chimical quality of (Amhat)
date variety .date palm Journal,Vol.2(2),p88-92.

Khalil ,K.E.,Abd-El- Bari,M.S,Hafiz,N.E,Ahmed ,E.Y.,2002.Production ,evaluation and
utilization of date syrup concentrate ‘Dibis).Egypt.J.Food Sci,30,2,179-203.

L

Lecheb F., 2007. Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière

Leyral, G et Vierling, E., 2001. Conservation des aliments. In «Microbiologie et
toxicologie des aliments, hygiène et sécurité alimentaires». Doin, Paris. 146p.

Lisu Wang¹ , Jui-Hung Yen ¹,Hsiao-Ling Liang³ and Ming-Juan Wu ¹.Antioxidant
Effect of Methanol Extracts from Lotus Plumule and Blossom (Nelumbo nucifera
Gertn.).Journal of Food and Drug Analysis, Vol.11, No.1, 2003, p60-66 2002)

Lu Curto S., Dugo G., Mondello L., Errante G.and Russo M.T.2001.Valorisation in
tocopherol content in Italian virgin olive oil .Italian Journal of Food Science,(2):221-223.

M

Macheix.J.J., Annie F., Sarni-Manchado P, 2006. Les polyphénols en
agroalimentaire,composés phénoliques dans la plante .Ed. TEC & DOC, Lavoisier, paris,
pp2-26

Mansouri A., Embarek G, Kokkalou E, Kefals P.,2005.Phenolic profile and antioxidant
activity of the Algerian ripe date palm fruit(Phoenix dactylifera).Food Chemistry.89,411-420.

Marinova, E.M., Yanishlieva, N.V., 2003. Antioxidant activity and mechanism of action of
some phenolic acids at ambient and high temperature. Food Chemistry, vol. 81, pp.189 -197.

Miuda-martus et al.(2011)

Moksiomovic et al.,(2005)

Mole S.,Waterman P.G. (1987). Tonic acid proteolic enzymes: enzyme inhibition

Moser, 2009).

Niki, E., Chem. Phys. Lipids, Antioxidants in relation to lipid peroxidation, V.40,(1987), 227-
253of Date Palm ((Phoenix dactylifera.L.) Seeds and Seed Oil. J.A.O.C.S., vol. 69, N°6,
pp.595-597.

O

Ohshima T., 2003. lipides et corps gras alimentaires, quel avenir pour les antioxydants naturels .Ed .TEC & DOC, Lavoisier paris, pp 376-398.

Ollé M., 2002. Analyse des corps gras. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés, pp. 332 – 345. Pakistan Journal of Biological Sciences, vol.10, N°13, pp. 2202-2207. Paris, pp. 290-291.

P

Perrin, J-L., 1992. Détermination de l'altération dans « Manuel des corps gras ». Ed. TEC & DOC, Lavoisier, Paris, vol.2, pp. 1198-1218. phenol removal using activated carbon from dates' stones. J. Hazard. Mater 10.1016/j.05.002;

Platon J.F ,2003. lipides et corps gras alimentaires ,émulsion et mousse alimentaires, Ed. TEC & DOC, Lavoisier, paris ,pp317-353

R

Rahman M.S, Kasapis S, Al-Kharusi N.S.Z, Al-Marhubi I.M, Khan A.J., 2007. Composition characterisation and thermal transition of date pits powders. Journal of Food Engineering, vol.80, pp.1– 10.

Rahmani M., 2007, Methodes D'évaluation De La St abilité Oxydative Des Lipides. Institut Agronomique et Vétérinaire Hassan II Département des Sciences Alimentaires et Nutritionnelles.

Ribeiro A.P.B., Basso R.C., Grimaldi R., Gioielli L.A. et Aparecida Guaraldo Gonçalves L., 2009. Instrumental Methods for the Evaluation of Interesterification of Fats. Food Anal. Methods. Vol.2, pp. 282-302.

Ribéreau-Gayon, 1968 ; Ribéreau-Gayon P., 1968. Les composés phénoliques des végétaux. Ed. Dunod, Paris, pp. 173 - 201.

Richard et al., 2001. Elements de biologie végétale. Fou Cher, Paris, 164 p.

Rygg G L., 1953. Factors affecting the spoilage of dates at room temperature. Annu, Rep, Date Groxers' inst., 30; 10-14p.

S

Sacan et Yanardag(2010)

Salvador, M.D., Aranda, F., Gomez-alonso, S. et Fregapane, G., 2003. Influence of extraction system, production year and area on Cornicabra virgin olive oil: A study of five crop seasons. Food Chemistry. Vol.80, pp. 359–366.

Sanogo T., Reynal B., 2006 . les polyphénols en agroalimentaire ,aspects législatifs .Ed. TEC & DOC, Lavoisier paris, pp 341-359.

Sass-Kiss A., Kiss J., Milotay P., Kerek M.M., Toth-Markus M., 2005. Differences in anthocyanin and carotenoid content of fruits and vegetables. *Food Research International*, vol.38, pp. 1023 - 1029.

Scalbert,A.et Williamson,G.,2000.Chocolate:Modern Science Investigates an ancient Medicine Dietary Intake and Bioavailability of polyphenols..*Journal of Nutrition*,130,2073-2085.

Schuler. P, Naturel antioxidants exploited commercially.food antioxidants, hudsonB.J.F (éd), Elsevier.amsterdam, 99-170, 1990.Szent-Gyorgyi 1928)

substrat derivation, *Photochemistry*, N° 26, pp. 99- 102.

y

Youccif e,A.k.,Benjamin ,N.D., Kado,A.,Alddin,S.M.,Ali,S.M.,1996 .Chemical Composition of four Iraqi Date Cultivars.*Date Palm Journal*,1(2),285-297.

Résumé

Le présent travail porte sur la caractérisation des extraits de noyaux de datte de la variété sèche Mech-Degla et la possibilité de leurs valorisations par incorporation dans une formulation alimentaire margarine de table.

Les extraits de noyaux de datte obtenus par extraction au soxhlet sont riches en matière grasse qu'en extrait aqueux et présentent des teneurs remarquables en composés phénoliques: teneur en polyphénols totaux (11,74 ; 5,34mgEGA/100g MS), flavonoïdes (10,12 ;1,59mg/100gMS),tanins condensés (12,06 ;5,3mg/100g MS),tanins hydrolysables(0,01 ;0,018mg/100gMS) pour l'extrait aqueux et huileux respectivement. Ces extraits montrent par ailleurs, une activité antiradicalaire (DPPH) significative avec un taux d'inhibition de 49,12% pour l'extrait aqueux et 66,12% pour l'extrait huileux.

La margarine est connue pour sa sensibilité à l'oxydation car elle est pauvre en certains éléments essentiels et qui peuvent être apportés par les extraits de noyaux de datte Mech-Degla, une recette de margarine additionnée avec ces extraits a été élaborée à l'échelle industrielle.cette dernière a montré des caractéristiques physicochimiques conformes aux normes de l'entreprise *Cevital* alors que sa résistance oxydative est beaucoup améliorée lors de l'incorporation des extraits simultanément.

Par conclusion,vu la teneur en polyphénols constatés dans les deux extraits (aqueux et huileux),on pourrait exhorter la communauté scientifique algérienne à prendre conscience des trésors de notre pays surtout les merveilles du sud que sont les dattes et leurs sous produits (noyaux).

Mots clés :Valorisation, noyaux de datte, polyphénols, margarine ,extrait aqueux, extrait huileux, activité antioxydante.

Abstract

This work focuses on the characterization of extracts cores date of Mech-Degla and the possibility of their valuations by incorporating dry variety in food formulation table margarine.

Extracts of nuclei obtained by date soxhlet extraction are rich in fat than aqueous extract and show remarkable levels of phenolic compounds: total polyphenol content (11.74, 5.34 mgEGA/100g MS), flavonoids (10, 12; mg/100gMS 1.59), condensed tannins (12.06, 5.3 mg/100 g DM), hydrolysable tannins (0.01, 0.018 mg/100gMS) to extract water and oil respectively. These extracts also show a radical scavenging activity (DPPH) with an aqueous significant inhibition rate of 49.12% to 66.12% for extract and oil extract.

Margarine is known for its sensitivity to oxidation because she and poor some essential and can be made by the nuclear extract of date Mech-Degla, a recipe margarine supplemented with these extracts was developed at the scale last industriel. This dernière has shown the physicochemical characteristics consistent with company standards Cevital while its oxidative resistance is greatly improved when incorporating extracts simultaneously.

In conclusion, given the content polyphénols observed in both extracts (water and oil), we urge the Algerian pourrait scientific commonality aware of the treasures of our country especially the wonders of the South that are the dates and their by-products (cores).

Key words: Valuation date cores, polyphenols, margarine, aqueous, oily extract, antioxidant activity.

