

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



جامعة بجاية  
Tasdawit n Bgayet  
Université de Béjaïa

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie  
Département de Sciences Alimentaires  
Laboratoire de Biomathématique, Biochimie, Biophysique et Scientométrie

## THÈSE

### EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE DOCTORAT

Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie      Filière : Sciences Alimentaires

Spécialité : Sciences des Corps Gras

Présentée par

M<sup>lle</sup> SADOU Dyhia

### *Thème*

**Elaboration d'une margarine enrichie en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel : formulation, caractérisation, propriétés biologiques et suivi de la stabilité oxydative**

La soutenance aura lieu le 18/10/2025 au niveau de la salle 2

Soutenue le :

Devant le Jury composé de :

Nom et Prénom

Grade

M<sup>lle</sup> BRAHMI Fatiha

Professeur

Univ. De Bejaia

Présidente

M<sup>me</sup> AMESSIS-OUCHEMOUKH Nadia

Professeur

Univ. De Bejaia

Rapporteure

M<sup>me</sup> YDJEDD- CHAALAL Siham

MCA

Univ. De Constantine 1

Examinatrice

M<sup>me</sup> MEDOUNI -ADRAR Sonia

MCA

Univ. De Bejaia

Examinatrice

Année Universitaire : 2025/2026

---

# *Remerciements*

---

La réalisation de cette thèse a été possible grâce à Dieu, le tout puissant et le miséricordieux, qui m'a accordé la santé, la patience, la force et le courage nécessaires pour mener à bien ce travail. Je rends grâce à Dieu pour m'avoir entouré de personnes bienveillantes, sans qui ce modeste travail n'aurait pu être achevé, et à qui je voudrais témoigner mes sincères remerciements et reconnaissances.

Mes remerciements les plus chaleureux vont à mes chers **parents**, ainsi qu'à mes frères **Koceila** et **Faouzi**, pour leur accompagnement indéfectible tout au long de mon parcours. Leur soutien moral, leurs encouragements constants, leurs conseils judicieux, leurs prières sincères et leur affection m'ont été d'un appui inestimable. Je vous suis profondément reconnaissante, et je ne vous remercierai jamais assez.

Ma gratitude profonde s'adresse à madame **Pr. AMESSIS-OUCHEMOUKH Nadia**, ma directrice de thèse, pour la confiance qu'elle m'a témoignée en me confiant ce sujet de recherche. Ses conseils éclairés, ses remarques constructives et sa rigueur scientifique m'ont été d'une aide précieuse tout au long de cette étude. Je lui suis également reconnaissante pour sa disponibilité, son écoute et son accompagnement bienveillant.

Je tiens à adresser mes plus sincères remerciements aux **membres du jury, Pr. BRAHMI Fatiha, Dr YDJEDD- CHAALAL Siham, et Dr MEDOUNI -ADRAR Sonia**, pour l'intérêt qu'ils ont porté afin d'évaluer ce travail. Leurs remarques, critiques et suggestions ne pourront être que constructives et enrichissantes, et contribueront, sans aucun doute, à améliorer la qualité de cette thèse. Qu'ils trouvent ici l'expression de mon profond respect.

Je remercie sincèrement tous les membres du laboratoire de biochimie alimentaire, au sein duquel j'ai eu le plaisir de travailler. Mes remerciements vont à Monsieur **OUCHEMOUKH Salim**, Monsieur **BACHIR Bey Mostapha**, et Madame **NIGUEROU Lila**, pour leur co-encadrement, leur accompagnement, leurs conseils pertinents et leur disponibilité constante. Je tiens également à exprimer toute ma gratitude à l'ensemble des membres du laboratoire 3BS, aux ingénieurs, ainsi qu'à tous mes collègues doctorants pour

leur soutien, leur collaboration et l'ambiance de travail enrichissante que nous avons partagée.

Je tiens à exprimer ma vive reconnaissance à l'ensemble du personnel de l'entreprise **Cevital**, et plus particulièrement à Monsieur **HADJAL Samir**, directeur de Recherche & Développement, pour son accueil, sa disponibilité, son écoute, ses conseils éclairés et ses orientations précieuses. Je remercie également toute l'équipe du laboratoire R& D : Monsieur **ZERWAL Brahim, ATMANI Toufik et Lwiza**, pour leur assistance technique, leur coopération et leur bienveillance.

Je souhaite également exprimer toute ma gratitude à Madame **Pr. FIERRIRA DIAS Suzana** de l'Institut Supérieur d'Agronomie de Lisbonne (Portugal), pour sa précieuse collaboration et sa contribution dans la réussite de ce travail. Sa gentillesse, sa disponibilité et son soutien constant m'ont profondément marquée. Un remerciement tout particulier va également au Pr. **ALVES Vitor**, du même institut, pour m'avoir aidé dans la réalisation de la partie rhéologique.

Mes remerciements s'adressent également au **Pr. LOPPI Stefano** de l'Université de Sienne (Italie), pour son accueil chaleureux, sa générosité, sa bienveillance et son soutien durant mon séjour dans son laboratoire. Merci également au Dr Riccardo Fidelli pour sa gentillesse, sa disponibilité et son accompagnement.

Je remercie chaleureusement Monsieur **KHENACHE**, directeur de l'entreprise cosmétique **Romaise**, pour son aide précieux dans l'extraction de l'huile de lentisque et pour la mise à disposition du matériel nécessaire.

Mes remerciements s'adressent également à **mes collègues et chers ami (e)s**, chacun et chacune d'entre vous, pour votre présence, votre aide, vos échanges enrichissants et votre camaraderie tout au long de ce parcours. Même sans vous nommer individuellement, vous trouverez, j'en suis certaine, dans ces lignes l'expression de ma sincère reconnaissance.

Enfin, je tiens à remercier profondément tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à l'accomplissement de ce travail de recherche. Que chacun trouve ici l'expression de ma sincère gratitude.

---

## *Table des matières*

---

---



---

**Table des matières**
**Liste des abréviations****Liste des figures****Liste des tableaux****Introduction ..... 1****Revue bibliographique****Chapitre I : Généralités sur *Pistacia lentiscus* L**

<b>1. Description et classification botanique de l'espèce <i>Pistacia lentiscus</i> .....</b>	<b>4</b>
<b>2. Répartition géographique .....</b>	<b>6</b>
<b>3. Huile des baies de <i>Pistacia lentiscus</i> .....</b>	<b>7</b>
3.1. Composition chimique de l'huile de lentisque .....	7
3.1.1. Acides gras .....	7
3.1.2. Triglycérides .....	8
3.1.3. Tocophérols .....	9
3.1.4. Stérols .....	10
3.1.5. Composés phénoliques et flavonoïdes .....	10
3.2. Propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de l'huile de lentisque.....	11
3.2.1. Densité.....	11
3.2.2. Indice de réfraction.....	11
3.2.3. Acidité .....	11
3.2.4. Indice de saponification .....	12
3.2.5. Indice d'iode.....	12
3.2.6. Indice de peroxyde .....	12
3.3. Propriétés biologiques et nutritionnelles de l'huile de lentisque.....	<b>13</b>
3.3.1. Activités antioxydantes .....	13
3.3.2. Activité antimicrobienne .....	14
3.3.3. Autres propriétés biologiques.....	14
3.4. Applications traditionnelle et potentiel de valorisation agroalimentaire de l'huile de lentisque .....	15

## Chapitre II. Généralités sur le miel

<b>1. Définition .....</b>	<b>17</b>
<b>2. Origine et type de miels.....</b>	<b>17</b>
<b>3. Elaboration du miel.....</b>	<b>17</b>
<b>4. Composition chimique du miel.....</b>	<b>18</b>
4.1. Glucides.....	19
4.2. Protéines et acides aminés.....	20
4.3. Minéraux et vitamines.....	20
4.4. Hydroxyméthylfurfural .....	20
4.5. Composés phénoliques.....	21
<b>5. Propriétés physico-chimiques du miel .....</b>	<b>21</b>
5.1. pH et acidité .....	21
5.2. Conductivité électrique .....	21
5.3. Indice de réfraction .....	22
5.4. Humidité.....	22
5.5. Couleur.....	22
<b>6. Qualité et critères d'authenticité du miel .....</b>	<b>23</b>
<b>7. Propriétés biologiques du miel .....</b>	<b>23</b>
7.1. Activité antioxydante .....	23
7.2. Activité antimicrobienne .....	24
7.3. Autres propriétés biologiques .....	24
<b>8. Applications traditionnelle et potentiel de valorisation agroalimentaire du miel .....</b>	<b>25</b>

## Chapitre III : Généralités sur la margarine

<b>1. Historique.....</b>	<b>27</b>
<b>2. Définition de la margarine.....</b>	<b>27</b>
<b>3. Composition de la margarine .....</b>	<b>28</b>
<b>4. Processus technologique de fabrication de la margarine.....</b>	<b>30</b>
<b>5. Types de margarine .....</b>	<b>33</b>
<b>6. Caractéristiques physico-chimiques de la margarine .....</b>	<b>34</b>
<b>7. Caractéristiques nutritionnelles de la margarine .....</b>	<b>35</b>
<b>8. Facteurs influençant la stabilité de la margarine .....</b>	<b>36</b>
8.1. Mécanismes d'altération physico-chimique et oxydation lipidique .....	36
8.2. Contaminations microbiologiques courantes dans les margarines.....	38
<b>9. Enrichissement de la margarine.....</b>	<b>39</b>
9.1. Concept et avantage d'enrichissement alimentaire .....	39

---

9.2. Impact sur les propriétés nutritionnelles et sensorielles de la margarine .....	39
--	----

## **Partie expérimentale**

### **Chapitre I. Matériel et méthodes**

<b>1. Lieux de réalisation des expériences.....</b>	<b>41</b>
<b>2. Huile de lentisque.....</b>	<b>41</b>
2.1. Analyses physico-chimiques de l'huile de lentisque.....	42
2.1.1. Densité de l'huile .....	42
2.1.2. Indice de réfraction.....	43
2.1.3. Acidité .....	43
2.1.4. Indice de saponification .....	44
2.1.5. Indice d'iode .....	45
2.1.6. Indice de peroxyde .....	45
2.1.7. Couleur.....	46
2.2. Détermination de pigments d'huile de lentisque .....	47
2.3. Analyses chromatographiques des composés bioactifs d'huile de lentisque.....	48
2.3.1. Identification et quantification des acides gras par chromatographie en phase gazeuse	48
2.3.2. Identification et quantification des triglycérides et tocophérols par chromatographie liquide à haute performance .....	49
2.3.3. Séparation et quantification des stérols par chromatographie sur couche mince.....	50
<b>3. Echantillon de miel .....</b>	<b>52</b>
3.1. Analyse pollinique.....	52
3.2. Analyses physico-chimiques du miel.....	52
3.2.1. Potentiel d'hydrogène .....	53
3.2.2. Conductivité électrique .....	53
3.2.3. Humidité et indice de réfraction.....	53
3.2.4. Protéines.....	54
3.2.5. Proline .....	54
3.2.6. Hydroxy-Méthyl-Furfural (HMF) .....	54
3.2.7. Couleur.....	55
3.3. Identification et quantification des glucides par chromatographie liquide à haute performance.....	55
3.4. Identification et quantification des acides aminés par chromatographie liquide à haute performance.....	56
3.5. Dosage de minéraux .....	56
<b>4. Antioxydants d'huile de lentisque et du miel.....</b>	<b>57</b>
4.1. Extraction .....	57

---

4.2. Dosages des antioxydants.....	58
4.2.1. Composés phénoliques totaux.....	58
4.2.2. Flavonoïdes.....	58
4.3. Activités antioxydantes d'huile de lentisque et du miel.....	59
4.3.1. Pouvoir scavengueur du radical DPPH'.....	59
4.3.2. Pouvoir scavengueur de radical ABTS'.....	60
4.3.3. Pouvoir réducteur.....	60
4.3.4. Pouvoir réducteur ferrique (FRAP).....	61
4.3.5. Test au phosphomolybdate.....	62
4.3.6. Capacité réductrice cuivrique.....	62
4.3.7. Test ferrozine.....	63
4.4. Activité antibactérienne d'huile de lentisque et du miel.....	64
<b>5. Echantillons de margarines élaborées.....</b>	<b>65</b>
5.1. Élaboration des margarines enrichies en huile de <i>P. lentiscus</i> et en miel.....	65
5.1.1. Phase lipidique.....	65
5.1.2. Phase aqueuse.....	66
5.1.3. Émulsion et cristallisation.....	66
5.1.4. Conditionnement.....	67
5.2. Analyses physicochimiques des margarines élaborées.....	67
5.2.1. Détermination du potentiel d'hydrogène.....	67
5.2.2. Détermination du taux d'humidité.....	67
5.2.3. Détermination de l'acidité.....	68
5.2.4. Détermination de la teneur en sel.....	68
5.2.5. Test de point de fusion.....	69
5.2.6. Détermination de la couleur.....	70
5.2.7. Détermination du taux de solides par Résonance Magnétique Nucléaire.....	71
5.2.8. Identification et quantification des acides gras des margarines élaborées par chromatographie en phase gazeuse.....	72
5.3. Analyses de stabilité des margarines élaborées.....	72
5.3.1. Indice de peroxyde.....	72
5.3.2. Test de Schaal.....	72
5.3.3. Rancimat.....	73
5.3.4. Extinction spécifique K270 nm et K232 nm.....	73
5.3.5. Test de tiubarbituric acides (TBARS).....	74
5.4. Analyses microbiologiques des margarines élaborées.....	75
5.5. Analyses sensorielles des margarines élaborées.....	76

5.6. Analyses de la rhéologie des margarines élaborées .....	78
5.7. Analyses statistiques.....	78

## **Chapitre II. Résultats et discussion**

<b>1. Huile de lentisque.....</b>	<b>79</b>
1.1. Propriétés physico-chimiques d'huile de lentisque .....	79
1.1.1. Rendement d'extraction .....	79
1.1.2. Densité.....	79
1.1.3. Indice de réfraction.....	79
1.1.4. Acidité .....	80
1.1.5. Indice de saponification .....	81
1.1.6. Indice d'iode .....	82
1.1.7. Indice de peroxyde .....	82
1.1.8. Couleur .....	83
1.2. Caractérisation chromatographique des composés bioactifs d'huile de lentisque.....	84
1.2.1. Identification et quantification des acides gras .....	84
1.2.2. Identification et quantification des triglycérides .....	87
1.2.3. Identification et quantification des tocophérols .....	89
1.2.4. Identification et quantification des stérols .....	91
<b>2. Miel .....</b>	<b>94</b>
2.1. Propriétés physico-chimiques du miel .....	94
2.1.1. Analyse pollinique.....	94
2.1.2. Potentiel d'hydrogène .....	96
2.1.3. Conductivité électrique .....	97
2.1.4. Indice de réfraction.....	97
2.1.5. Humidité.....	98
2.1.6. Degré de Brix .....	98
2.1.7. Teneurs en protéines.....	99
2.1.8. Teneurs en proline .....	100
2.1.9. Teneurs en HMF.....	100
2.1.10. Intensité de couleur (ABS <sub>450</sub> ) .....	101
2.2. Profil glucidique .....	102
2.3. Composition en acides aminés .....	104
2.4. Teneurs en minéraux .....	106
<b>3. Antioxydants d'huile de lentisque et du miel .....</b>	<b>107</b>
3.1. Teneurs en polyphenols et flavonoides .....	107

---

3.2. Teneurs en pigments de l'huile de <i>P. lentiscus</i> .....	109
3.3. Activités antioxydantes d'huile de lentisque et du miel .....	110
3.4. Activité antimicrobienne d'huile de lentisque et du miel .....	115
<b>4. Margarines .....</b>	<b>118</b>
4.1. Paramètres physicochimiques des margarines élaborées .....	118
4.1.1. Potentiel d'hydrogène .....	118
4.1.2. Teneurs en eau .....	119
4.1.3. Acidité .....	120
4.1.4. Teneurs en sel .....	121
4.1.5. Point de fusion .....	122
4.1.6. Couleur .....	124
4.1.7. Taux de solides (SFC) .....	125
4.1.8. Composition en acide gras des margarines formulées .....	126
4.2. Suivi de la stabilité oxydative des margarines élaborées .....	128
4.2.1. Indice de peroxyde .....	128
4.2.2. Test de Schaal .....	130
4.2.3. Rancimat .....	132
4.2.4. Extinction spécifique k 270 et k 232 .....	134
4.2.5. TBARS .....	135
4.3. Analyses en composantes principales (ACP) .....	136
4.4. La corrélation entre les paramètres physicochimiques et la stabilité oxydative des margarines formulées. ....	138
4.5. Stabilité microbienne des margarines élaborées .....	139
4.6. Analyses sensorielles des margarines formulées .....	141
4.6.1. Caractérisation des produits .....	141
4.6.2. Évaluation sensorielle et appréciation hédonique des margarines élaborées .....	145
4.6.3. Classification Hiérarchique Ascendante (CHA) .....	147
4.6.4. Analyses en Composantes Principales (ACP) .....	149
4.6.5. Cartographie des préférences (PREFMAP) .....	151
4.7. Rhéologie des margarines élaborés .....	152
4.7.1. Viscosité .....	152
4.7.2. Viscoélasticité .....	155
<b>Conclusion et perspectives .....</b>	<b>158</b>
<b>Références bibliographiques .....</b>	<b>162</b>
<b>Annexes</b>	

---

## *Liste des figures*

---

N° de figure	Titre	Page
1	Différentes parties de <i>Pistacia lentiscus</i> ((A) fleurs, (B) feuilles, (C) fruits et (D) résine).	5
2	Distribution géographique de <i>Pistacia lentiscus</i> dans le bassin méditerranéen	6
3	Structure des acides gras les plus abondants dans l'huile de lentisque	8
4	Structure de triglycérides les plus abondants dans l'huile de lentisque	9
5	Structure des différents types de tocophérols présents dans l'huile de lentisque	9
6	Structure des stérols majoritaires dans l'huile de lentisque	10
7	Diagramme de compositions chimique moyenne du miel	19
8	Schéma général de l'oxydation des lipides	37
9	Étapes d'obtention de l'huile de lentisque : (A) baies de <i>P. lentiscus</i> , (B) séchage des baies, (C) extraction à froid, (D) huile de <i>Pistacia lentiscus</i>	42
10	Photographie de miel étudié.	52
11	Photographie des différentes margarines formulées avec d'huile de <i>P. lentiscus</i> et le miel	67
12	Photographie des différentes margarines formulées avec d'huile de <i>P. lentiscus</i> et le miel étiquetés A, B, C, D, et E.	76
13	Profil chromatographique en acide gras d'huile de lentisque étudiée	85
14	Profil chromatographique en triglycérides d'huile de lentisque étudiée.	87
15	Profil chromatographique en tocophérols d'huile de lentisque étudiée	90
16	Profils chromatographique en stérols d'huile de lentisque.	92
17	Photographies de quelques grains de pollen du miel analysé (G×40).	96
18	Profil glucidique du miel analysé.	102
19	Profil chromatographique des acides aminés de miel analysé.	105
20	Vleurs de potentiel d'hydrogène des margarines élaborées	118
21	Teneurs en eau des margarines élaborées	119
22	Acidité des margarines élaborées	120
23	Teneur en sel des margarines élaborées	122
24	Point de fusion des margarines élaborées	123
25	Variation de la fraction solide des matières grasses (SFC) en fonction de la température pour les différentes formulations de margarines.	126
26	Evolution de l'indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg MG) des différentes	129

	formulations de margarines au cours du stockage à 4°C pendant 12 semaines.	
27	Variation de l'indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg MG) des différentes formulations de margarines au cours du stockage à 30°C (test de Schaal) pendant 12 semaines.	131
28	Temps d'induction d'oxydation « rancimat » des différentes margarines enrichies en huile de lentisque et en miel.	133
29	Analyse en composantes principales (ACP) biplot : (A) projection des variables sur le plan factoriel (F1 × F2) ; (B) projection des margarines sur le plan factoriel (F1 × F2).	137
30	Photographie montrant l'absence de contamination bactérienne dans les échantillons de margarines élaborées	140
31	Pouvoir discriminant par descripteur des différentes margarines élaborées.	142
32	Coefficients du modèle des différentes margarines élaborées en fonction des descripteurs.	144
33	Diagramme d'araignée montrant l'intensité des attributs sensoriels des différents échantillons de margarine par le groupe d'experts.	146
34	Diagramme de l'appréciation sensorielle des différents échantillons de margarine par le groupe hédonique.	147
35	Profils des classes de préférence des échantillons de margarines élaborées	148
36	Dendrogramme de classification hiérarchique regroupant les différentes margarines formulées.	149
37	ACP et projection des caractéristiques sensorielles et des margarines élaborées sur le plan factoriel (F1 × F2).	150
38	Cartographie des préférences (PREFMAP) des échantillons de margarines élaborées exprimées en pourcentages.	152
39	Viscosité des différentes margarines formulées en fonction du taux de cisaillement à une température de 20°C.	153
40	Viscosité des différentes margarines formulées en fonction du taux de cisaillement à une température de 40°C.	154
41	Spectres mécaniques de viscoélasticité des différentes margarines formulées à une température de 20°C. G' et G'' sont respectivement les modules élastique et visqueux.	155
42	Spectres mécaniques de viscoélasticité des différentes margarines formulées à une température de 40°C. G' et G'' sont respectivement les modules élastique et visqueux.	156

---

## *Liste des tableaux*

---

<b>N° de tableau</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
I	Classification botanique de <i>Pistacia lentiscus</i> L.	5
II	Résultats des paramètres physico-chimiques d'huile de lentisque.	84
III	Concentration en acides gras identifiés dans l'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> exprimées en pourcentage.	86
IV	Composition et teneurs en triglycérides d'huile de lentisque	88
V	Composition et teneurs en tocophérols dans l'huile de lentisque étudiée	90
VI	Composition et teneurs en stérols dans l'huile de lentisque étudiée exprimées en mg/kg.	92
VII	Classification polliniques et pourcentages de pollens du miel analysé.	94
VIII	Résultats des paramètres physico-chimiques du miel étudié.	102
IX	Concentrations des acides aminés dans l'échantillon de miel analysé.	104
X	Teneurs en minéraux dans le miel analysé.	107
XI	Résultats de l'activité antioxydante du miel et d'huile de lentisque.	113
XII	Résultats de l'activité antibactérienne du miel et d'huile de lentisque	116
XIII	Valeurs colorimétriques (Lovibond R/Y/B) des margarines enrichies en huile de lentisque et en miel.	124
XIV	Compositions en acides gras des différentes margarines formulées, et leurs teneurs exprimés en pourcentage.	127
XV	Extinctions spécifiques des margarines formulées à la 1 <sup>ère</sup> et 12 <sup>ème</sup> semaines de stockage à 0 et 30°C.	134
XVI	Concentrations du malondialdéhyde (MDA) dans les margarines formulées pendant la 1 <sup>ère</sup> et la 12 <sup>ème</sup> semaine de stockage à 4°C.	136
XVII	Qualité microbiologique des différentes margarines formulées.	139
XVIII	Moyennes ajustées des différentes margarines élaborées en fonction des descripteurs sensoriels.	144

---

## *Liste des abréviations*

---

<b>ACP:</b> Analyse en composantes principales.	<b>K270:</b> Extinction spécifique à 270 nm.
<b>AGE:</b> Acides gras essentiels.	<b>KI:</b> Iodure de potassium.
<b>AGMI:</b> Acide gras monoinsaturés.	<b>LDL:</b> Lipoprotéine de basse densité.
<b>AGPI:</b> Acide gras polyinsaturés.	<b>LLL:</b> Trilaurine.
<b>AGS:</b> Acide gras saturés.	<b>M1:</b> Margarine additionnée de 2% d'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> et de 0,5 % de miel.
<b>AQC:</b> Aminoquinolyl-N-hydroxysuccinimidyl carbamate.	<b>M2:</b> Margarine additionnée de 5% d'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> et de 0,5 % de miel.
<b>ATCC:</b> American type culture collection.	<b>M3:</b> Margarine additionnée de 10% d'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> et de 0,5 % de miel.
<b>BP:</b> Baird-Parker.	<b>M4:</b> Margarine additionnée de 15% d'huile de <i>Pistacia lentiscus</i> et de 0,5 % de miel.
<b>BSA:</b> Sérum-albumine bovine.	<b>Mc:</b> Margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque, ni de miel.
<b>CHA:</b> Classification hiérarchique ascendante.	<b>MDA:</b> Malondialdéhydes.
<b>DLUO:</b> Date limite d'utilisation optimale.	<b>MGO:</b> Méthylglyoxales.
<b>DZI:</b> Diamètre de zone d'inhibition.	<b>n:</b> Indice d'écoulement.
<b>ECN:</b> Nombre de carbone équilibre.	<b>NF-Kb:</b> Facteur nucléaire kappa B.
<b>ERO:</b> Espèces réactives de l'oxygène.	<b>OGA:</b> Oxytétracycline Glucose Agar.
<b>f HZ:</b> Fréquence en Hertz.	<b>OLL:</b> Oleoyl- linoléoyl-linoléique.
<b>FAMES:</b> Esters méthyliques d'acides gras.	<b>OLLn:</b> Oleoyl-linoléate-linolénique.
<b><math>\gamma S^{-1}</math>:</b> Taux de caillage.	<b>OOL:</b> Dioleoyl- linoléique.
<b>G':</b> Comportement élastique.	<b>OOLn:</b> Dioleoyl-linolénique.
<b>G'':</b> Comportement visqueux.	<b>OOO:</b> Trioleine.
<b>HDL :</b> Lipoprotéine de haute densité.	<b>PCA :</b> Plate count agar.
<b>HMF:</b> Hydroxyméthylfurfural.	<b>PLL:</b> Palmitoyl-linoléoyl-linoléique.
<b>Ii:</b> Indice d'iode.	<b>PLLn:</b> Palmitoyl-linoléate-linolénique.
<b>IL 6:</b> Interleukine 6.	
<b>IP:</b> Indice de peroxyde.	
<b>IR:</b> Indice de réfraction.	
<b>K:</b> Indice de consistance.	
<b>K232:</b> Extinction spécifique à 232 nm.	

**POL:** Palmitoyl-oleoyl-linoléique.

**PoLL:** Tripalmitoléoyl-linoléate-linoléique.

**POLn:** Palmitoyl-oleoyl-linolénique.

**POO:** Palmitoyl-dioléique.

**PoOL:** Palmitoléoyl-oleoyl-linoléique.

**PoOO:** Palmitoléoyl-dioléique.

**POP:** Palmitoyl-oléoyl-palmitique.

**POS:** Palmitoyl-oléoyl-stéarique.

**PPL:** Dipalmitoyl- linoléique.

**PPoL:** Dipalmitoléoyl- linoléique.

**PPoO:** Palmitoyl-palmitoléoyl-oléique.

**PPoPo:** Dipalmitoléoyl-palmitoléique.

**PPS:** Dipalmitoyl-stéarique.

**PREFMAP:** Preference Mapping.

**R:** Coefficient de corrélation.

**Rpm:** Rotation par minute.

**SFB:** Sulfite férissène bouillon.

**SFC:** Solide fat content.

**SLL :** Stéaroyl-linoléoyl- linoléique.

**SLS:** Distearoyl-laurique.

**SOL:** Stéaroyl-oléoyl- linoléique.

**SOO:** Stéaroyl-dioléique.

**TBARS:** Substances réactives à l'acide thiobarbiturique.

**TIR:** Temps d'induction rancimat.

**TNF- $\alpha$ :** Facteur de nécrose tumorale.

**UI:** Unités internationales.

**VRBL:** Violet Red Bile Lactose.

**$\eta$  (Pa.s):** Viscosité (Pascale .seconde).

---

# *Introduction*

---

## Introduction

Les lipides représentent une part importante des nutriments essentiels de notre ration alimentaire quotidienne à côté des protéines et des glucides. La margarine est parmi les aliments lipidiques les plus populaires et est composée de deux phases : une phase aqueuse (environ 18 %) et une phase grasse (environ 80 %), constituées d'un mélange d'huiles végétales (McClements, 2004). Sa production mondiale atteint près de 12 millions de tonnes par an (FAO, 2022) et en Algérie elle avoisine 50 000 tonnes annuelles, principalement assurée par des groupes agroalimentaire comme Cevital spa, et La Belle. La consommation locale de la margarine est estimée à 3 kg/habitant/an (ONS, 2022).

Les lipides sont très sensibles à l'oxydation, ce qui entraîne leur dégradation et leur détérioration, responsables des modifications d'odeur, de la texture, de l'aspect et du goût, ainsi que de la formation de composés toxiques (Meziani et al., 2021). Pour remédier à ce problème, l'industrie alimentaire utilise des additifs synthétiques à diverses fins, agissant comme exhausteurs de goût, antioxydants, conservateurs, stabilisants/émulsifiants et colorants. Cependant, certaines études ont démontré les effets nocifs de nombreux additifs et leur implication dans de nombreux troubles, notamment la gastro-entérite, l'hypersensibilité, l'hyperactivité, les troubles rénaux et hépatiques, la neurodégénérescence et le cancer (Tuormaa, 1994 ; Rangan et Barceloux, 2009).

La demande d'additifs naturels de la part des consommateurs ne cesse d'augmenter, notamment après de nombreuses études confirmant leurs bienfaits pour la santé. Les tentatives de substitution totale ou partielle des additifs synthétiques par des additifs naturels afin d'améliorer la qualité nutritionnelle et la durée de conservation de la margarine sont largement étudiées récemment (Kaanin-Boudraa et al., 2021 ; Brahmi et al., 2023 ; Kaanin-Boudraa et al., 2023 ; Aidli-Ouadah et al., 2025 ; Lincer et al., 2025 ). De nombreuses études ont confirmé que l'ajout d'extraits de plantes, des huiles essentielles et de produits naturels à la margarine améliore les caractéristiques physicochimiques, la résistance à l'oxydation, les caractéristiques sensorielles et la protection de la détérioration bactérienne (Himed et Barkat, 2014 ; Ouahrani et al., 2023).

En effet, l'enrichissement de la phase aqueuse de la margarine avec de l'extrait des feuilles de *Moringa oleífera* à 600 et 800 mg kg<sup>-1</sup> a démontré une amélioration de la stabilité oxydative, une réduction des indices de dégradation et une préservation de l' $\alpha$ -tocophérol pendant le stockage à chaud (Ouahrani et al., 2023).

De même, la supplémentation des phases aqueuse et grasse ou ces deux phases de la margarine avec 0,5 % de poudre d'écorce de datte rouge *canariensis* a révélé une réduction considérable des propriétés oxydatives lors du stockage à 5 et 30 °C (Djouab et al., 2017). Cependant, selon notre recherche bibliographique, aucune étude n'a été menée sur l'ajout de l'huile de *P. lentiscus* et du miel à la margarine. Dans ce contexte et afin de préserver la margarine, cette étude s'est orientée vers l'exploitation de ces deux produits naturels.

Plusieurs études ont démontré que l'huile de lentisque et le miel contiennent de nombreux composés bioactifs, tels que les composés phénoliques, dotés d'une forte capacité antioxydante et de diverses propriétés intéressantes telles que des activités anti-inflammatoires, cardioprotectrices, anticancéreuses et antimicrobiennes (Otmani et al., 2021 ; Ait Mohand et al., 2022 ; Zitouni et al., 2023). En plus de sa richesse en composés phénolique, l'huile de *Pistacia lentiscus* se caractérise par une composition lipidique particulièrement intéressante, notamment en acides gras insaturés oléique (C18 :1 $\omega$ 9) 43 % et linoléique (C18 :2 $\omega$ 6) 29 %. Ces derniers sont largement reconnus pour leurs effets bénéfiques sur la santé humaine (Ait Mohand et al., 2022). Par ailleurs, sa faible teneur en acides gras saturés confère à cette huile un profil nutritionnel favorable, capable d'améliorer le profil nutritionnel de la margarine. Cette huile contient également des tocophérols et des caroténoïdes (Mezni et al., 2014), qui présentent une stabilité lipidique significative lorsqu'ils sont utilisés à certaines concentrations (Karabulut, 2010 ; Yao et al., 2020). L'huile de lentisque possède des propriétés antimicrobiennes remarquables, elle inhibe la croissance de divers micro-organismes, notamment *Salmonella enterica*, *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, parmi d'autres (Ait Mohand et al., 2022).

Le miel constitue également une source riche en composés bioactifs, notamment en composés phénoliques et en flavonoïdes (Čanadanovic-Brunet et al., 2014; Cheung et al., 2019; Zaidi et al., 2019). Ces composés sont à l'origine des propriétés antioxydantes naturelles du miel, capables de réduire les métaux, de neutraliser les radicaux libres par divers mécanismes et d'inhiber les réactions d'oxydation en chaîne impliquées dans le développement de nombreuses pathologies telles que l'athérosclérose, le cancer et les maladies cardiovasculaires (Amessis-Ouchemoukh et al., 2021 ; Montaser et al., 2022).

Le miel présente une activité antimicrobienne à large spectre attribuée à sa capacité à inhiber la croissance de multiples agents pathogènes, appartenant tant aux bactéries à Gram positif qu'à Gram négatif (Ghramh et al., 2019).

Ce travail de recherche vise à explorer le potentiel des ingrédients naturels dans le développement d'une margarine innovante, enrichie simultanément en huile de lentisque et en miel d'abeille. L'hypothèse de travail repose sur le fait que la combinaison synergique de ces deux ingrédients naturels pourrait-elle améliorer la qualité nutritionnelle et biologique de la margarine finale, tout en maintenant une bonne acceptabilité sensorielle et une stabilité rhéologique satisfaisante.

Pour vérifier cette hypothèse, les objectifs spécifiques de cette thèse sont les suivants :

1. Caractériser les deux produits naturels utilisés à savoir l'huile de *Pistacia lentiscus* et le miel et déterminer leurs activités biologiques.
2. Formulation d'une margarine enrichie en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel.
3. Étudier l'impact de cette formulation sur la composition nutritionnelle, la stabilité oxydative et l'acceptabilité sensorielle du produit.
4. Évaluer l'impact de cet enrichissement sur les propriétés organoleptiques, la texture et la rhéologie de la margarine.

Cette thèse est scindée en deux grandes parties :

- La première partie présente une synthèse bibliographique sur *Pistacia lentiscus* et l'huile extraite à partir de ses baies, le miel et la margarine.
- La deuxième partie est la partie expérimentale qui comporte les principales méthodes expérimentales réalisées sur l'huile de *Pistacia lentiscus*, le miel et les margarines formulées, ainsi que la discussion des différents résultats obtenus, conclusion et perspectives.

---

*Revue bibliographique*

---

---

*Chapitre I : Généralités sur  
Pistacia lentiscus L.*

---

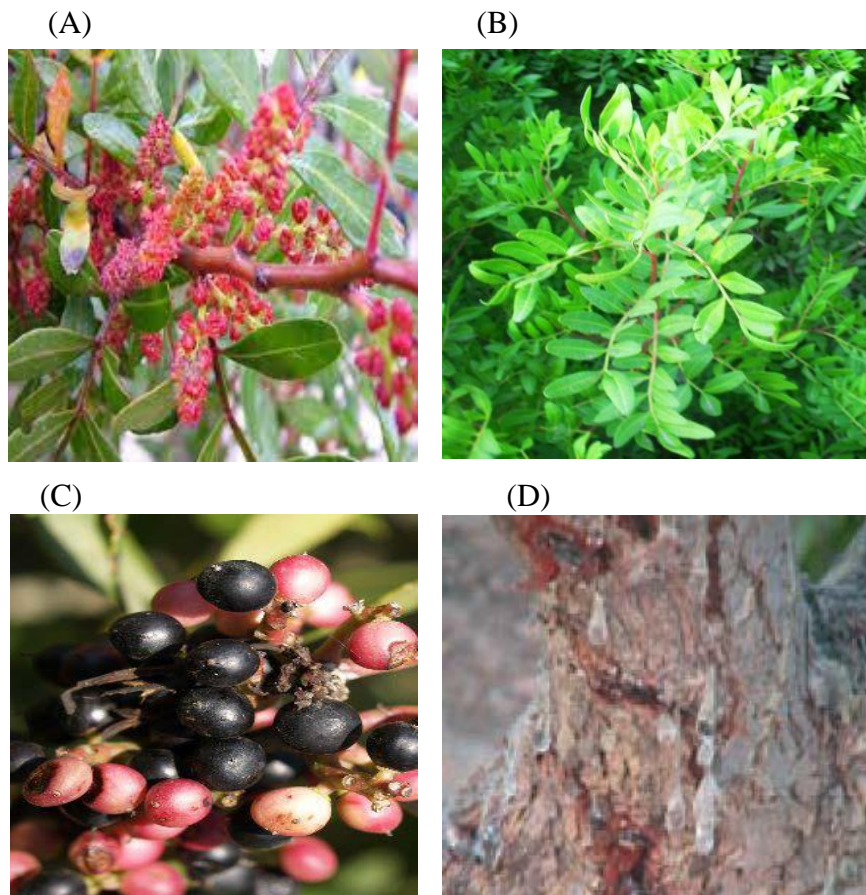
## 1. Description et classification botanique de l'espèce *Pistacia lentiscus*

La plante *Pistacia lentiscus* L communément appelée lentisque ou pistachier lentisque, est un arbrisseau du genre *Pistacia*, qui fait partie de la vaste famille des Anacardiaceae. Cette famille regroupe environ 70 genres et plus de 600 espèces (AL-Saghir et Porter, 2011 ; Temunović et al., 2024).

C'est un arbuste ramifié, vivace, qui mesure généralement de 2 à 3 mètres de hauteur. Cette espèce dioïque présente des pieds mâles et femelles distincts, avec une forte odeur résineuse dégagée par les feuilles et le tronc. Le lentisque est caractérisé par une écorce rougeâtre sur les jeunes branches, qui devient grisâtre avec le temps, des feuilles persistantes (5-14 cm), composées, disposées de manière alternée qui possèdent un nombre pair de folioles (de 4 à 16) (Figure 1 A). Les folioles sont elliptiques, coriaces, luisantes et de couleur vert foncé (Doghbage et al., 2020 ; Mezni et al., 2021).

Les fleurs de *P. lentiscus* sont petites (2-3 mm) et disposées en grappes serrées à l'aisselle des feuilles (Figure 1 B). Les fleurs mâles et femelles se trouvent sur des pieds séparés, les mâles sont de couleur rougeâtres et ont cinq sépales avec de nombreuses étamines, tandis que les femelles sont verts jaunâtres et possèdent un ovaire supère avec un style court et trois stigmates. La floraison se déroule de mars à juin (Martínez-Pallé et Aronne, 2000).

Les fruits sont des bais globuleuses de 4 à 7 mm de diamètre (Figure 1 C), initialement rouges puis devenant noires à maturité, généralement en automne. Chaque fruit contient une seule graine (monosperme), qui est entourée d'une pulpe comestible. En fin, la résine appelée également mastic (Figure 1 D), c'est le produit qui provient de la sécrétion générée par les incisions dans le tronc et les branches (AL-Saghir et Porter, 2011).



**Figure 1** : Différentes parties de *Pistacia lentiscus* (Djedaia, 2016)  
 ((A) fleurs, (B) feuilles, (C) fruits et (D) résine).

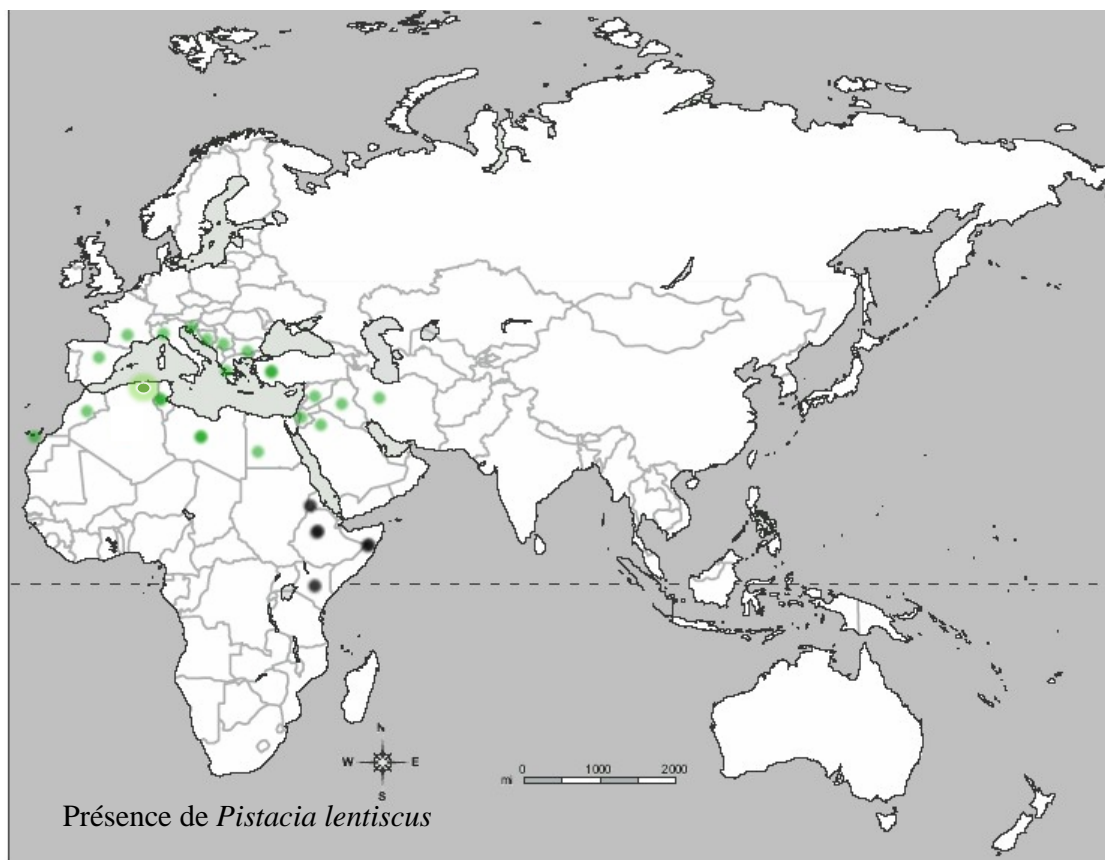
La classification décrite ci-dessous est établie par Guignard (2001).

**Tableau I** : Classification botanique de *Pistacia lentiscus* L. (Guignard, 2001).

<b>Règne</b>	<b>Végétal</b>
<b>Embranchement</b>	Spermaphytes
<b>Sous embranchement</b>	Angiospermes
<b>Classe</b>	Dicotylédones
<b>Sous Classe</b>	Rosidae
<b>Ordre</b>	Sapindales
<b>Famille</b>	Anacardiaceae
<b>Genre</b>	<i>Pistacia</i>
<b>Espèce</b>	<i>Pistacia lentiscus</i> L.

## 2. Répartition géographique

*Pistacia lentiscus* est un arbuste emblématique de la région méditerranéenne qui présente une vaste répartition géographique, qui s'étend à travers le sud de l'Europe, le nord de l'Afrique et le Proche-Orient (**Figure 2**). Sa présence est particulièrement notable dans des pays comme la Grèce, l'Italie, l'Espagne, la France, ainsi que le Portugal. En Afrique du Nord, il colonise des zones du Maroc, de l'Algérie, de la Tunisie et de la Libye, tandis qu'au Moyen-Orient il se retrouve principalement en Turquie, en Syrie, au Liban, ainsi qu'en Palestine (**Xie et al., 2014 ; Kozhoridze et al., 2015**).



**Figure 2** : Distribution géographique de *Pistacia lentiscus* dans le bassin méditerranéen (**AL-Saghir, 2006**).

*P. lentiscus* est une espèce thermophile qui pousse à l'état sauvage dans une grande variété de sols, notamment dans des environnements subhumides, semi-arides et arides caractéristiques du bassin méditerranéen. Elle se retrouve principalement le long du littoral méditerranéen et s'adapte à diverses conditions climatiques, ce qui lui permet de coloniser une large gamme de milieux naturels (**Maamari-Habibatni, 2014**).

Elle montre une préférence marquée pour les terrains siliceux, souvent pauvres en potassium et en phosphore.

En Algérie, le genre *Pistacia* est représenté par quatre espèces, en l'occurrence *Pistacia lentiscus*, *Pistacia terebinthus*, *Pistacia vera* et *Pistacia atlantica*. Parmi ces espèces, *Pistacia lentiscus* L. est un arbrisseau très commun dans notre pays (**Barour et Taouarfia, 2022**). Il occupe l'étage thermo-méditerranéen, avec une limite méridionale située aux environs de Saïda, définissant ainsi l'extrémité de sa zone de distribution dans la région (**Ait Said, 2011**).

### 3. Huile des baies de *Pistacia lentiscus*

L'huile de lentisque est obtenue principalement à partir de ses baies qui contiennent des quantités significatives allant jusqu'à 32,8%. Cette huile est d'une couleur verte foncée liquide qui devient partiellement solide en dessous de 25°C en raison de la cristallisation de certaines fractions (acides gras saturés : acide stéarique, palmitique laurique.....etc.). Le rendement en huile varie selon les conditions géo-climatiques et le stade de maturation des baies (**Charef et al., 2008 ; Mezni et al., 2014**). L'extraction de cette huile peut se faire à l'aide de méthodes modernes, telles que la pression à froid, ou avec des techniques traditionnelles, comme la macération dans l'eau chaude suivie d'une décantation qui est encore couramment utilisé, notamment en Algérie, au Maroc et en Tunisie. Cette dernière bien qu'ancienne permet d'obtenir une huile aux propriétés médicinales reconnues, utilisée pour traiter les douleurs gastriques, les brûlures et les affections cutanées (**Boudieb et al., 2019**).

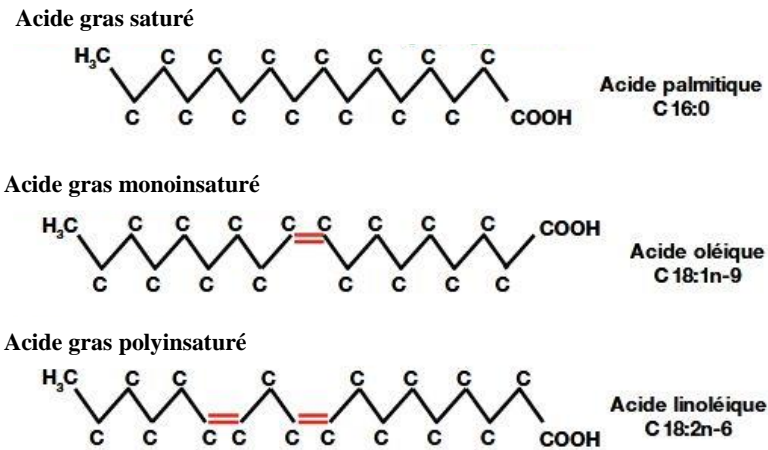
#### 3.1. Composition chimique de l'huile de lentisque

L'huile de lentisque est composée principalement d'acides gras, de triglycérides, de tocophérols et de stérols, ainsi que de composés phénoliques (**Dhifi et al., 2013**).

##### 3.1.1. Acides gras

L'huile de lentisque se distingue par sa composition unique et riche en acides gras qui appartiennent principalement à la famille des acides gras mono-insaturés, avec une présence moindre d'acides gras saturés et polyinsaturés (**Figure 3**). Les acides gras mono-insaturés occupent une place importante, en particulier l'acide oléique (C18:1) qui représente une proportion significative de la composition totale en acides gras de cette huile (52%) (**Belyagoubi-Benhammou et al., 2018**).

L'huile de lentisque contient également des acides gras saturés, principalement l'acide palmitique (C16:0) 24,83% et l'acide stéarique (C18:0) 1,08%. Bien que leurs proportions soient moins importantes que celles des acides gras monoinsaturés, leur présence n'est pas négligeable (**Belyagoubi-Benhammou et al., 2018**).



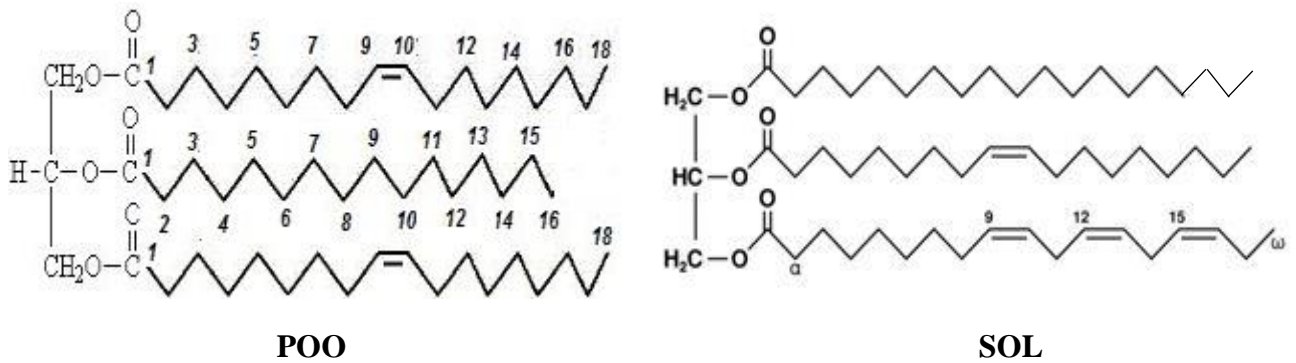
**Figure 3** : Structure des acides gras les plus abondants dans l'huile de lentisque  
(Colette et Monnier, 2011).

Enfin, les acides gras polyinsaturés bien que présents en quantités plus modestes figurent également dans la composition de l'huile de lentisque. L'acide linoléique (C18:2) 17,24% appartient à la famille des oméga-6, et l'acide alpha-linolénique (C18:3) 0,44% appartient à la famille des oméga-3, sont tous les deux des acides gras essentiels, ce qui signifie qu'ils doivent impérativement être obtenus par l'alimentation car le corps humain ne peut pas les synthétiser (**Tortosa-Caparrós et al., 2017**).

### 3.1.2. Triglycérides

Un triglycéride est une molécule de graisse constituée principalement d'une molécule de glycérol estérifiée par trois acides gras, qui peuvent être similaires ou différents (**Kritchevsky, 1995**). L'huile de lentisque présente une composition unique en triglycérides, dominée par des formes mono-insaturées et polyinsaturées, ce qui reflète sa richesse en acides gras mono-insaturés et polyinsaturés. Les principales formes observées sont les triglycérides stéaroly-oleoyl-linoléique (SOL) et palitoly-dioéique (POO), suivis par stéaroly-linoléoyl-linoléique (SLL) et palmitoyl-oleoyl-linoléique (POL) (**Dhifi et al., 2013**).

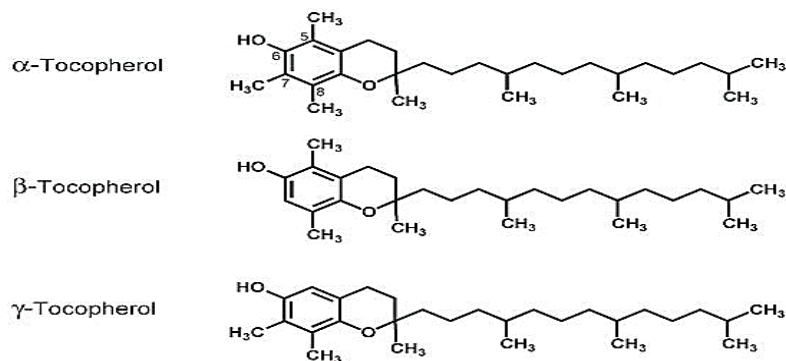
Les triglycérides SOL et POO sont les plus abondants dans l'huile de lentisque (Figure 4), leurs structures monoinsaturées contiennent majoritairement de l'acide oléique, qui confère à l'huile des propriétés nutritionnelles et fonctionnelles particulièrement bénéfiques pour la santé cardiovasculaire. De plus, cette huile contient également les triglycérides SLL et POL qui apportent des acides gras polyinsaturés essentiels tels que l'acide linoléique (un oméga-6) (Tortosa-Caparrós et al., 2017).



**Figure 4** : Structures des triglycérides les plus abondants dans l'huile de lentisque (Mezni et al., 2020).

### 3.1.3. Tocophérols

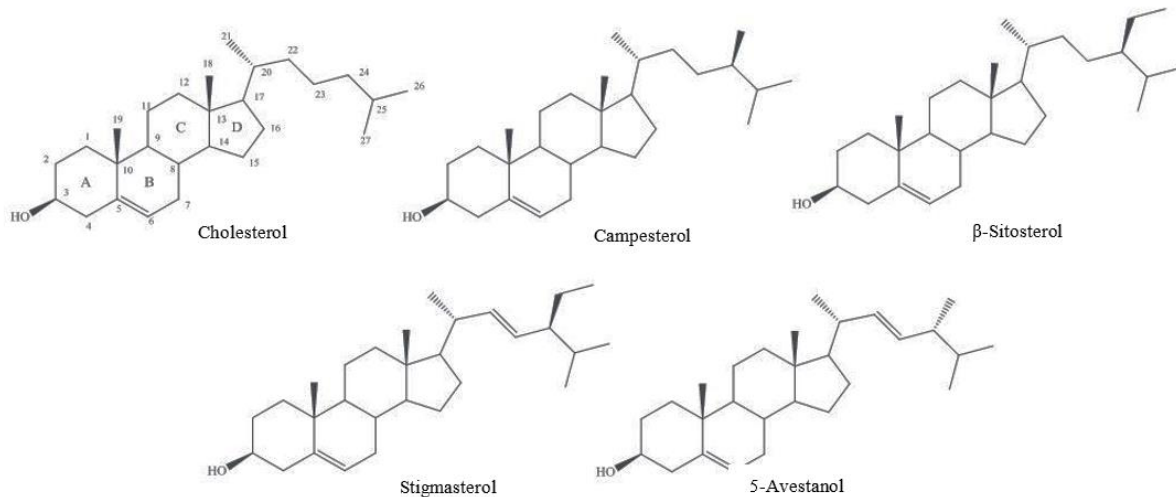
L'huile de *Pistacia lentiscus* se caractérise par une teneur particulièrement élevée en tocophérols, avec une prédominance marquée de l' $\alpha$ -tocophérol. Selon l'étude de Dhifi et al. (2013), cette huile contient environ 8111,14 mg de tocophérols par kilogramme, dont 93,62 % correspondent à l' $\alpha$ -tocophérol. Les autres isoformes, le  $\beta$ -tocophérol et le  $\gamma$ -tocophérol (Figure 5), sont présentes en proportions nettement moindres, représentant respectivement 5,79 % et 0,59 % de la teneur totale en tocophérols. Cette richesse en  $\alpha$ -tocophérol confère à l'huile de lentisque un intérêt particulier en tant qu'antioxydant naturel.



**Figure 5** : Structure des différents types de tocophérols présents dans l'huile de lentisque (Smolarek et Suh, 2011).

### 3.1.4. Stérols

Les stérols sont des lipides de la classe des stéroïdes qui comprennent au moins un groupe hydroxyle (-OH) sur la position 3 du noyau cyclo-pentano-phénanthrénique (**Bloch, 1992**). Les stérols présents dans l'huile de lentisque incluent principalement le  $\beta$ -sitostérol, le cholestérol et d'autres stérols comme le stigmastérol, le campestérol et le  $\Delta$ -5-avestanol présents en moindres concentrations (**Figure 6**) (**Daoued et al., 2016**).



**Figure 6** : Structure des stérols majoritaires dans l'huile de lentisque (**Rodriguez-Estrada et al., 2014**).

L'huile de lentisque est particulièrement riche en  $\beta$ -sitostérol qui représente environ 55,55% des stérols totaux, suivi du cholestérol avec 44,45%. La structure des stérols présents dans l'huile de lentisque est similaire à celle du cholestérol, avec une chaîne latérale au niveau du carbone C24, souvent avec un groupement méthyle ou éthyle (**Mezni et al., 2016**).

### 3.1.5. Composés phénoliques et flavonoïdes

Les composés phénoliques constituent une vaste famille de métabolites secondaires végétaux, qui inclut une grande diversité de structures chimiques (**Pietta et al., 2003**). Les principaux composés phénoliques présents dans l'huile de lentisque incluent des flavonoïdes, des acides phénoliques, ainsi que des tannins qui agissent tous en synergie pour protéger les cellules contre les dommages oxydatifs (**Bouyahya et al., 2018**).

### 3.2. Propriétés physico-chimiques et fonctionnelles de l'huile de lentisque

L'huile extraite des baies de *Pistacia lentiscus* présente des caractéristiques physico-chimiques uniques, qui varient en fonction des méthodes d'extraction et des conditions de récolte spécifiquement liées à la maturité des fruits. Ces paramètres permettent de garantir la qualité de l'huile et de prédire ses applications spécifiques en fonction de ses caractéristiques (Charef et al., 2008 ; Chouaibi et al., 2020).

#### 3.2.1. Densité

La densité de l'huile de *Pistacia lentiscus* à 20°C est comprise entre 0,918 et 0,920, cette faible densité est typique des huiles végétales. Elle est influencée par la composition chimique en acides gras, notamment la longueur de la chaîne carbonée, le degré d'insaturation et la présence de groupes fonctionnels sur la chaîne. L'augmentation de la proportion d'acides gras insaturés tend à abaisser la densité, une tendance observée dans l'huile de lentisque. Ce paramètre est essentiel dans l'évaluation de la viscosité, la pureté et de la qualité de l'huile, car il reflète indirectement la nature chimique de ses composants (Sahasrabudhe et al., 2017).

#### 3.2.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction de l'huile de *Pistacia lentiscus* à 20°C se situe entre 1,468 et 1,469. Cet indice est un indicateur de la concentration d'éléments insaturés dans l'huile. Il augmente avec la présence d'acides gras insaturés et de fonctions secondaires sur les chaînes carbonées, ce qui est typique des huiles obtenues à partir de fruits d'oléagineux. Cette propriété est utilisée pour évaluer la pureté de l'huile et sa compatibilité avec d'autres huiles végétales.

L'indice de réfraction de l'huile de lentisque est similaire à celui des huiles d'olive et d'avocat, respectivement de 1,468-1,470 et 1,465-1,474 (Karleskind, 1992 ; Boukeloua et al., 2012).

#### 3.2.3. Acidité

L'acidité est une mesure de la quantité d'acides gras libres dans l'huile, résultant des réactions d'hydrolyse des triglycérides. Il s'agit d'un critère de qualité permettant d'évaluer l'état de conservation d'une huile. L'huile de *Pistacia lentiscus* généralement présente une acidité relativement faible de <2 % (Codex alimentarius, 1999) ce qui indique une faible présence d'acides gras libres, et une bonne qualité de l'huile (Azizi et al., 2022).

L'acidité élevée est probablement le signe d'une forte hydrolyse enzymatique des graines lors de la récolte due à la manipulation ou au traitement de l'huile qui pourrait s'expliquer par une mauvaise conservation, tandis qu'une acidité faible reflète une huile de meilleure qualité moins dégradée avec une faible tendance à l'oxydation et à la rancidité, ce qui garantit sa stabilité et sa conservation (**Kandji, 2001**).

#### **3.2.4. Indice de saponification**

L'indice de saponification est un autre paramètre important utilisé pour évaluer l'huile. Pour l'huile de *Pistacia lentiscus*, l'indice de saponification se situe au environ 193mg KOH/g (**Boukeloua et al., 2012**). Cet indice est similaire à celui de l'huile d'olive et à d'autres huiles végétales et témoigne de la composition en acides gras à chaîne moyenne (**Charef et al., 2008**).

L'indice de saponification relativement élevé reflète également une huile bien équilibrée en terme de composition en acide gras, ce qui peut favoriser son utilisation dans diverses applications industrielles, y compris les produits cosmétiques et alimentaires (**Ivanova et al., 2022**).

#### **3.2.5. Indice d'iode**

L'indice d'iode est un paramètre essentiel pour évaluer le degré d'insaturation des huiles. Il mesure la quantité d'iode absorbée par l'huile, ce qui permet de déterminer la proportion d'acides gras insaturés présents dans l'huile. Un indice d'iode élevé indique une concentration plus importante d'acides gras insaturés, en particulier d'acides gras polyinsaturés qui sont associés à des bienfaits nutritionnels. À l'inverse, un indice d'iode faible indique une huile plus saturée avec une proportion d'acides gras insaturés plus élevée (**Subila, 2016**). Selon **Boukeloua et al. (2012)** l'huile de *Pistacia lentiscus* présente un indice d'iode d'environ 87 g of I<sub>2</sub>/100 g, ce qui indique une quantité notable d'acides gras insaturés dans cette huile.

#### **3.2.6. Indice de peroxyde**

L'indice de peroxyde est un paramètre fondamental utilisé pour évaluer le degré d'oxydation des huiles, en particulier dans les premières étapes de dégradation. Il mesure la quantité de peroxydes présents dans l'huile, qui sont des produits d'oxydation des acides gras insaturés.

Un indice de peroxyde élevé indique une huile très oxydée, ce qui peut affecter ses propriétés organoleptiques (goût, odeur) ainsi que sa stabilité. En revanche, un indice de peroxyde bas témoigne d'une huile peu oxydée et plus fraîche (**Zhang et al., 2021**).

L'indice de peroxyde d'huile de *Pistacia lentiscus* est généralement faible (2 meq O<sub>2</sub>/Kg) (**Brahmi et al., 2020**), ce qui est un signe de bonne qualité de cette huile avec un taux faible d'oxydation. Les huiles riches en acides gras insaturés, comme celle de *Pistacia lentiscus*, sont susceptibles à l'oxydation, bien qu'un indice de peroxyde bas signifie que l'huile a été correctement extraite et bien conservée, ce qui minimise les risques de dégradation prématurée (**Brahmi et al., 2020**).

### **3.3. Propriétés biologiques et nutritionnelles de l'huile de lentisque**

#### **3.3.1. Activités antioxydantes**

L'activité antioxydante de l'huile de lentisque est principalement attribuée à sa composition en composés phénoliques, flavonoïdes et acides gras insaturés, qui jouent un rôle important dans la protection contre les processus oxydatifs (**Ait Mohand et al., 2022**).

Les antioxydants présents dans l'huile de lentisque tels que les polyphénols (notamment l'acide ellagique, gallique, vanillique, p-coumarique, tyrosol, etc.) et les flavonoïdes (quercétine et la catéchine, kaempférol, apigénine, lutéoline....etc.) sont capables de neutraliser les espèces réactives de l'oxygène (ERO) grâce à leurs groupes hydroxyles et d'inhiber l'oxydation des lipides, ce qui contribue à la réduction du stress oxydatif (**Mezni et al., 2018 ; Siano et al., 2020**). L'acide ellagique est reconnu pour ses effets bénéfiques sur la prévention des maladies cardiovasculaires, grâce à sa capacité à moduler les voies métaboliques et à inhiber la production de radicaux libres (**Li et al., 2023**).

L'huile de lentisque renferme également des acides gras insaturés, notamment des acides gras mono-insaturés (acide oléique) et polyinsaturés (acide linoléique, linolénique), qui contribuent à ses propriétés antioxydantes en réduisant l'oxydation des lipides grâce aux doubles liaisons qui peuvent réagir avec les radicaux libres (**Belyagoubi-Benhammou et al., 2018**). De plus, les tocophérols présents dans l'huile de lentisque, représentent également une source d'antioxydants naturels importante.

L' $\alpha$ -tocophérol est connu pour ses fortes propriétés antioxydantes, il agit comme un piègeur de radicaux libres et aide à prévenir la peroxydation lipidique qui peut endommager les membranes cellulaires et entraîner des défaillances physiopathologiques, des maladies inflammatoires et diverses pathologies chroniques, telles que l'athérosclérose et les maladies cardiovasculaires (Mathur et al., 2015 ; Mezni et al., 2020).

### 3.3.2. Activité antimicrobienne

L'activité antimicrobienne de l'huile de *Pistacia lentiscus* est largement étudiée ces dernières années, contre une variété de pathogènes microbiens, y compris des bactéries et des champignons. Plusieurs recherches ont démontré que cette huile possède des activités antibactériennes significatives, notamment contre des bactéries Gram positives (*Staphylococcus aureus*, et *Bacillus subtilis*) et Gram négatives (*Escherichia coli* et *Pseudomonas aeruginosa*) (Mezni et al., 2012 ; Dhieb et al., 2021 ; Ait Mohand et al., 2022).

Ces effets antimicrobiens sont attribués à la présence de composés bioactifs tels que les terpènes, les polyphénols, les flavonoïdes et les acides gras qui perturbent les membranes cellulaires des micro-organismes, ce qui inhibe leur croissance et leur reproduction (Mezni et al., 2015). En outre, l'huile de lentisque a démontré une activité antifongique contre des champignons pathogènes comme *Candida albicans* et *Aspergillus niger*, en empêchant la germination des spores et en inhibant la formation de biofilms fongiques (Dhieb et al., 2021).

### 3.3.3. Autres propriétés biologiques

L'huile de lentisque suscite un intérêt croissant en raison de ses multiples effets bénéfiques sur la santé humaine. Elle présente des propriétés anti-inflammatoires et inhibe la production de médiateurs inflammatoires, notamment les prostaglandines et les cytokines pro-inflammatoires telles que le TNF- $\alpha$  (facteur de nécrose tumorale alpha) et l'IL-6 (interleukine 6). Ces effets sont attribués à la présence de composés bioactifs, tels que les polyphénols, les flavonoïdes et les terpènes qui régulent la voie NF- $\kappa$ B (facteur nucléaire kappa B), essentielle dans l'activation des processus inflammatoires, réduisant ainsi l'inflammation systémique et locale (Boutemine et al., 2018 ; Sehaki et al., 2023).

Les polyphénols et l' $\alpha$ -tocophérol présents dans l'huile de lentisque jouent également un rôle essentiel dans la protection contre le stress oxydatif, le vieillissement cellulaire et l'apparition de nombreuses pathologies chroniques telles que les maladies cardiovasculaires et

le cancer (**Bouyahya et al., 2018 ; Mezni et al. , 2020**). De plus, l'acide oléique présent dans cette huile peut aussi avoir des propriétés bénéfiques sur la santé cardiovasculaire. En effet, il est capable de réduire les niveaux de cholestérol LDL (lipoprotéine de basse densité, le mauvais cholestérol) tout en augmentant le cholestérol HDL (lipoprotéine de haute densité, le bon cholestérol), ce qui contribue à prévenir les maladies cardiaques (**Pravst, 2014**).

Le *Pistacia lentiscus* présente également des effets antidiabétique et hépato-protecteur. Une étude récente a démontré que les extraits des baies de *P. lentiscus* permettent de réduire significativement la glycémie chez les rats diabétiques. Les mécanismes impliqués dans cet effet incluent l'inhibition de l'enzyme  $\alpha$ -amylase et  $\alpha$ -glucosidase, ce qui ralentit la digestion des glucides, ainsi que la protection des cellules  $\beta$  pancréatiques contre le stress oxydatif (**Mehenni et al., 2016**). Par ailleurs, cet extrait exerce aussi un effet hépato-protecteur modéré, en atténuant les lésions hépatiques grâce à la baisse des enzymes hépatiques et du taux de marqueur de la peroxydation lipidique (MDA). Cette activité est attribuée à la richesse en antioxydants naturels, notamment les polyphénols et flavonoïdes, qui permettent de réduire le stress oxydatif qui cause la progression du diabète et des atteintes hépatiques (**Mehenni et al., 2016**).

### **3.4. Applications traditionnelle et potentiel de valorisation agroalimentaire de l'huile de lentisque**

L'huile de lentisque possède une large gamme d'applications traditionnelle et industrielle grâce à ses multiples vertus. Traditionnellement, elle est utilisée dans la médecine populaire méditerranéenne pour ses propriétés anti-inflammatoires, antiseptiques et cicatrisantes, notamment pour traiter les affections cutanées telles que les petites plaies, les brûlures légères et les irritations de la peau (**Djerrou et al., 2013**). Elle est également utilisée pour traiter les affections gastro-intestinales, telles que les ulcères de l'estomac et la colopathie, les troubles digestifs et les problèmes respiratoires, cela par usage interne à travers la voie orale sous forme d'huile alimentaire ou par usage externe comme un massage abdominal ou thoracique (**Trabelsi et al., 2012**).

Sur le plan industriel, l'huile de lentisque peut être utilisée dans la formulation de produits pharmaceutiques, de compléments alimentaires et de nutraceutiques, en raison de sa composition riche en acides gras insaturés, en composés phénoliques et en phytosterols (**Khalfaoui et Mezni, 2024**), en particulier, le  $\beta$ -sitostérol qui possède des propriétés anti-inflammatoires, anti-tumorales et anti-diabétiques (**Gupta, 2020**). Cette huile peut également

trouver des applications dans le secteur cosmétique, grâce à sa composition en tocophérols, en particulier l' $\alpha$ -tocophérol. Elle peut être intégrée dans des préparations cosmétiques pour ses propriétés hydratantes, antioxydantes et anti-âge, contribuant ainsi à la protection de la peau contre le vieillissement prématuré (**Mezni et al., 2014 ; Bora et al., 2022**).

En outre, cette huile est couramment utilisée dans la cuisine méditerranéenne. Elle est appréciée pour sa saveur particulière et est fréquemment incorporée aux salades, aux fromages et aux marinades (**Ozgolet et al., 2024**). Dans l'industrie agroalimentaire, l'extrait aqueux ou lipidique issu des feuilles, ou de la résine de *Pistacia lentiscus* peut être utilisé comme conservateur naturel et permet l'inhibition de l'oxydation des lipides des viandes, fromages et yaourt et est considéré comme alternative aux additifs synthétiques BHT (**Mezni et al., 2015 ; Şimşek et al., 2019 ; Batovska et Inbar, 2024 ; Batovska, 2025**). Par ailleurs, l'incorporation de la résine ou de la farine de graines de *Pistacia lentiscus* à 10 % dans les pâtes alimentaires (nouilles) augmente son apport en fibres et sa capacité antioxydante. De même, l'utilisation de protéines isolées des graines offre des propriétés moussantes et émulsifiantes idéales pour les pâtisseries (muffins) (**Batovska, 2025**).

De plus, la farine des graines de *Pistacia terebinthus* peut être aussi intégrée dans l'alimentation des volailles sans altérer leur santé ni le taux de cholestérol sanguin, tout en améliorant la qualité des œufs produits (**Gultepe et al., 2018**). D'autre part, l'ajout des graines torréfiées de cette espèce dans les glaces alimentaires confère une saveur très appréciée avec une bonne activité antioxydante, en particulier le mélange de graines secs et de miel constitue une source naturelle d'oméga-9 et de minéraux (**Ergenekon et Çakır, 2024**).

---

*Chapitre II. Généralités sur le  
miel*

---

## 1. Définition

Le miel est défini par le **Codex alimentarius (2001)** et la **Commission Européenne (2002)** comme suite : « Le miel est la substance naturelle sucrée produite par les abeilles *Apis mellifera* à partir du nectar de plantes ou à partir de sécrétions provenant de parties vivantes de plantes ou à partir d'excrétions d'insectes butineurs, laissées sur les parties vivantes de plantes, que les abeilles butinent, transforment en les combinant avec des substances spécifiques qu'elles sécrètent elles mêmes, déposent, déshydratent, emmagasinent et laissent affiner et mûrir dans les rayons de la ruche ».

## 2. Origine et type de miels

Les miels peuvent être classés en deux catégories principales selon leur origine : le miel de nectar, également appelé miel de fleurs, qui peut être soit polyfloral, soit monofloral, et le miel de miellat qui est produit par les abeilles à partir du miellat, une substance sucrée excrétée par des insectes suceurs de sève, comme les pucerons ou les cochenilles, qui se nourrissent de la sève des plantes (**Louveaux, 1985**). Le miel monofloral est produit à partir du butinage de fleurs d'espèces variées, mais avec une espèce dominante. Cette dominance est confirmée par une analyse pollinique révélant que plus de 45 % des grains de pollen appartiennent à cette espèce spécifique (**Terrab et al., 2002**).

## 3. Elaboration du miel

La transformation du nectar ou du miellat en miel commence dès que l'abeille butineuse prélève ces substances sucrées à l'intérieur de son jabot. Le nectar est mélangé avec des sécrétions salivaires riches en enzymes, principalement issues des glandes pharyngiennes de l'abeille. Cette étape permet la conversion du saccharose en glucose et fructose grâce à l'action de l'invertase (**Marchenay et Bernard, 2007 ; Ochemoukh, 2012**). Une fois le nectar collecté, la butineuse retourne à la ruche et régurgite la substance sucrée, la passant à d'autres abeilles, ce qui déclenche un phénomène appelé trophallaxie. Au cours de cette transmission, le miel non mûr s'enrichit en matières spécifiques telles que la proline, ainsi qu'en enzymes comme la phosphatase alcaline et l'invertase, qui favorisent sa maturation (**Cotte, 2004 ; Jeanne, 2004**).

Durant cette maturation, l'humidité du miel diminue progressivement. Une première déshydratation a lieu lorsque le liquide est déposé dans les alvéoles des rayons de cire.

Cette étape est facilitée par l'action de la ventilation créée par les abeilles ventileuses, qui battent leurs ailes à grande vitesse pour favoriser l'évaporation de l'eau (**Lobreau-Callen et al., 1999 ; Cotte, 2004**). Une fois que le taux d'humidité du miel descend en dessous de 20 %, le miel est considéré comme mûr. La glucose-oxydase devient inactive, ce qui permet au miel de se stabiliser et de se conserver plus longtemps. Les abeilles cirières recouvrent ensuite les alvéoles de cire pour protéger le miel de l'air, garantissant ainsi sa longue conservation (**Huchet et al., 1996 ; Kast, 2014**).

La récolte du miel se fait une fois la miellée terminée, généralement, après que les apports en nectar se soient ralentis, et lorsque les alvéoles sont operculées à environ 75 %. L'apiculteur retire les cadres de la ruche, laissant une partie du miel dans les alvéoles pour nourrir les larves et servir de réserve pour l'hiver. Les cadres sont ensuite transportés à la miellerie où les alvéoles sont désoperculées à l'aide d'un couteau chauffé (**Bruneau, 2002**). Selon la **Commission Européenne (2002)**, plusieurs techniques d'extraction du miel sont possibles : par pression, centrifugation ou écoulement.

\* **Pression** : Les cadres sont pressés après que les abeilles aient été retirées, mais cette méthode peut laisser des particules de propolis et de cire dans le miel.

\* **Centrifugation** : Les cadres désoperculés sont placés dans un extracteur où la force centrifuge permet d'extraire le miel. Après cette étape, le miel est mis à reposer dans un maturateur pendant plusieurs jours pour éliminer les impuretés.

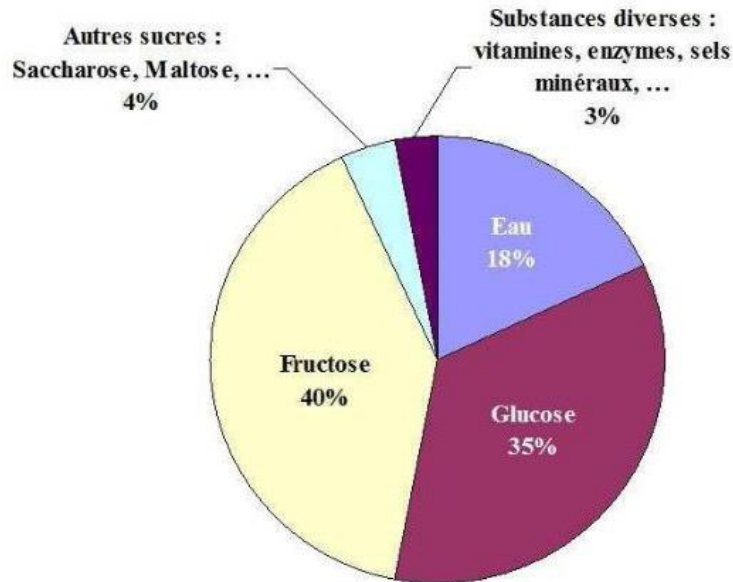
\* **Écoulement** : Cette méthode consiste à laisser le miel s'écouler lentement des rayons après que ceux-ci aient été désoperculés.

Le miel extrait est ensuite conditionné et stocké, de préférence à une température inférieure à 20 °C, afin de préserver ses propriétés (**Lequeux et Bruneau, 2009**).

#### 4. Composition chimique du miel

Le miel est un produit complexe à la fois d'origine végétale et animale, dont la composition chimique varie en fonction de plusieurs facteurs, tels que la source florale, la qualité du sol, les conditions climatiques, ainsi que l'état de la colonie d'abeilles. Les glucides constituent la majeure partie de sa composition (**Figure 7**), d'autre part on trouve des acides organiques, des minéraux, des protéines, des enzymes, des vitamines, des pigments, des polyphénols et flavonoïdes, et des substances aromatiques responsables de son parfum caractéristique. Des éléments tels que le pollen, les levures, des spores bactériennes, ainsi que

de petits microorganismes peuvent également être présents. Cette diversité de composants et de variations rend chaque type de miel unique, influencé par l'environnement dans lequel il a été produit (Ouchemoukh, 2012 ; Da Silva et al., 2016).



**Figure 7** : Diagramme de composition chimique moyenne du miel (Laouar, 2017).

#### 4.1. Glucides

Le miel est principalement constitué de glucides, représentant entre 90 % et 98 % de sa matière sèche. Les sucres prédominants sont le fructose et le glucose, qui résultent de l'action enzymatique de l'invertase sur le saccharose. En plus de ces monosaccharides, le miel contient des sucres sous forme de disaccharides, tels que le maltose, le saccharose et dans une moindre mesure des polysaccharides comme l'erlose, le raffinose et la pectine qui proviennent du nectar ou du miellat. Certains de ces sucres, comme le maltose et l'isomaltose sont formés par la transglucosidation opérée par les enzymes salivaires des abeilles. D'autres composés, comme les pectines, proviennent directement du nectar récolté par les abeilles, lequel contient de petites quantités de pectines issues des parois cellulaires des plantes butinées. La proportion de ces sucres varie en fonction des types de fleurs butinées par les abeilles. Cette variabilité influence les caractéristiques physicochimiques du miel, telles que sa viscosité, son hygroscopicité et son processus de cristallisation.

Enfin, bien que le miel contient de très faibles quantités d'amidon, ce dernier est dégradé par l'enzyme diastase en maltose et dextrine au cours de la transformation du nectar (Lazaridou et al., 2004 ; Pita-Calvo et Vázquez, 2017).

#### 4.2. Protéines et acides aminés

Les protéines et les acides aminés constituent une fraction mineure du miel, représentant environ 0,26 % de sa composition. Ces composés proviennent principalement du nectar, du pollen, du miellat, ainsi que des sécrétions salivaires et des enzymes introduites par les abeilles lors de la production du miel telle que l'amylase, catalase, glucose-oxydase et l'invertase. Parmi les protéines présentes, on retrouve notamment des albumines, des peptones, des globulines et des nucléoprotéines (**Bonté et Desmoulière, 2013**).

Le miel renferme également une diversité d'acides aminés libres, tels que la proline, l'histidine, l'alanine, la glycine et la méthionine. La proline est l'acide aminé le plus abondant et sert souvent d'indicateur de l'authenticité du miel. En effet, un miel pur et mûr est caractérisé par une teneur en proline supérieure à 180 mg/kg (**Bogdanov et al., 1999 ; Belay et al., 2017**).

#### 4.3. Minéraux et vitamines

La matière minérale est présente dans le miel en faible pourcentage et varie de 0,05 à 1,5%. Les miels foncés possèdent des teneurs élevées en minéraux par rapport aux miels claires. Du potassium, du calcium, du sodium, du magnésium, du phosphore, du manganèse, du fer, du cuivre, du zinc, du chlore, du soufre ainsi que plus de trente oligo-éléments sont trouvés dans le miel (**Bogdanov et al., 2004**). La composition minérale du miel dépend principalement des plantes visitées par les abeilles, de la composition du nectar, du miellat, du pollen ainsi que du type de sol sur lequel les végétaux poussent (**Lachman et al., 2007**).

Le miel contient également de faibles quantités de vitamines essentiellement des vitamines du groupe B telles que la thiamine (vitamine B1), la riboflavine (vitamine B2), la pyridoxine (vitamine B6). Aussi de la vitamine K (la phyllochinone), la vitamine E (l' $\alpha$ -tocophérol) et la vitamine C (l'acide ascorbique). Ces vitamines sont issues particulièrement de pollen (**Alvarez-Suarez et al., 2010**).

#### 4.4. Hydroxyméthylfurfural

L'hydroxyméthylfurfural (HMF) est un composé organique formé par déshydratation du fructose et du glucose en milieu acide. Absent ou présent en traces (<3 mg/kg) dans les miels frais, il se forme naturellement lors du vieillissement du miel. La formation de l'HMF s'accélère par le chauffage, par un stockage prolongé ou par un pH élevé.

Sa concentration augmente plus rapidement dans les miels foncés et les miellats en raison de leurs pH plus élevé. La teneur en HMF permet ainsi de détecter le vieillissement prématuré ou un chauffage excessif du miel, et sa concentration ne doit idéalement pas dépasser 40 mg/kg pour garantir la qualité du produit (Tosi et al., 2004).

#### 4.5. Composés phénoliques

Les composés phénoliques présents dans le miel comprennent des acides phénoliques et des flavonoïdes qui sont des métabolites secondaires issus du nectar, du pollen, de la propolis et de la cire des fleurs. Ces substances sont responsables de la couleur, du goût et de l'arôme du miel, et possèdent également des propriétés biologiques bénéfiques, telles que des effets antioxydants, antimicrobiens et anti-inflammatoires. Parmi les acides phénoliques contenus dans le miel, on trouve l'acide caféique, benzoïque, vanillique et gallique, et des flavonoïdes comme la quercétine, la catéchine, le kaempférol, la chrysin et la galangine (Tahir et al., 2017). Leurs concentrations varient selon l'origine botanique du miel. Généralement, les miels les plus foncés possèdent des niveaux plus élevés en composés phénoliques (Issaad et al., 2018).

### 5. Propriétés physico-chimiques du miel

#### 5.1. pH et acidité

Le miel présente une acidité naturelle, avec un pH variant généralement entre 3,2 et 5,5. Les miels de nectar sont plus acides avec un pH inférieur à 4, tandis que les miels de miellat, plus riches en minéraux, présentent un pH supérieur à 4,5 (Bogdanov, 2011). Cette acidité résulte principalement de la présence d'acides organiques, notamment l'acide gluconique, ainsi que d'ions inorganiques tels que les phosphates et les chlorures. L'acidité du miel influence sa stabilité et sa conservation, évoluant au fil du temps sous l'effet de l'oxydation du glucose (Terrab et al., 2002 ; Belhaj et al., 2015).

#### 5.2. Conductivité électrique

La conductivité électrique du miel est un indicateur de sa composition minérale qui permet de différencier les miels de nectar des miels de miellat. Les miels de nectar ont généralement une conductivité inférieure à 0,8 mS/cm, tandis que celle des miels de miellat est supérieure à 0,8 mS/cm en raison de leurs teneurs plus élevée en minéraux (Alqarni et al., 2016).

La conductivité électrique est liée à la présence de substances ionisables telles que les minéraux, acides organiques et protéines (**Bogdanov et al., 2004**).

### 5.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une propriété physique définie comme le rapport de la vitesse de la lumière dans le vide par celle dans un milieu donné (**Bogdanov et al., 1999**). Il est utilisé pour évaluer des caractéristiques physico-chimiques des substances, telle que l'humidité du miel. En effet, l'indice de réfraction du miel présente une relation inverse avec sa teneur en eau. À une température de 20 °C, cet indice varie 1,5041 et 1,4915, pour des miels avec des niveaux d'humidité compris entre 13 % et 18 % (**Idris et al., 2011**).

### 5.4. Humidité

L'humidité du miel est un facteur essentiel qui influence sa stabilité et sa conservation. Une teneur en eau inférieure à 18 % limite le risque de fermentation et assure une bonne conservation. Au-delà de ce seuil, les levures osmophiles présentes dans le miel peuvent se développer et provoquer une fermentation, altérant ainsi ses qualités organoleptiques et nutritionnelles (**Isla et al., 2011**). De plus, le miel est hygroscopique, ce qui signifie qu'il peut absorber l'humidité de l'air, surtout dans des conditions d'humidité relative élevée, modifiant ainsi sa composition et son indice de réfraction (**Bogdanov et al., 1999**).

### 5.5. Couleur

La couleur du miel varie considérablement en fonction de son origine botanique et de sa composition chimique, allant du miel clair (comme le miel d'*Acacia*) au miel foncé (tel que celui de *Quercus sp.*). Cette diversité de teintes est principalement influencée par les pigments naturels présents dans le nectar, tels que les caroténoïdes, les flavonoïdes et autres composés phénoliques, ainsi que par la concentration en minéraux et en acides aminés, notamment la tyrosine et le tryptophane. L'intensité de la couleur du miel est fréquemment mesurée à l'aide de l'échelle de Pfund ou du comparateur visuel Lovibond. Toutefois, il est important de noter que la couleur foncée ne doit pas être interprétée comme un indicateur exclusif de la richesse en composés bioactifs, car elle peut être influencée par des facteurs comme la chaleur, le vieillissement, ou une exposition inadéquate à la lumière et à des conditions de stockage (**Subramanian et al., 2007 ; Petretto et al., 2017**).

## 6. Qualité et critères d'authenticité du miel

La qualité et l'authenticité du miel sont des critères essentiels pour garantir un produit pur et conforme aux normes. Le vieillissement du miel est un phénomène inévitable qui influence sa dégradation et sa qualité ; par conséquent, affecte ses caractéristiques sensorielles et nutritives. La température de stockage et l'acidité influencent la vitesse de dégradation. En effet, les miels de nectar se détériorent plus rapidement que ceux de miellat. L'évaluation de l'état du miel se fait par des indices tels que le taux d'HMF et l'activité diastasique. Une date limite d'utilisation optimale (DLUO) est généralement fixée entre 18 et 24 mois pour assurer la conservation de ses propriétés. Toutefois, la falsification du miel, par l'ajout de sucres ou de sirops ou par des mélanges frauduleux, demeure une pratique courante. Ces pratiques altèrent l'activité enzymatique et la composition en pollen, réduisant ainsi la qualité et l'authenticité du produit. Des tests de proline, de saccharose et d'analyse pollinique sont des outils précieux pour détecter ces fraudes et garantir la pureté du miel (**Bogdanov et al., 1999 ; Schweitzer, 2001; Cotte et al., 2003**).

## 7. Propriétés biologiques du miel

### 7.1. Activité antioxydante

Le miel est reconnu pour ses propriétés antioxydantes, qui proviennent principalement de la présence de composés bioactifs tels que les flavonoïdes, les acides phénoliques, les caroténoïdes et la vitamine C. Ces substances dérivées des plantes butinées par les abeilles, sont des piègeurs efficaces des radicaux libres et des molécules instables responsables du vieillissement prématuré et de nombreuses pathologies, notamment les maladies cardiovasculaires, le cancer et les inflammations chroniques (**Bertoncelj et al., 2007 ; Goodarzi et Khosravi, 2013**).

Parmi les flavonoïdes présents dans le miel, on retrouve des composés tels que la quercétine, le kaempférol et l'apigénine, qui grâce à leur structure chimique contenant un anneau aromatique et un groupe hydroxyle neutralisent efficacement les radicaux libres en cédant leurs atomes d'hydrogène ( $H^+$ ) aux radicaux peroxydes ( $LOO\bullet$ ) pour former des radicaux plus stable ( $LOOH$ ) (**Gheldof et Engeseth, 2002 ; Hossain et al., 2016**).

De plus, les acides phénoliques comme l'acide caféique et l'acide férulique contribuent à cette activité antioxydante en réduisant l'ion ferrique qui catalyse la peroxydation lipidique (**Al-Mamary et al., 2002**).

Le miel contient également des enzymes antioxydantes comme la catalase et la peroxydase, qui s'activent en présence de cofacteurs tels que le zinc et le cuivre et catalysent la dégradation des peroxydes et des radicaux libres, La catalase facilite la décomposition du peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) en eau ( $H_2O$ ) et en oxygène ( $O_2$ ), tandis que la glutathion peroxydase intervient dans la détoxification et la neutralisation du peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) et des hydroperoxydes lipidiques (ROOH) (**Ouchemoukh, 2012**). L'activité antioxydante du miel peut être résultante d'une synergie entre ses composés enzymatiques et non enzymatiques, contribuant à la protection des cellules contre les dommages causés par le stress oxydatif causé par un déséquilibre entre les antioxydants et les radicaux libres (**Ferreira et al., 2009; Förstermann et al., 2017**).

Enfin, plusieurs études ont démontré que l'activité antioxydante du miel est étroitement liée à sa couleur et à sa concentration en composés phénoliques. Cette activité varie d'un miel à l'autre en raison des différences dans la nature et la quantité des antioxydants qu'il renferme, influencées par la source botanique et la diversité des composés présents (**Beretta et al., 2005 ; Becerril-Sánchez et al., 2025 ; Jaśkiewicz et al., 2025**).

## 7.2. Activité antimicrobienne

Le miel possède des propriétés antimicrobiennes puissantes grâce à une combinaison de facteurs physiques et chimiques. Sa capacité à inhiber la croissance des micro-organismes repose principalement sur sa faible activité de l'eau, son acidité, et la production de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) via l'action de la glucose-oxydase, ainsi que sur la présence de composés bioactifs comme les défensines et les méthylglyoxales (MGO). Son activité antibactérienne et antifongique a été démontrée pour la première fois par Dold en 1937 sur des bactéries telles que *Salmonella typhi*, *Salmonella paratyphi* et *Staphylococcus aureus* (**Cortopassi-Laurino et Gelli, 1991**).

## 7.3. Autres propriétés biologiques

Le miel d'abeille présente de multiples effets bénéfiques pour la santé humaine, grâce à sa composition riche en composés bioactifs, notamment les polyphénols, les flavonoïdes et les enzymes, qui lui confèrent des propriétés anti-inflammatoires, cicatrisantes, anticancéreuses, neurologiques, antidiabétiques et dermato-protectrices. Son activité anti-inflammatoire est bien documentée, avec des études cliniques montrant une réduction significative de l'inflammation locale, de la douleur et de l'œdème lors de son application sur des plaies ou des brûlures.

Ces effets sont attribués à l'inhibition de la synthèse des prostaglandines et de la cyclooxygénase-2 (COX-2), ainsi qu'à la modulation des médiateurs pro-inflammatoires comme les cytokines et les chimiokines (**Kassim et al., 2010 ; Bean, 2012 ; Rao et al., 2016**). De plus, le miel réduit les niveaux d'espèces réactives de l'oxygène (ERO) favorisant ainsi la guérison des tissus endommagés. Le miel joue également un rôle crucial dans la cicatrisation des plaies via plusieurs mécanismes synergiques : réduction de l'inflammation, stimulation de la prolifération cellulaire, synthèse de collagène, angiogenèse et formation de tissu de granulation. Sa teneur en peroxyde d'hydrogène et son pH acide créent un environnement favorable à la réparation tissulaire, tout en inhibant la croissance bactérienne (**Nakajima et al., 2013; Oryan et al., 2016**).

De plus, le miel montre un potentiel anticancéreux grâce aux polyphénols qu'il contient, ces derniers activent les voies apoptotiques et inhibent la prolifération cellulaire de types cancéreux comme ceux du mélanome et du cancer du côlon, cela via l'activation de la caspase-3 et l'inhibition des facteurs de croissance comme l'IL-8 (**Jaganathan et Mandal, 2009 ; Waheed et al., 2019**).

Sur le plan neurologique, les antioxydants du miel contribuent à la protection des neurones contre le stress oxydatif et inhibent l'acétylcholinestérase ce qui permet la prévention des maladies neurodégénératives comme l'Alzheimer et le Parkinson (**Rahman et al., 2014 ; Ahrari-Roodi et al., 2018**). Sur le plan métabolique, le miel possède des effets antidiabétiques significatifs, principalement grâce à sa capacité à inhiber des enzymes comme l' $\alpha$ -amylase et l' $\alpha$ -glucosidase, réduisant ainsi l'absorption intestinale du glucose et contrôlant l'hyperglycémie postprandiale (**Ali et al., 2020**). Le miel exerce également une activité anti-obésité par la régulation de métabolisme lipidique et l'inhibition de la lipase pancréatique, ce qui diminue l'accumulation de tissu adipeux et améliore les niveaux de lipides dans le sang (**Karri et al., 2019**). En fin, le miel a également des effets dermato-protecteurs, grâce à sa richesse en antioxydants, vitamines, et enzymes qui protègent la peau contre les dommages oxydatifs et les infections (**Hadi et al., 2016**).

## **8. Applications traditionnelle et potentiel de valorisation agroalimentaire du miel**

Le miel est utilisé depuis l'antiquité pour ses propriétés médicinales et nutritives, il possède une large gamme d'applications tant que traditionnelles qu'industrielles.

Traditionnellement, le miel occupe une place centrale dans la médecine ancienne en raison de ses multiples vertus thérapeutiques.

Dans la médecine ayurvédique, il est reconnu pour favoriser la digestion, apaiser la toux, soulager les affections cutanées et améliorer la santé bucco-dentaire. En Égypte ancienne, le miel figurait dans la majorité des remèdes, appliqué notamment sur les plaies et les brûlures légères pour ses propriétés antiseptiques et cicatrisantes. Les Grecs anciens, utilise le miel contre la fièvre, les maux de gorge, les infections cutanées et comme laxatif ou contraceptif **(Bansal et al., 2005 ; Eteraf-Oskouei et Najafi, 2013 ; Pereira et Bartolo, 2016)**.

En raison de ses propriétés antimicrobiennes et antioxydantes, il est également intégré dans la production de cosmétiques et de produits pharmaceutiques, comme dans des crèmes, des lotions et des pommades pour traiter les infections cutanées et améliorer l'hydratation de la peau **(Burlando et Cornara 2013)**.

Dans le secteur industriel, le miel peut être utilisé comme édulcorant naturel dans la préparation de plusieurs types de pâtisseries, de gâteaux et de biscuits pour améliorer leur texture, leur saveur et leur durée de conservation. Il peut être également utilisé dans les confiseries, notamment dans la production de bonbons caramel au miel **(Yadav, 2025)**. Le miel est susceptible d'être intégré dans la fabrication de boissons fermentées telles que l'hydromel et certaines bières traditionnelles **(Rasmussen, 2015 ; Tafere, 2021)**, ainsi que dans les produits laitiers fermentés comme le rayeb du lait et le yaourt, où il contribue à accélérer le temps de coagulation et à améliorer la texture ainsi que la qualité globale du produit **(Ismail et al., 2018 ; Anwar et al., 2025)**.

---

*Chapitre III : Généralités sur  
la margarine*

---

## 1. Historique

L'histoire de la margarine commence en 1869 lorsque Hipolyte Mège-Mouriès cherche une solution à la pénurie de beurre qui était cher et rare. Il a participé à un concours lancé en France par Napoléon III dans le but de trouver une alternative au beurre pour la marine, moins coûteuse, plus stable et nutritive. Il a créé une émulsion blanche à base de matières grasses animales (du suif), de lait et d'eau, qu'il a nommé margarine. Ce nom est dérivé du grec « margaron » qui signifie perle blanche en raison de sa couleur laiteuse. Mège-Mouriès a déposé un brevet pour sa margarine en 1869, mais c'est au début des années 1870 que le produit commence à être commercialisé (**Demole, 1970**).

Au début du 20<sup>ème</sup> siècle, la production industrielle de margarine se développait dans l'exploration des huiles végétales (l'huile de palme, de soja et de tournesol) pour améliorer sa texture, sa qualité et sa stabilité tout en réduisant son coût (**Chrysam, 1996**). À partir de 1950, des procédés comme l'hydrogénation et l'interestérisation sont utilisés pour solidifier les huiles végétales, créant ainsi des graisses trans. Bien que dans les années quatre-vingt-dix les études révèlent que les graisses trans sont nocives pour la santé (**Laia et al., 2000**).

Depuis les années deux mille jusqu'à aujourd'hui, l'industrie modernise l'image de la margarine en intégrant des ingrédients bénéfiques tels que les oméga-3, les stérols végétaux et les acides gras insaturés, pour un produit plus sain (**Patel et al., 2016**).

## 2. Définition de la margarine

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile qui comprend deux phases essentielles, une phase continue qui constitue la phase grasse, et une phase dispersée qui constitue la phase aqueuse. C'est une préparation qui renferme des émulsifiants, des conservateurs et des colorants, ainsi que des vitamines répartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse (**Karleskind, 1992 ; Young et Wassell, 2019**).

Elle est fabriquée à partir d'huiles végétales qui sont interestérisées, hydrogénées ou partiellement hydrogénées pour modifier leur composition en acides gras et obtenir une consistance solide ou crémeuse à température ambiante, souvent utilisée comme substitut du beurre en raison de sa texture similaire et de son coût moins élevé (**Klere et Mordret, 2000 ; Mohammadi-Nasrabadi et al., 2024**).

### 3. Composition de la margarine

Les margarines en général ont une composition globale identique constituée de 3 parties ; principalement une phase grasse (80 % à 82 %), une phase aqueuse (16 % à 18 %) et 2% d'additives. La composition de la margarine peut varier selon le type de margarines ainsi que l'usage auquel elles sont destinées (**Karleskind, 1992 ; Chrysam, 1996. Young et Wassell, 2019**) :

#### ➤ Phase grasse

La phase grasse est également appelée blend d'huiles constituée d'un mélange de graisses et d'huiles végétales raffinées ou modifiées par fractionnement, trans/inter estérification ou hydrogénation. Elle représente la partie la plus importante de l'émulsion (80-82 %) et est souvent additionnée par des ingrédients liposolubles tels que les émulsifiants, les arômes, les vitamines, et les colorants (**Karleskind, 1992**).

#### ➤ Phase aqueuse

La phase aqueuse est constituée généralement d'eau ou de lait ou bien d'un mélange de ces deux composés. Elle représente une teneur comprise entre 16 et 18% de la composition globale de la margarine. Elle comprend également les ingrédients hydrosolubles comme le sel, les conservateurs et les correcteurs de pH (**Karleskind, 1992**).

#### ➤ Additives

Les additifs incorporés dans la margarine peuvent être liposolubles ou hydrosolubles. Conformément au **codex alimentarius (2007)**, ces additifs sont autorisés à des concentrations limitées et réglementées.

#### ✚ Additifs liposolubles

##### ❖ Emulsifiants

Les émulsifiants sont ajoutés dans le but de stabiliser l'émulsion d'eau dans l'huile. Ils possèdent dans leurs structures à la fois, des fonctions d'hydrophile et lipophile, qui leur permettent d'apporter la stabilité de la texture et de la rhéologie à l'émulsion. Parmi les émulsifiants utilisés généralement dans les margarines, on trouve la lécithine, les mono et diglycérides ... etc. qui sont autorisé jusqu'à 5g/kg.

❖ **Arômes**

La margarine est parfois aromatisée avec le di-acétyle qui est le constituant majoritaire de l'arôme de beurre. Le di-acétyle est un liquide jaunâtre à forte odeur qui donne à la margarine une odeur et un goût de beurre.

❖ **Vitamines**

La margarine est parfois enrichie en vitamines A, D, et E pour compenser les carences possibles dues au remplacement du beurre. Les niveaux maximum et minimum pour les vitamines A, D, et E doivent être établis par la législation nationale, conformément aux besoins de la population de chaque pays.

❖ **Colorants**

La couleur de la margarine doit ressembler à celle du beurre. Pour cela, elle est souvent obtenue grâce à l'ajout d'huiles fortement pigmentées, comme l'huile de palme rouge qui est riche en caroténoïdes (1 g/kg), ou par l'utilisation de  $\beta$ -carotène de synthèse (E160a) qui est autorisé à une concentration maximale de 35 mg/kg.

✚ **Additifs hydrosolubles**

❖ **Sel**

Le sel est ajouté à la margarine principalement pour améliorer sa saveur, mais il joue également un rôle important en tant qu'agent conservateur et bactériostatique. Le chlorure de sodium aide à prévenir le développement des micro-organismes, ce qui contribue à la conservation du produit. Il est généralement ajouté à une concentration allant de 0,1 à 2 %.

❖ **Conservateurs**

Les conservateurs les plus utilisés sont les acides faibles tels que l'acide sorbique (E200), l'acide benzoïque (E210) et l'acide citrique (E330), qui possèdent un bon effet fongistatique. Leurs actions inhibitrices dépendent de leurs concentrations et ils sont autorisés à une teneur maximale de 2 g/kg. L'acide ascorbique et ses sels (sodium ou potassium) sont également couramment utilisés pour leurs effets bactériostatiques et parfois fongistatiques. Les quantités ajoutées d'acide ascorbique sont généralement comprises entre 0,5 et 1,5 % du poids total du produit fini.

### ❖ Correcteurs de pH

Le diacétate de sodium, les tartrates et les phosphates sont ajoutés à la margarine pour ajuster le pH et stabiliser l'oxydation. Leur concentration est généralement limitée à 1 g/kg, conformément aux bonnes pratiques de fabrication. Ils permettent de maintenir un pH compris entre 3,0 et 5,5, qui est une plage essentielle pour assurer la stabilité microbiologique et prolonger la durée de conservation du produit.

## 4. Processus technologique de fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine suit un processus technologique bien défini qui implique plusieurs étapes successives. Elle repose principalement sur l'émulsion de l'eau dans l'huile, suivie d'autres étapes cruciales, notamment le mélange, l'homogénéisation et le refroidissement, pour obtenir la texture et les caractéristiques désirées du produit final (Andersen et Williams, 2016). Ces étapes sont les suivantes :

### ➤ Traitement de l'huile raffinée

Dans le cadre de la fabrication de la margarine, les huiles doivent souvent subir diverses transformations afin d'adapter leurs propriétés physiques et chimiques aux exigences du produit final. Ces modifications permettent d'obtenir la texture, la stabilité et les caractéristiques organoleptiques spécifiques de la margarine. Parmi les principales opérations industrielles utilisées pour ajuster la structure des huiles raffinées dans la production de margarine, on cite l'hydrogénation, l'interestérisation et le fractionnement ((Albrand et al., 2021 ; Singh et al., 2022).

### ✚ Hydrogénation

L'hydrogénation est un procédé chimique qui consiste à ajouter de l'hydrogène aux acides gras insaturés pour les transformer en acides gras saturés. Ce processus permet de convertir les huiles liquides en graisses semi-solides facile pour le transport, le stockage et l'utilisation culinaire. L'hydrogénation améliore également la stabilité des graisses face à l'oxydation et à la chaleur, ce qui prolonge leur durée de conservation (Albrand et al., 2021).

### ✚ Interestérisation

L'interestérisation modifie la structure des corps gras en réarrangeant les acides gras sur le glycérol. Cela modifie leurs propriétés, notamment la vitesse de cristallisation, ce qui impacte directement la texture et les caractéristiques organoleptiques des graisses.

Ce procédé peut être réalisé par voie chimique (activation catalytique, clivage des esters, échange des acides gras) ou enzymatique (utilisation de lipases). L'interestérisation permet ainsi d'améliorer la qualité fonctionnelle et nutritionnelle des matières grasses (**Singh et al., 2022 ; İnanlar et Altay, 2024**).

### **Fractionnement**

Le fractionnement est une opération industrielle qui vise à séparer les différents constituants des huiles et des graisses en fonction de leur point de fusion. Cette séparation permet d'isoler les fractions riches en acides gras saturés, qui ont un point de fusion élevé, de celles qui ont un point de fusion plus faible. Le processus de fractionnement peut être réalisé par plusieurs méthodes, telles que la chromatographie, la cristallisation fractionnée et l'extraction liquide/liquide (**Yılmaz et Ağagündüz, 2022**).

#### ➤ **Préparation de la phase grasse**

La préparation de la phase grasse consiste à préparer un mélange d'huiles raffinées ou modifiées (par hydrogénation, interestérisation ou fractionnement), avec d'émulsifiants, de colorants, d'arômes et de vitamines liposolubles. Le processus implique de chauffer ce mélange de corps gras à environ 60°C pendant quelques minutes pour dissoudre le tout. Le liquide limpide obtenu constitue la phase grasse complète, qui représente environ 82% de la composition totale de la margarine (**O'brien, 2008**).

#### ➤ **Préparation de la phase aqueuse**

La préparation de la phase aqueuse consiste à mélanger les différents ingrédients solubles dans l'eau, osmosée, le lait, le sel, les conservateurs, les correcteurs de pH et les arômes. Pour les margarines sans lait, la phase aqueuse comprend uniquement de l'eau et des additifs hydrosolubles. L'eau utilisée est traitée pour éliminer les ions métalliques et les micro-organismes. De plus, dans le cas où le lait est également utilisé, il doit subir une pasteurisation suivie de plusieurs refroidissements afin de prévenir le développement de bactéries et garantir la sécurité du produit final (**Andersen et Williams, 2016**).

#### ➤ **Préparation de l'émulsion**

La préparation de l'émulsion consiste à combiner la phase aqueuse et la phase grasse avec l'émulsifiant.

Cette combinaison se fait dans un bac d'émulsion dont la phase aqueuse est ajoutée lentement à la phase grasse fondue. Les bacs sont équipés de pompes pour garantir un bon dosage des différentes phases (**Tereshchuk et al., 2018**).

➤ **Pasteurisation et refroidissement**

L'émulsion obtenue est chauffée à environ 80°C dans un pasteurisateur pendant 10 à 15 secondes, puis refroidie jusqu'à 45°C à l'aide des échangeurs de chaleur. Cette dernière est la température initiale de l'émulsion à 45°C avant l'entrée dans le pasteurisateur (**Vatankhah et al., 2020**).

➤ **Cristallisation et malaxage**

La stabilité finale du produit est assurée par le processus de cristallisation qui se produit lorsque la phase grasse de l'émulsion se solidifie à la suite d'un refroidissement contrôlé sur un tambour refroidi à 0°C, induisant ainsi la cristallisation immédiate du produit. Cette étape est déterminante pour la structuration du produit, et contribue à sa stabilité et à l'optimisation de ses propriétés organoleptiques.

Une fois cristallisé, le produit prend la forme d'un film mince qui est transféré à travers une trémie vers le malaxeur. Le malaxage réalisé à ce stade permet de rendre le produit plus homogène, souple et cohésif, tout en éliminant les composés volatils responsables des mauvaises odeurs. Ce traitement final permet de garantir la stabilité physique et les caractéristiques sensorielles de la margarine, en améliorant ses propriétés rhéologiques et organoleptiques (**Miskandar et al., 2005**).

➤ **Conditionnement et conservation**

Le conditionnement de la margarine peut se faire dans des pots confectionnés, des enveloppes, des barquettes, en utilisant des matériaux comme le papier sulfurisé, l'aluminium ou des films plastifiés. Le remplissage se fait sous atmosphère modifiée pour chasser l'oxygène du contenant par une injection de gaz inertes (comme l'azote ou le dioxyde de carbone), ce qui permet de limiter l'oxydation des lipides et d'améliorer la durée de conservation du produit.

Une fois conditionnée, la margarine doit être stockée dans un environnement sec et tempéré (10-13°C) pour éviter l'oxydation et le développement de moisissures.

Après le conditionnement, les produits sont entreposés dans des chambres froides (5-7°C) pour garantir une conservation optimale et préserver leurs qualités organoleptiques (Vatankhah et al., 2020).

## 5. Types de margarine

### ➤ Margarine de table

La margarine de table également appelée margarine tartinable est un produit alimentaire largement utilisé pour la tartinabilité sur des tranches de pain, des biscuits ou d'autres produits de boulangerie. Elle est composée principalement de triglycérides riches en acides gras insaturés ce qui lui confère une texture lisse et crémeuse.

Ce type de margarine présente des caractéristiques organoleptiques très proches à celle du beurre, et peut être une alternative plus légère et économique au beurre. Parfois, elle est enrichie en vitamines A et D afin de répondre aux besoins nutritionnels des consommateurs. La margarine de table est stable à température ambiante, souvent conditionnée en barquettes ou en pots. Elle est appréciée pour sa facilité d'utilisation et son goût agréable (Wiedermann, 1978).

### ➤ Margarine à cuisson

La margarine à cuisson englobe une large gamme de produits utilisés dans divers secteurs, tels que la boulangerie, la pâtisserie, la biscuiterie et même la production de crèmes glacées. Elle est conçue pour résister à des températures élevées, et se distingue par sa capacité à maintenir une bonne plasticité à différentes températures, ce qui la rend plus adaptée pour la préparation des pâtisseries et biscuiteries. Les margarines destinées à la cuisson doivent être exemptes d'acides gras libres et offrir une excellente résistance à l'oxydation. Parmi elles, on distingue principalement la margarine de feuilletage, spécialement utilisée pour la fabrication de pâte feuilletée (O'Brien, 2008).

### ➤ Margarine allégée

La margarine allégée est une margarine avec une teneur réduite en matières grasses contenant environ 62% en matières grasses totale. Elle est fabriquée à partir d'huiles riches en acides gras polyinsaturés et souvent enrichies en vitamines A, D et E.

Ce type de margarine offre une alternative plus légère et plus saine tout en conservant les caractéristiques gustatives et culinaires de la margarine classique (Glover et Kolb 1991).

➤ **Margarine diététique**

La margarine diététique est une margarine à faibles calories spécialement conçue pour répondre à des besoins alimentaires spécifiques comme les régimes diététiques. Elle est destinée à des groupes particuliers, notamment les sportifs, les personnes en régime amaigrissant, les enfants, les personnes âgées ou encore certaines catégories de malades (**Patel et al., 2016**).

➤ **Margarine enrichie**

La margarine enrichie est une margarine additionnée de nutriments spécifiques, tels que les vitamines, les minéraux, les acides gras essentiels, les phytostérols ou même substituée les additifs synthétiques par d'autres composés naturels (**Witkowska et al., 2022 ; Ouahrani et al., 2023**).

## **6. Caractéristiques physico-chimiques de la margarine**

Les caractéristiques physico-chimiques de la margarine varient selon les types de margarine, les méthodes de fabrication et les usages auxquels elles sont destinées. Ces caractéristiques influencent directement ces propriétés organoleptiques, son comportement à la cuisson et sa conservation.

Les caractéristiques physiques de la margarine sont étroitement liées à son état d'émulsion, qui se présente sous forme de corps plastique, ni totalement solide, ni totalement liquide. Cet état particulier résulte de l'émulsion très fine entre la phase grasse et la phase aqueuse. Le point de fusion est une caractéristique physique de la margarine qui correspond à la température à laquelle elle passe de l'état solide à l'état liquide. Cette température est soigneusement déterminée pour permettre à la margarine de fondre agréablement dans la bouche et d'offrir une bonne aptitude à l'étalement. En outre, la proportion de graisses solides dans la margarine à une température donnée peut influencer directement sa consistance et sa texture. En effet, une teneur en solides bien ajustée assure que la margarine ait une bonne dureté pour résister aux manipulations mécaniques et reste suffisamment molle pour une tartinabilité facile (**Moens et al., 2018, Marangoni, 2025**).

Les caractéristiques chimiques de la margarine quant à elles, elles sont influencées par sa composition en acides gras en particulier le nombre d'atomes de carbone, le nombre de doubles liaisons insaturées dans la chaîne carbonée et la configuration cis ou trans de ces doubles liaisons.

Une chaîne carbonée plus longue augmente le point de fusion tandis qu'un degré d'insaturation plus élevé diminue le point de fusion, cela influence directement la texture finale du produit. Egalement, la nature et la teneur en éléments non glycéridiques comme les tocophérols sont impliqués dans la stabilité chimique de la margarine. Les tocopherols possèdent un groupement phénolique (-OH) qui leur permet de céder un électron aux radicaux libres générés par l'oxydation des acides gras insaturés et neutraliser par la suite ces radicaux libres. Ces composés ont des propriétés antioxydantes et aident à prévenir l'oxydation des graisses dans la margarine, ce qui prolonge sa durée de conservation et empêche le rancissement du produit (**Silva et al., 2022**).

D'autres caractéristiques chimiques importantes sont les indices de fraîcheur, tels que l'indice de peroxyde et l'acidité qui sont des paramètres chimiques utilisés pour évaluer la qualité de la margarine. L'indice de peroxyde évalue le degré d'oxydation des lipides dans la margarine. Un taux élevé de peroxydes suggère une dégradation avancée des graisses, ce qui peut altérer la qualité organoleptique du produit, provoquer un rancissement et réduire sa durée de conservation. L'acidité quant à elle est un indicateur des composés acides tel que les acides gras libre résultant de l'hydrolyse ou de l'oxydation des graisses. Elle est utilisée comme critère pour évaluer la qualité et la fraîcheur de la margarine, car une acidité élevée peut être le signe de la dégradation des lipides, affectant ainsi la stabilité et la sécurité du produit (**Nogala-Kalucka et Gogolewski, 2000**).

## **7. Caractéristiques nutritionnelles de la margarine**

La margarine présente des caractéristiques nutritionnelles importantes, principalement en tant que corps gras alimentaire qui est une source calorique concentrée. Elle apporte environ 7500 calories par kilogramme, ce qui en fait un excellent moyen de répondre aux besoins énergétiques de l'organisme. En plus de son apport énergétique, elle est particulièrement riche en acides gras essentielles (l'acide linoléique et linoléique) et en vitamines liposolubles telles que les vitamines A, D, E et K, et peut également contenir des carotènes (**Fetter et Carlson, 1931 ; Rader et al., 1997 ; Mohammadi-Nasrabadi et al., 2024**). Ces nutriments font de la margarine une source précieuse facile à assimiler par l'organisme grâce à son état d'émulsion, qui améliore sa digestibilité et optimise l'absorption des nutriments.

Au-delà des margarines classiques, il existe aujourd'hui une grande variété de margarines enrichies, conçues pour répondre à des besoins nutritionnels spécifiques.

Certaines sont formulées avec une faible teneur en matières grasses, tandis que d'autres sont enrichies en acides gras essentiels, tels que l'acide linoléique. Ces options répondent à des besoins nutritionnels et aussi à des objectifs de santé, qu'il s'agisse de prévention des maladies ou de gestion de conditions particulières. Ces margarines modernes combinent les bienfaits des nutriments essentiels et offre l'adaptabilité nécessaire pour accompagner un régime alimentaire équilibré (**Patel et al., 2016**).

## 8. Facteurs influençant la stabilité de la margarine

Les facteurs d'altération de la margarine sont multiples et peuvent être d'ordre physique, chimique ou bactériologique.

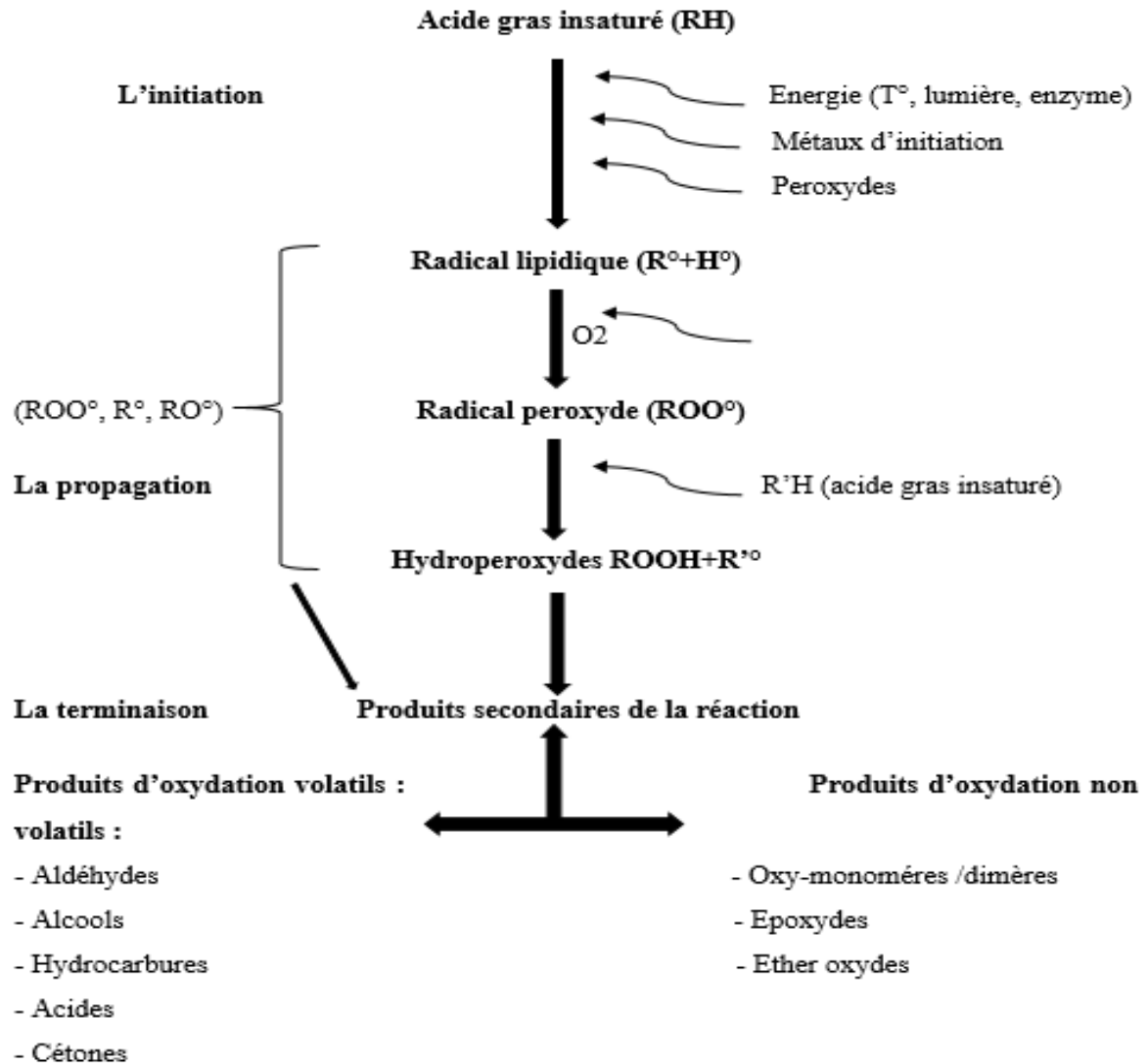
### 8.1. Mécanismes d'altération physico-chimique et oxydation lipidique

En raison de sa composition qui contient un taux élevé de matières grasses, la margarine est particulièrement sensible à l'oxydation, un processus qui affecte la qualité du produit. L'oxydation des lipides notamment des acides gras insaturés, entraîne des changements organoleptiques (odeur de rance, goût désagréable, changement de couleur), ainsi que des pertes de nutriments essentiels tels que les vitamines A, D et E (**Nogala-Kalucka et Gogolewski, 2000**).

L'oxydation des lipides peut se manifester sous deux formes principales qui sont l'auto-oxydation et la photo-oxydation. Ces phénomènes sont favorisés par plusieurs facteurs externes, tels que l'exposition à la lumière, en particulier les rayons ultraviolets, la température élevée et une durée de stockage prolongée. De plus, l'oxydation est accélérée par l'exposition au dioxygène de l'air et par la présence de métaux pro-oxydants comme le fer, le cuivre et le manganèse, qui agissent en tant que catalyseurs de la réaction d'oxydation (**McClements et Decker, 2000 ; Fruehwirth et al., 2021**). Le mécanisme d'oxydation des lipides se déroule généralement en trois étapes successives (**Figure 8**) (**Eymard, 2003**):

- **L'initiation** commence par la formation de radicaux libres à partir des acides gras insaturés sous l'effet de facteurs comme la chaleur ou la lumière.
- **La propagation** est une réaction en chaîne dans laquelle les radicaux libres réagissent avec l'oxygène, formant des radicaux peroxydes qui se transforment ensuite en hydroperoxydes, des composés instables.

- **La terminaison** se produit lorsque ces produits instables se décomposent, produisant des molécules volatiles comme des aldéhydes, des cétones et des alcools, qui modifient la saveur et l'odeur de la margarine.

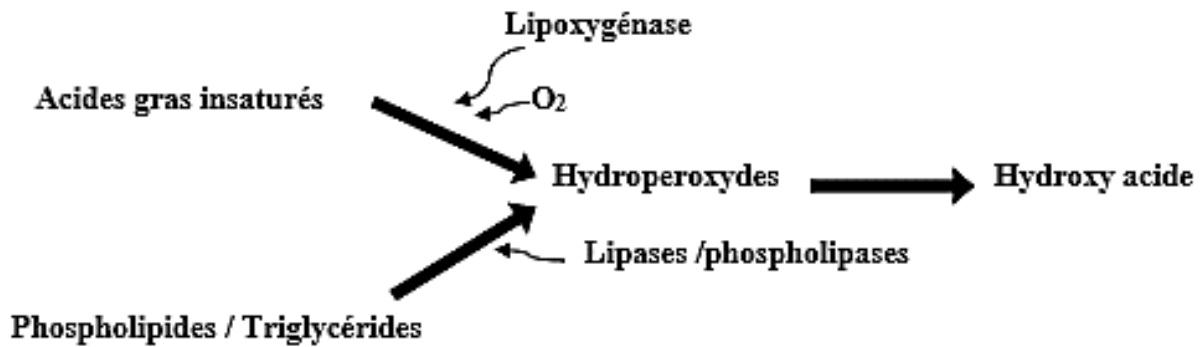


**Figure 8 :** Schéma général de l'oxydation des lipides (Eymard, 2003).

En outre, l'oxydation enzymatique peut être aussi un facteur important de la dégradation de la margarine, cette dernière est principalement catalysée par les lipoxygénases. Ces enzymes catalysent l'insertion d'une molécule d'oxygène sur un acide gras insaturé et manifeste la formation des hydroperoxydes instables. Cette activité enzymatique est souvent couplée à celle des lipases et des phospholipases, lesquelles participent à la dégradation des lipides et facilitent l'oxydation (Wang et Hammond, 2010).

Par ailleurs, l'acidification est une autre forme d'altération chimique de la margarine qui résulte de l'hydrolyse des triglycérides présents dans la margarine.

Cette réaction sépare les acides gras des glycérols entraînant la formation d'acides gras libres qui peuvent nuire à la qualité et la stabilité du produit. Ces acides libres sont responsables de l'altération de la texture, de la couleur et d'odeur de la margarine (Anand, 2021).



D'autre part, les altérations physiques de la margarine incluent des changements dans la consistance et la texture. Le phénomène de recristallisation qui se produit lors du stockage de la margarine à des températures inadéquates, peut entraîner la formation de nouveaux cristaux de graisse. Cela modifie la texture du produit le rendant plus granuleux ou moins homogène, et peut réduire son attrait organoleptique (Demam et al., 1995 ; Gao et al., 2022).

## 8.2. Contaminations microbiologiques courantes dans les margarines

L'altération microbiologique de la margarine est un phénomène multifactoriel causé par l'introduction de microorganismes provenant de différentes sources notamment par l'atmosphère ambiante, l'appareillage de traitement insuffisamment stérilisé, les emballages, les contacts humains et les insectes (Delamarre et Batt, 1999). De plus, la phase aqueuse de la margarine, constituée principalement d'eau et de lait, constitue un milieu favorable à la prolifération de divers microorganismes. La présence d'amidon dans cette phase aqueuse constitue également un facteur favorable à la prolifération de microorganismes.

Ces altérations sont particulièrement favorisées par certaines conditions environnementales telles qu'une température supérieure à 5°C et un pH du milieu supérieur à 5 (Beuchat, 1983).

Les principaux microorganismes responsables de l'altération de la margarine sont des bactéries aérobies mésophiles, des coliformes fécaux, des levures et moisissures, ainsi que des agents pathogènes tels que *Staphylococcus aureus* et *Salmonella*. Ces germes provoquent des

troubles digestifs chez le consommateur, tels que des diarrhées, des vomissements, et de la fièvre, en fonction du type de microorganisme.

## 9. Enrichissement de la margarine

### 9.1. Concept et avantage d'enrichissement alimentaire

L'enrichissement alimentaire consiste à ajouter des ingrédients, des nutriments ou des composés bioactifs afin d'améliorer la valeur nutritionnelle ou fonctionnelle d'un aliment. Dans le cas de la margarine, cette pratique permet d'enrichir ce produit de base en divers nutriments bénéfiques pour la santé, tels que des extraits de plantes, des huiles essentielles, des produits végétaux ou d'autres substances bioactives en vue de répondre à une demande croissante des consommateurs pour des produits alimentaires naturels et plus sains (**Himed et Barkat, 2015 ; Ouahrani et al., 2023**).

L'avantage de ce procédé est l'apport d'éléments essentiels au bon fonctionnement de l'organisme humain, tels que les vitamines et les acides gras insaturés (oméga-3 et oméga-6), ce qui permet de combler certaines carences nutritionnelles et de prévenir des maladies liées à ces carences, comme le rachitisme ou les troubles cardiovasculaires (**Dary et Hurrell, 2006**).

### 9.2. Impact sur les propriétés nutritionnelles et sensorielles de la margarine

L'enrichissement de la margarine affecte de manière significative ses propriétés nutritionnelles et sensorielles. Sur le plan nutritionnel, l'ajout d'extraits de plantes comme le *Moringa oleifera* montre une amélioration de la stabilité oxydative et une préservation des nutriments sensibles, tels que l' $\alpha$ -tocophérol (vitamine E), lors du stockage à haute température (**Ouahrani et al., 2023**). De plus, l'incorporation d'extraits de plantes et de produits naturels, tels que l'huile de chia, le curcuma, et le thym, à la margarine améliore ces caractéristiques physicochimiques, sa résistance à l'oxydation, sa protection contre les bactéries, ce qui lui confère une meilleure durée de conservation. Par ailleurs, ces extraits influencent positivement les propriétés sensorielles de la margarine, améliorant ainsi le goût, la texture et l'arôme, ce qui peut rendre le produit plus attrayant pour les consommateurs (**Nadeem et al., 2017**). En outre, **Djouab et al. (2017)** montrent également que l'ajout de poudre d'écorce de datte rouge (*Canariensis*) améliore les propriétés sensorielles de la margarine, en influençant positivement ses caractéristiques organoleptiques tout en augmentant sa résistance à l'oxydation, même lors d'un stockage à différentes températures (5 et 30 °C).

---

## *Partie expérimentale*

---

---

*Chapitre I. Matériel et  
méthodes*

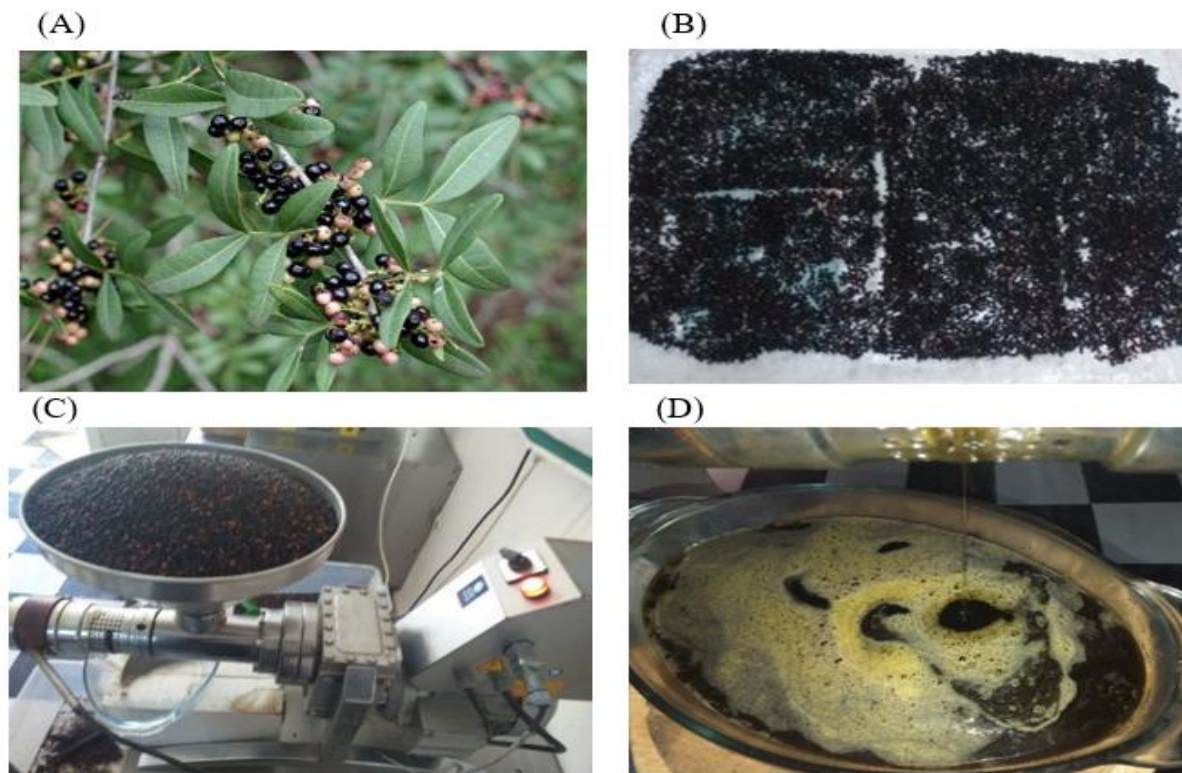
---

## 1. Lieux de réalisation des expériences

L'ensemble des démarches expérimentales entreprises dans le cadre de ce travail sont présentées dans ce chapitre. Les analyses réalisées dans le but de caractériser les matières premières utilisées, l'huile de *Pistacia lentiscus* et le miel d'abeille ont été effectuées au sein des laboratoires de biochimie alimentaire et laboratoire de biomathématique, biochimie, iophysique et scientométrie de l'université de Béjaïa. Les analyses chromatographiques du miel ont été menées au sien du laboratoire d'orto botanico de l'université de Sienne en Italie. Tandis que l'élaboration des margarines et les essais qui leur sont associés ont été conduits au sein de l'entreprise de Cevital sis à Bejaia, et que les analyses rhéologiques des margarines formulées ainsi que les analyses chromatographiques de l'huile de lentisque ont été effectuées au sein de l'institut supérieur d'agronomie de l'université de Lisbonne au Portugal. En fin, les analyses sensorielles ont été faites au laboratoire d'analyse sensorielle de l'université de Béjaïa.

## 2. Huile de lentisque

Les baies de lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) sont récoltées au début du mois de janvier 2022 dans la région de Chemini, située dans la wilaya de Béjaïa, Algérie. L'identification botanique de la plante est faite par les membres du laboratoire de Physiologie Végétale de la Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie de l'université Abderrahmane MIRA de Bejaia. La plante, à l'état frais, est identifiée en se référant à la « Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques et Méridionales » de **Quezel et Santa (1963)**. Après la collecte, les feuilles et les baies moisis sont soigneusement éliminées, et les baies mûres sont séchées dans une étuve à 40°C jusqu'à stabilisation de leur poids. Une fois séchées une quantité de 9 kg est soumis à une pression à froid à l'aide d'une presse (GM-1000) afin d'extraire l'huile vierge de lentisque (**Figure 9**). L'huile obtenue est immédiatement filtrée et conditionnée dans des flacons en verre ambré, afin de la protéger de la lumière et d'éventuelles altérations oxydatives. L'échantillon d'huile est ensuite stocké à température ambiante jusqu'à son utilisation dans les analyses physico-chimiques et activités biologiques.



**Figure 9.** Étapes d'obtention de l'huile de lentisque :  
 (A) baies de *P. lentiscus*, (B) séchage des baies, (C) extraction à froid, (D) huile de *Pistacia lentiscus*.

Le rendement en cette huile est calculé par la formule suivante :

$$R(\%) = \frac{m}{m_0} \times 100$$

R (%) : rendement en pourcentage ;

m : masse en gramme de l'huile extraite ;

m<sub>0</sub> : masse en gramme des baies de *Pistacia lentiscus* séchées.

## 2.1. Analyses physico-chimiques de l'huile de lentisque

### 2.1.1. Densité de l'huile

La densité de l'huile de *Pistacia lentiscus* est déterminée selon la méthode gravimétrique couramment utilisée pour les huiles végétales, conformément aux recommandations de la norme **ISO 6883:2017**. Pour chaque mesure, le pycnomètre est préalablement pesé vide, puis rempli d'huile de lentisque ou d'eau et de nouveau pesé à l'aide d'une balance analytique de précision ( $\pm 0,0001$  g). Trois mesures ont été réalisées à 20 °C et la densité est ensuite calculée selon la formule suivante :

$$\text{Densité} = \frac{m1 - m0}{m2 - m0}$$

Où :

m1: masse du pycnomètre remplie d'huile ;

m0= masse du pycnomètre vide ;

m2 : masse du pycnomètre remplie d'eau.

### 2.1.2. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est une mesure optique de la capacité d'une huile à dévier la lumière. Il est directement lié à la pureté et à la composition chimique de l'huile, notamment la présence de composés insaturés (**Devi et Khatkar, 2017**).

Le protocole **ISO 6320:2000** stipule l'utilisation d'un réfractomètre (modèle ATAGO 54918.1T) pour mesurer l'angle de déviation de la lumière lorsqu'elle traverse un échantillon d'huile. L'huile est simplement déposée sur la surface du prisme du réfractomètre, sans besoin de solvant. L'appareil enregistre ensuite l'indice de réfraction, un paramètre indicatif de la qualité de l'huile, particulièrement utile pour la détection de mélanges ou d'adultérations.

### 2.1.3. Acidité

L'acidité libre dans les huiles végétales est une mesure importante de la qualité, elle reflète la quantité d'acides gras libres présents dans l'huile résultant de la dégradation des triglycérides par l'hydrolyse. Plus l'acidité est élevée, plus l'huile est considérée comme dégradée (**Frega et al., 1999**).

L'acidité d'huile de lentisque est déterminée selon la norme **ISO 660:2009**. Une quantité de 75 mL d'alcool neutre, préalablement titré de l'NaOH en présence d'une solution de la phénolphthaléine jusqu'à l'obtention d'une légère coloration rose, sont ajoutés à 10 g d'huile dans un bécher. Précédemment, une première titration est effectuée à l'aide de la solution de NaOH à 0,1 N jusqu'à l'apparition d'une coloration rose persistante pendant au moins 30 secondes. Par la suite, le mélange est chauffé légèrement, puis une deuxième titration est réalisée pour confirmer la stabilité de la coloration rose, signe que la neutralisation complète des acides gras libres est atteinte. L'acidité est ensuite exprimée en pourcentage d'acide oléique et est calculée comme suite

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{\mathbf{M} \times \mathbf{V} \times \mathbf{N}}{\mathbf{m}}$$

Où :

M : masse molaire de l'acide oléique (282 g/mol) ;

N : normalité de la solution de NaOH (0,1 N) ;

V : volume de NaOH consommé lors du titrage (mL) ;

m : masse d'échantillon (g).

#### 2.1.4. Indice de saponification

L'indice de saponification représente la quantité de potasse (KOH) nécessaire pour saponifier 1g d'huile. Il est utilisé pour évaluer la longueur moyenne des chaînes carbonées des acides gras présents dans l'huile. Un indice de saponification élevé est souvent caractéristique des huiles contenant une plus grande proportion d'acides gras à chaînes courtes.

La méthode **ISO 3657:2020** est utilisée pour déterminer l'indice de saponification. Elle consiste à dissoudre environ 2 g d'échantillon d'huile dans une solution alcoolique de KOH (0,5 N), afin de faciliter la solubilisation des lipides permettant une réaction uniforme avec la potasse. Ensuite, le mélange est chauffé pour initier la saponification, une réaction chimique qui transforme les triglycérides en glycérol et en sels d'acides gras (savons). Une fois la saponification terminée, le surplus de KOH non réagi est titré avec une solution d'acide chlorhydrique (HCl 0,5 N), en utilisant la phénolphtaléine comme indicateur. Le point final est déterminé lorsque la couleur rose disparaît. L'indice de saponification est déterminé avec la formule suivante :

$$\text{Indice de saponification (mg KOH/g)} = \frac{((V_0 - V) \times N \times 56,1)}{m}$$

Où :

V<sub>0</sub> : volume d'HCl utilisé pour le blanc (mL) ;

V : volume d'HCl utilisé pour l'échantillon (mL) ;

N : normalité de la solution d'HCl ;

m : masse de l'échantillon (g) ;

56,1 : masse molaire du KOH.

### 2.1.5. Indice d'iode

L'indice d'iode mesure le degré d'insaturation des acides gras présents dans l'huile. Il exprime la quantité d'iode, en grammes, qui peut être absorbée par 100 g d'huile. Plus l'indice d'iode est élevé, plus la proportion d'acides gras insaturés est importante. Ce test est crucial pour évaluer la stabilité oxydative de l'huile, car les acides gras insaturés sont plus susceptibles à l'oxydation (**Subila, 2016**).

Pour déterminer l'indice d'iode d'une huile (**ISO 3961:1996**), environ 0,5 g d'échantillon est dissous dans 10 mL de chloroforme ou un autre solvant organique, tel que le cyclohexane ou le tétrachlorure de carbone (CCl<sub>4</sub>), afin de faciliter la réaction entre les acides gras insaturés et les halogènes. Ensuite, 25 mL d'une solution d'halogènes de Chlorure d'iode (ICl) sont ajoutés, et le mélange est laissé réagir à l'obscurité pendant 30 minutes, permettant aux doubles liaisons des acides gras de réagir avec l'iode. Après cette période, 20 mL d'une solution d'iodure de potassium KI (10 %) sont ajoutés. Le diiode excédentaire formé est titré avec une solution de thiosulfate de sodium (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,1 N) jusqu'à disparition de la coloration.

Quelques gouttes de solution d'amidon sont ajoutées en fin de titrage pour faciliter la détection du point final, marqué par le passage du bleu au transparent. L'indice d'iode est alors calculé en fonction du volume de thiosulfate consommé, selon la formule suivante :

$$\text{Indice d'iode (g I}_2\text{/100 g)} = \frac{((V_0 - V) \times N \times 12,69}{m}$$

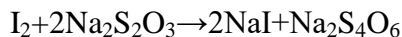
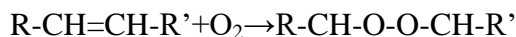
Où :

V<sub>0</sub> : volume de thiosulfate utilisé pour le blanc (mL) ;  
 V : volume de thiosulfate utilisé pour l'échantillon (mL) ;  
 N : normalité de la solution de thiosulfate ;  
 m : masse de l'échantillon (g).

### 2.1.6. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde permet de mesurer la quantité de peroxydes présents dans un échantillon de matière grasse, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kilogramme de corps gras. Le principe de cette méthode repose sur la capacité des peroxydes présents dans l'échantillon à oxyder l'iodure de potassium en milieu acide, libérant ainsi de l'iode. L'iode

libéré est ensuite titré à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium. La réaction chimique impliquée peut être résumée en deux étapes (**Shahidi et Zhong, 2005**):



Pour la mise en œuvre de cette méthode, une masse de 3 g d'huile de lentisque sont dissous dans 10 mL de chloroforme et 15 mL d'acide acétique glacial, qui favorisent la solubilisation des lipides et rend les hydroperoxydes réactifs. Par la suite, 1 mL de solution saturée d'iodure de potassium (KI) sont ajoutés (**ISO-3960, 2007**). Le mélange est agité pendant 1 minute et laissé à l'abri de la lumière pendant 5 minutes à température ambiante. Après cette incubation, 75 mL d'eau distillée sont ajoutés avec quelques gouttes d'amidon. La quantité d'iode libéré est ensuite titrée à l'aide d'une solution de thiosulfate de sodium ( $Na_2S_2O_3$ , 0,01 N) jusqu'à la disparition de la coloration bleue. Un essai à blanc est effectué dans les mêmes conditions. L'indice de peroxyde est calculé selon l'équation suivante :

$$\text{Indice de peroxyde (meq O}_2\text{/kg)} = \frac{N \times (V_1 - V_0)}{m} 100$$

Où :

$V_0$  : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc (mL) ;

$V_1$  : volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon (mL) ;

N : normalité de la solution de thiosulfate (0,01 N) ;

m : masse de l'échantillon (g).

### 2.1.7. Couleur

La couleur d'une huile est un indicateur visuel de sa qualité, influencée par la présence de pigments comme les caroténoïdes et les chlorophylles. La méthode de mesure de la couleur selon **ISO 27608:2010** utilise un spectrocolorimètre (modèle Lovibond PFX880), qui permet d'analyser la transmission de la lumière à travers un échantillon d'huile. L'huile est placée dans une cuve optique, puis la lumière blanche est projetée à travers l'échantillon. Aucune interaction avec des solvants n'est requise dans cette méthode, l'huile étant analysée dans son état pur. Le spectrocolorimètre mesure les longueurs d'onde absorbées et transmises, permettant de déterminer la couleur de l'huile sur une échelle chromatique standardisée.

## 2.2. Détermination de pigments d'huile de lentisque

### ➤ Chlorophylles

La teneur en chlorophylle d'huile de lentisque est déterminée selon la méthode spectrophotométrique décrite par **Pokorný et al. (1995)**. Cette méthode repose sur l'extraction des pigments chlorophylliens dans le tétrachlorure de carbone.

Une quantité de 5 g d'huile est dilués dans 25 mL de tétrachlorure de carbone (CCl<sub>4</sub>), servant à la fois de solvant extracteur et de blanc pour la lecture spectrophotométrique. Le mélange est homogénéisé jusqu'à obtention d'une solution limpide.

Par la suite l'absorbance de la solution est mesurée à 630 nm, 670 nm et 710 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis, en utilisant une cuve à quartz d'une épaisseur de 10 mm. La concentration en chlorophylle est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Chlorophylle (mg/ Kg)} = \frac{[\text{Abs}_{670} - (\text{Abs}_{630} + \text{Abs}_{710}) / 2]}{L} \times 345,3$$

Où :

Abs : absorbance mesurée à la longueur d'onde correspondante (en nm) ;

345,3 : le coefficient qui varie selon le spectrophotomètre utilisé ;

L : épaisseur de la cuve (10 mm).

### ➤ Caroténoïdes

La teneur en caroténoïde d'huile de *P. lentiscus* est déterminée selon la méthode colorimétrique décrite par **Salvador et al. (2001)**. Une masse de 1 g d'huile est dissoute dans 25 mL de cyclohexane. Le mélange est homogénéisé jusqu'à obtention d'une solution claire. L'absorbance est mesurée à 472 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Vis.

La teneur en caroténoïdes d'huile de lentisque est exprimée en mg équivalents de  $\beta$ -carotène par kg d'huile, en se référant à une courbe d'étalonnage réalisée avec le  $\beta$ -carotène ( $y = 8,735x + 0,0491$  ;  $R^2 = 0,996$ ).

## 2.3. Analyses chromatographiques des composés bioactifs d'huile de lentisque

### 2.3.1. Identification et quantification des acides gras par chromatographie en phase gazeuse

L'identification des acides gras présents dans l'huile de lentisque est réalisée à l'aide d'une analyse par chromatographie en phase gazeuse (CPG) après méthylation des acides gras en esters méthyliques d'acides gras (FAMES) (**Christie, 1982**). Une quantité de 0,5 g d'huile de lentisque est dissoute dans 10 mL de n-heptane.

Ensuite, 1 mL de méthylate de potassium dans du méthanol (KOH/méthanol) est ajouté à la solution. Le mélange est agité vigoureusement pour assurer la transestérification des acides gras en FAMES. Après agitation, la solution est centrifugée pendant 10 à 12 minutes à 3000 tr/min pour permettre la séparation des phases. La phase organique contenant les FAMES est soigneusement prélevée pour l'analyse (**Ichihara et al., 1996**).

Un volume de 0,8  $\mu$ L de la solution de FAMES est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une colonne capillaire adaptée à la séparation des acides gras. Les conditions opératoires sont les suivantes : une température de la colonne initiale de 120°C, augmentée à un taux de 4°C/min jusqu'à 240°C, avec un maintien à 240°C pendant 10 minutes. Le gaz porteur utilisé est l'hélium avec un débit de 1 mL/min. Le détecteur à ionisation de flamme est maintenu à 280°C, et l'injecteur à 250°C (**Medeiros et al., 2000**). L'acquisition des données dure 1 heure et 10 minutes. Les acides gras sont identifiés par comparaison des temps de rétention avec ceux des standards d'acides gras, et les résultats sont enregistrés et analysés.

Une quantification des acides gras présents dans l'échantillon est réalisée par intégration des aires des pics correspondant à chaque ester méthylique d'acide gras sur le chromatogramme obtenu. Chaque pic est identifié par comparaison de son temps de rétention avec celui des standards d'acides gras purs. Les aires des pics sont ensuite utilisées pour calculer les proportions relatives de chaque acide gras qui sont exprimés en pourcentage % (**López-López et al., 2001**).

### 2.3.2. Identification et quantification des triglycérides et tocophérols par chromatographie liquide à haute performance

#### ➤ Triglycérides

L'identification des triglycérides dans l'huile de lentisque est réalisée par chromatographie liquide à haute performance (HPLC), conformément à la méthode du **Conseil Oléicole International (2017)**, qui a détaillé les étapes pour déterminer la composition en triglycérides selon le nombre équivalent de carbones (ECN). Ce protocole se décompose en trois phases principales commençant par la détermination de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse capillaire, puis le calcul de la composition théorique des triglycérides avec ECN 42 et, enfin, l'identification des triglycérides jusqu'à  $ECN \geq 50$  par HPLC.

Pour préparer l'échantillon, on pèse avec précision 0,5 g d'huile de lentisque, puis on le filtre à l'aide d'une seringue équipée d'un filtre de 25 mm de diamètre et d'une porosité de 0,45  $\mu\text{m}$ . Cette étape élimine les impuretés susceptibles d'interférer lors de l'analyse. L'échantillon est ensuite dilué dans une fiole jaugée de 10 mL avec de l'acétone jusqu'au trait de jauge. Le solvant mobile, composé de 250 mL d'acétonitrile et de 23 mL d'acétone, est dégazé dans un bain à ultrasons pendant 45 minutes pour garantir une homogénéité optimale et éliminer les bulles d'air. Une fois dégazé, le solvant est refroidi à température ambiante pendant 10 minutes (**Da Costa et al., 2016**).

Avant l'analyse, la colonne Superspher® R 100 RP-18, adaptée à la séparation des triglycérides est mise en place puis le système est rincé deux fois avec le solvant mobile pour éliminer tout résidu. Un volume de 30  $\mu\text{L}$  de l'échantillon d'huile de lentisque est injecté dans le système et l'analyse est initiée. La durée totale de l'analyse est de 53 minutes, et la détection est réalisée avec un détecteur UV (**Bernal et al., 2011**).

L'identification des triglycérides est faite en comparant les temps de rétention obtenus avec ceux des standards de triglycérides de référence. Les résultats obtenus permettent de déterminer la concentration des triglycérides présents dans l'huile de lentisque en fonction de leur ECN et de l'air du pic, offrant ainsi une analyse quantitative et qualitative conforme aux normes établies (**Aparicio et al., 2000**).

#### ➤ Tocophérols

L'identification des tocophérols dans l'huile de lentisque est effectuée par chromatographie liquide haute performance, une technique permettant la séparation et la

quantification précise des différentes formes de tocophérols, notamment  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , et  $\delta$ -tocophérols. Cette méthode repose sur les interactions différentielles des tocophérols avec la phase stationnaire de la colonne HPLC en fonction de leur polarité (**Gliszczyńska-Świgło et al., 2004**).

Pour préparer l'échantillon, une quantité de 0,8 g d'huile de lentisque est dissoute dans 10 mL de n-hexane de grade HPLC. La solution est homogénéisée avec soin, puis filtrée pour éliminer toutes impuretés avant l'injection dans le système HPLC. Le système est calibré en amont par l'injection de standards de référence pour chaque tocophérol, ce qui permet de tracer les courbes de calibration pour  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , et  $\delta$ -tocophérols. Cette étape de calibration est essentielle pour la précision des analyses quantitatives.

L'échantillon d'huile (30  $\mu$ L) est injecté dans l'HPLC et les analyses sont programmées pour un intervalle de 30 minutes par échantillon (**Sánchez-Machado et al., 2006**). La phase mobile utilisée est un mélange de propanol et de n-hexane dans un ratio volumétrique de 0,5:99,5 (v/v), ce qui assure une séparation efficace des tocophérols selon leur polarité, permettant à chaque forme de tocophérol d'avoir un temps de rétention distinct. Les temps de rétention obtenus pour l'échantillon sont comparés avec ceux des standards pour identifier les tocophérols présents et estimer leur concentration dans l'huile de lentisque analysée (**Schwartz et al., 2008**).

La quantification est réalisée par mesure d'aire de chaque pic correspondant aux différentes formes de tocophérols, puis par comparaison avec les courbes de calibration établies à partir des standards. Les concentrations sont calculées selon la relation linéaire obtenue par le système pour chaque tocophérol et sont exprimées en milligrammes par kilogramme (mg/kg).

### **2.3.3. Séparation et quantification des stérols par chromatographie sur couche mince**

L'analyse des stérols dans l'huile de lentisque débute par la préparation d'une quantité de 5 g d'huile mélangée avec 50 mL d'une solution éthanolique (2N) composée de KOH, H<sub>2</sub>O et éthanol avec un rapport de 13:20:80. Ce mélange est chauffé jusqu'à ébullition pour activer la saponification des lipides, puis refroidi à 20°C. La phase d'extraction des stérols commence par l'ajout de 50 mL d'eau distillée, le tout étant placé dans un bain de glace pour stabiliser la température. Ensuite, 80 mL d'éther éthylique pur sont ajoutés, suivis d'une agitation pendant une minute pour permettre l'extraction de la phase huileuse contenant les stérols. Cette

extraction est répétée deux fois avec 60 mL d'éther, et toutes les phases étherées obtenues sont combinées pour maximiser l'extraction des stérols.

Après extraction, l'extrait est lavé avec 50 mL d'eau distillée afin d'éliminer les impuretés hydrosolubles, en retirant la phase inférieure après chaque lavage. Ce processus est répété trois fois. Afin de vérifier l'absence de résidus alcalins tels que les traces de potasse (KOH) non neutralisée ou les ions hydroxyde ( $\text{OH}^-$ ) issus de la solution éthanolique alcaline on utilise la phénolphtaléine. Si l'extrait ne présente pas de coloration rose, il est prêt pour la suite des analyses (**Sicard-Bons et al., 1993**). L'extrait est ensuite filtré à travers du sulfate de sodium anhydre pour éliminer toute trace d'humidité, puis il est récupéré dans un ballon préalablement pesé et mis en étuve pour un séchage complet. Après séchage, la masse de l'extrait pur est mesurée puis reconstitué dans le chloroforme.

Pour la chromatographie sur couche mince (CCM), on applique 200  $\mu\text{L}$  d'extrait sur une plaque de silice. La plaque est placée dans une cuve contenant un mélange de solvants composé d'hexane et de diéthyléther avec un rapport de 65: 35 (v/v). La migration est laissée se dérouler pendant 45 minutes à température ambiante. Après migration, la plaque est séchée à l'air puis pulvérisée avec une solution révélatrice fluorescente de dichlorofluorescéine à 0,2% dans l'éthanol qui permet d'observer les bandes de stérols sous lumière UV (**Aparicio et Aparicio-Ruiz, 2000**).

Les stérols sont alors récupérés et purifiés ; la bande correspondant aux stérols est grattée de la plaque et est placée dans un récipient avec 5 mL de chloroforme et 30 mL d'éther diéthylique. Après filtration, le solvant est évaporé à l'aide d'un rotavapeur, puis l'extrait est placé en étuve pour un séchage final.

Enfin, on procède à la silylation et à l'injection. Un volume de 200  $\mu\text{L}$  de réactif de silylation est ajouté à l'extrait pour dériver les stérols, facilitant ainsi leur analyse. Après 15 minutes, 0,5  $\mu\text{l}$  de l'échantillon sont injectés dans l'appareil de mesure de chromatographie en phase gazeuse avec un détecteur à ionisation de flamme (FID). La quantification est réalisée par intégration des aires des pics chromatographiques correspondant aux différents stérols, comparées à celles d'un étalon interne préalablement établie. Les résultats sont exprimés en mg/kg (**Gunstone, 2009**).

### 3. Echantillon de miel

L'échantillon de miel utilisé dans cette étude est de provenance de la commune d'Adekar, située dans la région montagneuse de la wilaya de Béjaïa, Algérie et est fourni par un apiculteur local en juin 2021. Ce miel est caractérisé par une couleur brun foncé et est extrait de manière traditionnelle puis conservé à température ambiante dans des contenants hermétiques, à l'abri de la lumière et de l'humidité, afin de préserver ses propriétés physico-chimiques et ses composés bioactifs jusqu'à sa caractérisation (**Figure10**).



**Figure 10.** Photographie du miel étudié.

#### 3.1. Analyse pollinique

L'analyse pollinique de l'échantillon de miel est réalisée conformément à la méthode de **Louveaux et al. (1978)** pour déterminer l'origine botanique. Une solution à 25 % de miel est préparée, puis centrifugée à 4500 tours/min pendant 10 minutes. Le surnageant est éliminé et le culot est dissout dans 10 mL d'eau distillée puis centrifugé à nouveau dans les mêmes conditions. Le culot récupéré est étalé sur une lame en verre puis séché à l'étuve (30°C). Après séchage, les lames sont recouvertes de gélatine glycérolisée.

L'observation des grains de pollen est effectuée à l'aide d'un microscope photonique équipé d'un objectif (G x40) et l'identification des grains de pollen est réalisée grâce à la base de données numérique de CETAM (Centre d'Études Techniques Apicoles de Moselle, France).

#### 3.2. Analyses physico-chimiques du miel

Les paramètres physico-chimiques du miel analysés sont réalisés conformément aux recommandations de **Bogdanov et al. (1997)**. Les analyses incluent l'humidité, le pH, la

conductivité électrique, la teneur en proline, la concentration en protéines, l'hydroxy-méthyl-furfural (HMF) et la couleur.

### 3.2.1. Potentiel d'hydrogène

Le pH est déterminé par la mesure de la concentration d'ions hydrogène libres ( $H^+$ ) présents dans l'échantillon. Avant toute mesure, le pH-mètre est soigneusement étalonné à l'aide des solutions tampons de pH connus (4, 7 et 10). Une fois l'appareil calibré, les électrodes sont immergées dans l'échantillon liquide jusqu'à stabilisation de la lecture et la valeur du pH est ensuite enregistrée.

Concernant le miel étudié, le pH est déterminé à partir d'une solution aqueuse préparée à une concentration de 10 % (p/v). Pour cela, 2,5 g de miel sont dissous dans 25 mL d'eau distillée.

### 3.2.2. Conductivité électrique

La conductivité électrique est mesurée à 20 °C dans une solution de miel à 20 % de matière sèche. Une masse de miel ( $M$ ) est calculée en fonction de sa teneur en matière sèche ( $M_s$ ), puis dissoute dans 25 mL d'eau distillée d'une conductivité très faible (1,43  $\mu S/cm$ ). La cellule du conductimètre (Consort C931) est plongée dans la solution et la conductivité est mesurée. Les résultats sont exprimés en milli-Siemens par centimètre (mS/cm) et sont calculés par la formule suivante :

$$M = \frac{5 \times 100}{M_s}$$

$$CE \text{ (milli siemens } cm^{-1}) = \text{Valeur mesurée} - [(valeur mesurée \times 0,032) \times (T^\circ - 20^\circ C)]$$

Où :

CE : conductivité Electrique ;

M : quantité du miel à peser ;

$M_s$  : teneur en matière sèche du miel ;

0,032 : facteur de correction ;

$T^\circ$  : température ambiante de la mesure en °C.

### 3.2.3. Humidité et indice de réfraction

La teneur en eau du miel est déterminée par la mesure de l'indice de réfraction à l'aide d'un réfractomètre Abbe. Une quantité de 2g de miel est placée dans un tube à essai puis chauffée au bain-marie à 50 °C pour dissoudre les cristaux de sucre. Par la suite, quelques gouttes de miel sont déposées sur le prisme du réfractomètre préalablement étalonné avec de

l'eau distillée. L'indice de réfraction est lu à travers l'oculaire du réfractomètre suite au partage de la ligne horizontale entre une zone claire et obscure et est converti en pourcentage d'humidité en utilisant la table de Chataway à 20 °C (annexe 1). Par ailleurs, le degré de brix est également affiché dans ce réfractomètre.

### 3.2.4. Protéines

La teneur en protéines est évaluée par la méthode colorimétrique de Bradford. Un volume de 0,1 mL d'une solution aqueuse de miel (50 %) est mélangé avec 5 mL du réactif de Bradford. Après incubation, l'absorbance est mesurée à 595 nm, la quantité de protéines est déterminée à l'aide d'une courbe d'étalonnage et les résultats sont exprimés en mg d'équivalents de sérum-albumine bovine (BSA) par 100 g de miel ( $y = 1,13x + 0,01$  ;  $R^2 = 0,9984$ ) (annexe 2, Figure 1).

### 3.2.5. Proline

Le dosage de la proline est effectué sur une solution de miel à 5 % (p/v) où 0,5 mL de cette solution est mélangé à de l'acide formique et de la ninhydrine à 3 %. Après chauffage au bain-marie à 95 °C pendant 15 minutes, la solution est diluée avec du 2-propanol et l'absorbance est mesurée à 510 nm. La concentration en proline est calculée à partir de l'absorbance et est exprimée en mg/kg de miel selon la formule suivante :

$$\text{Proline (mg/kg)} = \frac{\text{AE} \times \text{MP} \times 80}{\text{AP} \times \text{MP}}$$

Où :

AE : absorbance de l'échantillon du miel.

AP : absorbance de la solution standard de la proline.

MP : mg de proline pour la solution standard.

MA : quantité du miel.

80 : facteur de dilution.

### 3.2.6. Hydroxy-Méthyl-Furfural (HMF)

La teneur en HMF est déterminée en dissolvant 5 g de miel dans 25 mL d'eau distillée. La solution est traitée avec les solutions Carrez I et II, puis filtrée. Deux aliquotes sont préparées : une avec de l'eau distillée et l'autre avec une solution de bisulfite de sodium. L'absorbance est mesurée à 284 nm et 336 nm et la teneur en HMF est calculée à l'aide d'équation suivante :

$$\text{HMF (mg/kg)} = \frac{(A_{284} - A_{336}) \times 149,7 \times 5}{M}$$

Où :

$A_{284}$  : absorbance à 284 nm ;

$A_{336}$  : absorbance à 336 nm ;

M : masse en grammes de l'échantillon du miel ;

149,7 : constante.

### 3.2.7. Couleur

La couleur du miel est déterminée par la méthode spectrométrique après dilution d'une quantité de 1 g de miel dans 4 mL d'eau distillée. La couleur du miel déterminé avec un comparateur où la gamme colorée est ajustée pour correspondre à la couleur du miel observé à une longueur d'onde de 450 nm.

### 3.3. Identification et quantification des glucides par chromatographie liquide à haute performance

La chromatographie liquide à haute performance est utilisée pour l'identification et la quantification des glucides présents dans l'échantillon de miel étudié, suivant la méthode décrite par **Escuredo et al. (2014)**.

Une quantité de 0,5 g de miel est dissoute dans 4 mL d'eau déionisée, puis filtrée à l'aide d'un filtre seringue de 0,45  $\mu\text{m}$ . La solution est injectée à raison de 20  $\mu\text{L}$  dans l'appareille de chromatographie liquide haute performance (HPLC, ArchHPLC, Waters) équipée d'un détecteur à indice de réfraction (Waters 2410).

La séparation des sucres est réalisée sur une colonne échangeuse d'ions Sugar-Pak I (6,5  $\times$  300 mm, Waters), maintenue à une température constante de 90 °C à l'aide d'un module de chauffage externe (Waters Column Heater Module). L'élution est effectuée en phase isocratique, en utilisant de l'eau déionisée comme phase mobile, à un débit de 0,6 mL/min.

La quantification des sucres est faite à l'aide des courbes d'étalonnages, établies à partir de sucres analytiques (Merk) dissous dans de l'eau déionisée, aux concentrations comprises entre 0,1 et 0,5 mg/mL. Chaque analyse est réalisée en triplicat, afin d'assurer la précision et la reproductibilité des résultats.

### 3.4. Identification et quantification des acides aminés par chromatographie liquide à haute performance

L'identification et la quantification des acides aminés présents dans le miel étudié est déterminée par chromatographie liquide à haute performance, suivant la méthode décrite par **Fedeli et al. (2024)**. Une quantité de 1 g de miel est homogénéisée dans 2 mL d'eau distillée. Un volume de 10 µL de la solution obtenue est dérivatisée à l'aide du réactif fluorescent AQC (Waters, Milford, MA, États-Unis) et du tampon borate 0,02 M puis injecté dans un système de chromatographie liquide à haute performance (HPLC-LC1, Waters, Milford, MA, États-Unis) équipé d'une colonne C18 (250 × 4,6 mm, 5 µm, Agilent, Santa Clara, CA, États-Unis), thermostatée à 20 °C. La détection est assurée par un détecteur de fluorescence à balayage (470, Waters, Milford, MA, États-Unis), avec une excitation à 250 nm et une détection à 395 nm. Deux phases mobiles sont utilisées pour la séparation des acides aminés, la première est constituée d'un mélange d'acétate de sodium/ d'eau distillée 22,9 % (p/v), d'acide phosphorique 7,7 % (v/v) et de triéthylamine 4,1 % (v/v), tandis que la deuxième est constituée d'acétonitrile 60 % (v/v). Après une heure du temps, la concentration de chaque acide aminé est calculée en comparant l'aire des pics du chromatogramme obtenu à celles des standards (WAT088122, Waters, Milford, MA, États-Unis) en utilisant la formule suivante :

$$\text{Concentration en minéraux (ug/g)} = \frac{C_s \times A \times PM}{A_s} \times 0,002$$

Où :

C<sub>s</sub> : concentration de standard (nmol/ml) ;  
 A : aire de pic obtenu ;  
 A<sub>s</sub> : aire de pic de standard ;  
 PM : poids moléculaire de chaque acide aminés ;  
 0.002 : facteur de conversion.

### 3.5. Dosage de minéraux

La détermination des teneurs du miel en éléments minéraux est réalisée par digestion acide à l'aide d'acide nitrique et du peroxyde d'hydrogène. Après incinération du miel une quantité de 500 mg de cendre issue d'extrait de miel est digérée avec 8 mL d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub> à 70 %) (**Pohl, 2009**).

L'échantillon est ensuite placé dans un bloc de digestion (minéralisation) à 90 °C pendant une heure, puis complété avec 3 mL de peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> à 30 %) et est soumis à une température de 90 °C jusqu'à obtention d'une solution claire et incolore qui indique une

digestion complète. Après refroidissement à température ambiante, la solution est filtrée avec de papiers Whatman (2,5 µm) puis diluée avec de l'acide chlorhydrique (HCl à 6 M) à un rapport 1:10, avant d'être analysée par spectrométrie d'émission optique doté d'un plasma à couplage inductif (ICP-OES) (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA, Series 7000). L'appareil est contrôlé par un ordinateur externe utilisant le logiciel de contrôle QTEGRA-ISDS pour déterminer les concentrations en minéraux.

L'ICP-OES repose sur l'excitation thermique des ions dans l'échantillon et l'analyse du rayonnement émis par ces ions excités. Chaque élément émet des photons caractéristiques, qui sont séparés, identifiés et quantifiés par un spectromètre. La concentration de chaque élément est déterminée par comparaison avec des courbes d'étalonnages établies à l'aide de dilutions en série des différents éléments minéraux. La concentration des minéraux, exprimée en mg/kg, est calculée selon la formule suivante :

$$\text{Minéraux (mg/kg)} = \frac{C_{\text{ICP}} \times V \times F.D}{M}$$

$C_{\text{ICP}}$  : Concentration en minéraux obtenue en mg/µl.

V : Volume d'acide nitrique utilisé pour la digestion (8 mL).

F.D : Facteur de dilution (10).

M : Masse de l'échantillon initial (500 mg).

#### 4. Antioxydants d'huile de lentisque et du miel

##### 4.1. Extraction

Le dosage des antioxydants présents dans l'huile de lentisque et le miel nécessite une extraction préalable des composés bioactifs, tels que les polyphénols et les flavonoïdes. Pour l'huile de lentisque, l'extraction des composés antioxydants est réalisée selon la méthode rapportée par **Achat et al. (2012)**.

Un échantillon de 10 g d'huile est mélangé avec 20 mL d'hexane, solvant utilisé pour extraire les lipides, et 20 mL de méthanol à 60 %, un solvant polaire sélectionné pour sa capacité à solubiliser les polyphénols. Après une agitation modérée pendant 2 heures, le mélange est centrifugé à 3800 rpm pendant 15 minutes pour séparer les phases. La phase inférieure, riche en polyphénols, est soigneusement récupérée. Pour optimiser l'extraction, cette procédure est répétée trois fois en utilisant du méthanol frais et les extraits combinés sont conservés pour les analyses ultérieures.

Quant à l'extraction des antioxydants du miel, la méthode adoptée est celle décrite par **Ouchemoukh et al. (2007)**. Un échantillon de 10 g de miel est dissous dans 100 mL d'eau distillée, puis soumis à une agitation magnétique pendant 30 minutes afin de faciliter la solubilisation des composés antioxydants. Le mélange obtenu est filtré avec du papier filtre Whatman pour éliminer les particules solides, donnant ainsi un extrait clair, prêt pour les tests antioxydants.

## 4.2. Dosages des antioxydants

### 4.2.1. Composés phénoliques totaux

Le dosage des composés phénoliques totaux par la méthode colorimétrique de Folin-Ciocalteu repose sur une réaction d'oxydo-réduction entre les polyphénols et les complexes d'acides phosphomolybdiques ( $H_3PMo_{12}O_{40}$ ) et phosphotungstiques ( $H_3PW_{12}O_{40}$ ) présents dans le réactif. En présence de polyphénols, ces complexes subissent une réduction, passant de leur état oxydé à un état réduit. Cela conduit à la formation d'oxydes bleus de molybdène ( $Mo_8O_{23}$ ) et de tungstène ( $W_8O_{23}$ ), responsables de la coloration bleue mesurable par spectrophotométrie. L'intensité de la couleur bleue produite est directement proportionnelle à la concentration de polyphénols dans l'échantillon (**Ribéreau-Gayon et al., 1982**).

La teneur en composés phénoliques est déterminée en suivant la méthode de **Naithani et al. (2006)**. Un volume de 0,1 mL d'extrait (d'huile ou de miel) est mélangé avec 0,1 mL de réactif Folin-Ciocalteu dilué à 50 % (v/v). Une quantité de 2 mL de carbonate de sodium (2 % ; p/v) est ajoutée. Le mélange est ensuite incubé pendant 30 minutes à température ambiante, permettant la formation du complexe coloré. Les absorbances sont mesurées à 750 nm à l'aide d'un spectrophotomètre et les teneurs en composés phénoliques de l'huile de lentisque et d'échantillon du miel sont exprimés en mg équivalents (E) d'acide gallique (AG) par 100 g d'échantillons en utilisant la courbe d'étalonnage réalisée avec l'acide gallique ( $y = 4,9675x + 0,0407$  ;  $R^2 = 0,996$ ) (annexe 2, Figure 2).

### III.2.2. Flavonoïdes

Le dosage colorimétrique des flavonoïdes par la méthode au chlorure d'aluminium repose sur une réaction de complexation entre les ions aluminium ( $Al^{3+}$ ) et les groupements fonctionnels présents dans les molécules de flavonoïdes, notamment les groupes carbonyle ( $C=O$ ) et hydroxyle ( $-OH$ ). Lors de cette réaction, l'ion aluminium se lie aux flavonoïdes, formant un complexe stable. Ce complexe génère une coloration rosâtre, dont l'intensité est

proportionnelle à la concentration en flavonoïdes présents dans l'échantillon (**Chang et al., 2002**).

La teneur en flavonoïdes est déterminée par la méthode décrite par **Al et al. (2009)**. Un volume de 1 mL d'extrait (d'huile ou de miel) est mélangé avec 0,3 mL de nitrite de sodium (5 %; p/v). Après 5 min, un volume de 0,3 mL de chlorure d'aluminium (10 %; p/v) est ajouté pour permettre la formation des complexes avec les flavonoïdes. Six minutes plus tard, 2 mL d'hydroxyde de sodium (5 %; p/v) sont ajoutés au mélange pour neutraliser l'acidité du mélange et stabiliser la couleur. Les absorbances sont lues à 510 nm et les résultats sont exprimés en mg équivalents de quercétine (Q) par 100 g d'huile de lentisque ou du miel en se référant à la courbe d'étalonnage réalisée avec de la quercétine ( $y = 0,416x + 0,0174$  ;  $R^2 = 0,998$ ) (annexe 2, Figure 3).

### 4.3. Activités antioxydantes d'huile de lentisque et du miel

#### 4.3.1. Pouvoir scavengeur du radical DPPH<sup>•</sup>

Le DPPH (2,2-diphényl-1-picrylhydrazyle) est un radical libre stable dont l'électron célibataire est délocalisé sur l'ensemble de la molécule, ce qui lui confère une couleur violette intense avec une absorbance caractéristique à 517 nm. Lorsqu'un antioxydant, tel que les polyphénols ou la vitamine C, est introduit dans la solution, il transfère un électron ou un atome d'hydrogène au radical DPPH<sup>•</sup>, provoquant sa réduction en une forme stable et non radicalaire (DPPH-H). Ce processus entraîne une diminution de la couleur violette, la solution devenant progressivement jaune pâle. La réduction du DPPH est suivie par la baisse de l'absorbance à 517 nm (**Gülcin et al., 2003**).

La capacité antioxydante par piégeage du radical DPPH est évaluée selon la méthode décrite par **Meda et al. (2005)**. En résumé, un volume de 0,1 mL d'extrait d'huile de lentisque ou de la solution de miel (2,5% p/v) est mélangé avec 1 mL d'une solution éthanolique de DPPH ( $6 \times 10^{-5}$  M). L'absorbance est mesurée à 517 nm après 15 minutes de réaction. En parallèle, un contrôle contenant les mêmes volumes d'une solution de DPPH et d'éthanol remplaçant l'extrait est préparé. Le pourcentage de réduction de radical DPPH est calculé à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Pouvoir scavengeur DPPH(\%)} = \frac{AC - AE}{AC} \times 100$$

Où :

AC : absorbance du contrôle ;  
 AE : absorbance de l'extrait.

La concentration réductrice médiane (IC<sub>50</sub>) représente la concentration d'extrait nécessaire pour réduire 50 % de radicaux DPPH<sup>•</sup> présents dans l'extrait. Elle est obtenue en traçant la courbe du pourcentage de réduction des radicaux DPPH<sup>•</sup> en fonction des concentrations croissantes de l'échantillon testé, puis en interpolant la valeur correspondant à 50 % d'inhibition. Plus la valeur de l'IC<sub>50</sub> est faible, plus l'activité antioxydante de l'échantillon est élevée. Les résultats sont exprimés en pourcentage.

### III.3.2. Pouvoir scavengeur de radical ABTS<sup>•+</sup>

L'ABTS (2,2'-azinobis-(3-ethylbenzothiazoline-6-sulfonate)) est un radical cation couramment utilisé pour mesurer l'activité antioxydante. Initialement, ce radical présente une couleur bleu-vert et une absorbance caractéristique à 734 nm. Lorsqu'il est mélangé avec du persulfate de potassium, des radicaux libres d'ABTS<sup>•+</sup> se forment par arrachement d'un électron à un atome d'azote de l'ABTS, entraînant ainsi la décoloration de la solution. En présence d'antioxydants, ces radicaux cationiques ABTS<sup>•+</sup> interagissent avec des donneurs d'électrons, conduisant à la formation d'un radical neutre ABTS et à une diminution de l'absorbance proportionnelle à la concentration d'antioxydants dans l'échantillon (Isla et al., 2011).

L'activité de réduction du radical ABTS<sup>•+</sup> est déterminée par la méthode décrite par **Re et al. (1999)**. Un volume de 0,1 mL de la solution du miel (2,5 % ; p/v) ou d'extrait d'huile de lentisque est mélangé avec 1 mL de la solution d'ABTS (7 mM).

L'absorbance est lue à 734 nm après 7 min d'incubation. En parallèle, un contrôle contenant les mêmes volumes d'une solution d'ABTS et d'eau distillé remplaçant l'extrait est préparé. Le pourcentage de réduction est calculé selon la formule suivante :

$$(\%) \text{de pouvoir de réduction ABTS} = \frac{AC - AE}{AC} \times 100$$

où :

AC : absorbance du contrôle ;  
 AE : absorbance de l'extrait.

### III.3.3. Pouvoir réducteur

Le pouvoir réducteur repose sur la réduction du chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>) en chlorure ferreux (FeCl<sub>2</sub>) en présence d'un agent chromogène tel que le ferricyanure de potassium

[K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>], dans un milieu acidifié par l'acide trichloroacétique. La réduction du fer développe une coloration verte dont l'intensité est directement proportionnelle à la capacité antioxydante de l'échantillon. L'absorbance de la solution, mesurée par spectrophotométrie à 700 nm, reflète la puissance réductrice de l'échantillon ; ainsi, une absorbance élevée indique une forte activité réductrice, témoignant de la capacité de l'échantillon à agir efficacement comme agent réducteur (Gülcín et al., 2005).

L'évaluation du pouvoir réducteur est réalisée selon la méthode décrite par Oyaizu (1986). Pour ce faire, 0,5 mL d'extrait d'huile de lentisque ou de miel à 5 % est mélangé avec 0,5 mL de tampon phosphate (0,2 M, pH 6,6) et de 0,5 mL d'hexacyanoferrate de potassium à 1 % (agent chromogène). Après une incubation de 20 minutes au bain-marie à 50 °C, une quantité de 0,5 mL d'acide trichloroacétique à 10 % est ajouté au mélange. Ensuite, 100 µl de chlorure ferrique (FeCl<sub>3</sub>, 0,1 %) est ajouté à 0,5 mL du mélange dilué avec 0,8 mL d'eau distillée. Après 10 minutes d'incubation, l'absorbance est mesurée à 700 nm. Une courbe d'étalonnage est réalisée avec l'acide gallique et les résultats sont exprimés en milligrammes d'équivalent d'acide gallique par 100 g d'échantillon (mg EAG / 100 g) ( $y = 4,48x + 0,0262$  ;  $R^2 = 0,998$ ) (annexe 2, Figure 4).

### III.3.4. Pouvoir réducteur ferrique (FRAP)

Le test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) mesure la capacité d'un échantillon à réduire le fer ferrique (Fe<sup>3+</sup>) en fer ferreux (Fe<sup>2+</sup>) dans un milieu acide.

L'ion ferreux formé génère un complexe coloré avec le réactif TPTZ (2,4,6-tris(2-pyridyl)-s-triazine). En présence des antioxydants, le complexe tripyridyletriazine ferrique (Fe<sup>3+</sup>-TPTZ) est réduit en sa forme tripyridyletriazine ferreux (Fe<sup>2+</sup>-TPTZ). Suite à la réaction de réduction, il en résulte une couleur bleue-violette dont l'absorbance est mesurée à 593 nm. La quantité d'ion ferreux produite est proportionnelle à l'activité antioxydante de l'échantillon (Benzie et al., 1996).

Le pouvoir réducteur du fer (FRAP) est mesuré en mélangeant 0,5 mL d'extrait d'huile de lentisque ou de miel (2,5 %; p/v) avec 0,75 mL de réactif FRAP qui est préparé par un mélange de tampon acétate de sodium (300 mM ; pH 3,6), TPTZ (10 mM) et de chlorure ferrique (20 mM) avec un rapport 10: 1: 1 (Alvarez-Suarez et al., 2010). L'absorbance est enregistrée à 593 nm après incubation dans un bain-marie pendant 5 min à 37°C et les résultats sont exprimés en mg équivalents d'acide gallique par 100 g d'échantillon en utilisant

la courbe d'étalonnage de l'acide gallique ( $y = 5,4x + 0,0924$  ;  $R^2 = 0,999$ ) (annexe 2, Figure 5).

### III.3.5. Test au phosphomolybdate

La méthode du phosphomolybdate repose sur la réduction des ions molybdate ( $\text{Mo}^{6+}$ ) en ions molybdène ( $\text{Mo}^{5+}$ ) par les antioxydants présents dans un échantillon, ce qui permet d'évaluer la capacité antioxydante globale.

Les ions molybdate, initialement présents sous forme d'oxyanions  $[\text{MoO}_4]^{2-}$ , interagissent avec les antioxydants, qui transfèrent des électrons, réduisant ainsi les ions  $\text{Mo}^{6+}$  en  $\text{Mo}^{5+}$ . Ce processus de réduction engendre la formation d'un complexe phosphomolybdate, où le molybdène réduit est caractérisé par une couleur verte intense mesurée par spectrophotométrie à 695 nm. Le degré de coloration est proportionnel à la capacité antioxydante de l'échantillon (Prieto et al., 1999).

Le pouvoir réducteur du phosphomolybdate est évalué en mélangeant 0,1 mL d'extrait avec 1 mL de réactif phosphomolybdate, composé de 0,6 M d'acide sulfurique, 28 mM de phosphate de sodium et 4 mM de molybdate d'ammonium. Après avoir incubé le mélange à 90 °C pendant 1 heure, l'absorbance est mesurée à 695 nm. Les résultats obtenus sont exprimés en mg d'équivalents d'acide gallique par 100 g d'échantillon (mg EAG/ 100g) utilisant une courbe d'étalonnage de l'acide gallique. ( $y = 3,695x + 0,0035$  ;  $R^2 = 0,997$ ) (McAnalley et al., 2003) (annexe 2, Figure 6).

### III.3.6. Capacité réductrice cuivrique

La capacité réductrice cuivrique ou le test CUPRAC (Cupric Reducing Antioxidant Capacity) évalue la capacité antioxydante d'un échantillon, tel que l'huile de lentisque ou le miel, à réduire les ions cuivriques ( $\text{Cu}^{2+}$ ) en ions cuivreux ( $\text{Cu}^+$ ) dans une solution neutre. En présence d'antioxydants, les ions  $\text{Cu}^{2+}$  sont réduits par le réactif neocuproïne, formant un complexe cuivreux-neocuproïne ( $\text{Cu}^+$ -neocuproïne), qui se caractérise par une couleur jaune orangé. L'absorbance de ce complexe est mesurée à 450 nm et l'intensité de la coloration est proportionnelle à la quantité d'ions cuivreux produits. Une absorbance plus élevée indique une activité antioxydante plus forte de l'échantillon testé.

La capacité réductrice cuivrique est déterminée selon la méthode d'Apak et al. (2004). Pour cela, un volume de 300  $\mu\text{L}$  de chlorure de cuivre (II) ( $10^{-2}$  M) est mélangé avec 300  $\mu\text{L}$

d'acétate d'ammonium (1 M) et 300  $\mu\text{L}$  de néocuproïne ( $7,5 \times 10^{-3}$  M). Ensuite, un volume de 150  $\mu\text{L}$  d'extrait d'huile ou de la solution de miel (2,5 %) est ajouté à ce mélange. La réaction est laissée au repos pendant 30 minutes à l'obscurité. L'absorbance du complexe formé est ensuite mesurée à 450 nm. Les résultats sont exprimés en mg d'équivalents Trolox par 100 g d'échantillon (mg ETR/ 100g) en utilisant une courbe d'étalonnage réalisée avec le Trolox ( $y = 15,27x + 0,030$  ;  $R^2 = 0,996$ ) (annexe 2, Figure 7).

### III.3.7. Test ferrozine

Le test ferrozine évalue la capacité d'un échantillon à chélater les ions ferreux ( $\text{Fe}^{2+}$ ), inhibant ainsi leur participation à des réactions pro-oxydantes. Lorsque l'extrait est mélangé avec des ions ferreux et la ferrosine, un complexe  $\text{Fe}^{2+}$ -ferrozine coloré se forme. La ferrozine se lie aux ions  $\text{Fe}^{2+}$  pour générer une coloration rose. Cependant, la présence d'agents chélateurs comme ceux contenus dans le miel et l'huile de lentisque réduit la formation de ce complexe, ce qui se manifeste par une atténuation de la couleur. La capacité chélatrice est quantifiée par la mesure de la diminution de l'absorbance à 562 nm, où un pourcentage élevé de chélation indique une forte capacité antioxydante de l'échantillon (**Decker et Welch, 1990**).

La capacité chélatrice du  $\text{Fe}^{2+}$  par les échantillons d'huile de lentisque ou de miel est évaluée selon la méthode décrite par **Wang et al. (2008)**. Un volume de 0,5 mL d'une solution de miel à 25 % (p/v) ou d'extrait d'huile 25 % (m/v) est mélangé avec 0,05 mL de chlorure de fer (II) à 2 mM et 1,6 mL de méthanol.

Après une incubation de 5 minutes, un volume de 0,1 mL d'une solution méthanolique de ferrozine à 5 mM est ajouté au mélange. Une fois la solution incubée pendant 5 minutes supplémentaires, l'absorbance est mesurée à 562 nm. L'activité chélatrice des échantillons est ensuite calculée en utilisant la formule suivante :

$$\text{Activité chélatrice de fer (\%)} = \frac{AC - AE}{AC} \times 100$$

Où :

AC : absorbance du contrôle ;

AE : absorbance de l'extrait.

#### 4.4. Activité antibactérienne d'huile de lentisque et du miel

L'évaluation de l'activité antimicrobienne de l'huile de lentisque et du miel est réalisée à l'aide de la méthode de diffusion en milieu solide avec des puits. Cette technique est couramment utilisée pour tester l'efficacité des substances antimicrobiennes contre des microorganismes pathogènes. Pour cette étude, trois souches bactériennes sont choisies en raison de leur importance clinique : *Escherichia coli* (ATCC 25922), *Pseudomonas aeruginosa* (ATCC 27853), et *Staphylococcus aureus* (ATCC 25923). Elles sont fournies par le laboratoire de microbiologie de l'hôpital de Jijel. Ces bactéries sont responsables d'infections courantes et résistantes, ce qui justifie leur utilisation dans l'évaluation de nouveaux agents antimicrobiens naturels.

Avant de procéder aux tests, les bactéries sont cultivées sur des boîtes de Petri contenant un milieu de gélose nutritive. Une fois les cultures obtenues, des suspensions bactériennes standardisées sont préparées dans une solution saline stérile, ajustées à 0,5 de l'échelle de Mc Farland, correspondant à une concentration approximative de  $1,5 \times 10^8$  UFC/mL. Cela permet d'assurer une densité bactérienne homogène et une couverture uniforme sur les milieux gélosés, essentielle pour des résultats fiables et reproductibles (McFarland, 1907).

Sur chaque boîte de petri inoculée avec de la gélose Mueller-Hinton, des puits de 6 mm de diamètre sont creusés à l'aide d'un emporte-pièce stérile. Ces puits servent de réservoirs pour les extraits testés. Pour chaque échantillon, quatre puits sont remplis avec des solutions de miel ou d'huile de lentisque à différentes concentrations (25 %, 50 %, 75 %, et 100 %). Les extraits sont préalablement dilués dans une solution saline stérile pour obtenir les concentrations souhaitées. En parallèle, un contrôle négatif (solution saline seule) est utilisé afin de garantir que les zones d'inhibition observées résultent bien de l'activité antimicrobienne des extraits testés et non d'autres facteurs (Rios et al., 1988).

Après avoir introduit les extraits dans les puits, les boîtes de Petri sont placées à 4 °C pendant deux heures pour permettre une diffusion préliminaire des substances dans le milieu gélosé. Cette phase de pré-diffusion est cruciale pour optimiser la distribution uniforme des extraits autour des puits avant le début de la croissance bactérienne (Perez, 1990). Ensuite, les boîtes sont incubées à 37 °C pendant une durée de 24 à 48 heures, selon la vitesse de croissance des souches bactériennes. Cette température est idéale pour favoriser une

croissance bactérienne rapide et évaluer avec précision l'activité des substances testées (**Balouiri et al., 2016**).

Après la période d'incubation, l'efficacité des extraits antimicrobiens est évaluée par l'observation des zones d'inhibition formées autour des puits. Ces zones correspondent à des cercles dépourvus de croissance bactérienne, indiquant l'action des extraits sur les microorganismes. Le diamètre de chaque zone d'inhibition est mesuré à l'aide d'un pied à coulisse numérique, pour une précision millimétrique. Trois répétitions indépendantes sont effectuées pour chaque concentration afin de garantir la reproductibilité des résultats et minimiser les erreurs expérimentales.

Le diamètre des zones d'inhibition est mesuré en millimètres (mm) pour évaluer l'efficacité antimicrobienne des extraits contre les souches bactériennes testées. Plus ces zones sont larges, plus l'activité antimicrobienne de l'extrait est puissante. Cette analyse permet de classer les extraits selon leur potentiel antimicrobien et d'identifier la concentration optimale nécessaire pour inhiber la croissance des microorganismes étudiés, assurant ainsi une utilisation pratique et efficace des substances naturelles (**Humphries et al., 2021**).

## **5. Echantillons de margarines élaborées**

### **5.1. Élaboration des margarines enrichies en huile de *P. lentiscus* et en miel**

Les margarines sont élaborées au sein du laboratoire de recherche et développement du complexe alimentaire SPA Cevital de Bejaia (Algérie). Le processus de fabrication suit un protocole de l'entreprise en deux phases distinctes : une phase lipidique et une phase aqueuse, chacune étant préparée séparément.

#### **5.1.1. Phase lipidique**

La phase lipidique se compose d'huiles de base de margarine (huile de palme, huile de tournesol et huile de soja) chauffées à 70°C sur une plaque chauffante sous agitation modérée pour assurer l'homogénéité des composants. À ce mélange, l'huile de lentisque est ajoutée selon différentes formulations prévues. Cinq margarines sont préparées avec des concentrations croissantes d'huile de lentisque afin d'évaluer l'effet de doses croissantes sur les caractéristiques de la margarine : 2% (M1), 5% (M2), 10% (M3) et 15% (M4), ainsi qu'un témoin sans ajout d'huile de lentisque (MC). L'émulsifiant (lécithine) est ensuite incorporé

progressivement à une température maintenue à 43°C, sous agitation continue, pour garantir une bonne incorporation dans la phase lipidique.

### 5.1.2. Phase aqueuse

La phase aqueuse est préparée en dissolvant 0,25 g de sel, 0,4 mL d'acide lactique et 22 mL de lait dans de l'eau déionisée. Cette solution permet de créer une base aqueuse équilibrée en termes de pH et de minéralité.

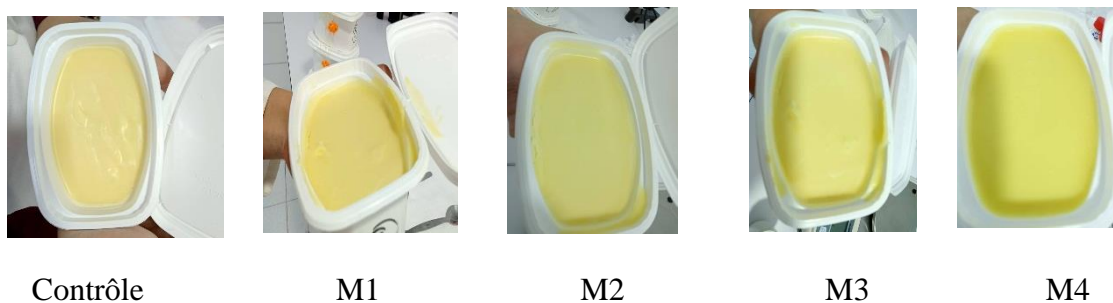
Le miel d'abeille est ajouté à hauteur de 0,5%. Le taux d'incorporation du miel d'abeille (0,5 %) est déterminé sur la base des résultats obtenus d'IC50 déterminé avec le test DPPH. L'ajout du miel a pour objectif d'apporter ses propriétés antioxydantes et stabilisantes à la formulation. Aucune des deux phases lipidique et aqueuse ne contient de conservateurs, conformément à la méthodologie adoptée visant à limiter l'ajout d'additifs chimiques.

### 5.1.3. Émulsion et cristallisation

L'émulsion des deux phases (lipidique et aqueuse) est réalisée dans un récipient en acier inoxydable en utilisant un appareil Ultra-Turrax (T25 Basic).

La vitesse de rotation est fixée à 13 500 tours par minute (rpm) et le mélange est agité pendant 10 minutes à une température contrôlée de 45°C. Cette étape garantit une dispersion uniforme des gouttelettes de la phase aqueuse dans la phase lipidique, assurant ainsi la formation d'une émulsion stable et garantissant la texture homogène et la stabilité des margarines lors du stockage et de l'utilisation.

Le processus de cristallisation est ensuite initié dans un cristallisateur contenant de l'eau froide et de la glace, à une température contrôlée de 0,5°C. Ce refroidissement rapide favorise la solidification et la cristallisation des graisses, conférant ainsi à la margarine sa texture finale (**Figure 11**).



**Figure 11** : Photographies des différentes margarines formulées avec d'huile de *P. lentiscus* et le miel (M1 : 2%, M2 :5%, M3 :10%, M4 :15% d'huile de lentisque et 0,5% de miel pour toutes les margarines. Le contrôle ne contient ni de miel ni d'huile de lentisque).

#### 5.1.4. Conditionnement

Après la cristallisation, les margarines sont immédiatement conditionnées pour éviter toute altération de leur texture ou de leurs propriétés physico-chimiques. Le conditionnement est réalisé dans des emballages hermétiques, spécifiquement conçus pour limiter l'exposition à l'air et à la lumière, deux facteurs susceptibles d'accélérer l'oxydation des lipides.

Les échantillons sont ensuite stockés une partie à une température de réfrigération (4°C) et une autre série à 30°C jusqu'à l'analyse des propriétés finales, incluant la stabilité oxydative, les tests sensoriels et l'activité microbiologique.

## 5.2. Analyses physicochimiques des margarines élaborées

### 5.2.1. Détermination du potentiel d'hydrogène

Le potentiel d'hydrogène de la margarine est mesuré spécifiquement dans sa phase aqueuse. Un échantillon représentatif de chaque margarine est légèrement chauffé jusqu'à séparation des deux phases (lipidique et aqueuse).

Par la suite, la phase aqueuse est soigneusement prélevée puis son pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre préalablement calibré (McClements, 2004).

### 5.2.2. Détermination du taux d'humidité

La teneur en eau de la margarine est déterminée par la méthode gravimétrique qui repose sur la mesure de la perte de masse d'un échantillon après chauffage à une température de  $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Cette méthode permet de provoquer l'évaporation de l'eau contenue dans

l'échantillon jusqu'à son élimination complète, conformément aux recommandations d'**ISO-662. (2016)**. La perte de masse est ensuite exprimée en pourcentage de la masse initiale.

Pour cette analyse, une masse de 2 g de chaque échantillon de margarine est pesée dans un bécher préalablement séché, refroidi dans un dessiccateur, puis pesé avec précision ( $m_0$ ). Le bécher contenant l'échantillon est placé dans une étuve à 103°C pendant une durée d'une heure, permettant l'évaporation de l'eau contenue dans la margarine.

Après chauffage, le bécher est à nouveau refroidi dans un dessiccateur pour éviter la réabsorption d'humidité, puis il est pesé ( $m_2$ ). La teneur en eau (H%) est calculée selon l'équation suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{(m_0 + m_1) - m_2}{m_1} \times 100$$

Où :

$m_0$  : masse du bécher vide (g) ;

$m_1$  : masse de la margarine analysée (g) ;

$m_2$  : masse du bécher et de l'échantillon après chauffage (g).

### 5.2.3. Détermination de l'acidité

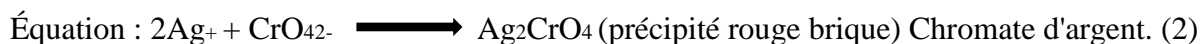
L'acidité de la margarine est déterminée par titrage avec une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à 0,1 N, en présence de phénolphthaléine comme indicateur. Le protocole expérimentale utilisé est celui déjà décrit pour déterminer l'acidité d'huile de lentisque (**ISO 660:2009**).

### 5.2.4. Détermination de la teneur en sel

La teneur en chlorure de sodium (NaCl) dans la margarine formulée est déterminée par la méthode de Mohr qui est une technique de titrage par précipitation. Cette méthode repose sur la réaction des ions chlorure ( $\text{Cl}^-$ ) avec une solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) en milieu neutre pour former un précipité blanc d'AgCl. L'équivalence est détectée à l'aide d'un indicateur de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ), qui réagit avec l'excès d'ions argent ( $\text{Ag}^+$ ) pour former un précipité rouge brique de chromate d'argent ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) (**Ohtsuki et al., 2013**).



Repérage de l'équivalence :



Pour effectuer cette analyse, une masse de 5 g de margarine est dissoute dans 100 mL d'eau distillée préalablement chauffée à 100°C (**ISO-15648, 2004**). Après refroidissement du mélange, quelques gouttes de solution de chromate de potassium (indicateur coloré) sont ajoutées. Le titrage est réalisé à l'aide d'une solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$  0,1 N) jusqu'à l'apparition d'une couleur rouge brique, indiquant la fin de la réaction. Le volume de la solution de nitrate d'argent consommé est relevé et la teneur en sel ( $\text{NaCl}$ ) dans l'échantillon de margarine est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$\text{Teneur en sel(\%)} = \frac{V \times N \times M(\text{NaCl})}{m} \times 100$$

Où :

- TS (%) : teneur en sel, exprimée en pourcentage ;
- V : volume de nitrate d'argent utilisé lors du titrage (mL) ;
- N : normalité de la solution de nitrate d'argent (0,1 N) ;
- $M_{\text{NaCl}}$  : masse molaire de  $\text{NaCl}$  (58,5 g/mol) ;
- m : masse de l'échantillon de margarine (5 g).

### 5.2.5. Test de point de fusion

Le point de fusion correspond à la température à laquelle la matière grasse solidifiée dans un tube capillaire se ramollit jusqu'à remonter dans le tube. Ce phénomène se base sur le passage de l'état solide à l'état liquide de la matière grasse sous l'effet de la chaleur, à une certaine température (maximum 37°C) (**Rossell, 1986**).

Pour déterminer le point de fusion, une quantité de chaque margarine élaborée est d'abord fondue dans un bécher, puis la phase grasse est filtrée. Cette dernière est ensuite aspirée par capillarité dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur d'environ 1 à 2 cm. Les deux tubes sont maintenus en position verticale à l'aide d'une pince en bois, puis refroidis au congélateur pendant quelques minutes. La pince est ensuite suspendue aux bords d'un bécher de façon à immerger les tubes capillaires, contenant la margarine solidifiée, dans de l'eau osmosée chauffée progressivement au bain-marie.

La margarine liquéfiée commence à remonter dans les tubes capillaires, et la température est soigneusement observée et notée lorsqu'elle apparaît sur le thermomètre.

Cette température correspond au point de fusion de la margarine, exprimée en degrés Celsius (°C) (ISO-6321. 2002).

### 5.2.6. Détermination de la couleur

La couleur de la margarine est mesurée à l'aide d'un colorimètre Lovibond PFX880, un appareil couramment utilisé pour l'évaluation visuelle de la couleur des corps gras et des produits alimentaires. La détermination de la couleur est un paramètre essentiel pour l'évaluation sensorielle et la qualité visuelle de la margarine, car elle reflète non seulement la composition en pigments mais aussi les procédés de transformation.

Le principe de la méthode d'ISO-27608. (2010) repose sur la comparaison visuelle de la couleur de l'échantillon avec une échelle de couleurs standardisées. L'appareil Lovibond utilise un système de disques colorimétriques calibrés, représentant différentes intensités des couleurs jaune, rouge et bleu, les trois composantes principales de la couleur dans les corps gras.

Pour cette analyse, chaque échantillon de margarine est d'abord fondu à une température contrôlée afin d'éliminer toute hétérogénéité dans la phase solide. Une fois liquéfiée, la margarine est versée dans une cuve en verre propre, spécifiquement conçue pour l'appareil Lovibond, jusqu'à une hauteur standard de 10 à 15 mm, assurant ainsi une bonne diffusion de la lumière à travers l'échantillon. La cuve est ensuite placée dans le colorimètre Lovibond. La détermination de la couleur est effectuée par ajustement des disques colorimétriques rouges, jaunes et bleus, jusqu'à ce que la couleur perçue dans l'appareil corresponde à celle de l'échantillon de margarine. Les valeurs obtenues pour chaque composante (rouge, jaune, bleu) sont notées et permettent de définir la couleur de la margarine en unités Lovibond.

La formule finale de couleur est exprimée sous forme de trois chiffres correspondant aux intensités de chaque composante colorimétrique : Lovibond 4R/30J/0B (rouge, jaune, bleu). Ces résultats permettent une standardisation précise de la couleur de la margarine, et sont essentiels pour assurer la conformité avec les spécifications du produit fini.

### 5.2.7. Détermination du taux de solides (SFC) par Résonance Magnétique Nucléaire (RMN)

La teneur en corps gras solides (Solid Fat Content, SFC) est déterminée à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) à basse résolution, de type Minispec mq 20 (Allemagne). Cette méthode rapide et non destructive permet de quantifier la proportion de corps gras solides dans la margarine, un paramètre crucial pour comprendre ses propriétés rhéologiques et sa texture.

La mesure repose sur la détection des composés liquides contenant de l'hydrogène au sein de l'échantillon, par l'intermédiaire de la RMN à basse résolution et à ondes pulsées. L'appareil doit être préalablement étalonné avec un échantillon de matière grasse similaire à celle analysée, car il est sensible à la nature du corps gras. La méthode ne peut donc être appliquée à des échantillons contenant des corps gras inconnus, notamment ceux issus de graines oléagineuses non caractérisées (**Fennema, 1996**).

Le principe de la méthode d'**ISO-8292-1. (2008)** consiste à tempérer l'échantillon de margarine à une température spécifique, puis à le stabiliser avant chaque mesure. Les températures de mesure sont de 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, et 40°C.

Après stabilisation électromagnétique dans le champ magnétique statique du spectromètre RMN, une impulsion de radiofréquence à 90° est appliquée. Le signal de décroissance de magnétisation des protons dans la phase liquide est alors mesuré. La quantité de corps gras solides est calculée par rapport à un échantillon étalon constitué entièrement de corps gras liquides.

La méthode standard indirecte consiste à introduire la phase grasse de la margarine dans des tubes capillaires remplis à hauteur de 3 cm. Ces tubes sont ensuite incubés à différentes températures : 100°C pendant 15 minutes, puis 60°C pendant 5 minutes, et enfin à 0°C pendant 60 minutes. Après cette préparation, les tubes sont successivement stabilisés à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 et 40°C, avec une lecture de la teneur en solides à chaque température. Les résultats obtenus sont exprimés en pourcentage de solides (%), et sont fournis automatiquement par le logiciel du spectromètre RMN.

### **5.2.8. Identification et quantification des acides gras des margarines élaborées par chromatographie en phase gazeuse**

L'analyse chromatographique des acides gras présents dans les margarines formulées est réalisée par la chromatographie en phase gazeuse. La procédure détaillée relative à l'analyse chromatographique des acides gras est apporté dans la section consacrée à l'analyse chromatographique des acides gras d'huile de lentisque (page 46).

Les résultats issus de cette analyse permettent d'identifier et de quantifier les différents acides gras présents dans les margarines élaborées.

## **5.3. Analyses de stabilité des margarines élaborées**

### **5.3.1. Indice de peroxyde**

L'évaluation de l'oxydation primaire des margarines élaborées est réalisée par la mesure de l'indice de peroxyde. La méthode appliquée est celle décrite par la norme **ISO 3960 (2007)**, précédemment détaillée dans l'analyse d'indice de peroxyde d'huile de lentisque (dans la page 44). Ce test est répété chaque semaine pendant 12 semaines pour les margarines conservées à 4 °C, dans le but de suivre la stabilité oxydative du produit au cours d'un stockage réfrigéré. Les résultats sont exprimés en milléquivalents d'oxygène actif par kilogramme de matière grasse.

### **5.3.2. Test de Schaal**

Le test de Schaal est une méthode de vieillissement accéléré qui permet de suivre l'évolution de l'oxydation des matières grasses en l'exposant à une température contrôlée de 30°C.

Ce test repose sur la mesure régulière de l'indice de peroxyde une fois par semaine pendant une période de 12 semaines. Le principe de la méthode est basé sur la formation de peroxydes dans les échantillons incubés, ces derniers oxydant l'iodure de potassium en milieu acide. L'iode ainsi libéré est titré par une solution de thiosulfate de sodium, permettant de quantifier les peroxydes formés et donc le degré d'oxydation des lipides. Plus l'indice de peroxyde est élevé, plus l'échantillon est oxydé, ce qui traduit une détérioration de la qualité des lipides (**Anwar et al., 2006**).

Les échantillons de margarine étudiés sont préparés et incubés dans une étuve à 30°C pendant trois mois. Chaque semaine, un prélèvement est effectué pour mesurer l'indice de peroxyde conformément à la méthode qui est décrite précédemment d'**ISO-3960 (2007)**.

### **5.3.3. Rancimat**

Le test de Rancimat est une méthode utilisée pour évaluer la stabilité oxydative des lipides en mesurant la durée nécessaire avant le déclenchement de l'oxydation rapide des graisses sous l'effet de la chaleur et de l'oxygène. Cette technique permet de déterminer la résistance des margarines à l'oxydation en conditions accélérées (**Mathäus. 1996**).

Pour réaliser cette analyse, une aliquote de 3 g de margarine est introduite dans le réacteur du dispositif Rancimat (modèle Metrohm 743). L'appareil est configuré pour chauffer l'échantillon à une température de 100°C tout en le soumettant à un flux d'air constant de 10 L/h. Pendant cette phase, les produits d'oxydation volatils générés sont transportés par le flux d'air et dirigés vers une cellule de conductivité contenant 50 mL d'eau distillée. Ces produits réagissent avec l'eau, provoquant une augmentation de la conductivité qui est enregistrée en continu (**ISO-6886. 2006**).

L'appareil Rancimat mesure le temps d'induction, c'est-à-dire la durée avant l'accélération significative de l'oxydation lipidique qui est exprimé en heures. Ce paramètre fournit une estimation directe de la stabilité oxydative de la margarine analysée.

Une valeur élevée du temps d'induction indique une meilleure résistance à l'oxydation, et donc une plus longue durée de conservation du produit. Cette méthode est particulièrement appréciée pour sa fiabilité et sa reproductibilité dans l'étude de la stabilité oxydative des produits gras, contribuant ainsi à l'évaluation de la qualité et de la durabilité des margarines formulées (**Mathäus. 1996**).

### **5.3.4. Extinction spécifique K270 nm et K232 nm**

Le suivi de l'oxydation lipidique dans les échantillons de margarines enrichies repose également sur la mesure de l'extinction spécifique à des longueurs d'ondes précises, à savoir 232 nm et 270 nm. À 270 nm, l'extinction spécifique permet d'estimer les niveaux de peroxydes et des triènes conjugués, tandis qu'à 232 nm, elle fournit des indications sur la présence de produits d'oxydation secondaires, notamment les diènes conjugués (**Sadoudi et al., 2014**).

Le protocole expérimental consiste à dissoudre 0,1 g de margarine dans 10 mL de cyclohexane pur, un solvant non polaire assurant une bonne solubilité des fractions lipidiques. Les mesures d'absorbances sont effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible.

Un blanc constitué uniquement de cyclohexane est utilisé pour corriger l'absorbance de fond. Les analyses sont réalisées aux semaines (S1) et (S12) sur des échantillons conservés à 4 °C et 30 °C afin de suivre l'évolution de l'oxydation en fonction du temps de stockage et de la température. Les extinctions spécifiques sont calculées selon la formule suivante :

$$\text{Extinction spécifique (k)} = \frac{A_s - A_b}{L \times C}$$

Où :

K232, K270 : l'extinction spécifique à la longueur d'onde de 232 nm et de 270 nm ;

A<sub>s</sub> : l'absorbance de la solution d'échantillon ;

A<sub>b</sub> : l'absorbance du blanc ;

L : la longueur du trajet optique, fixée à 1 cm ;

C : la concentration de l'échantillon (1%).

### 5.3.5. Test de tiobarbituric acides (TBARS)

Le test des substances réactives à l'acide thiobarbiturique (TBARS) est une autre méthode analytique utilisée pour évaluer l'oxydation des graisses en quantifiant la production de malondialdéhyde (MDA), qui représente l'un des principaux produits finaux de l'oxydation lipidique. Le MDA, produit lors de la dégradation des acides gras insaturés, interagit avec l'acide thiobarbiturique pour former un complexe coloré rouge, permettant ainsi une mesure précise de l'oxydation des lipides (**Papastergiadis et al., 2012**).

Pour réaliser ce test, 20g d'échantillon de margarine sont préparés par dilution dans 20 mL d'acide trichloracétique TCA (20%), puis sont centrifugés 400 tour/15min. Par la suite, 2 mL du surnageant sont mélangés avec 2 mL d'une solution d'acide thiobarbiturique à 20mM. Le mélange est ensuite soumis à un chauffage doux pour favoriser la réaction entre le MDA et l'acide thiobarbiturique. Après incubation pendant 10 min, la solution est refroidie et est additionnée de 5 mL de butanol puis centrifugé à 1500/10min. L'absorbance du complexe formé est mesurée à 532 nm à l'aide d'un spectrophotomètre. Les résultats sont exprimés en milligrammes de MDA par kilogramme de margarine, selon la formule suivante :

$$\text{mg MDA Kg}^{-1} = \frac{(\text{As} - \text{Ab}) \times \text{F}}{\text{m}} \times \text{C}$$

Où :

As : absorbance de l'échantillon ;

Ab : absorbance du blanc ;

F : facteur de dilution ;

C : coefficient qui varie selon le spectrophotomètre utilisé (345.3) ;

m : masse de l'échantillon en kg.

#### 5.4. Analyses microbiologiques des margarines élaborées

Les risques de contamination microbiologique dans la margarine proviennent principalement de la phase aqueuse, tandis que les huiles créent un environnement défavorable au développement des bactéries. Le lait, même pasteurisé, peut également servir de milieu de culture pour des micro-organismes introduits accidentellement dans le produit.

L'eau présente dans la margarine constitue ainsi le principal vecteur de prolifération microbienne. Pour évaluer cette contamination, des analyses microbiologiques quantitative et qualitative sont réalisées au cours des premières semaines de stockage, à partir d'une solution mère de margarine et de ses dilutions décimales ( $10^{-1}$  et  $10^{-2}$ ), préparées selon la méthode conventionnelle avec de l'eau physiologique stérile.

Le dénombrement des germes aérobies mésophiles est effectué conformément à la norme **ISO 4833. (2008)** sur gélose PCA (Plate Count Agar). La gélose, fondue dans un bain-marie puis refroidie à 45°C, est utilisée pour l'inoculation en masse des échantillons dilués. Les boîtes sont ensuite incubées à 37°C pendant 72 heures. Les résultats positifs se manifestent par l'apparition de colonies blanches sur les boîtes de Pétri.

La recherche de levures et de moisissures est réalisée selon la norme **ISO 21527 – 2. (2008)**, en utilisant de la gélose OGA (Oxytetracycline Glucose Agar). Après solidification, les échantillons sont inoculés sur la gélose par étalement en surface, puis les boîtes sont incubées à 30°C pendant 72 heures. Un résultat positif est identifié par l'apparition de colonies rondes et opaques, caractéristiques des levures et moisissures, susceptibles d'altérer la qualité organoleptique du produit.

Pour détecter la présence de coliformes et d'*Escherichia coli*, les échantillons sont inoculés sur les milieux VRBL (Violet Red Bile Lactose), conformément à la norme **ISO**

**7251. (2005).** L'inoculation est réalisée en double couche, suivie d'une incubation à 44°C pendant 24 à 48 heures. Un résultat positif se manifeste par la formation de colonies violettes-rouges, indiquant la croissance de coliformes et d'*E. coli*.

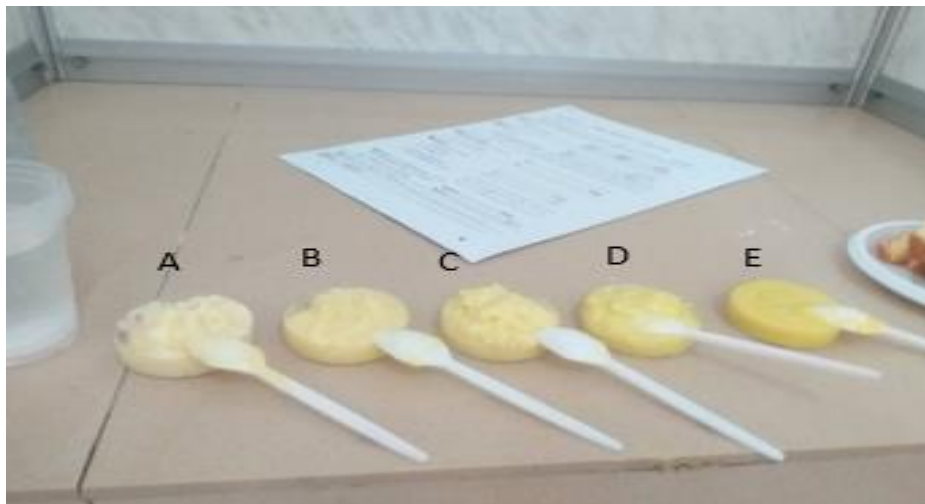
La recherche de *Staphylococcus aureus* est réalisée selon la norme **ISO 6888-1. (2003)**, avec utilisation de la gélose BP (Baird-Parker). L'inoculation en masse est suivie d'une incubation à 37°C pendant 24 à 48 heures. Les résultats positifs se manifestent par l'apparition de colonies noires entourées d'un halo clair, indiquant la présence de cette bactérie pathogène.

La détection de *Salmonella enterica* est effectuée conformément à la norme **ISO 6579. (2002)**, avec utilisation de la gélose SFB (Sulfite Férisse Bouillon). Après inoculation en masse, les échantillons sont incubés à 37°C pendant 24 à 48 heures.

Un résultat positif se manifeste par la formation de colonies vertes avec un centre noir, indiquant la présence de *Salmonella* dans l'échantillon.

### **5.5. Analyses sensorielles des margarines élaborées**

L'évaluation des caractéristiques organoleptiques des échantillons de margarine est effectuée au cours des premières semaines de stockage à l'aide de deux panels : un panel expert, composé de 12 individus expérimentés dans l'évaluation sensorielle des aliments, et un panel hédonique comprenant 122 participants, chargés d'exprimer leurs préférences pour les produits testés. Différentes margarines contenant des concentrations variables d'huile de lentisque sont préparées et étiquetées A, B, C, D, et E, correspondant, respectivement, aux margarines Mc, M1, M2, M3, et M4 (**Figure 12**).



**Figure 12 :** Photographie des différentes margarines formulées avec d'huile de *P. lentiscus* et le miel, étiquetés A, B, C, D, et E.

Les analyses sensorielles se déroulent dans une salle spécialement aménagée pour déguster les aliments avec un contrôle strict des conditions ambiantes et des interférences provenant des odeurs, de la lumière ou des distractions extérieures. Chaque paneliste est isolé dans un box individuel pour éviter les interactions pouvant influencer son jugement. Une luminosité naturelle neutre est maintenue et la température est réglée à  $22 \pm 2^\circ\text{C}$  pour garantir des conditions de dégustation optimales ; et les échantillons de margarines sont présentés de manière aléatoire pour éviter que l'ordre de dégustation n'influence l'avis des panelistes.

Des fiches d'évaluation sont élaborées et sont conçues pour noter sept attributs sensoriels : la couleur, l'odeur, le goût, l'arôme perçu, l'arôme identifié, la texture en bouche et la tartinabilité. Les panélistes ont évalué individuellement chaque échantillon en remplissant des questionnaires. Le panel expert a attribué des notes allant de 1 à 5 en fonction de l'intensité des attributs, tandis que le panel hédonique a noté les produits de 1 à 5 selon leur préférence (annexe 3-4).

Un score de préférence global allant de 1 à 9 est déterminé en combinant les évaluations des deux panels. Par la suite, les données recueillies sont soumises à des méthodes d'analyses statistiques appropriées afin de garantir une interprétation objective des résultats. Ces analyses sensorielles fournissent ainsi des informations précieuses sur les caractéristiques organoleptiques des margarines, contribuant à une meilleure compréhension de ce produit alimentaire.

## 5.6. Analyses de la rhéologie des margarines élaborées

L'analyse rhéologique des margarines formulées et enrichie avec d'huile de lentisque et de miel est réalisée à l'aide d'un rhéomètre à contrainte contrôlée (Thermo Scientific, HAAKE MARS III, Allemagne) suivant la méthodologie décrite par **Rao et Cooley (1992)**. L'appareil est équipé de deux types de géométries (système de mesure) selon la nature des essais : une géométrie plan-plan ondulée (diamètre 35 mm) pour les mesures à 20 °C, et une géométrie cône-plan (diamètre 35 mm, angle 2°) pour les mesures effectuées à 40 °C. La régulation thermique est assurée par un système Peltier intégré, garantissant une température constante et homogène au cours de chaque essai.

Les échantillons de margarine sont prélevés avec précaution afin d'éviter l'introduction de bulles d'air et sont ensuite placés entre les géométries du rhéomètre. L'excédent de matière est soigneusement retiré après positionnement pour assurer une distribution uniforme de l'échantillon. Avant chaque mesure, un temps de repos est observé afin de stabiliser l'échantillon thermiquement et mécaniquement. Une rampe de cisaillement est appliquée pour mesurer la viscosité apparente dans une plage de taux de cisaillement allant de  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  à  $10^3 \text{ s}^{-1}$ .

La relation de viscosité et de la contrainte de cisaillement en fonction de taux de cisaillement est expliquée par le modèle d'Ostwald de Waele, basée sur l'équation suivante :

$$\eta = k \cdot \dot{\gamma}^{n-1} \quad \text{ou} \quad \tau = k \cdot \dot{\gamma}^n$$

Où :

$\eta$  est la viscosité (Pa.s) ;  $\tau$  est la contrainte de cisaillement (Pa) ;  $K$  est le coefficient de consistance (Pa.s<sup>n</sup>) ;  $\dot{\gamma}$  est le taux de cisaillement (s<sup>-1</sup>) et  $n$  est l'indice d'écoulement (sans dimension).

D'autre part, des essais de cisaillement oscillatoire en faible amplitude sont effectués pour évaluer les propriétés viscoélastiques linéaires des margarines. Un balayage de contrainte est d'abord réalisé, dans une plage de 0,1 à 500 Pa, afin d'identifier la région viscoélastique linéaire (LVE). Ensuite, des petits balayages de fréquence sont réalisés dans la LVE, à une contrainte constante de 5 Pa, sur une plage de fréquence allant de 0,01 à 10 Hz afin d'éviter la destruction des échantillons. Cela permet d'obtenir les modules de stockage ( $G'$ ) et de perte ( $G''$ ), traduisant respectivement le comportement élastique et visqueux des

échantillons. La relation entre les deux modules est traduite par le facteur  $\tan \delta = G''/G'$  qui mesure de la dominance du comportement visqueux ou élastique :

- si  $\tan \delta < 1$ , la composante élastique est dominante (structure plus ferme) ;
- si  $\tan \delta > 1$ , la composante visqueuse est dominante (structure plus fluide).

### 5.7. Analyses statistiques

Toutes les expériences sont réalisées en trois répétitions pour chaque test et les résultats sont exprimés sous forme de moyenne  $\pm$  écart-type. L'évaluation statistique des résultats d'analyses physicochimiques des échantillons (huile et miel) étudiés, ainsi que leurs activités antioxydante et antibactérienne est effectuée à l'aide de Microsoft Office Excel 2013.

D'autre part, l'analyse statistique des résultats des tests physicochimiques et des tests de suivi de la stabilité oxydative des margarines enrichies est réalisée à l'aide de logiciel Statistica 7.2.1. Les différences significatives entre les échantillons sont déterminées par une analyse de variance (ANOVA) suivie du test de Tukey HSD avec un seuil de significativité statistique fixé à  $p < 0,05$ .

L'ACP des paramètres physicochimiques, et de suivi de la stabilité oxydatives est réalisé en utilisant le logiciel Statistica 7.2.1. La matrice de corrélation est formulée en appliquant plusieurs seuils de significativité statistique à des niveaux de probabilité  $p < 0,05$ ,  $p < 0,01$  et  $p < 0,001$ , afin de mettre en évidence les relations de significativité entre les variables qui sont expliquées par des étoiles dans le tableau de corrélation.

L'analyse statistique des résultats de l'évaluation sensorielle des margarines préparées est réalisée avec le logiciel XLSTAT 2016, permettant de reconnaître les descripteurs qui discriminent le mieux les échantillons ( $p < 0,05$ ). Les préférences des consommateurs sont déterminé en se basant sur les clusters de la Classification Hiérarchique Ascendante (CHA) et les facteurs de l'ACP, couplée pour formé une cartographie de préférences externes (PREFMAP). Enfin, les deux toiles d'araignées ainsi que l'analyse des résultats de la rhéologie des margarines sont réalisées avec le Microsoft Office Excel 2013.

---

*Chapitre II. Résultats et  
discussion*

---

## 1. Huile de lentisque

### 1.1. Propriétés physico-chimiques d'huile de lentisque

#### 1.1.1. Rendement d'extraction

Le rendement de l'huile de lentisque est de 27,47 %, ce pourcentage se situe dans l'intervalle des rendements rapportés pour l'huile de *Pistacia lentiscus* extraite à froid issus des différentes régions de Tunisie qui varie de 21 % à 42 % (**Chouaibi et al., 2020**). Ce rendement est toutefois relativement inférieur à ceux obtenus par **Dhifi et al. (2013)** (35,37 %) et **Charef et al. (2008)** (32,8 %), qui ont utilisé une extraction par solvant (hexane). Cette différence peut s'expliquer à la fois par la qualité intrinsèque des baies utilisées (maturité, variété, origine géographique) et par l'efficacité du procédé d'extraction, l'extraction à froid étant généralement moins performante en termes de rendement que l'extraction par solvant, mais permet une meilleure préservation des composés bioactifs (**Mezni et al., 2014 ; Mezni et al., 2023**).

#### 1.1.2. Densité

La densité de l'huile de *Pistacia lentiscus* obtenue dans cette étude est de  $0,9120 \pm 0,0030$ . Cette valeur se situe dans l'intervalle normatif des huiles végétales comestibles, généralement compris entre 0,910 et 0,930 à 20 °C selon le **Codex Alimentarius (FAO/OMS, 2019)**. Cette valeur est en accord avec les résultats rapportés par **Chouaibi et al. (2020)**, qui ont trouvé des densités variant de 0,9021 à 0,9130 selon les régions de récolte en Tunisie, ainsi qu'avec **Belgasim et al. (2025)** qui ont observé une valeur proche de 0,9060.

Globalement, la densité mesurée ici reflète les caractéristiques physiques typiques d'une huile végétale extraite à froid, et indique une bonne qualité ainsi qu'un faible taux d'humidité ou de matières étrangères.

#### 1.1.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction est un paramètre physicochimique directement lié à la composition chimique des huiles. Il est influencé par la longueur des chaînes d'acides gras, leur degré d'insaturation et par la présence de fonctions secondaires sur la chaîne grasse. Pour l'huile de *Pistacia lentiscus*, l'indice de réfraction mesuré est de  $1,4675 \pm 0,002$ . Cette valeur est conforme aux normes du **Codex Alimentarius (1999)**.

L'indice de réfraction obtenu est très proche de ceux rapportés par **Boukeloua et al. (2012)** pour l'huile de lentisque et l'huile de cactus avec des teneurs de 1,468 et 1,476, respectivement. De plus, il se situe dans la plage des indices obtenus par **Carbone et al. (2001)** pour des huiles comme l'olive (1,468–1,470), le tournesol (1,467–1,471) et le colza (1,465–1,469), mettant en évidence la similarité entre ces huiles en termes de caractéristiques optiques.

Selon **Devi et Khatkar (2017)**, l'indice de réfraction est proportionnel au poids moléculaire des acides gras et à leur degré d'insaturation. Il augmente avec l'allongement des chaînes carbonées et la présence de doubles liaisons. Ces propriétés font de l'indice de réfraction un outil essentiel pour la caractérisation et le contrôle de la qualité des huiles.

Dans le contexte de cette étude, la valeur mesurée pour l'huile de *Pistacia lentiscus* reflète non seulement sa composition riche en acides gras insaturés, mais confirme également son adéquation pour des applications pratiques et l'évaluation des modifications physicochimiques de l'huile lors de leur stockage.

#### 1.1.4. Acidité

L'acidité de l'huile de *Pistacia lentiscus* obtenue est de 0,36 % ± 0,03 %, une valeur nettement inférieure à la limite recommandée par le **Codex Alimentarius (1999)** 0,5 %. Cette faible acidité témoigne la qualité élevée de l'huile et son traitement adéquat depuis la récolte des fruits jusqu'à leur extraction. En comparant l'acidité de cette huile à d'autres huiles de *Pistacia lentiscus* issues de différentes régions (Skikda, El teref et Guelma), dont les valeurs varient entre 3,1 et 8,3% (**Azizi et al., 2022**), l'huile étudiée présente une acidité nettement inférieure. De même, elle affiche une acidité bien inférieure à celle de plusieurs huiles végétales courantes telles que l'huile de palmiste et l'huile de pulpe d'Elémi africain avec des valeurs de 0,94% et 0,40%, respectivement (**Kiin-Kabari et al., 2020**).

Selon le **règlement européen 2568 (1991)**, l'acidité maximale autorisée pour l'huile d'olive extra vierge est de 0,8 %, tandis que pour d'autres huiles comestibles telles que l'huile de colza, de soja ou de palme et bien d'autres, l'acidité doit rester inférieure ou égale à 1 %. Ces seuils sont fixés pour garantir une qualité optimale et préserver les propriétés organoleptiques et nutritionnelles des huiles.

Grâce à une acidité significativement inférieure aux seuils définis par les normes internationales, l'huile de *Pistacia lentiscus* analysée répond aux exigences internationales et

se positionne comme un produit d'exception pour des usages alimentaires. Cette performance témoigne l'importance de bonnes pratiques incluant la récolte à maturité, l'extraction à froid, et un stockage approprié dans la préservation de la qualité des huiles végétales.

### 1.1.5. Indice de saponification

L'indice de saponification permet de caractériser l'huile de *Pistacia lentiscus* et de fournir des informations sur la longueur moyenne des chaînes d'acides gras constitutifs.

L'indice de saponification d'huile de lentisque étudié est de  $188 \pm 0,20$  mg de KOH/g, ce qui démontre une conformité à la norme de **Codex Alimentarius** (188 – 196 mg KOH/g). Ce résultat est en accord avec ceux rapportés pour d'autres huiles végétales couramment utilisées, telles que l'huile d'olive (188-196 mg KOH/g), l'huile de tournesol (182-194 mg KOH/g), l'huile de soja (189-195 mg KOH/g) et l'huile de colza (168-193 mg KOH/g) (**Carbone et al., 2001**). Ces valeurs positionnent l'huile de *Pistacia lentiscus* parmi les huiles à chaînes d'acides gras moyennes à longues, adaptées à diverses applications alimentaires (**Charef et al., 2008**).

L'indice de saponification obtenu est relativement plus élevé par rapport à ceux obtenus par **Azizi et al., (2022)** pour les huiles de lentisque de différentes régions d'Algérie avec des valeurs allant de 164 à 167 mg KOH/g. De plus, il est plus élevé par rapport à celui rapporté par **Charef et al. (2008)** pour l'huile de lentisque (147,8 mg KOH/g). Cette différence peut être expliquée par la variation des conditions climatiques au moment de la récolte, le degré de maturité des baies de *Pistacia lentiscus*, leur origine géographique, les conditions de stockage ou la méthode d'extraction. En effet, les travaux de **Charrouf et Guillaume (1999)** ont montré que l'huile extraite par voie chimique présente un indice de saponification légèrement supérieur (environ 195 mg KOH/g) par rapport à celle extraite par voie traditionnelle (191 mg KOH/g).

Sur le plan technologique, une valeur de 188 mg KOH/g est favorable à l'obtention de margarines avec une texture optimale, une plasticité adéquate et une bonne tartinabilité puisque elle indique que l'huile contient des triglycérides composés d'acides gras insaturés tels que l'acide oléique (C18:1) et l'acide linoléique (C18:2), typiques des huiles méditerranéennes qui amplifient le point de fusion d'une margarine et la rend facile à tartiner (**Gerlei et al., 2024**).

### 1.1.6. Indice d'iode

L'indice d'iode de l'huile de lentisque évaluée est de  $83,8 \pm 0,18$  g I<sub>2</sub>/100 g, reflétant ainsi son contenu modéré en acides gras insaturés. Selon **Codex Alimentarius (1999)**, cette valeur se situe dans la fourchette des normes couramment acceptées pour les huiles végétales (83 to 141 g I<sub>2</sub>/100 g).

L'indice d'iode déterminé est proche de celui rapporté par **Charef et al. (2008)** 87,3 g I<sub>2</sub>/100 g, et est très inférieur par rapport à ceux obtenus par **Chouaibi et al. (2013)** qui se situent dans un intervalle de 136,2 à 140,1 g I<sub>2</sub>/100 g, traduisant ainsi une très grande insaturation dans leurs échantillons.

Ces différences en indice d'iode mettent en évidence la variabilité possible du profil lipidique en fonction des méthodes d'extraction, de la provenance des échantillons ou des conditions environnementales.

**Haydon (1969)** et **Imoisi et al. (2018)** ont démontré l'existence d'une corrélation significative entre l'indice d'iode et l'indice de réfraction. Les deux indices augmentent conjointement pour des huiles non oxydées et non polymérisées. Cela permet de classer les huiles en trois catégories : non siccatives (Ii < 100 ; IR = 1,467–1,472), semi-siccatives (100 < Ii < 130 ; IR = 1,470–1,478), et siccatives (Ii > 130 ; IR = 1,481–1,482).

Avec un indice d'iode inférieur à 100 g I<sub>2</sub>/100 g et un indice de réfraction de 1,467, l'huile de lentisque est classée parmi les huiles non siccatives, caractérisées par une bonne stabilité oxydative (**Imoisi et al., 2018**). Cette stabilité combinée à son degré d'insaturation modéré, confèrent à l'huile de lentisque un profil favorable pour des applications alimentaires, notamment dans la formulation de margarines, ainsi que dans d'autres domaines nécessitant des matières grasses stables et fonctionnelles.

### 1.1.7. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde obtenu pour l'huile de lentisque analysée est de  $0,35 \pm 0,03$  meq O<sub>2</sub>/kg, une valeur particulièrement basse par rapport à la norme établie par le **codex alimentarius (1999)**.

Selon ce dernier, une telle valeur est nettement inférieure à la limite maximale de peroxydes tolérés pour les huiles végétales vierges (15 meq O<sub>2</sub>/kg) et les huiles végétales courantes telles

que l'huile d'olive (10 meq O<sub>2</sub>/kg) et l'huile de sésame (5 meq O<sub>2</sub>/kg). En effet, une très faible teneur en peroxydes formés explique la stabilité oxydative élevée, la fraîcheur et la bonne qualité de cette huile.

L'extraction à froid évite l'exposition à des températures élevées et limite l'oxydation thermique et joue un rôle important dans la préservation de la qualité de l'huile. De plus, une récolte à maturité optimale et un stockage approprié dans des conditions contrôlées, à l'abri de la lumière et de l'oxygène, sont également essentiels pour limiter la formation de peroxydes et préserver les propriétés organoleptiques de l'huile (**Bartolucci, 2022**).

Les huiles issues de *Pistacia lentiscus* se distinguent souvent par leur richesse en composés antioxydants naturels tels que les polyphénols, les tocophérols et les acides gras insaturés. Ces composants contribuent à limiter les processus oxydatifs en neutralisant les radicaux libres et en empêchant la formation de peroxydes (**Ait Mohand et al., 2022**).

### 1.1.8. Couleur

Le test de la couleur Lovibond est couramment utilisé pour évaluer les propriétés optiques des huiles, fournissant ainsi des mesures spécifiques pour les composantes jaunes, rouges, bleues, et une indication de transparence (neutre) (**Kılıç et al., 2007**). Les résultats obtenus pour l'huile de *Pistacia lentiscus* indiquent une dominance marquée de la composante jaune (70,9), suivie par une contribution modérée de la composante rouge (3,5) et une contribution négligeable de la composante bleue (0,9) tandis que, l'absence de la composante neutre (0,0) reflète une huile limpide et sans opacité visible. Ces valeurs traduisent une couleur finale caractéristique de l'huile de lentisque comme un jaune intense avec une teinte orangée qui apparaît visuellement un verdâtre.

L'intensité élevée du jaune est attribuée à la présence de pigments naturels tels que les caroténoïdes, souvent abondants dans les huiles végétales non raffinées. La contribution limitée du rouge peut être liée à la présence de composés phénoliques, de xanthophylles et d'autres pigments en faibles concentrations (**Psomiadou et Tsimidou, 2001**).

Par ailleurs, la présence de couleur verdâtre, visuellement, bien que non mesurée directement par cette apparence, pourrait être associée à des pigments comme la chlorophylle, fréquemment retrouvés dans les huiles végétales pressées à froid et contribuant à leur teinte globale. Enfin, l'absence de bleu et de neutralité confirme la pureté optique de l'huile, sans opacités ou teintes indésirables, ce qui reflète une bonne qualité physicochimique.

La couleur finale d'une huile, en plus de refléter sa composition chimique, est un indicateur indirect de sa qualité et de son mode de traitement. L'intensité jaune et la faible présence de rouge observées dans l'huile de lentisque suggèrent qu'elle contient des composés bioactifs comme des polyphénols, des caroténoïdes, ou des tocophérols, connus pour leurs propriétés antioxydantes. Ces résultats peuvent également indiquer une huile obtenue par des méthodes d'extraction douce, préservant ainsi ses pigments naturels sans signe notable d'oxydation ou de dégradation.

En comparaison avec d'autres huiles végétales, cette teinte jaune-orangée intense est similaire à celle de certaines huiles comme l'huile d'olive vierge extra, mais moins prononcée que celle d'huiles contenant des pigments rouges plus élevés, comme l'huile de palme brute (**Brühl et Unbehend, 2021**).

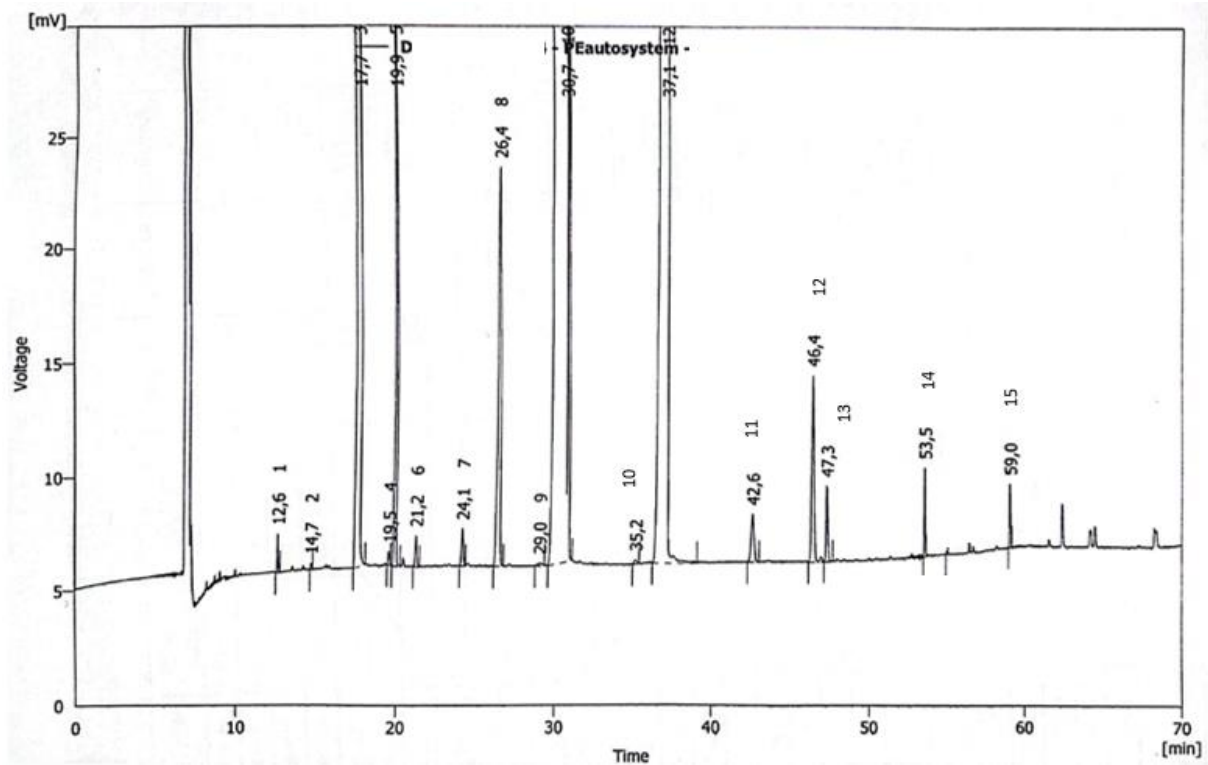
**Tableau II:** Résultats des paramètres physico-chimiques d'huile de lentisque.

Paramètre analysé	Valeur obtenue	Valeur de référence / Norme (Codex Alimentarius)
Rendement d'extraction (%)	27,47	21 – 42 (Chouaibi et al., 2020)
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	0,9120 ± 0,0030	0,910 – 0,930
Indice de réfraction	1,4675 ± 0,002	1,465 – 1,470
Acidité (%)	0,36 ± 0,03	≤ 0,5 %
Indice de saponification (mg KOH/g)	188 ± 0,20	188 – 196
Indice d'iode (g I <sub>2</sub> /100 g)	83,8 ± 0,18	83 – 141
Indice de peroxyde (meq O <sub>2</sub> /kg)	0,35 ± 0,03	≤ 15

## 1.2. Caractérisation chromatographique des composés bioactifs d'huile de lentisque

### 1.2.1. Identification et quantification des acides gras

Les résultats de la chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur à ionisation de flamme (GC/FID) (**Figure 13**) réalisée sur l'huile de *Pistacia lentiscus* à révélé la présence de quinze acides gras. Les pics majoritaires sont représentés par : l'acide palmitique, l'acide stéarique, l'acide oléique, l'acide linoléique et l'acide linoléinique, l'acide Margaric, l'acide margaroleic ...etc. (**Tableau III**).



**Figure 13** : Profil chromatographique en acide gras d'huile de lentisque étudiée, (Les pics sont numérotés selon leur ordre de élution de 1 à 15).

La quantification des acides gras de l'huile de lentisque a montré une concentration totale en acides gras de 99,93 %, dans laquelle l'acide oléique (C18:1) est le principal acide gras mono-insaturé (AGMI), avec une valeur de 49,49 %, une teneur qui représente presque la moitié de la composition totale (**Tableau III**). De nombreuses études ont confirmé la prédominance de l'acide oléique dans l'huile de lentisque. **Dhifi et al. (2013)** ont rapporté un taux de 51,06 %, tandis que **Belyagoubi-Benhammou et al. (2018)** ont déterminé un pourcentage encore plus élevé avec 52 %. L'acide oléique est connu pour son importance nutritionnelle et sa capacité à protéger le système cardiovasculaire constituant ainsi un composant primordial de l'huile de lentisque (**Corbett, 2003**).

Le pic numéro trois correspond à l'acide palmitique 22,28%. C'est le principal acide gras saturé, suivi par l'acide linoléique 22,18% (pic 9), qui est le principal acide gras polyinsaturé de cette huile. Ce dernier est essentiel pour la santé humaine et est un précurseur des omega 6 qui jouent un rôle important dans plusieurs fonctions biologiques telle que la régénération tissulaire, la fluidité membranaire et la prévention des maladies cardiovasculaires (**Harris et al., 2009 ; Patterson et al., 2012**).

**Tableau III** : Concentrations en acides gras identifiés dans l'huile de *Pistacia lentiscus* exprimées en pourcentage.

N° de pic	Temps de rétention (min)	Acides gras identifiés	Concentrations (%)
1	12,64	Acide l'aurique (C12 :0)	0,05± 0,01
2	14,70	Acide myristique (C14 :0)	0,01± 0,01
3	17,70	Acide palmitique (C16:0)	22,28± 0,52
4	19,52	Acide palmitoléique (C16:1)	0,03± 0,01
5	19,90	Acide margarique (C17:0)	1,53± 0,07
6	21,22	Acide margaroléique (C17:1)	0,07± 0,01
7	24,13	Acide stéarique (C18:0)	0,92± 0,03
8	26.40	Acide oléique (C18:1)	49,49± 1,10
9	29-30,7	Acide linoléique (C18:2)	22,18± 0,45
10	35,2-37,1	Acide linolenique (C18:3)	2,24± 0,08
11	42,62	Acide arachidique (C20:0)	0,19± 0,01
12	46,42	Acide gadoléique(C20:1)	0,56± 0,02
13	47,31	Acide homolenoléique (C20:2)	0,19± 0,01
14	53,53	Acide béhénique (C22:0)	0,11± 0,01
15	59,01	Acide érucidique C22:2)	0,08± 0,01
AGS			25,09± 0,55
AGMI			50,15± 1,12
AGPI			24,69± 0,50

AGS : acide gras saturé, AGMI : acide gras monoinsaturé, AGPI : acide gras polyinsaturé, les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écart type (n=3).

Cette huile contient aussi l'acide linoléique (2,24%) qui est reconnu comme acide gras essentiel et précurseur de la famille des oméga-3. Ces derniers sont largement reconnus pour leurs efficacités préventives contre les maladies cardiovasculaires, ce qui explique l'utilisation thérapeutique de l'huile de lentisque par la population algérienne (**Aidoud et al., 2021**). De plus, **Oomah et al. (2000)** ont confirmé l'importance nutritionnelle et l'impact physiologique bénéfique de ces acides gras dans la lutte contre les maladies coronariennes et cancéreuses.

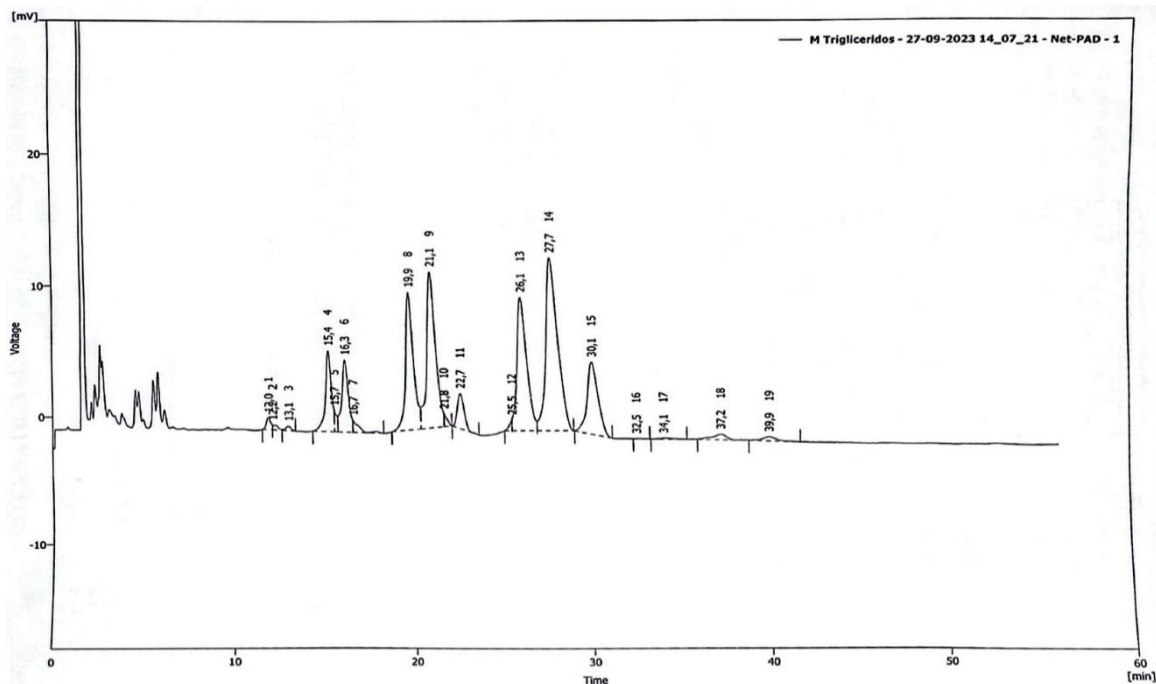
Cette étude a mis également en évidence la présence d'acides gras rares nouvellement découverts dans l'huile de lentisque, c'est l'acide margarique (C17:0 ; 1,53%) et son

équivalent mono-insaturé, l'acide margaroléique (C17:1 ; 0,07%). Ces derniers peuvent être à l'origine de la tendance de cette huile à se solidifier à basse température et peuvent présenter des avantages potentiels, en particulier dans la production de margarine, ce qui pourrait améliorer sa texture.

Les résultats trouvés permettent de classer l'huile de *Pistacia lentiscus* parmi les huiles insaturées, avec une prédominance d'acides gras insaturés avec 74,84 %, dont 50,15% sont des AGMI et 24,69 % sont des AGMI. La composition en acide gras majoritaire de l'huile de lentisque étudiée concorde avec celles de l'huile de lentisque analysée par **Siano et al, (2020)** et par **Ait Mohand et al, (2022)**, et qui ont démontré que l'acide oléique constitue le principal acide gras de cette huile, suivi par l'acide palmitique et l'acide linoléique.

### 1.2.2. Identification et quantification des triglycérides

Le profil en triglycérides de l'huile de *Pistacia lentiscus* est illustré dans la figure ci-dessous. Les résultats obtenus pour la composition en triglycérides de cette huile ont montré une prédominance marquée des triglycérides riches en acides gras mono-insaturés, notamment l'acide oléique (**Tableau IV**).



**Figure 14** : Profil chromatographique en triglycérides de l'huile de lentisque étudiée, (Les pics sont numérotés selon leur ordre de détection de 1 à 19).

Les triglycérides majoritaires identifiés incluent le palmitoyl-dioléique (POO) avec une teneur de 23,075%, suivi de palmitoyl-oléoyl-linoléique (POL) à 16,66%, puis du

triglycéride homogène tri-oléine (OOO) à 14,57%, et enfin du di-oléoyl-linoléique (OOL) à 13,41% (**Tableau IV**). Ces résultats indiquent une richesse en acides gras mono-insaturés, ce qui confère à l'huile une stabilité remarquable vis-à-vis de l'oxydation et des propriétés bénéfiques pour la santé cardiovasculaire et métabolique comme rapporté par **Wang et al. (2025)**. L'acide oléique est le principal constituant de ces triglycérides, ce dernier agit en réduisant les niveaux de LDL-cholestérol et en augmentant ceux du HDL-cholestérol, tout en améliorant la stabilité oxydative des huiles (**Malik et al., 2023**).

L'huile de *P. lentiscus* contient également des triglycérides riches en acides gras polyinsaturés, tels que le palmitoyl-linoléoyl-linoléique (PLL, 7,52%) et l'oléoyl-linoléoyl-linoléique (OLL, 7,605%). Ces derniers renferment des acides gras essentiels (AGE), notamment l'acide linoléique (C18:2) et l'acide linoléique (C18:3), qui sont des précurseurs métaboliques des familles oméga-6 et oméga-3 (**Sartaj et Prasad, 2020**).

Leur présence est particulièrement notable pour leurs effets bénéfiques démontrés sur la prévention des désordres inflammatoires, cardiovasculaires et métaboliques, contribuant ainsi à la valorisation nutritionnelle et thérapeutique de cette huile (**Shramko et al., 2020**).

**Tableau IV** : Composition et teneurs en triglycérides d'huile de lentisque.

N° de Carbone	Triglycérides	Concentrations (%)
ECN 42	LLL	1,295± 0,18
	OLLn+PoLL	0,355± 0,19
	PLLn	0,255± 0,01
ECN 44	OLL	7,605± 0,19
	OOLn+PoOL	0,92± 0,17
	PLL	7,52± 0,34
	POLn+PPoPo+PPoL	0,81± 0,58
ECN 46	OOL	13,41 ± 0,32
	PoOO	1,37± 0,52
	POL	16,66± 0,05
	PPoO	0,500± 0,10
	PPL	3,025± 0,02
ECN 48	OOO	14,57± 1,23
	SOL	0,595± 0,53
	POO	23,075± 0,33
	POP	6,14± 0,34
ECN 50	SOO	1,255± 0,09
	POS+SLS	0,545± 0,12
	PPS	0

Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écart type (n=3), ECN: Nombre de carbone, LLL: Trilaurine, OLLn: Oleoyl-linoléate-linolénique, PoLL: Tripalmitoléoyl-linoléate- linoléique, PLLn: Palmitoyl-linoléate-linolénique, OLL: Oleoyl- linoléoyl-linoléique, OOLn: Dioleoyl-linolénique, PoOL: Palmitoléoyl-oleoyl-linoléique, PLL: Palmitoyl-linoléoyl-linoléique, POLn: Palmitoyl-oleoyl-linolénique, PPoPo: Dipalmitoléoyl-palmitoléique, PPoL: Palmitoyl-

palmitoléoyl- linoléique, OOL: Dioleoyl- linoléique, PoOO: Palmitoléoyl-dioléique, POL: Palmitoyl-oleoyl-linoléique, PPOO: Dipalmitoléoyl-oléique, PPL: Dipalmitoyl- linoléique, OOO: Trioleine, SOL: Stéaroyl-oléoyl- linoléique, POO: Palmitoyl-dioléique, POP: Palmitoyl-oléoyl-palmitique, SOO: Stéaroyl-dioléique, POS: Palmitoyl-oléoyl-stéarique, SLS: Distearoyl-laurique, PPS: Dipalmitoyl-stéarique.

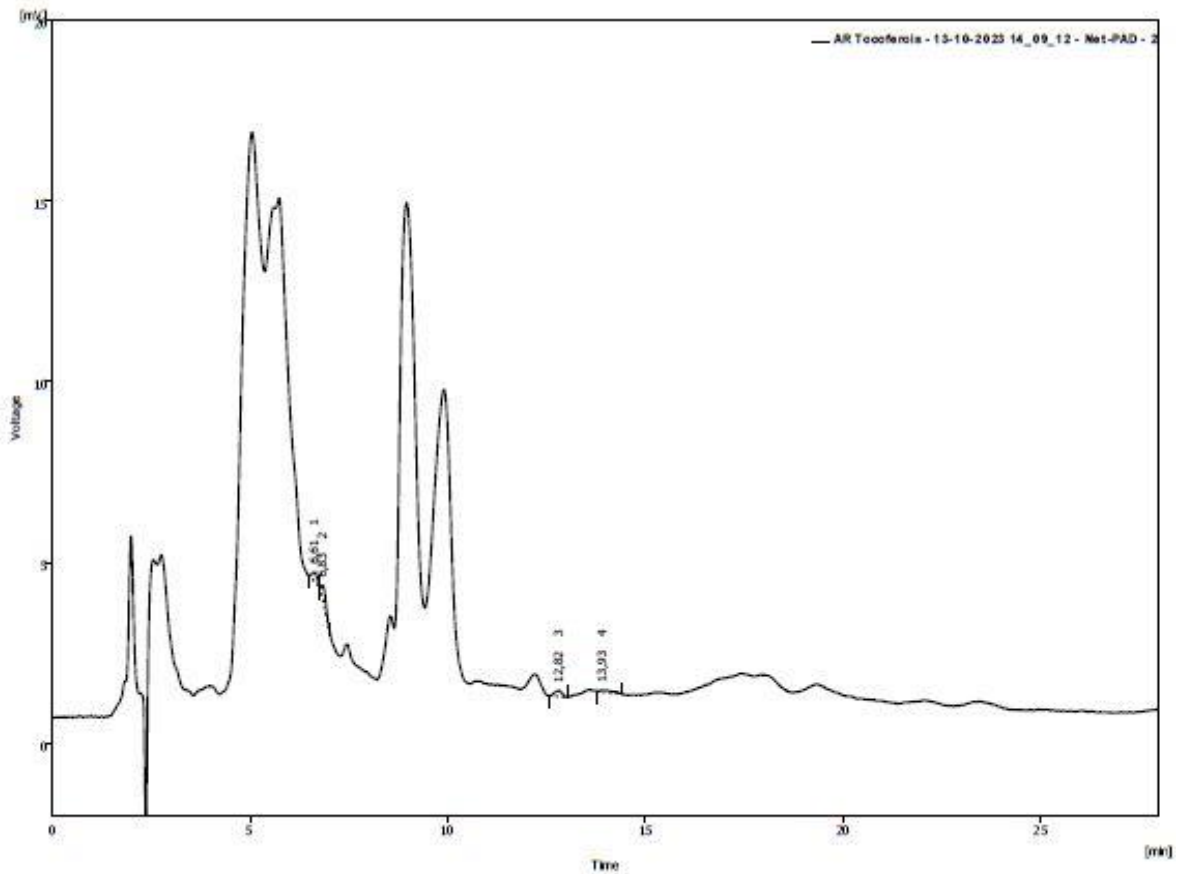
Les triglycérides saturés (comme PPS et POP) ont présenté des proportions relativement faibles et la teneur en SOO (stéaroyl-dioléique) est seulement de 1,255%. Cette faible proportion en triglycérides saturés est un facteur permettant de classer cette huile parmi les huiles à faible densité athérogène (**Mensink et Katan, 1992**). Cette caractéristique améliore la digestibilité de l'huile et renforce également son attrait dans des applications nutritionnelles et diététiques, en contraste avec les huiles riches en acides gras saturés (**Santos-Silva et al., 2002**).

En comparant avec d'autres huiles, **Christopoulou et al. (2004)** ont trouvé que les huiles de tournesol et de soja contiennent des proportions élevées en triglycérides de type linoléique-linoléique-linoléique (LLL) avec 27,7% et 25,2%, respectivement, et à seulement 0,11% dans l'huile d'olive. L'huile de *Pistacia lentiscus* présente des similitudes avec des huiles méditerranéennes en terme de teneur élevée en acide oléique, tout en se distinguant par une proportion modérée d'acides gras essentiels (**Ben Hmida et al., 2022**). Cette composition la rend particulièrement intéressante pour des applications variées, notamment alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques.

Grâce à cette composition en triglycérides dominée par les acides gras insaturés et essentiels, l'huile de *Pistacia lentiscus* possède un potentiel élevé pour être utilisée comme ingrédient fonctionnel dans des formulations alimentaires, cosmétiques ou pharmaceutiques. En effet, la stabilité oxydative des triglycérides riches en acide oléique et la présence de composés bioactifs en font une composante idéale pour les formulations à longue durée de conservation ou les applications anti-inflammatoires et anti-âges.

### 1.2.3. Identification et quantification des tocophérols

Le profil chromatographique en tocophérols d'huile de lentisque obtenu est illustré dans la figure 15. Ce dernier a permis l'identification de quatre groupes de composés dont les tocophérols et les tocotréinols, deux groupes de composés antioxydants puissants.



**Figure 15** : Profil chromatographique en tocophérols d'huile de lentisque étudiée, (Les pics sont numérotés selon leur ordre de élution de 1 à 4).

Les résultats obtenus ont révélé la dominance de l' $\alpha$ -tocophérol avec  $117,41 \pm 3,83$  mg/kg (**Tableau V**). L' $\alpha$ -tocophérol est la forme la plus abondante et la plus active de la vitamine E, elle est largement reconnue pour ses puissantes propriétés antioxydantes (**Naguib et al., 2003**) et sa capacité de protection contre le stress oxydatif, contribuant ainsi à la prévention de diverses pathologies liées à l'oxydation, telles que les maladies cardiovasculaires, le cancer et les troubles neurodégénératifs (**Tucker et Townsend, 2005**).

**Tableau V** : Composition et teneurs en tocophérols de l'huile de lentisque étudiée.

N° de pic	Temps de rétention (min)	Tocophérols identifiés	Teneurs en mg/kg
1	6,61	$\alpha$ -tocophérol	$117,41 \pm 3,83$
2	6,83	$\alpha$ -tocotréinol	$29,44 \pm 1,33$
3	12,82	$\gamma$ -tocophérol	$14,12 \pm 0,54$
4	13,93	$\beta$ -tocophérol	$4,50 \pm 0,35$

Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écart type (n=3).

Sa concentration élevée dans l'huile de lentisque lui confère un fort potentiel pour inhiber l'oxydation des lipides et protéger les cellules contre les dommages dus aux radicaux libres (Zaunschirm et al., 2018). Par ailleurs, l' $\alpha$ -tocophérol contribue à la stabilité des huiles végétales en retardant leur rancissement ce qui préserve leurs qualités nutritionnelles et organoleptiques (Athanasiadis et al., 2023).

En plus de l' $\alpha$ -tocophérol, l' $\alpha$ -tocotréinol bien que présent en moindre quantité, il ajoute également une valeur antioxydante importante. Les tocotréinols, en particulier l' $\alpha$ -tocotréinol, sont réputés pour leur capacité à neutraliser les radicaux libres de manière plus efficace que les tocophérols grâce à leur structure chimique unique. Ces composés sont associés à des effets protecteurs contre diverses maladies, notamment les troubles cardiovasculaires et neurodégénératifs, en raison de leurs propriétés anti-inflammatoires et antioxydantes (Liu et al., 2024).

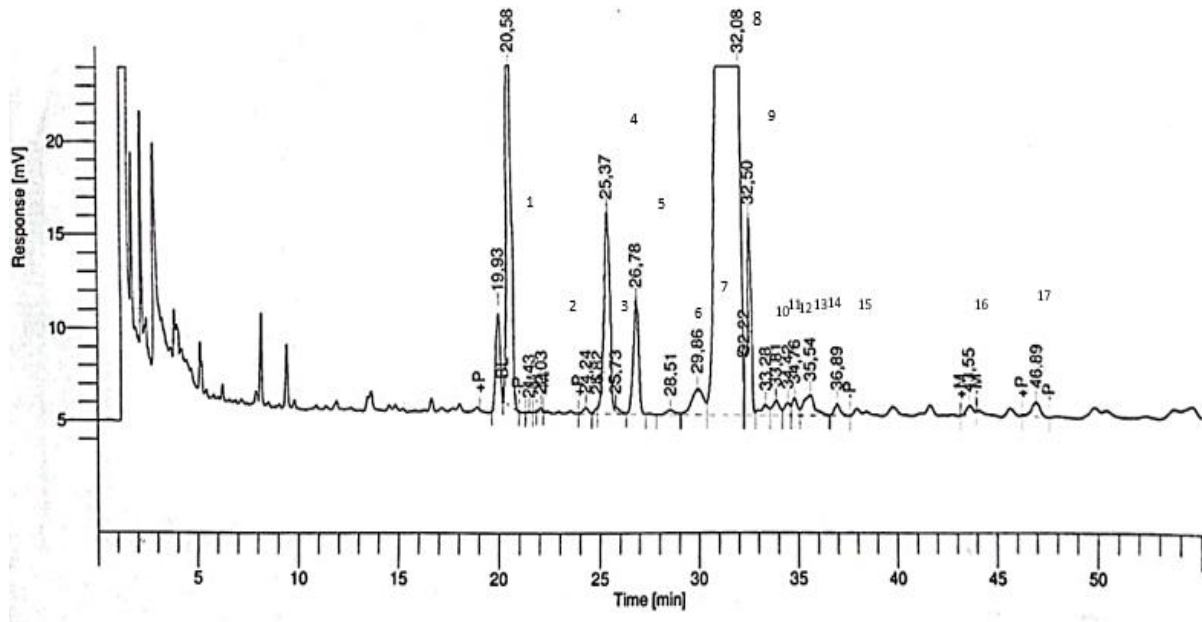
Les concentrations de  $\gamma$ -tocophérol et de  $\beta$ -tocophérol sont plus faibles que celles de l' $\alpha$ -tocophérol, mais ces composés méritent également une attention particulière. Le  $\gamma$ -tocophérol est un antioxydant puissant capable de neutraliser les radicaux libres spécifiques tels que les peroxy-nitrites, qui sont impliqués dans de nombreuses pathologies chroniques et inflammatoires (Jiang et al., 2022). De plus, le  $\gamma$ -tocophérol est associé à une réduction du risque de cancer, en particulier dans les tissus exposés à des produits chimiques réactifs. Le  $\beta$ -tocophérol bien que présent en plus faible concentration, il peut contribuer à l'action antioxydante de l'huile en exerçant une action synergique avec d'autres tocophérols pour renforcer la protection contre l'oxydation (Di Vincenzo et al., 2019).

En comparaison avec la littérature, Dhifi et al. (2013) ont rapporté des teneurs nettement plus élevées en tocophérols dans l'huile de *Pistacia lentiscus*, notamment en  $\alpha$ -tocophérol (7590 mg/kg),  $\beta$ -tocophérol (470 mg/kg) et  $\gamma$ -tocophérol (480 mg/kg).

D'autre part, Daoued et al. (2016) ont identifié dans cette huile un plus large éventail de composés, incluant à la fois des tocophérols et des tocotriénols, avec des teneurs particulièrement élevées en  $\gamma$ -tocophérol (1110,72 mg/kg),  $\alpha$ -tocophérol (383,73 mg/kg),  $\delta$  tocotrienol (161,26 mg/kg) et  $\gamma$ -tocotrienol (56,70 mg/kg). Cette différence en terme de teneurs en tocophérols pourrait être liée aux conditions géographiques, climatiques et environnementales.

#### 1.2.4. Identification et quantification des stérols

Les résultats de l'analyse de stérols d'huile de lentisque sont rapportés dans le tableau VI, et le profil chromatographique de ces composés en stérols de cette huile est illustré dans la figure 16 ci-dessous.



**Figure 16** : Profils chromatographique en stérols d'huile de lentisque, (Les pics sont numérotés selon leur ordre d'élution de 1 à 17).

**Tableau VI** : Composition et teneurs en stérols dans l'huile de lentisque étudiée exprimées en mg/kg.

N° de pic	Temps de rétention (min)	Stérols identifiés	Teneurs en mg/kg
1	19,93	Cholesterol	14,15± 0,42
2	22,03	Brassicaesterols	0,40± 0,01
3	24,82	24-Méthylène-Cholesterol	0,60± 0,04
4	25,37	Campesterol	52,6± 0,11
5	26,78	Campestanol	1,20± 0,03
6	28,51	Estigmasterol	25,15± 0,22
7	29,86	$\Delta$ -7-Campesterol	2,05± 0,01
8	32,08	$\Delta$ -5-23-Estigmastadienol	0
9	32,50	Cholestanol	14,25± 0,05
10	33,28	$\beta$ -Sitoesterol	631,1± 1,8
11	33,81	Sitoestanol	1,10± 0,03
12	34,42	$\Delta$ -5- Avestanol	45,2± 1.1
13	34,76	$\Delta$ -5-24-Estigmastenol	4,40± 0,03
14	35,54	$\Delta$ -7-Estigmastenol	9,35± 0,06
15	36,89	$\Delta$ -7- Avenastanol	2,60± 0,03
16	43,55	Eritrodiol+ Uvaol	7,20± 0.04
17	46,89	$\beta$ Sitosterol	1287,5± 2,41
<b>Totale sterols</b>			<b>2089,85 ± 5,59</b>

Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écart type (n=3).

Le  $\beta$ -sitostérol constitue le stérol majoritaire avec le pourcentage le plus élevé de  $1287,5 \pm 2,41$  mg/kg de la fraction totale des stérols, suivi du  $\beta$ -Sitoesterol qui représenté presque a moitié comparé au précésent avec  $631,1 \pm 1,8$  mg/kg. Ces deux composés sont connus pour leur effet hypocholestérolémians, notamment via l'inhibition de l'absorption intestinale du cholestérol, ce qui contribue à la réduction du risque cardiovasculaire (**Khan et al., 2022**).

Le campestérol ( $52,6 \pm 0,11$  mg/kg), le  $\Delta$ -5-avestanol ( $45,2 \pm 1,1$  mg/kg), et l'estigmasterol ( $25,15 \pm 0,22$  mg/kg) sont aussi identifiés. Bien qu'ils sont présents en proportions moindres, ils occupent une place importante grâce à leurs activités anti-inflammatoires, métaboliques et anticancéreuse. Ces composés peuvent agir en synergie avec le  $\beta$ -sitostérol pour renforcer le bienfait global de l'huile de lentisque (**Nattagh-Eshtivani et al., 2022**).

La fraction minoritaire inclut des stérols tels que le  $\Delta$ -7-estigmastérol, l'érithrodiol+uvaol, le  $\Delta$ -7-avenastérol, le  $\Delta$ -7-campesterol et le campestanol ( $1,2 \pm 0,03$  mg/kg) qui sont présents à des teneurs relativement faibles. Ces stérols jouent un rôle non négligeable dans la modulation des processus biologiques, notamment en termes d'antioxydants et d'anti-inflammatoires (**Loizou et., 2010 ; Zhang et al., 2023 ; Nazir et al., 2024**).

La teneur en cholestanol ( $14,25 \pm 0,05\%$ ) et en cholestérol de l'huile de lentisque ( $14,15 \pm 0,42\%$ ) reste particulièrement faible, ce qui est conforme aux caractéristiques des huiles végétales de haute qualité (**Okpuzor et al., 2009**). Cette faible proportion distingue l'huile de lentisque des graisses animales, renforçant ainsi son intérêt dans le cadre d'une alimentation saine et équilibrée.

Les résultats de la composition en stérols de l'huile de lentisque étudié sont comparables à ceux rapportées par **Mezni et la. (2016)** pour les huiles de lentisque des différentes régions de Tunisie avec une teneur en stérol totale qui varie de 1200,6 à 1954,1 mg/kg, dominée par le  $\beta$ -sitostérol (854,12–1224 mg/kg), suivi du campestérol, du  $\Delta$ <sup>5</sup>-avenastérol et du stigmasterol. En revanche, ils restent inférieurs à ceux observés par **Daoued et al. (2016)**, qui ont rapporté une teneur totale de 3855,6 mg/kg pour une huile extraite à froid, riche en  $\beta$ -sitostérol (3193 mg/kg), campestérol, sitostanol et autres stérols minoritaires. Par ailleurs, le profil stérolique de l'huile de *Pistacia lentiscus* étudié montre la présence de nouveaux composés spécifiques non mentionnés dans les travaux précédents, tels que le 24-méthylène-cholestérol, le  $\Delta$ -5-avestanol, le brassiacaesterol et l'érythrodiol + Uvaol.

La composition en stérols de l'huile de lentisque étudiée se rapproche de celle d'huiles d'olives analysées par **Lukić et al. (2021)** où les teneurs en  $\beta$ -sitostérol varient de 750-900 mg/kg, en campestérol (10-40 mg/kg) et en stigmastérol (5-20 mg/kg) ; et sont supérieures à celles d'autres huiles végétales telles que l'huile de maïs, de colza, de tournesol, et de soja avec des teneurs en  $\beta$ -Sitostérol de 9,89 , 4,02, 4,65 et 2,31 g/kg, respectivement et en campestérol de 1,29, 3,10, 0,69 et 0,76 g/kg, respectivement (**Maniet et al., 2019**).

La composition en stérols des huiles peut être influencée par une combinaison de facteurs tels que la variété, le stade de maturation des fruits, l'origine géographique, les pratiques agronomiques ainsi que les conditions environnementales (**Lukić et al., 2021**).

## 2. Miel

### 2.1. Propriétés physico-chimiques du miel

#### 2.1.1. Analyse pollinique

L'analyse pollinique ou méliissopalynologique réalisée sur l'échantillon de miel a permis d'identifier et de quantifier les grains de pollen présents, après une classification selon leur fréquence (**Tableau VII**). Les résultats ont montré l'absence de pollen dominant ( $\geq 45$  %), ce qui indique qu'aucune espèce végétale n'a dominé dans les ressources collectées par les abeilles. Les pollens d'accompagnement (16–45 %) sont principalement issus des familles d'Anacardiaceae et de *Fabaceae*, tandis que les pollens minoritaires (3–15 %) et très minoritaires (1–3 %) appartiennent à une diversité de familles, notamment Fagaceae, Ericaceae, Asteraceae, Eucryphiaceae et Brassicaceae. Le type de miel analysé est donc polyfloral. Les photos de quelques grains de pollen identifiés dans le miel analysé sont présentées dans la figure 17.

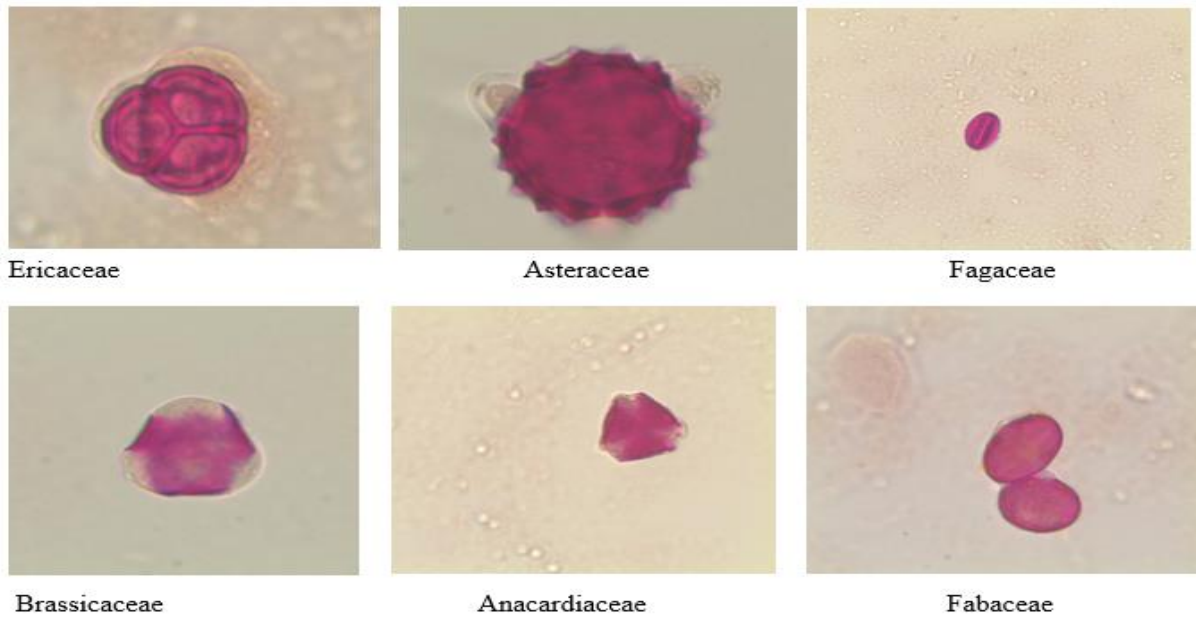
**Tableau VII** : Classification pollinique et pourcentages de pollens du miel analysé.

Echantillon	Origine botanique	Pollen dominant ( $\geq 45\%$ )	Pollen d'accompagnement (16-44%)	Pollen minoritaire (3-15%)	Très minoritaire (<3%)
Miel	Polyfloral	/	Anacardiaceae (29%) Fabaceae (31%)	Fagaceae (9%) Ericaceae (11%) Asteraceae (12%) Eucryphiaceae (7%)	Brassicaceae (1%)

La diversité des familles botaniques reflète un écosystème riche et varié qui caractérise des régions apicoles algériennes. Cette richesse florale est influencée par la variabilité géographique, la densité botanique locale et les conditions climatiques comme l'ont rapporté **Feás et al. (2012)** et **Makhloufi et al. (2010)**. La forte présence de pollens de Fabaceae et d'Anacardiaceae peut être attribuée à leur disponibilité saisonnière et à leur attractivité pour les abeilles. Ces plantes fournissent des quantités importantes de nectar et de pollen qui sont riches en composés phénoliques reconnus pour leurs propriétés antioxydantes (**Boudjelal et al., 2013**).

Les résultats de cette analyse sont en accord avec ceux trouvés par **Ouchemoukh et al. (2007)** qui ont noté une prévalence des pollens de Fabaceae dans les miels de la région de Béjaia. De plus, **Otmani et al. (2021)** ont indiqué que sur 31 miels issus de différentes régions d'Algérie analysés, 19 miel sont polyfloraux sans prédominance d'un pollen particulier ce qui marque une diversité florale importante. La présence de pollen d'*Eucalyptus* et de Myrtaceae typiques des zones méditerranéennes est également observée dans l'étude régionale menée par **Makhloufi et al. (2015)**. Des similarités sont notées avec les miels marocains (**Terrab et al., 2002**) et turcs (**Can et al., 2015**), tandis que des différences remarquables existent avec les miels tropicaux comme ceux du Brésil (**Ávila et al., 2019**) où les conditions géographiques et climatiques influencent fortement la composition pollinique.

Les variations dans la composition pollinique des miels sont étroitement liées aux conditions géographiques, climatiques et écologiques des régions d'origine. L'absence de monocultures à grande échelle dans la région de Béjaia favorise la diversité florale et l'opportunisme des abeilles pour l'exploitation d'une grande variété de sources. Ces observations corroborent avec ceux de **Assia et Ali (2015)** qui ont souligné l'impact des conditions locales sur la diversité et la qualité des miels algériens.



**Figure 17** : Photographies de quelques grains de pollen du miel analysé (G×40).

### 2.1.2. Potentiel d'hydrogène

Le miel est un aliment naturellement acide avec un pH généralement compris entre 3,5 et 4,5. Selon **Bogdanov et al. (1999)** cette plage de pH est typique des miels de nectar, tandis que les miels de miellat présentent des valeurs plus élevées généralement comprises entre 4,5 et 5,5. L'échantillon analysé affiche un pH de  $4,25 \pm 0,02$  ce qui le classe parmi les miels de nectar. Ce résultat indique que le miel provient principalement du butinage de fleurs produisant du nectar, plutôt que des sécrétions végétales ou des exsudats d'insectes, caractéristiques des miels de miellat.

Le pH du miel analysé concorde avec le pH des miels de la région de Bejaia (échantillons H8, H9 et H10) analysés par **Otmani et al. (2021)** et qui varient entre 3,49 et 4,43 et est similaire à ceux rapportés par **Ouchemoukh et al. (2007)**, **Mouhoubi et al. (2018)** et **Ayad et al. (2021)** pour des miels de la même région.

De plus, le résultat obtenu s'inscrit dans les plages observées pour les miels du Sultanat d'Oman rapportées par **Al-Farsi et al. (2018)** avec des valeurs de pH comprises entre 3,46 et 4,90, et des miels provenant du Brésil (3,49 et 4,53), du Portugal (3,50 et 4,20) et de l'Inde (3,70 et 4,40) rapportés, respectivement, par **Azeredo et al. (2003)**, **Feás et al. (2010)** et **Saxena et al. (2010)**.

La variation du pH des miels peut être due à la flore butinée, à la sécrétion salivaire de l'abeille, aux processus enzymatiques fermentatifs pendant la transformation de la matière première sous l'action de la glucose-oxydase ainsi qu'à la composition en acides organiques (acides gluconique, acétique, benzoïque et citrique) et en ions inorganiques (phosphate, chlorure) (**Ribeiro et al., 2014**).

### 2.1.3. Conductivité électrique

La conductivité électrique du miel étudié est de  $1,915 \pm 1,00 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Cette teneur reflète sa richesse en sels minéraux et en substances ionisables. Selon le **Codex Alimentarius (2001)**, une conductivité supérieure à  $0,8 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$  indique généralement un miel riche en minéraux.

La valeur mesurée dans cette étude est semblable à celle rapportée par **Rajindran et al. (2022)** ( $1,930 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ ). Cependant, elle reste nettement supérieure à celles relevées par **Makhloufi et al. (2021)** ( $0,22\text{--}0,42 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ ), ainsi qu'à celles rapportées pour les miels de Jijel ( $0,29\text{--}1,13 \text{ mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ ) par **Bouhala et al. (2020)**.

Selon **Da Silva et al. (2016)** la variabilité de la conductivité électrique des miels peut être attribuée à des différences d'origine botanique et à la composition chimique, notamment en termes de teneurs en minéraux, acides organiques, polyols, protéines, et autres substances ionisables.

### 2.1.4. Indice de réfraction

L'indice de réfraction du miel analysé dans cette étude est de  $1,490 \pm 0,001$  à  $20^\circ\text{C}$ . Cette valeur reflète une faible teneur en eau et une forte concentration en matières solides dissoutes, principalement des sucres (**Mahmoud et al., 2023**). D'après le **Codex Alimentarius (2001)**, il existe une relation entre l'indice de réfraction et la teneur en eau du miel, un indice de  $1,490$  correspond approximativement à une humidité de  $16\%$  maximum, ce qui est conforme aux exigences de qualité du miel, à savoir une teneur en eau inférieure à  $20\%$ .

La valeur obtenue est comparable à celles rapportées par **Ayad et al. (2021)** dans une étude sur les miels algérien ( $1,495$  et  $1,503$ ), et légèrement supérieure à celles trouvées par **James et al. (2009)** pour les miels nigérien avec des valeurs enregistrées de ( $1,355\text{--}1,486$ ). Selon **Bogdanov (2009)**, la valeur de l'indice de réfraction du miel peut varier selon son

origine botanique, géographique et sa composition chimique, notamment la teneur en sucres, en minéraux, et en autres composés solubles (acides organiques, enzymes, protéines, et polyphénols).

### 2.1.5. Humidité

L'humidité est un paramètre essentiel pour évaluer la maturité, la qualité et la durée de conservation du miel. Un faible taux d'humidité favorise la cristallisation et peut entraîner une caramélisation accrue, tandis qu'une humidité dépassant 20 % augmente les risques de croissance microbienne, ce qui peut conduire à la fermentation du produit durant le stockage (Choi et Nam, 2020 ; Majewska et al., 2019). Par ailleurs, l'humidité influence également la viscosité du miel, impactant ainsi ses propriétés physiques et sa stabilité globale (Silvano et al., 2014).

Le taux d'humidité du miel étudié est de  $14 \pm 0,28\%$ , ce qui est inférieur à la limite maximale (20 %) fixée par le **Codex Alimentarius (2001)**. Des résultats similaires sont rapportés par **Otmani et al. (2021)** avec des taux d'humidité de 14 et 15 %, ainsi que par **Ayad et al. (2021)** avec des valeurs comprises entre 13,21 et 16,44 % pour les miels algériens. Sur le plan international, **Baloš et al. (2021)** ont démontré des taux d'humidité variant de 14,6 à 18,60 % dans les miels de Serbie et **Moumeh et al. (2020)** ont rapporté une fourchette de 10,50 à 20,50 % dans les miels espagnols, mettant en évidence la variabilité de l'humidité du miel selon son origine géographique et botanique.

La teneur en eau du miel varie en fonction des facteurs tels que l'origine botanique, l'humidité du nectar ou du miellat, la force des colonies d'abeilles, les conditions climatiques et hygrométriques, ainsi que les méthodes de récolte, de transformation et de stockage. Ces paramètres influencent directement la qualité et la maturité du miel (Majewska et al., 2019).

### 2.1.6. Degré de Brix

Le pourcentage de Brix représente principalement la teneur en sucres du miel, qui constitue un indicateur de son authenticité et de sa qualité. La valeur obtenue pour le miel analysé est  $80,67 \pm 0,29\%$ . Elle est située dans la norme définie par le **Codex Alimentarius (2001)** qui a fixé la limite minimale pour les miels de nectar à ( $> 60\%$ ) et a établi des critères de qualité pour les miels destinés à la consommation humaine.

En comparaison aux études antérieures, ce résultat est inférieur aux résultats de **Ayad et al. (2021)** pour les miels Algériens (81 à 84,5 %) et se trouve supérieur à ceux enregistrés par

**Moniruzzaman et al. (2013)** et **Izzah et al. (2021)** pour les miels Malaisiens (55 à 84%). Selon les résultats obtenus, les origines botanique et géographique s'avèrent des facteurs importants qui influencent la teneur en sucres des miels (**Otmani et al., 2021**).

La valeur obtenue est proche des valeurs rapportées par **Al-Farsi et al. (2018)** pour les miels Omanis (80 à 83,6 %) et s'inscrit dans la fourchette rapportée par **Habib et al. (2014)** pour les miels des régions arides algériennes où elle varie entre 79 et 84,10%. Cette correspondance suggère que l'échantillon provient d'une région présentant des conditions environnementales propices à une concentration élevée en sucres, telles que des températures élevées et une faible humidité, caractéristiques des zones arides.

Les variations du degré de Brix peuvent s'expliquer par divers facteurs, notamment l'origine botanique des plantes ayant fourni le nectar ou le miellat, les conditions environnementales, les variations climatiques ainsi que les méthodes et la durée de stockage du miel. Ces paramètres influencent directement la composition et la concentration en sucres du miel, contribuant ainsi à ses spécificités physico-chimiques (**Ouchemoukh et al., 2007**).

De plus, cette teneur élevée en sucres inclut principalement le glucose et le fructose, qui sont essentiels pour garantir la stabilité du miel en inhibant le développement microbien et en réduisant son activité de l'eau. Ainsi, la valeur de Brix mesurée dans cet échantillon reflète non seulement la richesse en sucres du miel mais également sa qualité intrinsèque et son aptitude à une conservation prolongée.

#### **2.1.7. Teneurs en protéines**

La concentration en protéines de l'échantillon de miel étudié est de  $377,2 \pm 1,00$  mg EBSA/100 g, reflétant ainsi sa richesse en protéines.

Cette valeur observée est compatible avec les résultats rapportés par **Milek et al. (2021)** pour les miels importés et qui varient de 10 à 475 mg EBSA/100 g. Cependant, elle est supérieure aux valeurs rapportées par **Amessis-Ouchemoukh et al. (2021)** et **Zaidi et al. (2019)** pour les miels algériens et qui sont comprises entre 35 et 137 mg EBSA/100 g et 4,98 à 181,43 mg EBSA/100 g, respectivement.

Les protéines présentes dans le miel proviennent principalement de pollen, de nectar et des enzymes sécrétées par les abeilles ouvrières au cours de la production du miel

(**Ouchemoukh et al., 2007**). Les protéines du miel sont généralement des peptones, de l'albumine, des globulines et des nucléoprotéines (**Bonté et Desmoulière, 2013**).

La variabilité des concentrations en protéines des miels peut être attribuée à plusieurs facteurs tels que les origines botanique et géographique, les conditions et la durée de stockage, la force des colonies d'abeilles, la présence d'enzymes ajoutées par les abeilles (telles que l' $\alpha$ -amylase, la gluco-invertase, la catalase, la glucose-oxydase et la phosphatase), ainsi que la quantité de grains de pollen présents dans le miel (**Moniruzzaman et al., 2013**).

#### **2.1.8. Teneurs en proline**

La proline représente l'acide aminé le plus abondant dans le miel et constitue un indicateur essentiel de sa maturité et sa conformité. Elle est incorporée par l'abeille à partir de ses sécrétions salivaires au cours de l'élaboration du miel et également à partir du pollen et du nectar des fleurs (**Belay et al., 2016**).

La teneur en proline du miel étudié est de  $446,1 \pm 9,60$  mg kg<sup>-1</sup> et est conforme à la norme fixée par le **Codex Alimentarius (2001)** ( $>180$  mg kg<sup>-1</sup>). Cette valeur est supérieure à celles rapportées par **Ouchemoukh et al. (2007)** pour les miels de la région de Bejaia (202 à 680 mg kg<sup>-1</sup>), par **Al-Farsi et al. (2018)** pour les miels du Sultanat d'Oman (59,12 à 102,22 mg kg<sup>-1</sup>) et par **Boussaid et al. (2018)** pour les miels de Tunisie (299 à 683 mg kg<sup>-1</sup>).

Selon **Ouchemoukh (2012)**, la quantité en proline dans le miel peut être conditionnée principalement par l'origine du pollen utilisé par les abeilles qui reflète la diversité botanique et géographique des sources florales et par la force de la colonie d'abeilles qui enrichit la diversité des nutriments disponibles dans la ruche.

#### **2.1.9. Teneurs en HMF**

L'hydroxyméthylfurfural est une substance résultant de la déshydratation des hexoses. Elle renseigne sur la fraîcheur ou le chauffage du miel et informe sur l'utilisation d'un traitement thermique et de conditions de stockage inadéquates (**Sajid et al., 2020**). La concentration en HMF du miel étudié est de  $18,01 \pm 0,62$  mg kg<sup>-1</sup>. Cette valeur est conforme aux normes établies par le **Codex Alimentarius (2001)** ( $< 40$  mg kg<sup>-1</sup>) et indique les bonnes conditions de stockage de ce miel.

La teneur en HMF déterminé s'inscrit dans l'intervalle des valeurs rapportées par **Amessis-Ouchemoukh et al. (2021)** pour les miels algériens (1 à 34 mg/kg) et est supérieure

à celles obtenues par **Bouhala et al. (2020)** (2 à 9 mg/kg) pour les mêmes origines. Elle est également proche de la valeur enregistrée par **Kivima et al. (2021)** pour les miels d'Estonie (19,5 mg/kg). En outre, elle dépasse nettement les concentrations rapportées par **Trinh et al. (2022)** pour les miels du Vietnam (0,049 à 2,933 mg/kg).

En effet, une température de stockage élevée favorise l'accumulation d'HMF et stimule l'activité de l'invertase dans le miel (**Molina et al., 2020**). D'autre part, le pH joue également un rôle déterminant dans la formation de l'HMF. Dans les miels présentant un pH plus acide, la formation de l'HMF se déroule à un rythme plus rapide comparativement à ceux ayant un pH plus élevé (**Bogdanov, 2011**).

#### **2.1.10. Intensité de couleur (ABS<sub>450</sub>)**

La coloration du miel est l'une des caractéristiques physiques très importantes, car elle constitue le premier élément sensoriel perçu par le consommateur.

Le résultat de la couleur du miel analysé a enregistré une intensité de  $339,87 \pm 0,86$ . Cette valeur permet de classer ce miel parmi les miels foncés de couleur marron, riche en pigments, en acides phénoliques, flavonoïdes, caroténoïdes (carotènes, xanthophylles), minéraux (fer, cuivre) et en acides aminés (tyrosine, tryptophane) (**Moniruzzaman et al., 2013**).

En effet, **Petretto et al. (2017)** ont démontré que plus un miel est de couleur foncé, meilleure est sa composition chimique. De plus, un miel foncé indique une forte activité antioxydante grâce à la présence des pigments caroténoïdes et flavonoïdes (**Beretta et al., 2005**).

L'intensité de la couleur se situe dans l'intervalle rapporté par **Otmani et al. (2021)** pour les miels algériens où l'intensité des couleurs varie de 400 à 1500 mAU et est comparable à celles des miels d'Inde qui varient de 210 à 1228 mAU (**Saxena et al., 2010**).

Le miel en générale a différentes nuances de couleur variant du jaune pâle au brun foncé en passant par les nuances du rouge ambre (**Berreta et al., 2005**). Cette variation pourrait être due à l'origine botanique, à la composition en minéraux du miel, aux réactions biochimiques pendant la maturation du miel et aux paramètres de stockage, comme la température et la lumière, qui s'avèrent également affecter la couleur du miel (**Berreta et al., 2005; Moniruzzaman et al., 2013 ; Petretto et al., 2017**).

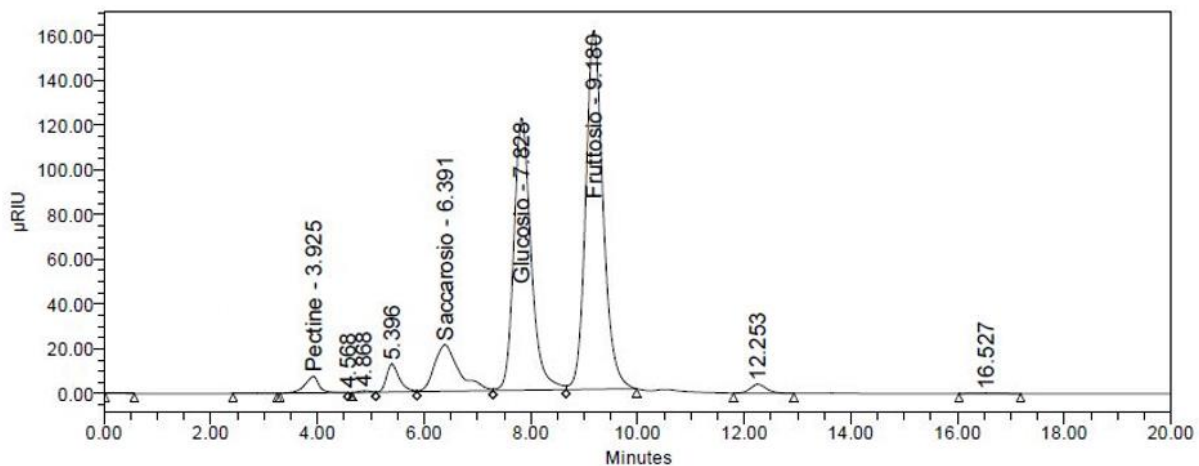
**Tableau VIII** : Résultats des paramètres physico-chimiques du miel étudié.

Paramètre analysé	Valeur obtenue	Norme du Codex Alimentarius (2001)
Potentiel d'hydrogène (pH)	4,25 ± 0,02	3,5 – 5,5
Conductivité électrique (mS·cm <sup>-1</sup> )	1,915 ± 1,00	< 0,8 → miel de nectar ; > 0,8 → miel de miellat
Indice de réfraction (20 °C)	1,490 ± 0,001	/
Humidité (%)	14 ± 0,28	≤ 20 %
Degré Brix (%)	80,67 ± 0,29	≥ 60 %
Protéines (mg EBSA/100 g)	377,2 ± 1,00	/
Proline (mg·kg <sup>-1</sup> )	446,1 ± 9,60	> 180 mg·kg <sup>-1</sup>
HMF (mg·kg <sup>-1</sup> )	18,01 ± 0,62	< 40 mg·kg <sup>-1</sup>
Couleur (ABS450)	339,87 ± 0,86	/

EBSA : equivalent serum albumine bovine, ABS : absorbance.

## 2.2. Profil glucidique

Les résultats de l'analyse par HPLC des glucides du miel d'abeille ont permis d'identifier et de quantifier quatre composés principaux dont le fructose (470,31 ± 4,27 mg/g), le glucose (268,70 ± 2,13 mg/g), les pectines (44,54 ± 1,63 mg/g) et le saccharose (5,43 ± 0,43 mg/g). La figure 18 montre le profil des glucides identifiés dans le miel étudié. Ces résultats reflètent des caractéristiques typiques du miel et mettent en évidence son authenticité ainsi que sa qualité nutritionnelle.



**Figure 18** : Profil glucidique du miel analysé.

La faible teneur en saccharose peut être attribuée à une hydrolyse quasi complète de ce disaccharide en monosaccharides (glucose et fructose) sous l'effet des enzymes invertase et amylase, produites par les abeilles au cours du processus de maturation. Une valeur bien inférieure à la limite maximale de 5 g/100 g fixée par la norme du **Codex Alimentarius**

(2001). Cela garantit que le miel est bien mûr et exclut toute suspicion d'adultération par l'ajout des sucres exogènes (**Da Silva et al., 2016**).

Le fructose est présent en concentration plus élevée que le glucose (268,70 mg/g), ce qui correspond au profil glucidique classique du miel.

Le fructose étant plus sucrant que le glucose, sa prédominance contribue à la douceur caractéristique du miel (**Mongi et Ruhembe, 2024**). Cette proportion est également un facteur déterminant pour l'indice glycémique du miel, le fructose ayant un impact glycémique plus faible que le glucose, confère au miel un avantage sur le plan nutritionnel et fonctionnel (**Erejuwa et al., 2012**). Le rapport fructose/glucose influence aussi la cristallisation du miel car le fructose contribue à retarder ce phénomène, assurant ainsi une texture stable et homogène au produit (**Krishnan et al., 2021**). D'après le **Codex Alimentarius (2001)**, les miels doivent contenir au moins 60 g/100 g (600 mg/g) de sucres réducteurs (fructose + glucose).

Les teneurs en fructose et glucose obtenues pour le miel analysé se situent dans les plages rapportées par **Alaerjani et Mohammed (2024)**, allant de 345,1 à 509,8 mg/g pour le fructose et de 191,9 à 404,6 mg/g pour le glucose.

Elles sont également proches de celles enregistrées par **Ratiu et al. (2019)**, qui ont rapporté des concentrations en fructose comprises entre  $243,3 \pm 1,99$  mg/g et  $422,65 \pm 1,64$  mg/g, et en glucose entre  $218,3 \pm 0,77$  mg/g et  $449,9 \pm 1,35$  mg/g.

La concentration considérable en pectines (44,54 mg/g) est une observation relativement rare qui pourrait s'expliquer par l'origine florale spécifique du miel ou par des interactions avec des résidus végétaux introduits lors de la récolte (**Chandel et al., 2022 ; Escuredo et Seijo, 2024**). Les pectines en tant que polysaccharides complexes, contribuent à la viscosité du miel et peuvent également présenter des propriétés fonctionnelles, telles que des effets prébiotiques favorisant le développement des bactéries bénéfiques du microbiote intestinal (**El-Soud et Helmy, 2012**).

Les concentrations en glucides obtenues sont conformes aux normes de qualité du miel, qui stipulent généralement des teneurs élevées en fructose et glucose (**Codex alimentarius 2001**). Elles attestent la bonne conservation et l'absence de dégradation enzymatique du miel.

### 2.3. Composition en acides aminés

L'analyse chromatographique par HPLC de la composition en acides aminés du miel révèle la présence de 20 acides aminés à des concentrations variées et des pics caractéristiques (**Figure 19**), reflétant sa richesse nutritionnelle et ses potentielles propriétés biologiques.

Les résultats ont montré une prédominance de certains acides aminés (proline, beta-alanine et sérine), suivi des acides aminés essentiels et fonctionnels (acide aspartique, acide glutamique et phénylalanine.. etc) ainsi qu'une présence modérée d'autres acides aminés (**Tableau IX**).

**Tableau IX** : Concentrations des acides aminés dans l'échantillon de miel analysé.

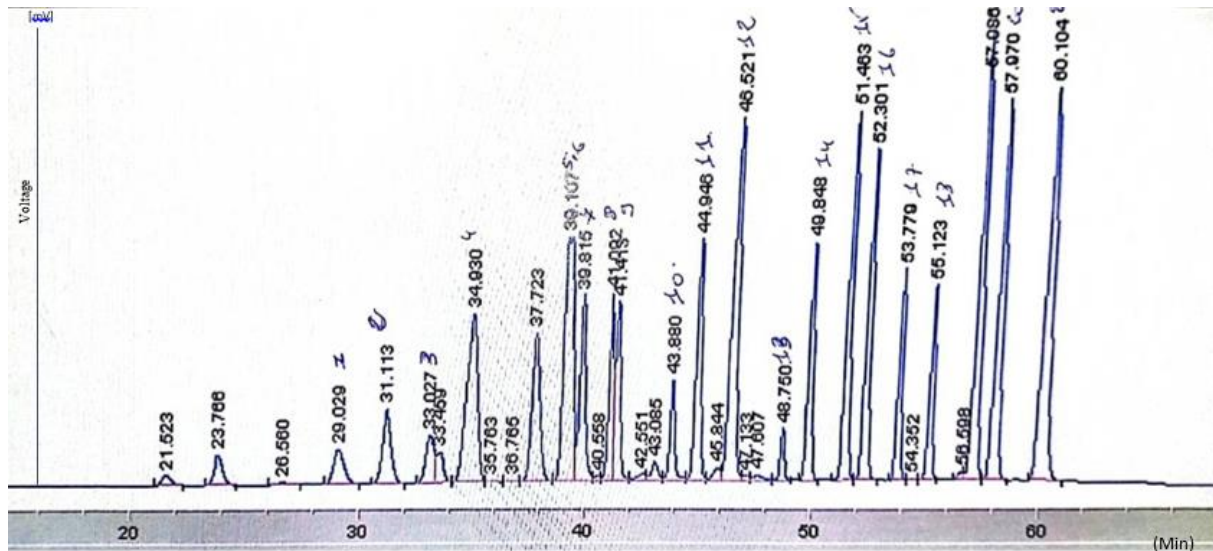
N° de pic	Temps de retention (min)	Acides aminés	Concentrations (Ug/g)
<b>1</b>	29,03	Acide Aspartique	59,4 ± 10,0
<b>2</b>	31,11	Sérine	72,5 ± 10,5
<b>3</b>	33,03	Acide Glutammique	55,1 ± 9,0
<b>4</b>	34,93	Glycine+Histidine	21,4±1,5
<b>5-6</b>	39,11	Arginine+Thréonine	27,3 ± 3,0
<b>7</b>	39,81	Taurine	26,6 ± 2,4
<b>8</b>	41,08	Bêta-Alanine	170,3 ± 16,6
<b>9</b>	41,41	Alanine	47,3 ± 10,0
<b>10</b>	43,88	Proline	764,3 ± 25,6
<b>11</b>	44,95	Gaba	30,8 ± 5,4
<b>12</b>	46,52	Baba+Aaba	18,1 ± 4,3
<b>13</b>	48,75	Cystéine	20,0 ± 5,9
<b>14</b>	49,85	Tyrosine	34,6 ± 3,7
<b>15</b>	51,46	Valine	25,7 ± 0,5
<b>16</b>	52,30	Méthionine	25,8 ± 3,7
<b>17</b>	53,78	Ornitine	23,1 ± 4,3
<b>18</b>	55,12	Lysine	25,8 ± 3,1
<b>19</b>	57,08	Isoleucine	27,6 ± 2,8
<b>20</b>	57,97	Leucine	23,1 ± 2,2
<b>21</b>	60,10	Phénylalanine	41,9 ± 4,4
<b>Totales d'acides aminés</b>			<b>1 540,7 ± 54,5</b>

Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écart type (n=3).

La proline (764,3 µg/g) est l'acide aminé le plus abondant, caractéristique du miel analysé. Elle est principalement dérivée des sécrétions des glandes hypopharyngiennes des abeilles et sert d'indicateur de pureté et de maturité du miel confirmant son authenticité. La proline est suivie par le bêta-alanine avec une concentration notable de 170,3 µg/g qui peut être liée à des processus métaboliques spécifiques des plantes sources de nectar ou des abeilles.

Ce miel renferme également la serine, l'acide aspartique et l'acide glutamique en quantité importante, ces derniers sont impliqués dans divers fonctions biologiques tels que le métabolisme énergétique, la neurotransmission et la synthèse des protéines (**Farooqui et al., 2008 ; Stegink, 2020**). Il contient aussi l'alanine et la phénylalanine qui pourrait contribuer à l'aspect sucré et à l'équilibre énergétique du miel (**Choy et al., 2013**). Par ailleurs, le Gaba est également un neurotransmetteur qui peut être impliqué dans des fonctions relaxantes et antistress. Sa présence dans le miel pourrait conférer des propriétés neuromodulatrices intéressantes (**Cabirol et al., 2024**).

La tyrosine est un précurseur des catécholamines (dopamine, adrénaline) ayant des effets énergétiques attribués à certains types de miel. L'arginine est importante pour le métabolisme de l'oxyde nitrique, tandis que la thréonine est essentielle pour la synthèse des protéines et l'intégrité du tissu conjonctif (**Ren et al., 2013**).



**Figure 19** : Profil chromatographique des acides aminés identifiés de miel analysé.

Ces résultats concordent avec une étude menée par **Brugnerotto et al. (2024)** sur les miels de miellats, qui ont mis en évidence la présence de 20 acides aminés dont la proline, le beta-alanine, la serine, l'acide aspartique et l'acide glutamique sont les majoritaires dans la plupart des miels, et des concentrations d'autres acides aminés qui varient significativement, entre  $802,0 \pm 12,12$  mg/kg et  $2035 \pm 35,76$  mg/kg.

Des acides aminés à chaîne ramifiée tels que la lysine, la méthionine, l'isoleucine, la leucine et la valine sont présents dans le miel étudié. Bien que leurs concentrations soient modérées, mais ils peuvent contribuer à la valeur nutritionnelle globale, notamment en

soutenant la synthèse protéique, la réparation musculaire et le métabolisme énergétique (**Tan et al., 2023**). La méthionine occupe également un rôle dans les processus antioxydants via la synthèse de la cystéine et du glutathion **Wu, (2009)**.

Les résultats obtenus dans cette analyse ont montré que les teneurs en acides aminés de miel sont conformes aux normes établies par le **Codex Alimentarius (2001)**, particulièrement, la proline qui dépasse largement le seuil minimal fixé de 180 mg/kg. La teneur en proline du miel analysé est notablement supérieure à celle rapportée par **Yang et al. (2024)**. Ces auteurs ont démontré une variation de la concentration en proline selon le type de miel, atteignant un maximum dans le miel de jujubier (572,476 mg/kg), suivi par le miel de prairie (566,035 mg/kg), le miel de gattilier (479,963 mg/kg), le miel de lavande (417,0 mg/kg), et le miel de caroube (342,279 mg/kg). Cependant, les teneurs restent inférieures à 300 mg/kg dans les miels de colza (286,327 mg/kg) et de tilleul (274,548 mg/kg).

Les variations observées dans les teneurs en proline et autres acides aminés libres peuvent s'expliquer par divers facteurs. Selon **Hermosín et al. (2003)**, ces variations dépendent des origines botanique et géographique du miel, des conditions de maturation et des pratiques de production et de stockage. Finalement, la richesse en acides aminés confère au miel des propriétés nutritionnelles et biologiques intéressantes, notamment des effets antioxydants (proline, tyrosine, méthionine), neuroprotecteurs (GABA, taurine) et immunostimulants (arginine, thréonine). Ces caractéristiques renforcent son rôle en tant que complément nutritionnel bénéfique pour la santé, au-delà de son utilisation comme édulcorant naturel (**Samarghandian et al., 2017**).

#### **2.4. Teneurs en minéraux**

Les résultats obtenus par spectrométrie d'émission optique sont apportés dans le tableau X. Elles montrent que le miel étudié présente une concentration en potassium (2171,74 mg/kg) relativement élevée, ce qui est cohérent avec la littérature qui a apporté des teneurs allant de 40- 3500 mg/kg (**Bogdanov et al., 2008**). Le potassium est l'un des minéraux les plus abondants dans le miel car il provient directement du nectar des fleurs qui présente une richesse en ce minéral. Il joue également un rôle essentiel dans les fonctions cellulaires des plantes et des abeilles et est un indicateur de la qualité nutritionnelle du miel (**Bogdanov et al., 2007**).

**Tableau X** : Teneurs en minéraux dans le miel analysé

Minéraux du miel	K	S	Ca	P	Na	Mg	Fe	B	Mn	Zn	Cu
Teneurs en mg/kg	2171,74 ± 112,50	198,08 ± 9,40	178,86 ±8,90	132,97 ±7,10	116,34 ±6,80	96,80 ±5,60	13,85 ±0,70	5,51 ± 0,30	2,71 ± 0,20	1,68 ±0,10	1,63 ±0,10

K : potassium, S soufre, Ca : calcium, P : phosphore, Na : sodium, Mg : magnésium, Fe : fer, B : bore, Zn : zink , Cu : cuivre.

Les concentrations moyennes des autres minéraux tels que le soufre, le calcium le phosphore, le sodium et le magnésium reflètent les besoins biologiques fondamentaux des abeilles, qui prélèvent ces éléments dans les nectars et pollens des plantes, par conséquent transférés dans le miel. Le calcium par exemple est essentiel pour la formation des cellules et des structures osseuses dans les abeilles, et le magnésium est impliqué dans de nombreuses réactions enzymatiques. Le phosphore quant à lui est un élément essentiel dans les processus énergétiques et métaboliques.

En revanche, le fer, le bore, le manganèse, le zinc et le cuivre sont présents avec des concentrations faibles et représentent des oligoéléments essentiels impliqués dans les processus enzymatiques et la régulation antioxydante, mais leurs concentrations restent relativement faibles par rapport aux autres minéraux.

Bien que le miel soit une source modérée en minéraux, la présence d'une quantité significative en particulier de potassium, calcium et de magnésium pourrait renforcer sa qualité nutritionnelle. Sa composition minérale est typiquement influencée par ses sources botaniques et les conditions environnemental de production (**Tlak Gajger et al., 2024**). De plus, les miels les plus foncés sont généralement plus riches en antioxydants et cette caractéristique est influencée par leur composition chimique globale qui inclut les minéraux (**Ajibola et al., 2012**).

### 3. Antioxydants d'huile de lentisque et du miel

#### 3.1. Teneurs en polyphenols et flavonoides

Les résultats obtenus sur les teneurs en antioxydants ont montré une teneur phénolique totale de  $230,8 \pm 0,46$  mg EAG/100 g pour l'huile de lentisque. Cette valeur concorde avec les données rapportées par **Mezni et al. (2018)** qui ont trouvé une concentration de 276,3 mg EAG/100 g dans les huiles de lentisque tunisiennes.

Cependant, cette teneur est nettement supérieure à celle obtenue par **Brahmi et al. (2020)** qui ont quantifié seulement 25,15 mg EAG/100 g. En comparant à d'autres huiles végétales, l'huile de lentisque se distingue par sa grande richesse en composés phénoliques. Selon **Demnati et al. (2011)**, l'huile d'argan présente des teneurs phénoliques nettement plus faibles, avec 8,7 mg EAG/100 g, de même pour l'huile d'olive qui affiche des concentrations de 17,59 mg/100 g et 3,62 mg/100 g (**Bouchab et al., 2023**).

Selon ces auteurs, ses variations pourraient être attribuées à plusieurs facteurs, notamment les différences dans les méthodes d'extraction, les conditions géographiques, climatiques et les pratiques agricoles, ainsi que l'état de maturité des fruits lors de leur récolte.

En ce qui concerne le miel, une concentration considérable en polyphénols totaux est enregistrée,  $56,49 \pm 0,31$  mg EAG/100 g, cette teneur est proche de celle rapportée par **Ayad et al. (2021)** 60,93 mg EAG/100 g. Toutefois, cette valeur reste relativement inférieure à celles observées par **El-Haskoury et al. (2018)** pour des miels algériens où les concentrations varient de 75,52 à 245,2 mg EAG/100 g. Ces différences s'expliquent par l'origine botanique et géographique du miel, ainsi que par les variations dans les conditions de stockage et de transformation.

L'analyse des flavonoïdes a révélé une concentration de  $77,50 \pm 0,96$  mg EQ/100 g pour l'huile de lentisque. La teneur en flavonoïdes d'huile de lentisque est proche de celle rapportée par **Mezni et al. (2018)** qui ont enregistré 70,7 mg EQ /100 g dans une huile de lentisque tunisienne, et est nettement inférieur à celle trouvée par **Charef (2011)**, avec 2800 mg/kg pour l'huile du fruit noir et 3000 mg/kg pour l'huile du fruit rouge. Toutefois, elle est supérieure à celle rapportée par **Brahmi et al. (2020)** pour l'huile de lentisque algérienne 16,08 mg EQ /100g. Cette richesse en flavonoïdes dans l'huile étudié peut être liée à l'environnement spécifique de la région d'origine, aux conditions climatiques et à la maturité optimale des fruits au moment de leur récolte (**Belyagoubi-Benhammou et al., 2018**).

Pour le miel, une faible concentration en flavonoïdes est obtenue ( $5,45 \pm 1,39$  mg EQ/100 g). Cette valeur obtenue se situe dans les plages rapportées dans la littérature, où les teneurs varient entre 4,3 et 19 mg EQ/100 g pour des miels de différents types (polyflorales et monoflorales) (**Escuredo et al., 2013 ; Bouhala et al., 2020**). Toutefois, elle est supérieure à celles trouvées par **Zaidi et al. (2019)** (0,29 à 2,28 mg EC /100 g) sur les miels algériens. Selon **Alvarez-Suarez et al. (2009)**, l'origine botanique et géographique ainsi que le pollen conditionne la concentration en composé phénolique et l'activité antioxydante du miel.

Généralement, les miels les plus foncés contiennent plus de polyphénols et de flavonoïdes que les miels plus clairs. Par conséquent, une plus grande capacité antioxydante (**Otmani et al., 2021**).

### 3.2. Teneurs en pigments de l'huile de *P. lentiscus*

#### ➤ Chlorophylle

La teneur en chlorophylle mesurée dans l'huile de lentisque étudiée est de  $18,26 \pm 1,16$  mg/kg. Ce taux reflète une présence modérée de pigments chlorophylliens, qui sont à l'origine de la couleur légèrement verdâtre de l'huile de lentisque (**Humphrey, 2004**). Cette valeur trouvée est comparable à celle rapportée par **Brahmi et al. (2020)** avec une teneur de 16,66 mg/kg dans une huile de lentisque obtenue dans des conditions similaires et se situe dans la fourchette de 4,64 à 24,43 mg/kg rapporté par **Ait mohaned et al. (2022)**. Cependant, cette valeur reste inférieure à celle observée dans certaines huiles vierges d'olive, qui peuvent contenir jusqu'à 30 mg/kg de chlorophylle selon la variété et la maturité des olives (**Giuliani et al., 2011**). Les niveaux faibles de chlorophylle sont souhaités dans les huiles afin d'éviter leur action pro-oxydante et d'assurer une bonne conservation des huiles (**Gutiérrez-Rosales et al., 1992**).

#### ➤ Caroténoïdes

Concernant la teneur en caroténoïdes, l'huile de lentisque étudiée a enregistré une valeur de  $1670,95 \pm 1,67$  mg/kg. Cette concentration est légèrement supérieure à celle rapportée par **Brahmi et al. (2020)** pour une huile de lentisque d'Algérie, qui était de 1480,0 mg/kg. Elle est toutefois nettement supérieure à celle trouvée par **Mezni et al. (2014)** pour des huiles de lentisque provenant de différentes régions de Tunisie, dont les teneurs variaient entre 5 et 10 mg/kg. Selon cet auteur, les principaux pigments identifiés dans l'huile de *Pistacia lentiscus* étaient le  $\beta$ -carotène (6,13 mg/kg), la lutéine (2 mg/kg) et la zéaxanthine (1,35 mg/kg) (**Mezni et al., 2020**). La composition et la teneur en pigments des huiles dépendent de plusieurs facteurs, notamment la provenance géographique, les conditions de récolte des graines, ainsi que les méthodes d'extraction et de stockage de l'huile (**Ramadan et Mörsel, 2003**).

### 3.3. Activités antioxydantes d'huile de lentisque et du miel

Les résultats obtenus montrent que les échantillons analysés (l'huile de lentisque et le miel) possèdent des pouvoirs scavengers sur le radical DPPH•. Le pourcentage de réduction du radical libre DPPH• par l'huile de lentisque est de 73,36 %, une capacité réductrice nettement supérieure à celles trouvées par **Ait Mohand et al. (2022)** et **Belyagoubi-Benhammou et al. (2018)** pour la même espèce, avec 57,56 % et 48,29 %, respectivement. Ce résultat témoigne de la forte capacité de l'huile de lentisque étudiée à neutraliser les radicaux libres. En comparant cette huile avec l'huile d'olive, le pouvoir scavenger obtenu est presque trois fois supérieur à ceux trouvés par **Gorinstein et al. (2003)** et **Merouane et al. (2014)** pour l'huile d'olive qui a démontré seulement 26 % de réduction.

Le pouvoir anti-radicalaire DPPH• du miel est de 85,27 %, résultat comparable à celui trouvé par **Zaidi et al. (2019)** avec un pourcentage d'inhibition de 83,93 % et se situe dans l'intervalle de ceux rapportés par **Amessis-Ouchemoukh et al. (2021)** et qui varient de 33,4 à 94,50 %. Cependant, il est presque deux fois plus supérieur à ceux trouvés par **Ayad et al. (2021)** et par **Otmani et al. (2021)** avec 38,91 % et 48,88 %, respectivement.

La concentration réductrice médiane (IC<sub>50</sub>) de l'huile de *Pistacia lentiscus* est estimée à 2 % tandis que la valeur IC<sub>50</sub> de miel est de 0,5 %. Ces valeurs indiquent que le miel présente une activité antioxydante très élevée, nécessitant une concentration plus faible pour inhiber 50% des radicaux DPPH•.

Les résultats obtenus pour l'activité de piégeage des radicaux ABTS<sup>•+</sup> ont montré que l'huile de lentisque possède une capacité de réduction du radical ABTS<sup>•+</sup> de 65,10 %. Cette valeur confirme un potentiel antioxydant remarquable pour l'huile. D'après **Chouaibi et al. (2020)**, le pouvoir anti-radicalaire ABTS<sup>•+</sup> exercé par des huiles de lentisque provenant de 10 régions de Tunisie a révélé des variations dans les résultats variant de 32,2 à 45,7 %. Cette réduction est directement liée aux teneurs en composés phénoliques et en flavonoïdes. En comparant à l'huile d'olive qui a présenté un pourcentage de réduction de 56,65%, l'huile de lentisque a présenté une capacité de réduction du radical ABTS<sup>•+</sup> nettement supérieure (**Paié-Ribeiro et al., 2024**).

Le miel dans ce teste a montré un potentiel antioxydant puissant de 83,10 % et qui a dépassé les valeurs rapportées par plusieurs études antérieures. **Habib et al. (2014)** ont relevé des niveaux d'inhibition allant de 40 à 80 %, tandis que **Otmani et al. (2021)** ont observé des pourcentages variant de 8 à 75 % pour des miels algériens. Le résultat obtenu dépasse ceux rapportés par **Zaidi et al. (2019)**, dont les valeurs étaient comprises entre 2,52 % et 63,24%,

et ceux d'**Ayad et al. (2021)**, qui ont indiqué des activités plus modestes oscillant entre 8,90 et 18,21 %.

Le pouvoir réducteur correspond la capacité d'une molécule à transférer un électron, permettant ainsi la réduction du fer ferrique en fer ferreux (**Ouchemoukh, 2012**). L'huile de lentisque a exprimé un pouvoir réducteur élevé avec 286,12 mg EAG/100 g, ce qui reflète une forte activité antioxydante grâce à la concentration en composés phénoliques qu'elle renferme. Selon **Soufi et al. (2023)**, l'huile d'olive extra vierge a présenté des valeurs généralement comprises entre 38,24 et 64,08 mg EAG/100g, tandis que l'huile d'argan a montré des niveaux comparables, variant entre 200 et 290 mg EAG/100 g (**Charrouf et al., 2007**). Ces résultats positionnent l'huile de lentisque parmi les huiles végétales les plus riches en antioxydants, confirmant son potentiel en tant que source bioactive prometteuse doté d'un pouvoir antioxydant intéressant.

Le miel analysé a montré également un pouvoir réducteur élevé avec 537,3 mg EAG /100 g dépassant largement les valeurs rapportées dans la littérature pour quelques miels algériens. **Amessis-Ouchemoukh et al. (2014)** ont rapporté des activités réductrices variant entre 9,71 et 358 mg EAG/100 g, tandis que **Zaidi et al. (2019)** ont enregistré des valeurs comprises entre 6,10 et 54,96 mg EAG/100 g. Une autre étude menée par **Otmani et al. (2021)** a indiqué des pouvoir réducteurs compris entre 50,70 et 146,83 mg EAG/100 g.

Le test FRAP (Ferric Reducing Antioxidant Power) est une autre méthode largement utilisée pour évaluer le pouvoir antioxydant des échantillons, en mesurant leur capacité à réduire le fer ferrique ( $Fe^{3+}$ ) en fer ferreux ( $Fe^{2+}$ ). La capacité de réduction obtenue pour l'huile de lentisque est de 152,8 mg EAG /100 g, ce qui révèle un potentiel antioxydant remarquable. Selon la littérature, l'huile de *Pistacia lentiscus* tunisienne présente une valeur bien inférieure, de 27,5 mg EAG /100 g (**Ameur et al., 2024**). Par ailleurs, d'autres huiles végétales, comme l'huile d'olive, de colza, de riz et de tournesol montrent une large gamme de valeurs FRAP allant de 39,3 à 339,6  $\mu\text{mol Fe}/100\text{ g}$  (**Szydłowska-Czerniak et al., 2008**). Ces comparaisons permettent de mettre en évidence que l'huile de lentisque étudiée possède un pouvoir antioxydant considérable.

En ce qui concerne le miel, la capacité de réduction FRAP obtenue est de 172,5 mg EAG /100 g, soulignant une richesse notable en antioxydants. Les miels algériens analysés par **Amessis-Ouchemoukh et al. (2021)** ont présenté des valeurs FRAP comprises entre 12,10 et 139,43 mg EAG /100 g, et par **Ayad et al. (2021)** une réduction allant de 31,15 à 75,93 mg EAG/100 g, d'où le miel analysé présente une capacité réductrice plus importante.

Le pouvoir réducteur au phosphomolybdate de l'huile de lentisque obtenu est de 53,25 mg EAG/100 g. Ce dernier met en évidence la réduction des ions molybdène ( $\text{Mo}^{6+}$  en  $\text{Mo}^{5+}$ ) grâce au composés bioactifs constitutifs de cette huile (**Fanali et al., 2018**).

D'autre part, le miel présente un pouvoir réducteur au phosphomolybdate de 216 mg EAG/100 g, bien au-delà des valeurs rapportées pour d'autres miels algériens et qui sont compris entre 87 et 104 mg EAG/100 g (**Imtara et al., 2018 ; Ayad et al., 2021**).

Le test CUPRAC utilisé pour évaluer le pouvoir réducteur du cuivre ( $\text{Cu}^{2+}$ ) a révélé une capacité de réduction de 62,04 mg ETR/100 g pour l'huile de lentisque. Ce résultat témoigne d'un pouvoir réducteur du cuivre considérable et par conséquent une activité antioxydante importante.

Le test CUPRAC a montré une valeur de 88 mg ETR/100 g pour le miel, soulignant également une activité antioxydante remarquable. Des miels algériens ont présenté des valeurs inférieures, variant entre 12,92 et 49,16 mg ETR/100 g (**Ayad et al., 2021**).

Le pouvoir de chélation des métaux mesuré par le test à la ferrozine permet d'évaluer la capacité des antioxydants d'huile et du miel à stabiliser et à piéger les métaux de transition tel que le fer, connu pour son rôle pro-oxydant en favorisant la formation de radicaux libres via des réactions de type Fenton (**Dastmalchi et al., 2008**).

Les résultats obtenus ont montré que l'huile de lentisque a une activité de chélation du fer de 76,82%. En comparaison à la bibliographie, l'huile d'olive a affiché généralement des activités de chélation inférieures avec un maximum de chélation de 44% selon l'étude de **Fanali et al. (2018)**. Concernant le miel, l'activité de chélation du fer est de 51,89%. Cette valeur observée reste compétitive à celles trouvés pour d'autres miels d'origine algérienne, où les taux de chélation varient entre 37 et 88% (**Tahir et al., 2017 ; Temizer et al., 2018**).

**Tableau XI** : Résultats de l'activité antioxydante du miel et d'huile de lentisque.

Test	Huile de lentisque	Miel
DPPH (%)	73,36± 0, 14	85,27±0,06
ABTS (%)	65,10± 0,08	83,10± 0,08
FRAP (mg EAG/100g)	152,80± 0,43	172,50± 1,86
CUPRAC (mg ETR/100g)	62,04± 0,30	88,00± 0,40
Pouvoir réducteur (mg EAG/100g)	286,12± 15,68	537,30± 0,89
Phosphomolybdate (mg EAG/100g)	53,25± 0,14	216± 0,50
Chélation du fer %	76,80± 0,09%	51,90± 0,09%

EAG : equivalent acide gallique, ETR : equivalent torolox.

L'huile de *Pistacia lentiscus* a présenté une activité antioxydante remarquable, comme l'on témoigné les résultats obtenus à travers les divers tests effectués (DPPH, ABTS, FRAP, CUPRAC, phosphomolybdène et ferrozine). Ces performances antioxydantes (anti-radicalaire, réductrices et chélatantes de métaux) peuvent être attribuées à sa composition chimique riche en composés bioactifs tels que les stérols, les polyphénols, les flavonoïdes, les tocophérols, les acides gras insaturés, les chlorophylles et les caroténoïdes déjà identifiés.

**Sehaki et al. (2023)** ont démontré que les acides phénoliques tels que l'acide gallique et ses dérivés ainsi que les flavonoïdes comme la quercétine et la catéchine présents dans l'huile de *Pistacia lentiscus* ont un fort pouvoir antioxydant. Les polyphénols et flavonoïdes agissent en tant que puissants piègeurs de radicaux libres grâce à leur capacité à céder un électron ou un atome d'hydrogène, neutralisant ainsi les espèces réactives de l'oxygène, ce qui empêche la propagation des réactions d'oxydation (**Villaño et al., 2007 ; Di Meo et al., 2013**).

En outre, ces composés sont capables de chélater les ions métalliques pro-oxydants (comme Fe<sup>2+</sup> et Cu<sup>2+</sup>), limitant ainsi leur participation à la formation de radicaux hydroxyles. Ces deux mécanismes, synergiques contribuent à la stabilité oxydative de l'huile (**Perron et Brumaghim, 2009 ; Kejík et al., 2021**).

Les tocophérols présents dans l'huile de lentisque en particulier l' $\alpha$  tocophérol et les tocotriénols sont connus pour leurs fort pouvoir antioxydant et leurs capacités de piégeage, de

neutralisation des radicaux libres, de chélation et de réduction des ions métalliques, et par conséquent, la prévention de l'oxydation (Müller et al., 2010 ; Barouh et al., 2022). De plus, des études antérieures ont démontré l'activité antiradicalaire des acides gras, en particulier les acides gras insaturés (acide linoléique, linoléique et l'acide oleique). Cela grâce aux doubles liaisons présentes dans les AGPI et AGMI qui peuvent interagir avec les radicaux libres (Meital et al., 2019 ; Pasciu et al., 2025).

Certains stérols présents dans l'huile de lentisque peuvent participer à son activité antioxydante comme le  $\beta$ -sitostérol et le campestérol qui ralentissent l'oxydation même à des température élevée en réduisant la formation des radicaux libres et des MDA (Zhang et al., 2023 ; Nazir et al., 2024). Tandis que d'autres stérols comme 24-Méthylène-Cholesterol,  $\Delta$ -7-Estigmastérol et  $\Delta$ -7 l'avenastérol possèdent une double liaison éthylidène, qui permet la formation de radicaux libres stabilisés et l'interception des radicaux peroxydes, limitant la propagation de la peroxydation lipidique (Wang et al., 2002 ; Yoshida et Niki 2003).

Les chlorophylles, présentes dans huile de lentisque, peuvent agir comme des piègeurs de radicaux libres et neutraliser les radicaux hydroxyles (OH•) grâce à leur structure polycyclique et à la présence de groupes hydroxyles (Hsu et al., 2013). Les caroténoïdes aussi sont reconnus pour leur capacité à piéger l'oxygène libre et à neutraliser divers radicaux libres. Cette activité est attribuée à leur structure polyène, composée de doubles liaisons conjuguées qui leur permettent d'interagir efficacement avec les radicaux hydroxyles (OH•). Les caroténoïdes peuvent également se lier avec des radicaux peroxydes (LOO•), interrompant ainsi les chaînes de peroxydation lipidique (Young et Lowe, 2018). Ces propriétés antioxydantes sont toutefois modulées par plusieurs facteurs notamment l'origine géographique et le stade de maturation des graines, ainsi que les méthodes d'extraction utilisées, qui influencent directement la composition et la concentration en composés bioactifs de l'huile (Ameur et Szydłowska-Czerniak., 2024).

Le miel étudié a présenté une forte activité antioxydante qui est du probablement à la présence de composés phénoliques, de flavonoïdes, d'enzymes antioxydantes et d'acide aminés. Les composés phénoliques sont connus pour leur capacité à réagir avec les radicaux libres et à se lier efficacement aux ions métalliques grâce aux groupements hydroxyles qu'ils possèdent, permettant ainsi de les chélater et de les neutraliser (Ebrahimzadeh et al., 2008 ; Mouhoubi-Tafnine et al., 2016).

Selon **Amessis-Ouchemoukh et al. (2014)**, les composés phénoliques du miel sont capables de complexer et de stabiliser les ions métalliques de transition, ce qui peut être expliqué par le pouvoir nucléophile de leurs cycles aromatiques et leurs groupements catéchol responsables de la formation des chélates avec le  $Fe^{3+}$ . Ils réduisent également le potentiel redox de manière à stabiliser la forme oxydée des ions métalliques ce qui permet de limiter l'activité pro-oxydante des métaux. **Khalil et al. (2012)** et **Doukani et al. (2014)** ont démontré que le miel foncé présente une teneur élevée en polyphénols et par conséquent une activité antioxydante importante ce qui concorde avec le résultat trouvé, où le miel analysé est foncé.

Le miel renferme aussi des enzymes antioxydantes telles que le glucose oxydase et la catalase qui participent à son activité antioxydante. Ces enzymes permettent l'activation des mécanismes de dégradation des peroxydes et des radicaux libres, et agissent d'une manière synergique avec les flavonoïdes pour offrir une protection moléculaire efficace contre les dommages oxydatifs (**Mouhoubi-Tafnine et al., 2016**).

De plus, certains acides aminés présents dans le miel, notamment l'histidine, la méthionine, la cystéine, l'acide aspartique et l'acide glutamique, contribuent à son activité antioxydante en chélatant les ions métalliques pro-oxydants comme le cuivre, cette chélation limite la formation de radicaux libres, réduisant ainsi les réactions d'oxydation. **Rubino et al. (2011)** et **Jiang et al. (2015)** ont montré que ces acides aminés possèdent une forte capacité de piégeage des métaux, tandis que **Ha et al. (2023)** ont confirmé leur rôle protecteur contre l'oxydation et le pouvoir cytotoxique induit par les métaux lourds dans les systèmes biologiques. Cependant, l'activité antioxydante du miel peut varier selon l'origine botanique, la qualité et la source florale du miel, ainsi que sa composition chimique, notamment sa teneur en composés bioactifs (**Mezni et al., 2018**).

### **3.4. Activité antimicrobienne d'huile de lentisque et du miel**

Les résultats de l'activité antimicrobienne obtenue sont représentés dans le tableau XII ci-dessous.

**Tableau XII** : Résultats de l'activité antibactérienne du miel et d'huile de lentisque.

Souche	<i>Staphylococcus aureus</i>				<i>E coli</i>				<i>Pseudomonas aeruginosa</i>			
	25%	50%	75%	100%	25%	50%	75%	100%	25%	50%	75%	100%
<b>DZI (%)</b>												
<b>Miel</b>	10.33±	15.33±	16.67±	20.67±	0.00±	9.67±	15.33±	19.67±	0.00±	0.00±	14.67±	17.33±
	0.58	0.58	1.53	1.53	0.00	0.58	0.58	0.58	0.00	0.00	0.58	3.06
<b>Huile de lentisque</b>	8.67±	9.00±	10.33±	14.00±	0.00±	0.00±	12.00±	14.67±	0.00±	0.00±	9.67±	13.67±
	0.58	1.00	0.58	1.73	0.00	0.00	2.00	0.58	0.00	0.00	0.58	1.53

DZI : Diamètre de Zone d'Inhibition, 25, 50, 75, 100% : différentes concentrations de miel et d'huile de lentisque analysés, les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écart type (n=3).

Les résultats présentés dans le tableau XII ont montré que *Staphylococcus aureus* est la souche la plus sensible aux effets inhibiteurs du miel et de l'huile de lentisque, quelle que soit la concentration testée. Avec le miel, le DZI a augmenté de manière dose-dépendante, atteignant  $20,67 \pm 1,53$  mm à 100 %. L'huile de lentisque a montré une activité antibactérienne relativement inférieure, avec un DZI maximal de  $14,00 \pm 1,73$  mm à 100 %. Ces observations corroborent avec celles trouvées par des études antérieures sur le miel et qui ont démontré une activité antibactérienne contre de nombreuses espèces bactériennes, notamment *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* et *Staphylococcus aureus* (Israili, 2014 ; Otmani et al., 2021). Ces études ont également souligné la vulnérabilité des bactéries Gram positives aux composés phénoliques et aux flavonoïdes, présents en abondance dans le miel et dans les huiles de *Pistacia lentiscus* (Cushnie et Lamb, 2005).

Cette sensibilité peut être expliquée par la composition de la paroi cellulaire des bactéries Gram positives, qui est plus perméable aux composés bioactifs que celle des Gram négatifs.

À faibles concentrations (25 % et 50 %), aucune zone d'inhibition n'est observée pour *Pseudomonas aeruginosa*. Cependant, aux concentrations supérieures (75 % et 100 %), une sensibilité notable est constatée avec un DZI de  $17,33 \pm 3,06$  mm pour le miel à 100 % et de  $13,67 \pm 1,53$  mm pour l'huile à la même concentration.

Cela suggère que des doses élevées sont nécessaires pour surmonter la résistance intrinsèque de cette souche, connue pour sa faible perméabilité membranaire (Livermore, 2002). L'efficacité du miel à ces concentrations peut être attribuée à ses propriétés osmotiques et à son pH acide, qui inhibent la prolifération bactérienne (Alvarez-Suarez et al., 2010).

*Escherichia coli* se révèle être la souche la plus résistante. Aucune zone d'inhibition n'est détectée avec l'huile de lentisque à 25 et 50 %, et un faible DZI de  $9,67 \pm 0,58$  mm est démontré avec le miel à une concentration de 50%. À 100 %, le DZI atteint 19,67 mm pour

le miel et 14,67 mm pour l'huile. Cette résistance peut s'expliquer par la structure complexe de la paroi cellulaire des bactéries Gram négatives, composée d'une membrane externe riche en lipopolysaccharides, qui agissent comme une barrière efficace contre les composés antimicrobiens hydrophiles (**Nikaido, 2003**).

Les zones d'inhibition obtenues s'expliquent probablement par les fortes teneurs en composés phénoliques présentes dans le miel et l'huile de lentisque. Plusieurs recherches (**Daglia, 2012 ; Huang et al., 2024 ; De Rossi et al., 2025**) ont confirmé que les polyphénols, tels que les tannins et les flavonoïdes jouent un rôle central en tant que substances antibactériennes. Les flavonoïdes lipophiles tels que la quercétine et la catéchine agissent en détruisant les membranes microbiennes, augmentant ainsi la fluidité des lipides membranaires et provoquant une lyse bactérienne (**Veiko et al., 2023**). De plus, la diversité des métabolites secondaires, ainsi que la position et le nombre de groupes hydroxyles présents sur les cycles aromatiques de ces composés, induisent une toxicité ciblée vis-à-vis des microorganismes (**Bouyahya et al., 2019**).

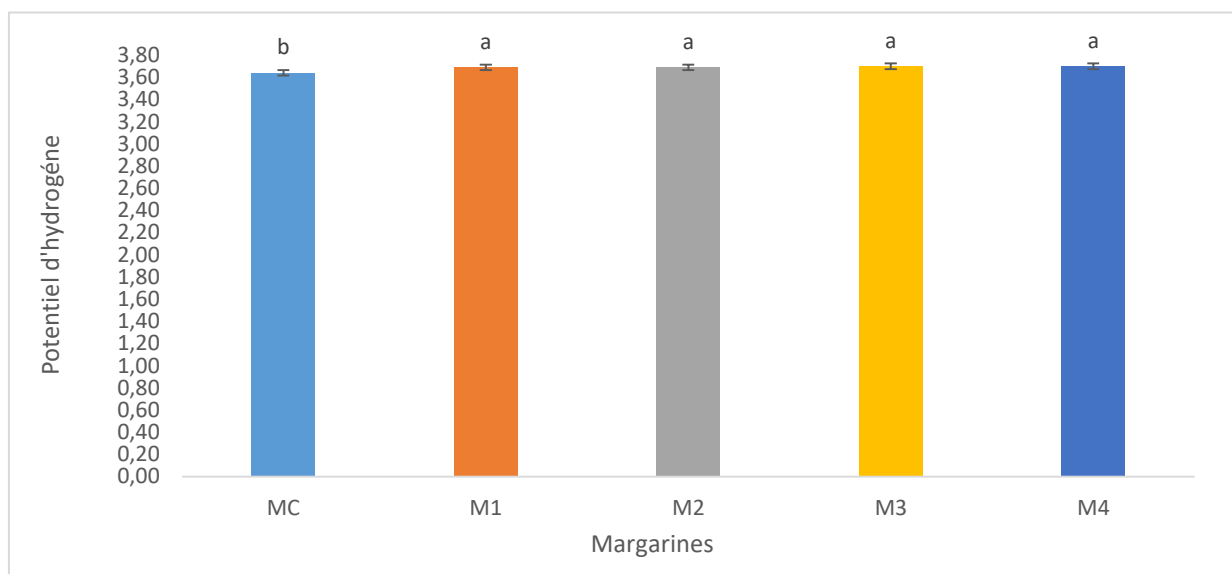
Les résultats obtenus démontrent que le miel possède une activité antibactérienne supérieure à celle de l'huile de lentisque. Cela peut être attribué à sa nature multifactorielle. En plus des polyphénols et flavonoïdes, le miel contient des enzymes comme la catalase et le glucose oxydase, qui génèrent du peroxyde d'hydrogène qui est un agent antimicrobien puissant (**Osés et al., 2024**). Par ailleurs, le faible pH du miel (entre 3,2 et 4,5) constitue un environnement défavorable à la survie bactérienne. En revanche, l'huile de lentisque présente une richesse en composés bioactifs tels que les composés volatils (terpènes, terpénoïdes) et les acides gras insaturés qui contribuent à son activité antibactérienne, en particulier contre *Staphylococcus aureus* (**Maurizi et al., 2024**).

## 4. Margarines

### 4.1. Paramètres physicochimiques des margarines élaborées

#### 4.1.1. Potentiel d'hydrogène

Le potentiel d'hydrogène constitue un paramètre physicochimique fondamental, influençant la stabilité microbiologique des produits alimentaires, notamment dans la phase aqueuse, souvent sujette au développement microbien. Les résultats obtenus pour les différentes formulations de margarines indiquent des valeurs de pH variant entre  $3,64 \pm 0,01$  pour la margarine témoin (Mc) et  $3,70 \pm 0,03$  pour la formulation M4, comme illustré dans la figure 20.



**Figure 20** : Valeurs de pH des margarines élaborées.

Mc: margarine contrôl sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres verticales représentent les écartypes, les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

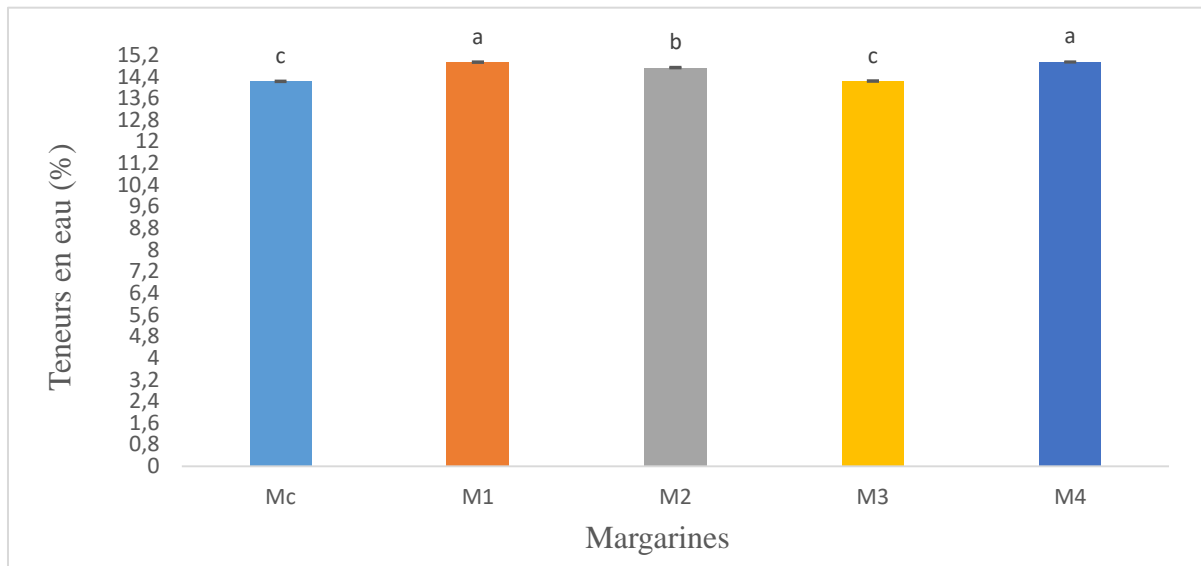
L'analyse statistique a révélé une différence significative ( $p < 0,05$ ) entre la formulation témoin Mc (3,64) et les margarines enrichies M1, M2, M3 et M4. En revanche, aucune différence significative n'a été observée entre les formulations enrichies, indiquant une stabilisation du pH autour de 3,69 à 3,70, dès l'ajout de 2 % d'huile de lentisque et 0,5 % de miel.

La différence de pH entre la margarine contrôle Mc et les formulations enrichies peut être attribuée principalement à la présence de miel dans la phase aqueuse, riche en sels minéraux basiques (potassium, calcium, sodium) pouvant contribuer à réduire l'acidité.

De plus, bien que l'huile de *Pistacia lentiscus* soit intégrée dans la phase grasse, certains composés hydrophiles ou amphiphiles comme des phénols légers ou des flavonoïdes pourraient diffuser partiellement vers la phase aqueuse, ce qui contribue ainsi à l'alcalinisation modérée de cette dernière.

#### 4.1.2. Teneurs en eau

La teneur en eau des margarines constitue un paramètre important influençant leur stabilité oxydative et leur sensibilité au développement microbologique. Les teneurs en eau des margarines élaborées varient de 14,23% (Mc) à 14,95% (M4), comme illustré dans la figure 21. Ces valeurs enregistrées sont inférieures à la limite maximale fixée par la norme **ISO 662, (2016)** (<18%) ce qui traduit une bonne homogénéité et une bonne maîtrise des conditions de fabrication.



**Figure 21** : Teneurs en eau des margarines élaborées.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres verticales représentent les écartypes, les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

Les margarines M1 ( $14,94 \pm 0,034\%$ ) et M4 ( $14,95 \pm 0,017\%$ ) ne présentent aucune différence significative entre elles ( $P < 0,05$ ). Il en est de même pour les margarines Mc et M3. La margarine M2 ( $14,74 \pm 0,033\%$ ) possède une teneur en eau légèrement inférieure à celles de M1 et M4 et diffère significativement ( $p < 0,05$ ) par rapport à M3 et le témoin (Mc) qui présentent les plus faibles valeurs en eau de  $14,24 \pm 0,039\%$  et  $14,23 \pm 0,04\%$ , respectivement.

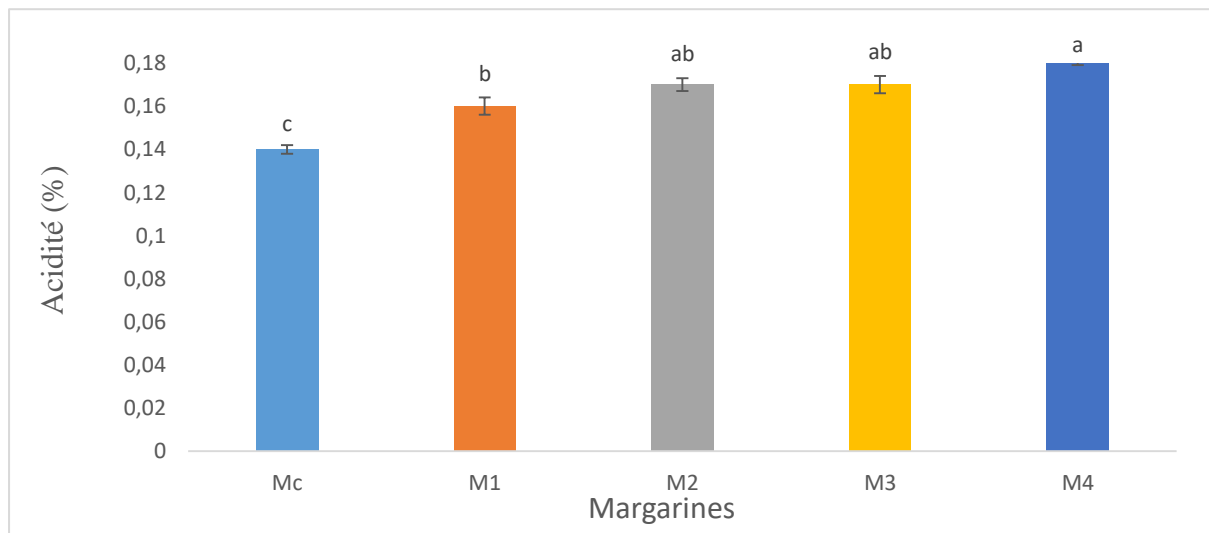
Les faibles teneurs en eau dans les margarines élaborées peuvent être traduites par un dosage précis de la phase aqueuse et une bonne dispersion de l'eau dans la phase grasse,

ce qui favorise une excellente stabilité oxydative et microbiologique. Ce contrôle rigoureux confère aux margarines une qualité exemplaire, répondant aux exigences de l'industrie. À l'inverse, une teneur élevée en eau peut créer un environnement favorable au développement de moisissures et de microorganismes tels que *Clostridium* et *Streptococcus*, etc., ainsi qu'à l'hydrolyse enzymatique (Cruz-Casas et al., 2021). Par ailleurs, la teneur en humidité des margarines peut varier selon les conditions et la durée de stockage. Un stockage inadéquat et une interruption de la chaîne de conservations peuvent également entraîner une oxydation, même en conditions réfrigérées (Chougui et al., 2015).

#### 4.1.3. Acidité

Les résultats de l'analyse de l'acidité des échantillons de margarines ont montré que les valeurs d'acidité oscillent de 0,14 % (Mc) à 0,18 % (M4), comme le montre la figure 22. Les valeurs enregistrées sont largement en dessous de la limite maximale fixée par l'entreprise ( $<0,3$ ), ainsi que du seuil de 0,2 % établi par la norme ISO-660, (2009), ce qui confirme la stabilité des lipides dans ces margarines.

Les margarines additionnées de l'huile de lentisque et du miel (M1, M2, M3 et M4) affichent des taux d'acidité de  $0,16 \pm 0,009$  %,  $0,17 \pm 0,008$  %,  $0,17 \pm 0,009$  % et  $0,18 \pm 0,001$  %, respectivement, et ne présentent aucune différence significative entre elles ( $p < 0,05$ ).



**Figure 22** : Acidités des margarines élaborées.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype ( $n=3$ ). Les barres verticales représentent les écartypes, les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

Cependant, ces derniers et Mc ont présenté une différence significative ( $p < 0,05$ ) en terme d'acidité, ce qui pourrait être attribué aux acides du miel et de l'huile additionnées.

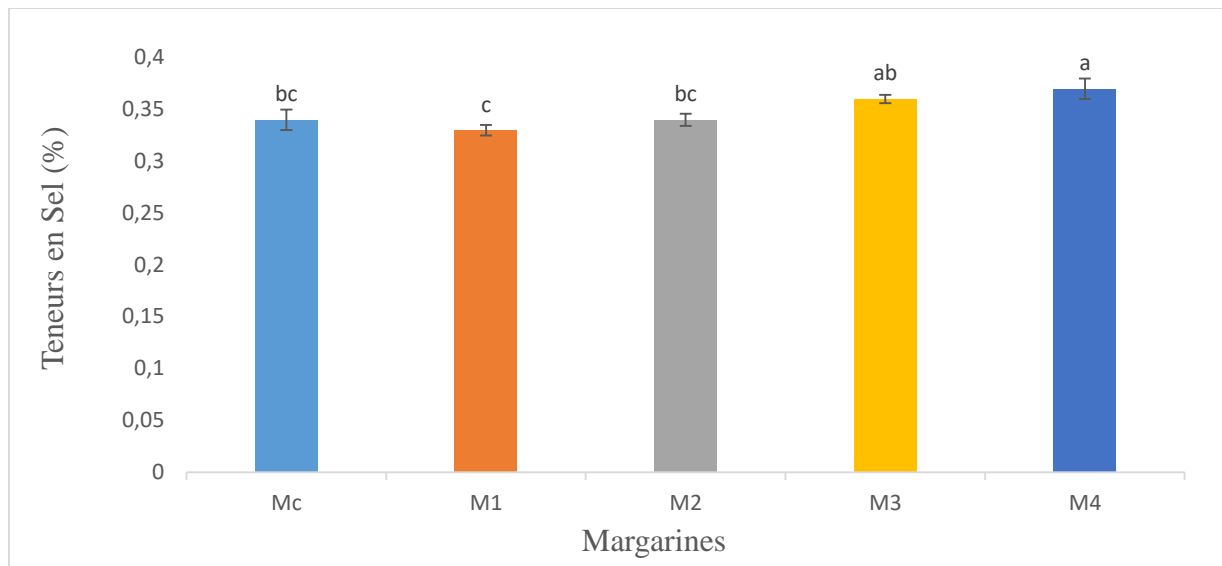
L'acidité augmente proportionnellement avec la quantité d'huile de lentisque ajoutée. Cela suggère que l'huile de lentisque, qui est riche en acides gras insaturés et en composés bioactifs, a un impact direct sur l'acidification de la margarine, bien que cette augmentation soit relativement modérée et reste dans des limites acceptables, assurant que la margarine ne subira pas de dégradation prématurée. En parallèle, le miel qui est connu pour son acidité pourra contribuer également à une légère augmentation de l'acidité dans la margarine. Cependant, l'impact du miel sur l'acidité semble secondaire par rapport à l'huile de lentisque. Ces résultats confirment que malgré la composition du miel en acide notamment en acides organiques comme l'acide gluconique, il n'affecte pas de manière significative la stabilité de la margarine.

#### **4.1.4. Teneurs en sel**

Le chlorure de sodium (NaCl) est un ingrédient fondamental dans la formulation de la margarine, car il améliore le goût en renforçant les saveurs naturelles, et agit comme stabilisateur de l'émulsion en maintenant l'homogénéité entre la phase grasse et la phase aqueuse.

En plus de ses propriétés organoleptiques et ses fonctions technologiques, il joue un rôle important dans la limitation de la croissance microbienne, contribuant ainsi à prolonger la durée de conservation du produit (**Wijnker et al., 2006**).

Les histogrammes ci-dessous montrent les teneurs en sel des margarines préparées. Ces derniers sont comprises entre 0,33 % (M1) et 0,37 % (M4) et sont conformes aux normes réglementaires qui ont fixé une limite maximale à 0,5 % (**ISO-15648, 2004**) cela garantit que les margarines restent conformes aux exigences en matière de qualité et de sécurité alimentaire, tout en offrant des caractéristiques sensorielles appréciées par les consommateurs.



**Figure 23** : Teneurs en sel des margarines élaborées.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres verticales représentent les écartypes, les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

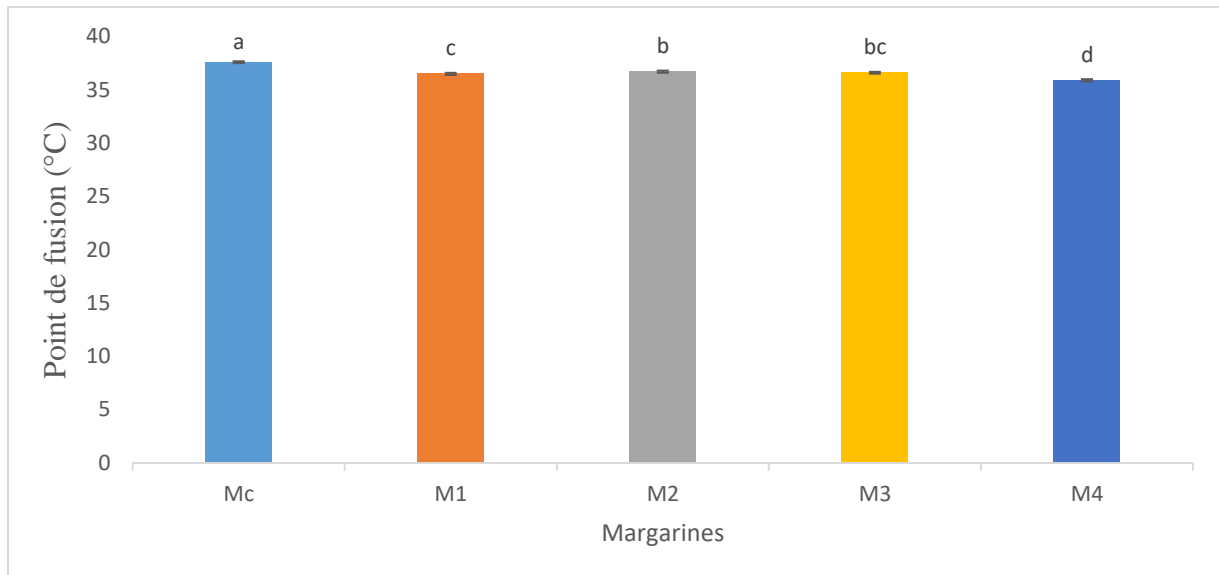
L'analyse statistique des teneurs en sel des cinq margarines formulées a révélé des différences significatives entre certaines formulations (M1 et M4), (M4 et M2) et (M4 et Mc). Tandis que, la margarine M3 et M4 ne présentent pas de différence significative entre elles ( $p < 0.05$ ).

Les teneurs élevés en sel dans les formulations M3 et M4 peuvent être attribuées aux pourcentages d'huile de *P. lentiscus* incorporés dans cette formulation. L'analyse chimique de l'huile de lentisque par **Dhifi et al. (2013)** ont révélé la présence de certains minéraux tel que le calcium, le magnésium, le potassium, ainsi que du sodium, ce qui pourrait augmenter les teneurs en sel des margarines enrichies en cette huile.

En plus, plusieurs minéraux ont été identifiés dans le miel étudié, notamment le calcium, le magnésium, le potassium, ainsi que du sodium en quantité notable.

#### 4.1.5. Point de fusion

Le point de fusion des margarines est un paramètre essentiel qui détermine leurs propriétés physiques, leur texture ainsi que leur comportement lors des applications culinaires. Les résultats des points de fusion obtenus sont montrés dans la figure 24.



**Figure 24** : Points de fusion des margarines élaborées.

Mc: margarine controle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres verticales représentent les écartypes, les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

Les points de fusions obtenus sont inclus dans l'intervalle fixé par l'entreprise (32-38°) indiquant que l'ajout d'huile de lentisque à différentes concentrations (2, 5, 10, 15%) et le miel à (0,5%) n'affectent pas vraiment le point de fusion des margarines et restent toujours dans les normes.

Les margarines Mc, M1, M2, et M4 présentent des différences significatives en terme de point de fusion ( $p < 0,05$ ). Elles ont montré une tendance à la baisse lors de l'augmentation du pourcentage d'huile de lentisque incorporée. La margarine témoin enregistre le point de fusion le plus élevé (37,60 °C), tandis que la margarine M4 enrichie à 15 % d'huile de lentisque présente le point de fusion le plus bas (35,90 °C).

La diminution du point de fusion constaté entre les échantillons peut être attribuée à la composition lipidique de l'huile de lentisque, qui est particulièrement riche en acides gras insaturés (oléique et linoléique) déjà identifiés dans cette huile. Selon **Ait Mohand et al. (2022)** la proportion d'acides gras insaturés dans cette huile est supérieure à 76 %.

De plus, la présence de doubles liaisons dans les acides gras insaturés entraîne une désorganisation dans la structure cristalline des lipides, réduisant ainsi la température nécessaire à leur fusion. À l'inverse, les acides gras saturés dépourvus de doubles liaisons

favorisent une structure plus compacte (**Rogers, 2017**), ce qui explique les points de fusion plus élevés pour des margarines contenant une plus grande proportion de graisses saturées.

Ces résultats permettent de mettre en évidence l'impact de l'enrichissement en huile de lentisque riche en acides gras insaturés, qui contribue à rendre les margarines plus malléables à température ambiante, ce qui peut être un avantage pour certaines applications alimentaires. De plus, cette particularité pourrait être utilisée comme un critère de différenciation pour des margarines enrichies en huiles fonctionnelles, répondant ainsi à la demande croissante des consommateurs pour des produits contenant des graisses de meilleure qualité nutritionnelle.

#### 4.1.6. Couleur

La couleur du produit peut fortement influencer l'opinion du consommateur, ce qui explique le grand intérêt des industriels pour ce paramètre. Les résultats de l'évaluation colorimétrique des margarines formulées sont présentés dans le tableau XIII ci-dessous.

**Tableau XIII** : Valeurs colorimétriques (Lovibond R/Y/B) des margarines enrichies en huile de lentisque et en miel.

Echantillon	R	Y	B	Couleur observée
<b>Mc</b>	4,2 ± 0,2 <sup>a</sup>	48,0 ± 0,5 <sup>c</sup>	0,0 ± 0,0 <sup>c</sup>	Jaune orangé
<b>M1</b>	4,0 ± 0,2 <sup>a</sup>	49,0 ± 0,4 <sup>b</sup>	0,0 ± 0,0 <sup>c</sup>	Jaune orangé
<b>M2</b>	2,5 ± 0,1 <sup>b</sup>	51,0 ± 0,3 <sup>a</sup>	0,0 ± 0,0 <sup>c</sup>	Jaune
<b>M3</b>	1,0 ± 0,1 <sup>c</sup>	46,0 ± 0,4 <sup>d</sup>	1,7 ± 0,2 <sup>a</sup>	Jaune verdâtre
<b>M4</b>	0,5 ± 0,1 <sup>d</sup>	46,5 ± 0,5 <sup>d</sup>	2,2 ± 0,2 <sup>a</sup>	Jaune verdâtre

R (Rouge), Y (Jaune), B (Bleu), Mc: margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écartype (n=3). Les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

L'analyse statistique a montré que les valeurs de couleur rouge diminuent significativement ( $p < 0,05$ ) avec l'augmentation de la concentration en huile de lentisque. Les formulations MC (sans ajout d'huile, ni de miel) et M1 (avec une faible teneur en huile de lentisque et miel) présentent les valeurs les plus élevées (groupe a), traduisant une teinte jaune orangé prononcée. À partir de M2, une baisse marquée est observée pour cette composante. La composante jaune reste globalement élevée dans toutes les formulations, bien qu'aucune différence significative ne soit observée entre M3 et M4 ( $p < 0,05$ ) et diffère significativement de la couleur des autres formulations. L'apparition progressive et significative du bleu à partir de M3, en interaction avec la forte présence de la coloration jaune, marque une transition colorimétrique significative vers des teintes jaune-verdâtres pour M3 et M4.

D'après les résultats obtenus pour la couleur des margarines analysées, il semble que l'ajout d'huile de lentisque à des niveaux élevés influence significativement la couleur des margarines élaborées. Les margarines préparées avec de faibles concentrations d'huile de lentisque (M1 et M2) présentent une couleur proche de celle typique de la margarine, sans modifications perceptibles dans la teinte caractéristique du produit (jaune). En revanche, les margarines enrichies avec des quantités plus élevées d'huile de lentisque (M3 et M4) exhibent une couleur modifiée, tendant vers un jaune verdâtre. Cette modification est probablement due à la présence plus marquée des pigments naturels (chlorophylles et caroténoïdes) à de grande concentration d'huile de lentisque ajouté. L'huile de lentisque utilisée est riche en caroténoïdes probablement en lutéine,  $\beta$ -carotène, et en xanthophylles qui ont contribué à la coloration observée. **Ameur et al. (2024)** ont démontré que l'huile de lentisque est une source naturelle en caroténoïdes apportant des teneurs plus significatives en comparant à l'huile d'olive.

#### 4.1.7. Taux de solides (SFC)

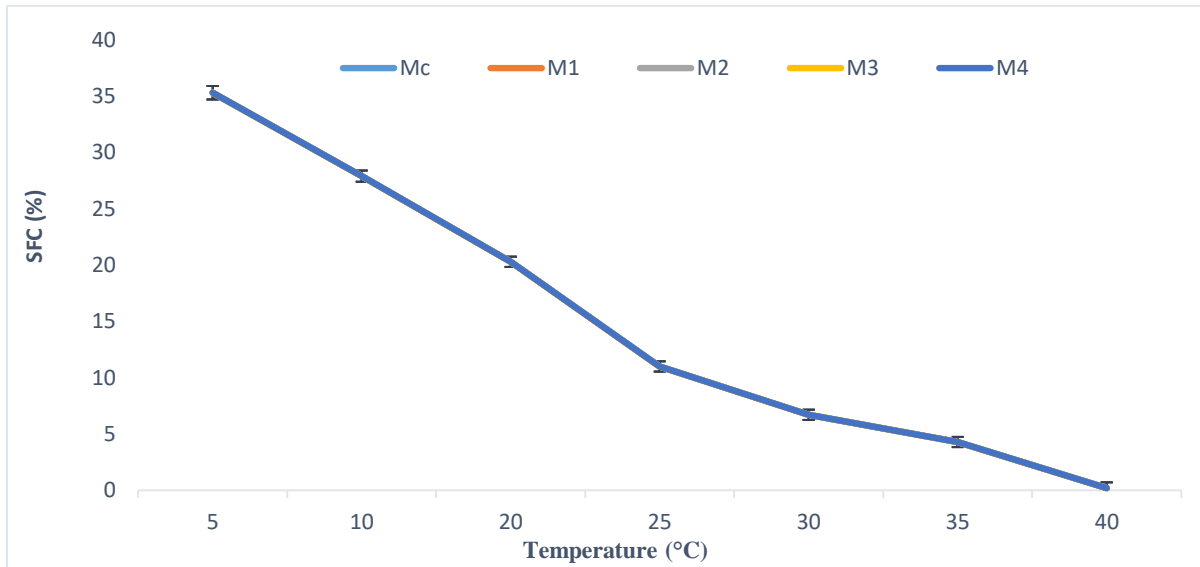
L'analyse de la texture par Résonance Magnétique Nucléaire, basée sur la mesure du Solid Fat Content (SFC), permet d'estimer le pourcentage de matières grasses solides présentes dans le produit à des températures spécifiques.

Les résultats obtenus ont montré qu'il n'existe pas de différences significatives ( $p < 0,05\%$ ) entre les cinq margarines formulées, quelle que soit la concentration en huile de lentisque, et que tous les échantillons suivent un comportement similaire en termes de variation du SFC avec la température (**Figure 25**).

À 5°C, les margarines affichent un taux de solides relativement élevé de 35,3 %, ce qui suggère que les margarines restent solides à basse température et conserve ainsi une certaine fermeté. Ce taux diminue de manière significative avec l'augmentation de la température atteignant 0,2 % à 40°C. Un taux répondant à la norme fixée par la **ISO 8292, (1995)** où SFC est de 0-3% à 40°C. Cela indique que les margarines fondent rapidement à température ambiante, ce qui est un indicateur positif de leur consistance et de leur facilité d'utilisation, et peut être considéré comme une caractéristique essentielle pour un produit destiné à être facilement étalé.

Selon **Himed et Barkat (2014)**, pour qu'une margarine soit tartinable, le SFC doit idéalement être inférieur à 40 % à 5°C et à 6 % à 40°C pour garantir une texture fondante et une bonne tartinabilité.

Ces valeurs sont cohérentes avec les résultats obtenus, suggérant que les margarines formulées respectent ces critères et présentent ainsi une bonne fusion et une texture fondante.



**Figure 25** : Variation de la fraction solide des matières grasses (SFC) en fonction de la température pour les différentes formulations de margarines.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres horizontales représentent les écartypes)).

Le comportement observé est compatible avec des margarines ayant un réseau cristallin relativement homogène, formé par une nucléation uniforme de cristaux et un contrôle adéquat de la coalescence. La bonne fusion observée est un indicateur que la vitesse de cristallisation est suffisamment contrôlée pour éviter la formation de cristaux trop gros qui compromettent la texture.

La variation de la concentration en huile de lentisque semble ne pas avoir perturbé ce mécanisme, assurant ainsi la préservation des propriétés organoleptiques, notamment l'aspect, la tartinabilité et la texture fondante de ces margarines fabriquées (Arellano et al., 2015).

#### 4.1.8. Composition en acide gras des margarines formulées

Les résultats de la composition en acides gras des margarines produites ont révélé une prédominance d'acides oléique, palmitique et linoléique, qui ont constitué les principaux acides gras des huiles utilisées dans la phase grasse des margarines (Tableau XIV).

**Tableau XIV** : Composition en acides gras des différentes margarines formulées et leurs teneurs exprimées en pourcentage.

Echantillons	C12:0	C14:0	C16:0	C18:0	C18:1	C18:2	C18:3	AGS	AGMI	AGPI
<b>Mc</b>	0,35 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,78 ± 0,03 <sup>a</sup>	30,91 ± 1,46 <sup>b</sup>	3,22 ± 0,16 <sup>b</sup>	35,31 ± 1,09 <sup>c</sup>	27,64 ± 0,31 <sup>a</sup>	0,29 ± 0,01 <sup>a</sup>	35,26 ± 2,47 <sup>c</sup>	35,31 ± 1,09 <sup>c</sup>	27,93 ± 0,31 <sup>a</sup>
<b>M1</b>	0,36 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,79 ± 0,01 <sup>a</sup>	32,20 ± 1,62 <sup>ab</sup>	3,46 ± 0,12 <sup>ab</sup>	35,48 ± 1,31 <sup>c</sup>	26,78 ± 0,29 <sup>b</sup>	0,29 ± 0,01 <sup>a</sup>	36,81 ± 1,62 <sup>b</sup>	35,48 ± 1,31 <sup>c</sup>	27,07 ± 0,29 <sup>a</sup>
<b>M2</b>	0,35 ± 0,03 <sup>a</sup>	0,79 ± 0,02 <sup>a</sup>	32,09 ± 1,92 <sup>ab</sup>	3,58 ± 0,21 <sup>a</sup>	36,46 ± 1,43 <sup>bc</sup>	24,71 ± 0,82 <sup>c</sup>	0,29 ± 0,01 <sup>a</sup>	36,81 ± 1,93 <sup>b</sup>	36,46 ± 1,43 <sup>bc</sup>	25,00 ± 0,82 <sup>a</sup>
<b>M3</b>	0,36 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,80 ± 0,01 <sup>a</sup>	33,05 ± 2,02 <sup>a</sup>	3,74 ± 0,37 <sup>a</sup>	38,06 ± 1,22 <sup>ab</sup>	23,26 ± 0,98 <sup>d</sup>	0,30 ± 0,01 <sup>a</sup>	37,95 ± 2,05 <sup>ab</sup>	38,06 ± 1,22 <sup>ab</sup>	23,56 ± 0,98 <sup>b</sup>
<b>M4</b>	0,36 ± 0,02 <sup>a</sup>	0,80 ± 0,01 <sup>a</sup>	34,16 ± 1,07 <sup>a</sup>	3,86 ± 0,34 <sup>a</sup>	39,40 ± 1,10 <sup>a</sup>	21,02 ± 1,02 <sup>e</sup>	0,30 ± 0,01 <sup>a</sup>	39,18 ± 1,12 <sup>a</sup>	39,40 ± 1,10 <sup>a</sup>	21,32 ± 1,02 <sup>c</sup>
<b>TR (min)</b>	27,47	32,59	37,59	42,37	43,93	45-47	48,48	/	/	/

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0.5% de miel. C12:0 : Acide Laurique, C14:0:Acide Myristique, C16:0 : Acide Palmitique, C18:0 : Acide Stéarique, C18:1 : Acide Oléique, C18:2 : Acide Linoléique, C18:3 : Acide Linoléique, AGS : Acides Gras Saturés, AGMI : Acides Gras Mono-insaturés, AGPI : Acides Gras Poly-insaturés. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écartype (n=3). Les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiquement différentes).

Les teneurs en acides laurique, myristique, et linoléique ne présentent pas de différences significatives entre elles pour toutes les margarines élaborées.

Les teneurs en acide oléique augmentent progressivement avec l'ajout d'huile de lentisque, de 35,31 % dans l'échantillon témoin (Mc) à 39,40 % dans la margarine M4 enrichie à 15 % d'huile de *Pistacia lentiscus*. D'après les résultats de la composition en acide gras d'huile de lentisque utilisée, l'acide oléique constitue le principal acide gras dominant. Ce résultat corrobore avec celui de **Siano et al. (2020)** qui ont rapporté que l'acide oléique est le principal acide gras de l'huile de lentisque. L'enrichissement progressif en cette huile a contribué à l'amélioration du profil mono-insaturé (AGMI) des margarines.

Le profil en acides gras saturés (AGS) des margarines formulées est dominé par l'acide palmitique (C16:0) ce qui est probablement lié à la présence d'huile de palme dans leur composition. Selon **Koushki et al. (2015)**, l'huile de palme est principalement composée d'acide palmitique, avec une teneur comprise entre 37,9 et 41,7 %, ainsi que d'acide oléique présent en proportion variant de 40,7 à 43,9 %. La concentration en acide palmitique varie significativement entre Mc et les échantillons enrichis et augmente légèrement avec l'ajout d'huile de lentisque, ce qui suggère que la présence d'huile de lentisque, contenant une quantité considérable d'acide palmitique, améliore la concentration en acide palmitique des margarines enrichies en cette huile.

Concernant les acides gras polyinsaturés (AGPI), essentiellement représentés par l'acide linoléique, leurs teneurs diminuent légèrement avec l'augmentation de l'huile de lentisque, de 27,64 % (Mc) à 21,02 % (M4). Ce résultat est cohérent avec la composition de l'huile de lentisque, moins riche en acides polyinsaturés que l'huile de tournesol, ce dernier étant dominée par l'acide linoléique avec des proportions variant entre 46,72 % et 69,89 % (Harun, 2019). Cette réduction relative des AGPI au profit des AGMI pourrait néanmoins améliorer la stabilité oxydative des margarines. En fin, la richesse des huiles de blend utilisé en acides gras diversifiés a contribué à enrichir la composition, améliorer les teneurs en acides gras et à équilibrer le profil lipidique des margarines formulées.

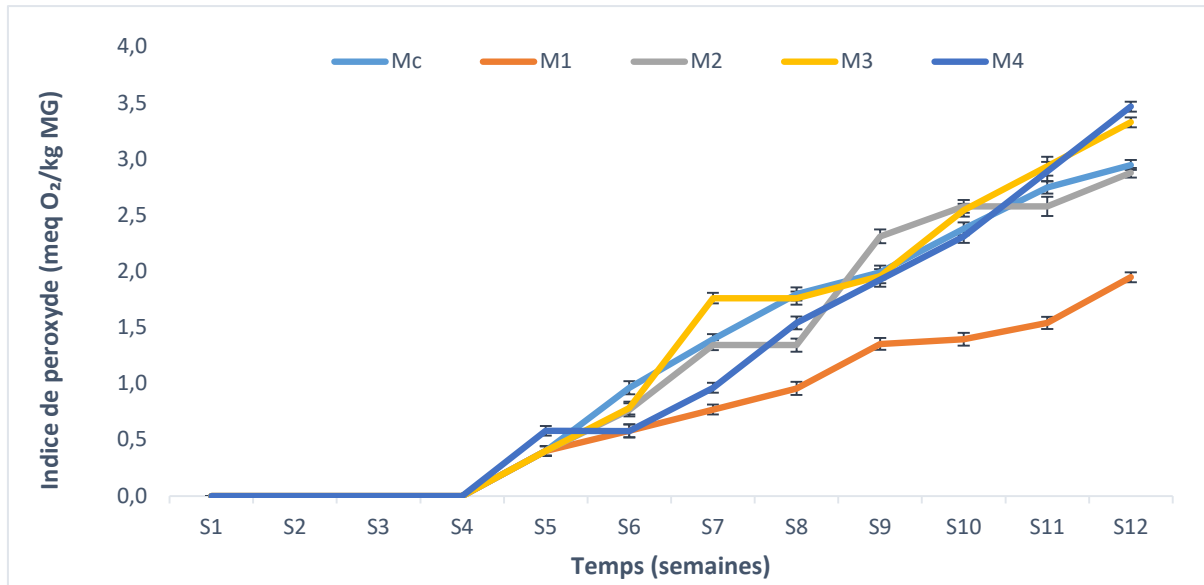
## 4.2. Suivi de la stabilité oxydative des margarines élaborées

### 4.2.1. Indice de peroxyde

La valeur de peroxyde permet d'évaluer l'oxydation initiale des lipides à travers la quantification des peroxydes et hydroperoxydes formés.

Une augmentation de cet indice traduit une détérioration progressive des matières grasses. La figure 26 présente l'évolution de l'indice de peroxyde (en meq O<sub>2</sub>/kg MG) sur une période de 12 semaines (S1 à S12) pour un échantillon témoin (Mc) et quatre formulations de margarine enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel (M1, M2, M3 et M4).

Les résultats ont montré que le premier mois de conservation a manifesté zéro peroxyde formé pour tous les échantillons de margarines, reflétant la bonne qualité des matières premières utilisées pour l'élaboration des margarines. Par la suite, une accélération de la peroxydation lipidique est observée pour les margarines, dont l'échantillon témoin qui a montré une augmentation régulière de la valeur de peroxyde atteignant environ 2,95 meq O<sub>2</sub>/kg MG à la dernière semaine de conservation. Cette tendance a indiqué une oxydation modérée mais constante, en absence d'un enrichissement spécifique en antioxydants.



**Figure 26** : Evolution de l'indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub>/kg MG) des différentes formulations de margarines au cours du stockage à 4°C pendant 12 semaines.

(Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0.5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne  $\pm$  écartype (n=3). Les barres horizontales représentent les écartypes).

La formulation M1 a présenté la meilleure stabilité oxydative dont l'indice de peroxyde a augmenté très lentement, demeurant significativement inférieure à celle du témoin et des autres formulations, avec une valeur finale nettement plus basse de 1,95 de meq O<sub>2</sub>/kg MG à la 12<sup>ème</sup> semaine. Cette teneur est presque la moitié d'incidence de peroxydation par rapport aux autres margarines y compris le témoin. Une bonne stabilité oxydative qui peut être attribuée à une synergie entre les composés bioactifs présents dans l'huile de lentisque et le miel, connus pour leurs propriétés antioxydantes, notamment les polyphénols, les flavonoïdes, et les tocophérols qui peuvent intervenir par la neutralisation des radicaux libres et l'inhibition de la propagation d'oxydation lipidique.

Les margarines M2, M3 et M4 ont suivi une tendance similaire à celle du témoin, caractérisée par une augmentation progressive et rapide des valeurs de peroxyde. Ces formulations se sont révélés globalement moins stables que M1 et ont montré une oxydation supérieure à celle du témoin à partir de la 10<sup>ème</sup> semaine de stockage, atteignant respectivement 2,88, 3,33 et 3,47 meq O<sub>2</sub>/kg MG à la dernière semaine. Cette limite en termes de protection contre l'oxydation pourrait s'expliquer par la composition lipidique de l'huile de lentisque utilisée dans ces formulations, qui contient une proportion importante d'acides gras polyinsaturés, particulièrement sensibles à l'oxydation (Yin et Porter, 2005).

Les résultats obtenus ont permis de classer les échantillons en fonction de leur résistance à l'oxydation. A la dernière semaine de stockage l'échantillon M1 enrichi avec 2 % d'huile de lentisque a présenté la meilleure résistance, suivi par M2 (5 %), puis M3 (10 %), en fin le témoin et M4 (15 %) qui se sont montrés les plus sensibles à la peroxydation. Ces observations ont suggéré que l'utilisation de 2 % d'huile de lentisque constituait la concentration optimale pour produire une margarine offrant une résistance supérieure à l'oxydation.

Toutefois, cette étude a révélé que l'indice de peroxyde maximal atteint était à 3,47 meq O<sub>2</sub>/kg MG pour M4, qui reste nettement inférieur à la limite maximale fixée par les normes (<10 meq O<sub>2</sub>/kg) (**Codex Alimentarius, 1999**). Ce résultat témoigne que la contribution du fort pouvoir antioxydant de l'huile de lentisque et du miel incorporés dans les formulations a retardé la peroxydation de ces produits avec une meilleure stabilisation pour une période de stockage intéressante de 3 mois.

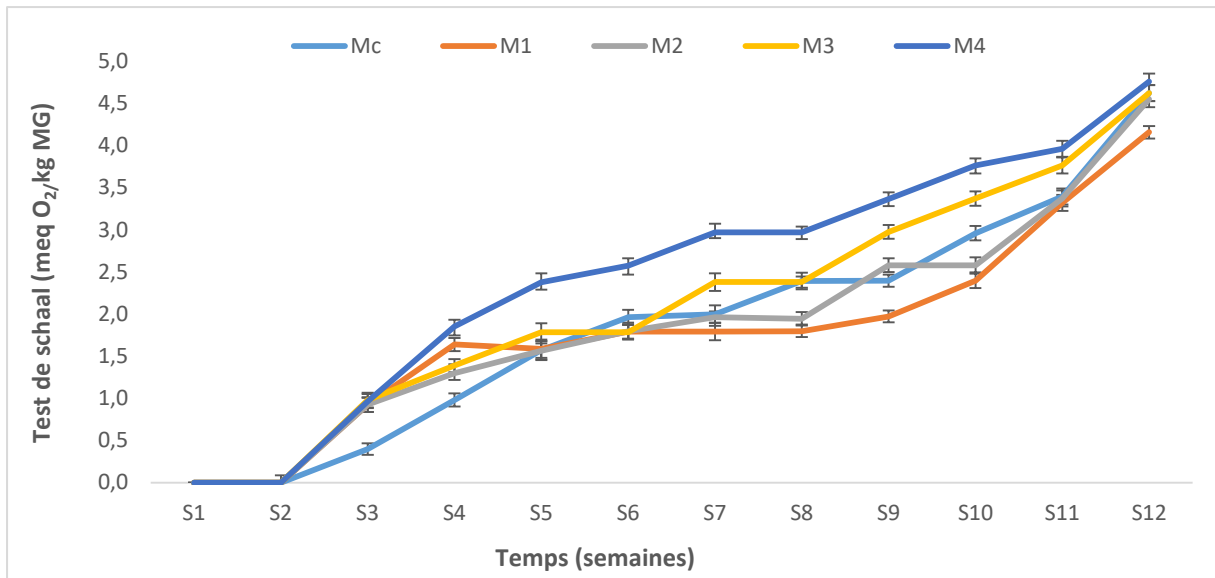
#### 4.2.2. Test de Schaal

Le test de Schaal est utilisé pour évaluer la résistance à l'oxydation des lipides soumis à un chauffage en surveillant la formation de peroxydes.

En général, ce test s'effectue à 40–65°C, mais dans la présente étude une température de 30 °C est adoptée afin de préserver l'intégrité structurelle des margarines, et d'éviter leur fusion (les margarines ayant un point de fusion compris entre 35,9 et 37,6°C) conduisant à la séparation de la phase aqueuse de la phase grasse.

Les résultats obtenus (**Figure 27**) ont montré une bonne résistance initiale à l'oxydation pour toutes les formulations, avec des indices de peroxyde nuls au cours des deux premières semaines (S1 et S2). Ce constat confirme l'excellente qualité des matières premières utilisées ainsi que l'efficacité des composés antioxydants naturellement présents dans les formulations, en particulier dans celles enrichies en huile de lentisque et en miel.

À partir de la troisième semaine (S3), une augmentation progressive de l'indice de peroxyde est observée pour toutes les margarines. L'échantillon témoin (Mc) a montré une élévation continue atteignant 4,63 meq O<sub>2</sub>/kg à la 12<sup>ème</sup> semaine, reflétant une oxydation prononcée en absence d'agents antioxydants spécifiques. Cette tendance met en évidence la fragilité du produit face à l'oxydation lipidique dans des conditions de stockage prolongées.



**Figure 27** : Variation de l'indice de peroxyde (meq O<sub>2</sub>/kg MG) des différentes formulations de margarines au cours du stockage à 30°C (test de Schaal) pendant 12 semaines.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écartype (n=3). Les barres horizontales représentent les écartypes).

En revanche, les formulations enrichies en huile de lentisque (M1, M2, M3, et M4) ont présenté des degrés de peroxydation différents, soulignant l'impact des concentrations en huile de lentisque sur la stabilité oxydative. Parmi ces formulations, M1 (2 % d'huile de lentisque) a montré la meilleure résistance à la peroxydation, avec une augmentation relativement modérée de l'indice de peroxyde, atteignant seulement 4,16 meq O<sub>2</sub>/kg MG à la 12ème semaine. Cette performance supérieure pourrait être attribuée à la synergie des composés bioactifs présents dans l'huile de lentisque et le miel, notamment les polyphénols, flavonoïdes, et tocophérols, qui jouent un rôle clé dans l'inhibition de la formation et de la propagation des radicaux libres (Mouhoubi-Tafinine et al., 2016 ; Ait Mohand et al., 2022).

Les formulations M2 (5 %), M3 (10 %) et M4 (15 %) ont suivi une trajectoire d'oxydation plus marquée, avec des indices de peroxyde atteignant respectivement 4,55, 4,63, et 4,76 meq O<sub>2</sub>/kg MG à la fin de la période de stockage. Ces résultats ont montré que des concentrations élevées en huile de lentisque ont augmenté la proportion d'acides gras polyinsaturés, rendant ainsi les margarines plus sensibles à l'oxydation. L'analyse statistique a montré que l'échantillon M4 enrichi à 15 % d'huile de lentisque a présenté la peroxydation la plus élevée parmi les formulations, confirmant que des niveaux trop élevés d'huile de lentisque peuvent nuire à la stabilité oxydative du produit.

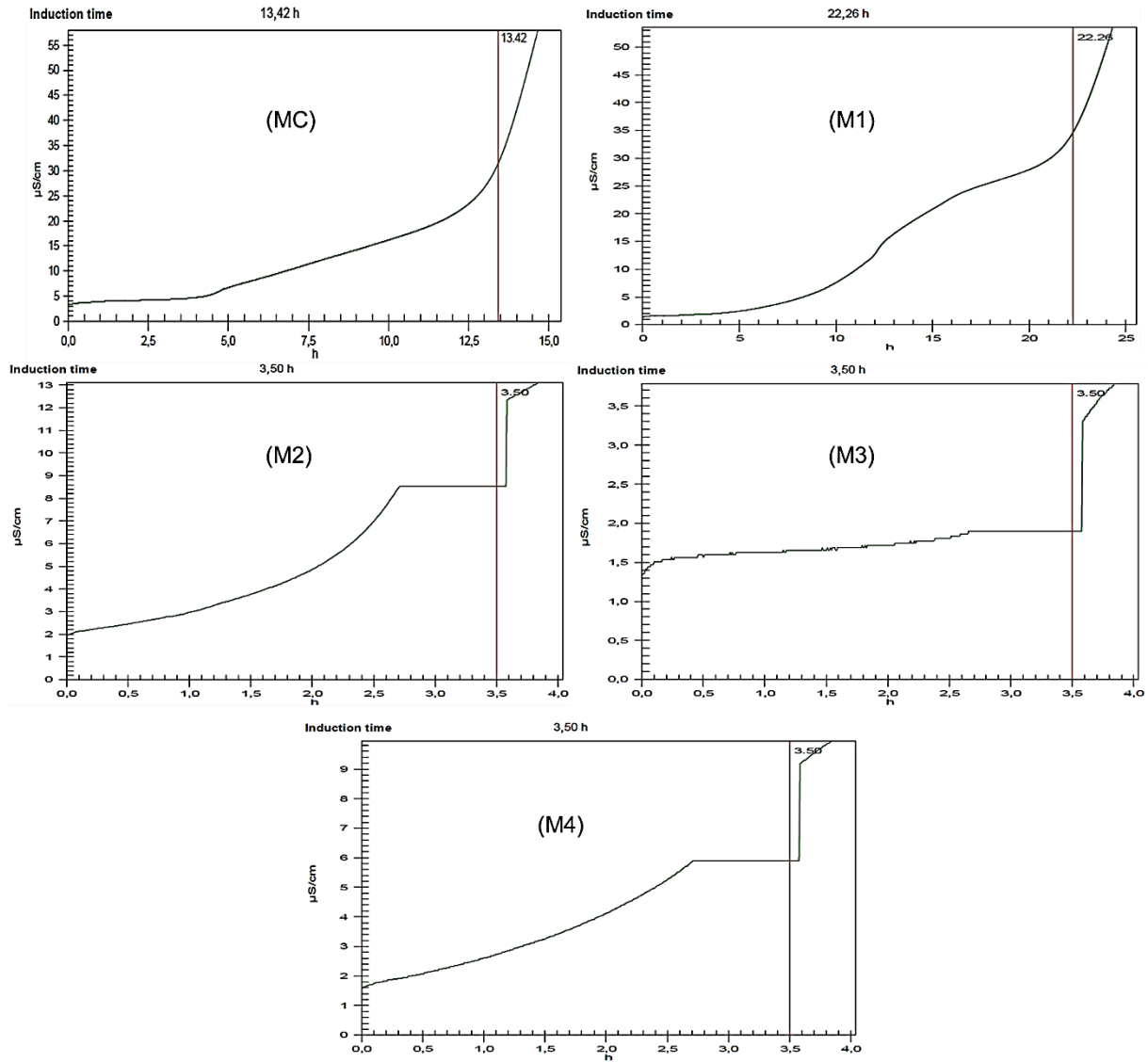
Cela pourrait s'expliquer par un possible surcharge en antioxydants, conduisant à des interactions pro-oxydantes dans des conditions de chauffage. En effet, à des concentrations élevées, les antioxydants peuvent agir comme des pro-oxydants en présence de métaux de transition, d'oxygène ou de température (Chobot et al., 2013).

Ces résultats permettent de classer les formulations en fonction de leur résistance à l'oxydation : M1 (2 % d'huile de lentisque et 0,5% de miel) offre la meilleure protection contre la peroxydation, suivie de M2 (5 % d'huile de lentisque et 0,5% de miel), puis M3 (10 % d'huile de lentisque et 0,5% de miel), et enfin M4 (15 % d'huile de lentisque et 0,5% de miel), qui se montre la plus vulnérable. Ces observations suggèrent que l'ajout de 2 % d'huile de lentisque à la margarine constitue la concentration optimale pour maximiser la stabilité oxydative tout en limitant la sensibilité à l'oxydation lipidique des margarines enrichies.

Globalement, les indices de peroxyde mesurés pour toutes les formulations sont restés inférieurs à la limite réglementaire de 10 meq O<sub>2</sub>/kg fixée pour les graisses alimentaires, témoignant de l'efficacité de miel en tant qu'antioxydants naturels incorporés dans les formulations. Cependant, il est important de noter que l'oxydation lipidique est environ deux fois plus élevée à 30°C (test de Schaal) qu'à 4°C, illustrant l'influence significative de la température sur la vitesse de peroxydation.

#### **4.2.3. Rancimat**

Le test Rancimat est également utilisé pour évaluer la stabilité oxydative des margarines élaborées, il représente un bon outil pour prédire l'aptitude à la conservation des matières grasses ou des produits à base de matières grasses. Les résultats présentés dans la figure 28 ont démontré des temps d'induction variés pour les différentes formulations de margarine.



**Figure 28 :** Temps d'induction d'oxydation « rancimat » des différentes margarines enrichies en huile de lentisque et en miel.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

Le temps d'induction le plus élevé est enregistré pour M1 (22,26 heures), une margarine enrichie avec 2 % d'huile de lentisque et 0,5 % de miel. Ce résultat met en évidence l'effet protecteur de l'huile de lentisque à faible concentration et de miel contre l'oxydation lipidique. En comparaison, le témoin non enrichi a montré un temps d'induction de 13,42 heures, significativement inférieur à celui de M1 ( $p < 0,05$ ). Tandis que les margarines enrichies avec des concentrations plus élevées d'huile de lentisque 5 %, 10 %, et 15 %, respectivement pour M2, M3 et M4 ont présenté toutes des temps d'induction plus faibles, autour de 3,5 heures, suggérant une susceptibilité accrue à l'oxydation.

Ce phénomène pourrait s'expliquer par la surabondance de composés insaturés sensibles à l'oxydation ou par l'effet pro-oxydant des antioxydants d'huile de lentisque, susceptibles d'accélérer les réactions d'oxydation à des concentrations élevées.

Ces observations ont démontré que la margarine enrichie avec une faible concentration d'huile de lentisque (M1) a manifesté une meilleure résistance à l'oxydation que celles avec de fortes concentrations, M2, M3 et M4 qui ont montré l'effet inverse en favorisant l'oxydation. Ceci est confirmé par **Upadhyay et Mishra (2015)** sur l'huile de tournesol enrichie avec l'extrait de sauge (*Salvia officinalis*) à différentes concentrations qui a montré une augmentation du temps d'induction avec l'augmentation de la concentration de sauge jusqu'à atteindre 14,2 h à 1200 ppm. Au-delà, une réduction de l'efficacité est observée lorsque des concentrations plus élevées sont utilisées. Ce comportement semble indiquer que l'effet protecteur des antioxydants naturels suit une courbe dose-réponse non linéaire, avec une efficacité maximale à des niveaux modérés avant une diminution à des niveaux plus élevés, ce qui coïncide avec les antioxydants de l'huile et du miel.

#### 4.2.4. Extinction spécifique k 270 et k 232

L'extinction spécifique dans l'ultraviolet permet d'obtenir des informations sur l'état d'oxydation des lipides (**Tableau XV**).

**Tableau XV** : Extinctions spécifiques des margarines formulées à la 1<sup>ère</sup> et 12<sup>ème</sup> semaines de stockage à 4 et 30°C.

Echantillons	K232 / S1		K270 / S1		K232 / S12		K270 / S12	
	4°C	30°C	4°C	30°C	4°C	30°C	4°C	30°C
<b>Mc</b>	0,278±0,002 <sup>a</sup>	0,465±0,001 <sup>a</sup>	0,122±0,001 <sup>b</sup>	0,327±0,001 <sup>a</sup>	0,312±0,001 <sup>c</sup>	0,787±0,001 <sup>b</sup>	0,183±0,014 <sup>b</sup>	0,397±0,001 <sup>b</sup>
<b>M1</b>	0,201±0,002 <sup>d</sup>	0,361±0,001 <sup>e</sup>	0,113±0,001 <sup>c</sup>	0,141±0,001 <sup>e</sup>	0,235±0,002 <sup>e</sup>	0,642±0,003 <sup>d</sup>	0,171±0,010 <sup>b</sup>	0,239±0,005 <sup>e</sup>
<b>M2</b>	0,205±0,001 <sup>d</sup>	0,388±0,001 <sup>c</sup>	0,109±0,001 <sup>cd</sup>	0,153±0,001 <sup>d</sup>	0,283±0,003 <sup>d</sup>	0,957±0,001 <sup>a</sup>	0,188±0,001 <sup>b</sup>	0,552±0,002 <sup>a</sup>
<b>M3</b>	0,217±0,001 <sup>c</sup>	0,413±0,001 <sup>b</sup>	0,102±0,001 <sup>d</sup>	0,167±0,001 <sup>c</sup>	0,427±0,002 <sup>b</sup>	0,733±0,002 <sup>c</sup>	0,130±0,007 <sup>c</sup>	0,333±0,001 <sup>d</sup>
<b>M4</b>	0,228±0,002 <sup>b</sup>	0,381±0,001 <sup>d</sup>	0,130±0,007 <sup>a</sup>	0,176±0,001 <sup>b</sup>	0,495±0,006 <sup>a</sup>	0,598±0,001 <sup>e</sup>	0,212±0,001 <sup>a</sup>	0,347±0,001 <sup>c</sup>

K232 / K270/ Extinctions spécifiques à 232nm et à 270nm. S1 : première semaine d'oxydation, S12 : deuxième semaine de stockage. Mc : margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écartype (n=3). Les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiques différentes).

Les résultats du tableau XV ont montré que l'incorporation d'huile de lentisque et du miel influence de manière significative les extinctions spécifiques K232 et K270 et a révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les différentes formulations.

Les valeurs les plus faibles sont enregistrées pour la margarine enrichie à faible concentration d'huile de lentisque (M1, 2 %), tandis que les valeurs les plus élevées sont observées pour la margarine témoin (Mc) et la formulation contenant la concentration la plus élevée (M4, 15 %). Ces résultats confirment que l'huile de lentisque et le miel exerce une activité antioxydante notable à des concentrations modérées. Cela peut être attribué à la richesse de cette huile et ce miel en composés antioxydants notamment les polyphénols et les tocophérols, qui inhibent efficacement la formation de radicaux libres (**Ait Mohand et al., 2022**), et que des doses élevées pourraient entraîner un effet pro-oxydant, probablement en raison de la saturation de l'équilibre entre antioxydants et radicaux libres (**Maliar et al., 2023**).

La stabilité oxydative des margarines est également influencée par la durée et la température de stockage. Après une semaine, les extinctions spécifiques K232 et K270 mesurées à 4°C sont, respectivement, d'environ 0,226 et 0,119. Cependant, à 30°C ces valeurs augmentent de manière significative, atteignant en moyenne 80 % (K232) et 60 % (K270) de plus que les valeurs à 4°C. Ces résultats montrent que l'élévation de la température accélère les réactions d'oxydation des lipides, entraînant une accumulation rapide des composés d'oxydation. Après douze semaines de stockage, toutes les margarines manifestent une augmentation des deux extinctions spécifiques, avec 50 % (K232) et 85 % (K270) à 4°C et 55 % et 100 % en utilisant la température de 30°C. Ces résultats confirment que la stabilité oxydative est fortement compromise par une durée de stockage prolongée et des températures élevées, favorisant la dégradation lipidique et la formation de composés oxydés (**Sopelana et al., 2016**).

#### **4.2.5. TBARS**

Les résultats du test TBARS ont révélé des différences significatives ( $p < 0,05$ ) entre les formulations de margarines enrichies après une semaine (S1) et douze semaines (S12) de stockage (**Tableau XVI**).

**Tableau XVI** : Concentrations du malondialdéhyde (MDA) dans les margarines formulées pendant la 1<sup>ère</sup> et la 12<sup>ème</sup> semaine de stockage à 4°C.

Echantillons	mg MDA/kg en S1	mg MDA/kg en S12
<b>Mc</b>	0,19±0,01 <sup>c</sup>	2,46±0,01 <sup>d</sup>
<b>M1</b>	0,17±0,006 <sup>d</sup>	2,41±0,01 <sup>e</sup>
<b>M2</b>	0,30±0,006 <sup>a</sup>	2,69±0,01 <sup>a</sup>
<b>M3</b>	0,27±0,0010 <sup>b</sup>	2,59±0,006 <sup>c</sup>
<b>M4</b>	0,29±0,010 <sup>a</sup>	2,64±0,006 <sup>b</sup>

S1 : première semaine de stockage, S12 : deuxième semaine de stockage. Mc : margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. (Les résultats sont présentés sous forme de la moyenne ± écartype (n=3). Les valeurs portant les mêmes lettres ne sont pas statistiques différentes).

Au cours de la première semaine de stockage, seules des traces de MDA sont détectées dans les margarines avec des valeurs relativement faibles variant entre 0,17 et 0,30 mg MDA/kg. La margarine M1 a présenté la plus faible concentration en MDA, suivie par le témoin, ce qui a indiqué une meilleure stabilité oxydative initiale. En revanche, les margarines contenant une proportion plus importante d'huile de lentisque (M2, M3, et M4) ont affiché des niveaux plus élevés de MDA. Cette tendance peut être attribuée à la composition de l'huile de lentisque en acides gras polyinsaturés susceptible à l'oxydation.

Après douze semaines de stockage (S12), une augmentation considérable des niveaux de MDA est observée pour toutes les formulations, avec des concentrations multipliées par environ 10 fois par rapport à S1. Les valeurs de MDA varient entre 2,41 et 2,69 mg MDA/kg, dont la concentration la plus élevée est enregistré pour M2, suivie par M3 et M4. La formulation M1 se distingue par les niveaux de MDA les plus faibles, tandis que le témoin présente une augmentation intermédiaire. Ceci démontre l'impact du stockage prolongé sur l'accélération de l'oxydation des margarines.

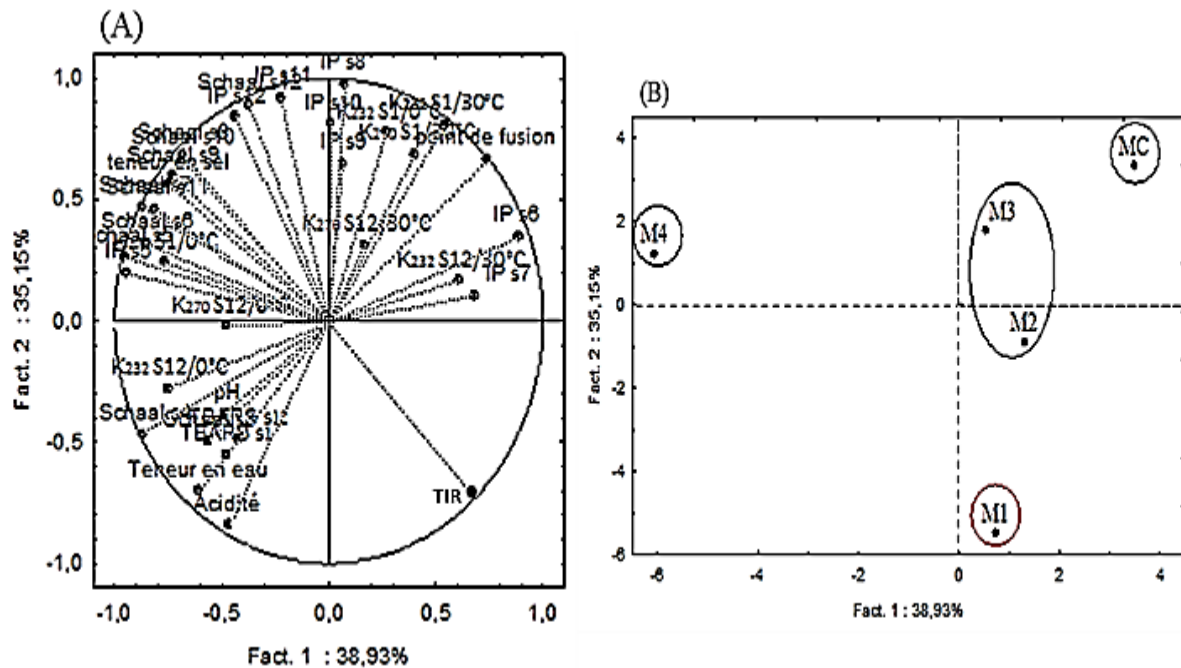
Ces résultats sont cohérents avec ceux de **Shin et al. (2021)** ayant démontré que l'enrichissement lipidique et les conditions de conservation, notamment la température et la durée, sont des facteurs critiques pour la stabilité oxydative des produits gras, et que le stockage d'une margarine enrichie en graisses de canard à 63°C a montré une augmentation de la formation de MDA en fonction du temps.

#### 4.3. Analyses en composantes principales (ACP)

L'analyse en composantes principales (ACP) est réalisée pour déterminer la similitude entre les différentes margarines formulées et pour montrer les relations entre les variables étudiées en se basant sur leurs caractéristiques physico-chimiques (teneur en eau, acidité,

teneur en sel et point de fusion) et leurs paramètres de stabilité (coefficients d'extinction spécifique, TBARS, test de Schaal, indice de peroxyde, ainsi que le temps d'induction de rancimat) dans un espace bidimensionnel. Cette technique permet de réduire la complexité des données tout en conservant un maximum d'informations explicatives.

La représentation graphique des valeurs propres a révélé que les deux premières composantes principales (CP1 et CP2) expliquent 70,08% de la variabilité cumulée totale. Cela indique que ces deux axes contiennent une quantité significative d'informations sur les données analysées (Figure 29).



**Figure 29** : Analyse en composantes principales (ACP) biplot, (A): projection des variables sur le plan factoriel (F1 × F2) ; (B) : projection des margarines sur le plan factoriel (F1 × F2).  
 Mc : margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

La figure 29 (A et B) montre que CP1 explique (38,93 %) des données et représente le point de fusion, l'indice de peroxyde à la 7<sup>ème</sup> semaine, l'extinction spécifique K232 et K270 à la 1<sup>ère</sup> et la 12<sup>ème</sup> semaine à 30°C et le temps d'induction rancimat TIR dans la partie positive, tandis que le pH, l'extinction spécifique K232 et K270 à la 1<sup>ère</sup> et la 12<sup>ème</sup> semaine à 4°C, le teste de Schaal à la 4<sup>ème</sup> et 5<sup>ème</sup> semaine et TBARS à la 1<sup>ère</sup> et la 12<sup>ème</sup> semaine dans la partie négative.

Cependant, CP2 explique 31,15% des données et représente la teneur en sel, le test de Schaal et l'indice de peroxyde pour tous les autres semaines dans la partie positive et la teneur en eau, l'acidité et les variables de suivie de la stabilité oxydative TBARS et extinction spécifique K232 et K270 à 4°C dans la partie négative.

L'analyse statistique a montré que les margarines formulées peuvent être divisées en quatre groupes (**Figure 29 B**). La discrimination par CP1 a montré que le premier groupe est représenté par le témoin Mc qui est caractérisé par un point de fusion le plus élevé et de l'extinction spécifique (K232, 270, S12 à 30°C) relativement élevée. Le deuxième groupe est formé par M2 et M3 qui se distinguent par des valeurs moyennes pour l'indice de peroxyde et le teste de Schaal à l'exception de IP S6 et IP S7 qui sont plus élevées dans ce groupe (ce qui explique l'initiation de la peroxydation de ces margarines à la 6<sup>ème</sup> et 7<sup>ème</sup> semaine de stockage, ainsi des valeurs d'extinction spécifiques (K232, 270, S12 à 30°C) les plus élevés.

Néanmoins, l'échantillon M4 formant le troisième groupe est caractérisé par une teneur élevée de sel, de test de Schaal et d'indice de peroxyde. Le dernier groupe comprenant l'échantillon M1 se situe dans la partie négative du CP2 pour les faibles valeurs d'extinction spécifique, de test de Schaal et d'indice de peroxyde mais qui se caractérise par le temps d'induction de rancimat le plus élevé reflétant une oxydation tardive et montrant une meilleure résistance à l'oxydation. L'ACP a montré également du faible teneur en eau et en acidité pour toutes les margarines formulées étant positionnée dans la partie négative de CP1 et CP2.

#### **4.4. Corrélation entre les paramètres physicochimiques et la stabilité oxydative des margarines formulées**

Les résultats de l'analyse statistique représentée dans l'annexe 5 ont indiqué qu'il existe une corrélation très hautement significative au risque de ( $p < 0,001$ ) entre la teneur en eau et les indicateurs de la stabilité oxydative des margarines formulées à savoir : l'indice de peroxyde (IP, S6), l'extinction spécifique (K232 S1/30°C) et le test de Schaal (S4) avec des coefficients de corrélation de  $r = 0,90$ ,  $r = 0,86$ ,  $r = 0,78$ , et, respectivement. Ces derniers sont inversement corrélés avec l'acidité avec  $r = -0,70$ ,  $r = -0,61$ , et  $r = -0,74$ , respectivement.

Une corrélation très hautement significative a été aussi observée entre l'extinction spécifique K 232 et K 270 (S1 à 30 °C) et l'indice de peroxyde (IP 6, 7, 8) avec un coefficient de  $r = 0,88$ , cette corrélation diminue à  $r = 0,59$  et  $0,68$  entre l'extinction spécifique K270 à 30°C et IP 11 et 12 respectivement. Ce qui traduit la transformation de produit primaire en produit

secondaire d'oxydation. Cette corrélation très hautement significative existe aussi entre le teste de Schaal a la 8ème ( $r= 0,88$ ) et 12ème ( $r= 0, 81$ ) semaine et l'extinction spécifique K232 et K270 (S1a 30°C), respectivement. Ces résultats traduisent une relation robuste entre le suivi du processus d'oxydation, mesuré par l'indice de peroxyde et le test de Schaal, et la formation de produits d'oxydation primaires et secondaires, mesurée par l'extinction spécifique (K). Les réactions de ces produits d'oxydation avec le MDA via le test TBARS ont été statistiquement confirmées par une corrélation hautement significative entre le test TBARS (S1 et S12) et K270/S12 4°C avec  $r= 0,70$  et  $r= 0,68$  respectivement, pour S1 et S12. La corrélation de ces paramètres mesurés peut s'expliquer par le fait que lorsque l'oxydation des produits accélère l'indice de peroxyde et que le test de Schaal augmente, elle est toujours suivie par la formation de produits d'oxydation, ce qui manifeste la croissance de l'extinction spécifique et du TBA. D'où cette forte corrélation obtenue.

#### 4.5. Stabilité microbienne des margarines élaborées

Les analyses microbiologiques réalisées sur les échantillons de margarine élaborées ont révélé une très bonne qualité microbiologique (**Tableau XVII**), et sont conformes aux normes établies par la réglementation **JORA N°35 du 24/01/1998**.

**Tableau XVII** : Qualité microbiologique des différentes margarines formulées.

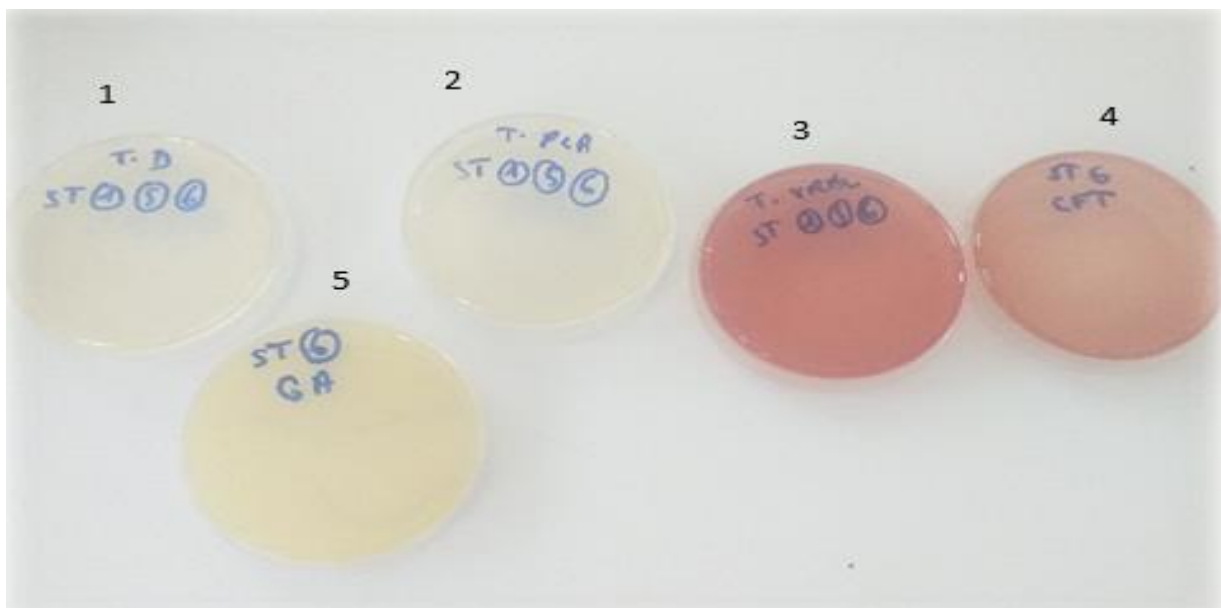
Souches Bactériennes	Mc	M1	M2	M3	M4	Standard
Germes aérobies à 30 °C (UFC/g)	01	01	01	01	01	ISO : 4833
Coliformes totaux (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 4832
Levures (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 21527-2
Moisissures (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 21527-2
<i>E.coli</i> (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 7251
<i>Staphylococcus aureus</i> (UFC/g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 68881
<i>Salmonella enterica</i> (UFC/25g)	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 6579

Mc : margarine sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel. UFC : unité formant colonie.

Les tests réalisés ont démontré l'absence totale de coliformes et la présence d'une seule unité formant une colonie (UFC) de germes aérobies par gramme dans tous les

échantillons de margarines (**Figure 30**) ce qui confirme une stricte application des normes d'hygiène et des pratiques rigoureuses de fabrication, en adéquation avec la norme **ISO : 4833, (2008)**.

En outre, l'analyse a révélé l'absence de levures et de moisissures, ce qui est conforme à la norme **ISO : 21527-2, (2008)**, qui a fixé une valeur maximale de 10 UFC pour les levures et qui a exigé l'absence de moisissures dans le produit analysé. Ces derniers peuvent altérer l'apparence et la saveur des margarines par libération de toxines telles que les cétones et les aldéhydes, responsables d'odeurs désagréables et de détérioration du produit (**Abdel-Aziz et al., 2016**). La faible activité de l'eau des margarines, combinées à la présence de sel, ont constitué un facteur limitant essentiel pour la croissance bactérienne. En effet, selon la bibliographie, les margarines classiques contenant 2 % de sel ont présenté une résistance accrue à la détérioration fongique en raison de leurs faibles activités hydriques, contrairement aux margarines à faibles teneurs en sel (**Sagdic et al., 2017**).



**Figure 30** : Photographie montrant l'absence de contamination bactérienne dans les échantillons de margarines élaborées. **1**: Levures et moisissures, **2**: *Salmonella enterica*, **3**: Coliformes et *E.coli*, **4**: *Staphylococcus aureus*, **5**: Germes aérobies.

Pour la santé des consommateurs, ces échantillons de margarine se distinguent par leur qualité supérieure, puisqu'ils sont exemptes de bactéries pathogènes telles que *Salmonella enterica*, *Staphylococcus aureus* et *Escherichia coli*, responsables d'intoxications alimentaires. Ces résultats sont conformes aux normes **ISO : 6579, (2002)** ; **ISO : 6888-1 (2003)** et **ISO : 7251, (2005)**, qui imposent leur absence dans les produits alimentaires.

De plus, l'ajout d'huile de lentisque et de miel dans les margarines pouvait renforcer leur résistance aux bactéries pendant le stockage, principalement grâce à leurs propriétés antibactériennes et à leur richesse en composés bioactifs tels que les polyphénols et les flavonoïdes. Ces effets sont démontrés par **Otmani et al. (2021)** pour le miel, ainsi que par **Beldi et al. (2020)** pour l'huile de lentisque.

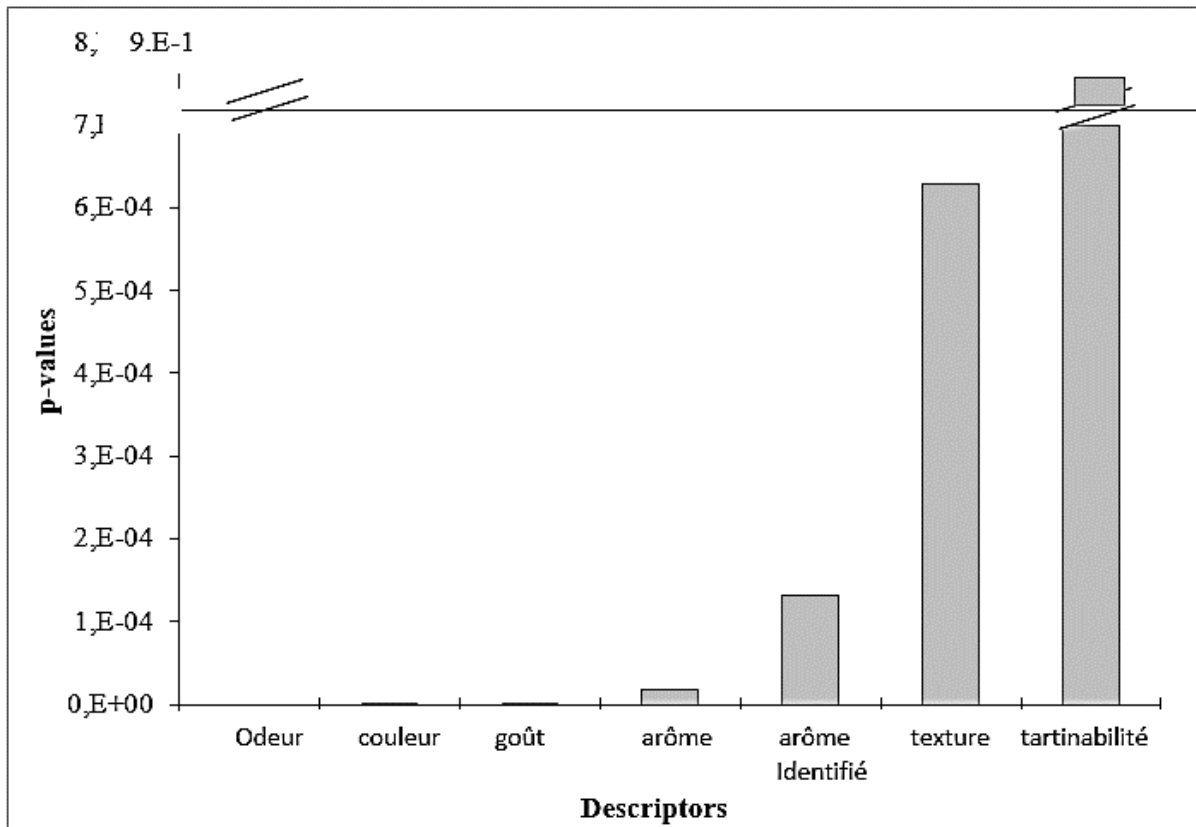
#### **4.6. Analyses sensorielles des margarines formulées**

##### **4.6.1. Caractérisation des produits**

La caractérisation sensorielle des margarines permet d'évaluer leurs propriétés organoleptiques, telles que la couleur, la texture, l'arôme et le goût à l'aide des sens humains. Cette démarche est réalisée de manière systématique et objective pour décrire et mesurer les attributs sensoriels des produits, tout en permettant de reconnaître les descripteurs qui discriminent le mieux les échantillons. Elle représente une approche fondamentale pour garantir la qualité des produits, répondre aux attentes des consommateurs et orienter les stratégies d'amélioration et de développement.

##### **➤ Pouvoir discriminant par descripteur**

Le pouvoir discriminant par descripteur renseigne sur les descripteurs qui discriminent les différentes margarines élaborées ordonné du plus fort au plus faible pouvoir discriminant (**Figure 31**). Les résultats de l'analyse statistique ont révélé que la majorité des attributs sensoriels dont l'odeur, la couleur, le goût, l'arôme et l'arôme identifié, ont présenté une discrimination très hautement significative entre les échantillons ( $p < 0,001$ ), à l'exception de la texture et la tartinabilité ( $p > 0,05$ ) qui n'ont montré aucune variation significative et tous les échantillons ont présenté un profil similaire.



**Figure 31** : Pouvoir discriminant par descripteur des différentes margarines élaborées

Ces résultats ont confirmé que le panel d'experts a efficacement distingué les margarines en fonction du pourcentage d'huile de lentisque incorporée et que l'intensité des descripteurs : odeur, couleur, goût, arôme et arôme identifié a augmenté significativement avec la concentration croissante en huile de lentisque, tout en mettant en évidence l'impact direct de cette huile sur le profil sensoriel des margarines. En revanche, la texture et la tartinabilité sont restés des descripteurs moins discriminants et n'ont pas indiqué de variations significatives entre les échantillons ( $p > 0,05$ ). Ces derniers demeurent stables et indépendant de la concentration d'huile ajoutée dans les formulations.

Ces observations ont montré que l'odeur, la couleur, le goût et l'arôme sont les principaux descripteurs influencés par la concentration en huile de lentisque, tandis que la texture et la tartinabilité n'ont pas varié, et n'ont pas mis en lumière l'interaction spécifique entre la composition des margarines et les perceptions sensorielles.

### ➤ Coefficients des modèles

Les coefficients du modèle illustrés dans la figure 32 ont présenté des variations significatives dans les intensités des descripteurs sensoriels en fonction de la concentration d'huile de lentisque ajoutée aux margarines.

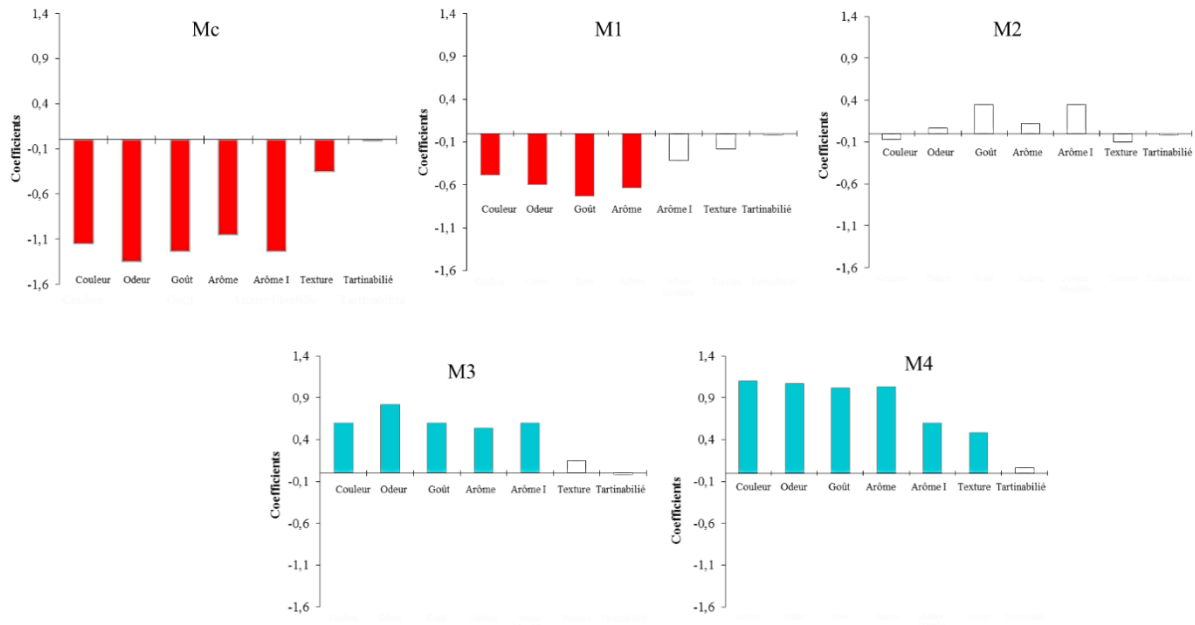
La couleur bleue a représenté les caractéristiques dont les coefficients sont significativement positifs, la couleur blanche aucune significativité et la couleur rouge pour ceux dont les coefficients sont significativement négatifs.

La margarine témoin (Mc) et celle enrichie à 2 % d'huile de lentisque (M1) ont affiché des coefficients significativement négatifs ( $p < 0,05$ ) pour la plupart des descripteurs, traduisant de faibles intensités des caractéristiques sensorielles évaluées à l'exception de la texture et de la tartinabilité qui n'ont présenté aucun effet significatif dans l'échantillon M1. Ce dernier bien qu'additionné d'une faible quantité d'huile de lentisque (2%) et de miel (0,5%), a présenté des propriétés sensorielles globalement similaires à celle du témoin, avec des notes attribuées par le panel d'experts inférieures à la moyenne, à l'exception de texture et la tartinabilité qui ont été noté a la moyenne.

La margarine M2 enrichie avec 5% d'huile de lentisque et 0,5 de miel est caractérisée par une intensité médiane pour tous les descripteurs sans variations significatives, comme le montre l'histogramme 3 de figure 32, indiquant des descripteurs ni faiblement, ni fortement prononcé avec une attribution des notes moyennes par les sujets experts.

Par contre, les échantillons M3 et M4 ont représenté dans les histogrammes 4 et 5, respectivement, des coefficients significativement positifs expliquant une forte intensité pour tous les descripteurs, obtenues par l'attribution de notes supérieures à la moyenne par le jury expert. Par conséquent, ces deux margarines ont présenté une couleur, une odeur, un goût et un arôme fort qui ont affecté les caractéristiques de ces produits. Bien également, l'intensité des descripteurs a augmenté en comparant l'échantillon M3 à M4, ce qui explique l'influence de l'augmentation de la quantité d'huile de lentisque ajoutée dans la margarine.

La caractérisation des margarines élaborées a démontré que l'augmentation de la concentration en huile de lentisque dans les margarines élaborées a induit une accentuation des intensités des caractéristiques, à l'exception de la tartinabilité, qui est resté similaire pour tous les échantillons.



**Figure 32 :** Coefficients du modèle des différentes margarines élaborées en fonction des descripteurs. Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l’huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d’huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

➤ **Moyennes ajustées par produit**

Le tableau des moyennes ajustées par produit a montré les moyennes obtenues des différents échantillons de margarine en fonction des descripteurs sensoriels évalués (**Tableau XVIII**). Les couleurs attribués reflètent l’effet des descripteurs, le bleu indique un effet significativement positif sur l’échantillon, tandis que le rouge traduit un effet significativement négatif.

**Tableau XVIII :** Moyennes ajustées des différentes margarines élaborées en fonction des descripteurs sensoriels.

Echantillons	Arôme	Couleur	Odeur	Goût	Texture	Arôme Identifié	Tartinabilité
M4	4,4167	4,2500	4,3333	4,2500	4,4167	5,0000	4,5833
M3	3,9167	3,7500	4,0833	3,8333	4,0833	5,0000	4,5100
M2	3,5000	3,0833	3,3333	3,5833	3,8333	4,7500	4,5000
Mc	2,3333	2,0000	1,9167	2,0000	3,5833	3,1667	4,5000
M1	2,7500	2,6667	2,6667	2,5000	3,7500	4,0833	4,5000

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l’huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d’huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

L'analyse des résultats a révélé que la margarine M4 se distingue par les valeurs les plus élevées attribuées par les évaluateurs pour tous les descripteurs (arôme, couleur, odeur, goût, texture, arôme identifié et tartinabilité) affichant ainsi un effet significativement positif. Cela traduit une forte intensité globale de ce produit. Cet échantillon est suivi directement par la margarine M3 ayant également un effet significativement positif pour tous les descripteurs.

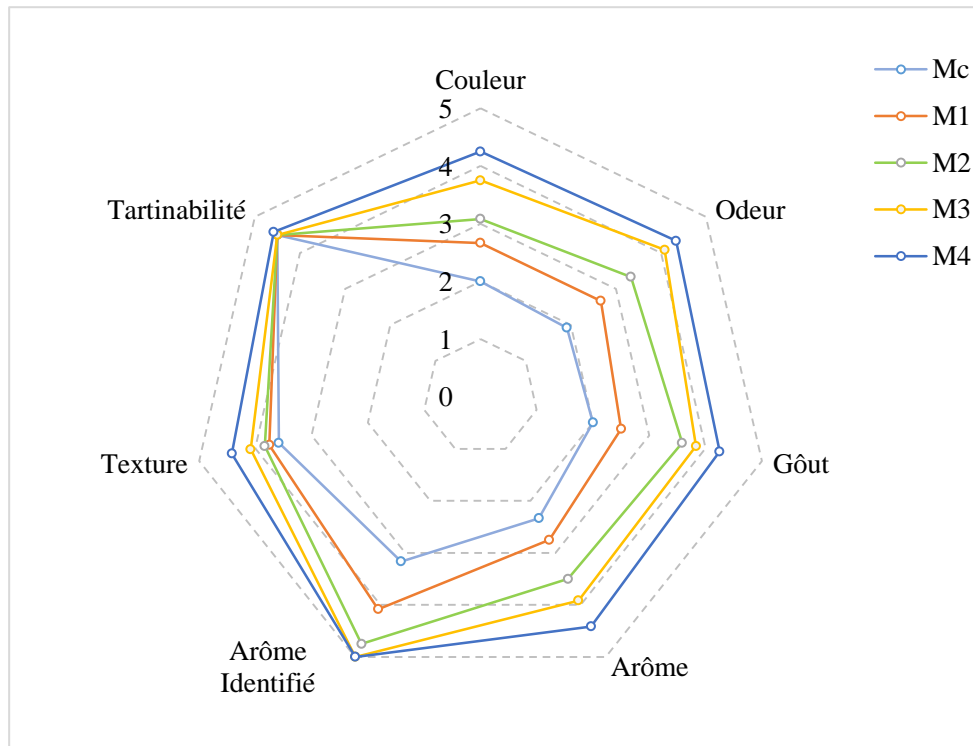
Cependant, l'échantillon M2 a apporté des valeurs moyennes intermédiaires et n'a pas présenté d'effets significativement positif ou négatif, dans l'ensemble. Cependant, l'échantillon M1 et le témoin Mc sont les moins notés et ont présenté des valeurs les plus faibles pour tous les descripteurs (arôme, couleur, odeur, goût, texture, arôme identifié et tartinabilité) tout en affichant un effet significativement négatif traduisant une faible intensité globale de ce produit.

Bien que tous les échantillons aient obtenu des scores similaires pour la tartinabilité sans distinction particulière, les échantillons M3 et M4 ont conservé une légère supériorité, ce qui pourrait être attribué aux propriétés spécifiques des lipides contenus dans l'huile de lentisque en particulier les acides gras polyinsaturés qui sont connus pour leur faible point de fusion, ce qui confère à ces formulations plus de tartinabilité.

Les résultats de l'analyse statistique ont montré que l'ajout d'huile de lentisque et de miel a manifesté une accentuation significative de l'intensité des caractéristiques des margarines en particulier pour la margarine M4 avec le niveau d'enrichissement le plus élevé (15%) d'huile de lentisque suivi par M3 (10%) M2 (5%) et en fin M1 (2%) et Mc.

#### **4.6.2. Évaluation sensorielle et appréciation hédonique des margarines élaborées**

Les deux araignées représentent le score de l'évaluation sensorielle de différentes formulations de margarine enrichies en huile de lentisque et du miel. La figure 33 illustre les résultats de l'évaluation du panel d'experts.



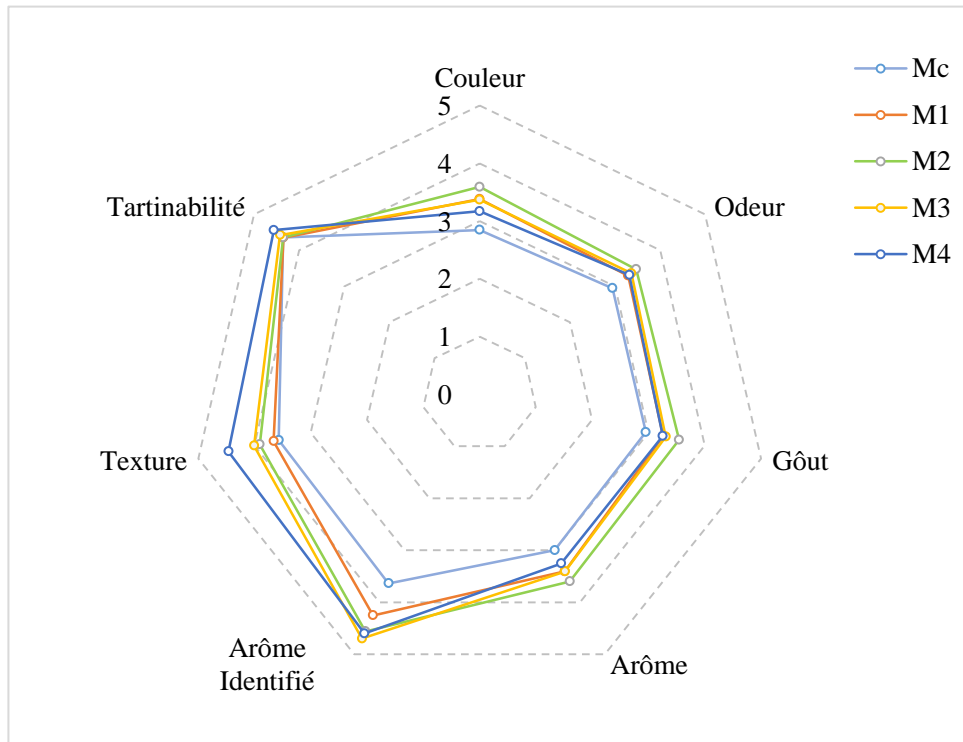
**Figure 33** : Diagramme d'araignée montrant l'intensité des attributs sensoriels des différents échantillons de margarine par le groupe d'experts.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

Les margarines Mc (témoin) et M1 (2% d'huile de lentisque et 0,5% de miel) ont obtenu des scores globalement bas pour la plupart des attributs sensoriels, tels que la couleur, l'odeur, la texture, le goût et l'arôme. Cela indique que ces formulations ont présenté des intensités sensorielles faibles. En revanche, la margarine M2 (5% d'huile de lentisque, 0,5% de miel) a affiché des scores moyens, suggérant une intensité sensorielle modérée. Les margarines M3 (10% d'huile de lentisque et 0,5% de miel) et M4 (15% d'huile de lentisque et 0,5% de miel) se sont distinguées par des scores significativement plus élevés, en particulier pour l'arôme identifié, révélant des intensités sensorielles plus prononcées.

Ces résultats démontrent que l'augmentation de la concentration d'huile de lentisque a amélioré les propriétés sensorielles de la margarine, à l'exception de la tartinabilité qui est restée constante et a présenté le même score pour toutes les margarines. La faible teneur en miel incorporée (0,5 %) dans les formulations n'a induit aucune modification perceptible sur les caractéristiques sensorielles des margarines enrichies. Cette addition n'a pas été détectée par le panel expert, suggérant que son impact organoleptique est négligeable à ce seuil d'incorporation.

La figure 34 a exprimé l'évaluation hédonique représentant l'appréciation des consommateurs, elle a confirmé les tendances observées par le panel d'experts.



**Figure 34** : Diagramme de l'appréciation sensorielle des différents échantillons de margarine par le groupe hédonique.

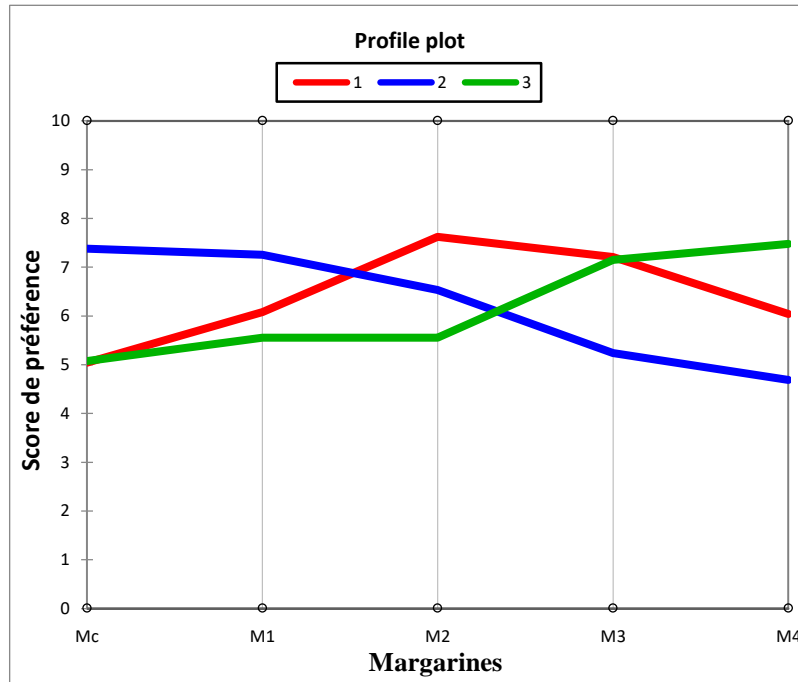
Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

La margarine Mc a reçu des scores les plus bas, reflétant une préférence moindre de la part des consommateurs. Les margarines M1, M3 et M4 ont obtenu des scores moyens, indiquant une acceptabilité modérée. En revanche, la margarine M2, avec une concentration moyenne d'huile de lentisque, a reçu un score nettement plus élevé, témoignant d'une appréciation accrue pour cette formulation. Cette préférence est probablement liée aux intensités sensorielles modérées, notamment en termes d'arôme et de goût, qui sont perçues plus appréciées par les consommateurs.

#### 4.6.3. Classification Hiérarchique Ascendante (CHA)

La classification hiérarchique ascendante CHA est réalisée pour regrouper les dégustateurs en trois groupes distincts répartis selon les préférences des consommateurs. Les résultats de la figure 35 ont montré que le premier groupe rassemblait la majorité du jury sensoriel préférant l'échantillon M2 enrichi avec 2% d'huile de lentisque et 0,5% de miel comme concentration idéal pour avoir de bonnes caractéristiques sensorielles de cette

margarine. Pour les autres concentrations, on a remarqué une régression progressive du degré de préférences concernant les échantillons M3 et M4.



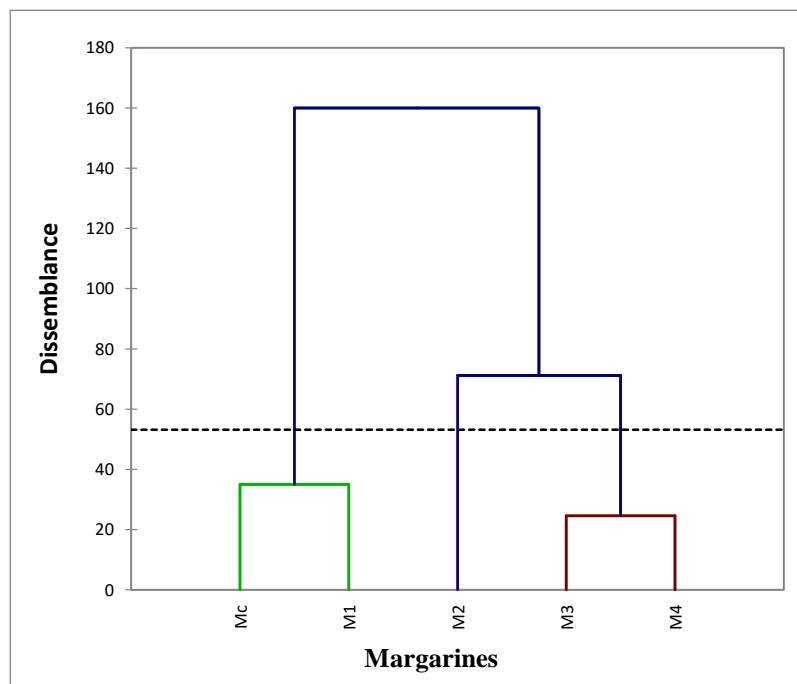
**Figure 35** : Profils des classes de préférence des échantillons de margarines élaborées.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

Le jury du deuxième groupe a montré des préférences pour les échantillons Mc, sans ajout d'huile de lentisque ni de miel et M1, contenant une faible concentration de cette huile. Cependant, sa préférence diminue progressivement. Une faible préférence pour les échantillons M3 et M4 est constaté, en raison de leur forte intensité de goût, d'odeur, de couleur et d'arôme qui ne sont pas appréciés par ce groupe de consommateurs hédonique.

Le troisième groupe a montré que leurs préférences augmentent avec l'augmentation de la quantité d'huile de lentisque incorporé, et réuni les sujets qui préfèrent davantage les fortes caractéristiques de la margarine élaborée avec de grandes concentrations en huile de lentisque M3 et M4.

Le dendrogramme de la figure 36 a illustré une classification hiérarchique des échantillons de margarine, révélant des regroupements basés sur leur similarité. Les échantillons sont organisés en plusieurs clusters avec des sous-groupes. Le clustering a illustré trois groupes distincts dont l'échantillon Mc et M1 ont formé un groupe qui partage les mêmes caractéristiques sensorielles, jugées de faibles intensités par le panel sensoriel. L'échantillon M2 forme un groupe séparément avec des caractéristiques différentes de toutes les formulations, jugé intermédiaire par le jury sensoriel. En fin, M3 et M4 forment ensemble aussi un groupe avec des caractéristiques sensorielles fortes, jugé par le panel sensoriel.

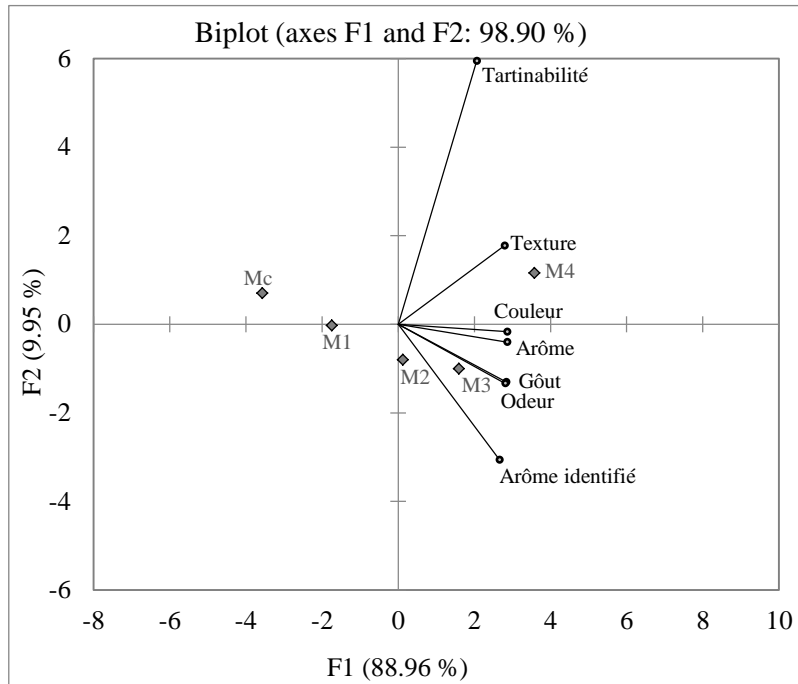


**Figure 36** : Dendrogramme de classification hiérarchique regroupant les différentes margarines formulées.

(Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel).

#### 4.6.4. Analyses en Composantes Principales (ACP)

Les analyses en composantes principales (ACP) représentent les relations entre les margarines et les descripteurs ainsi que leurs interactions dans un espace bidimensionnel (**Figure 37**). Les deux axes de l'ACP accumulent une variance de 98,91 %, répartie sur F1 avec 88,96 % et F2 avec 9,95 %.



**Figure 37** : ACP et projection des caractéristiques sensorielles et des margarines formulées sur le plan factoriel (F1  $\times$  F2).

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

Tous les descripteurs analysés ont contribué à former le premier facteur de l'ACP, avec l'ordre suivant : arôme, couleur, odeur, goût, texture, arôme identifié, puis tartinabilité. Ces caractéristiques évaluées pour les margarines sont orientées vers le côté positif de F1 et ont présenté des corrélations globalement élevées, dont le goût et l'odeur sont très fortement corrélés avec un  $R=1$ , indiquant une parfaite relation linéaire entre ces deux descripteurs. Ces derniers sont également positivement corrélés avec l'arôme identifié, soulignant leur interdépendance.

L'intensité de ces caractères sensoriels est importante pour M4 et M3 et est intermédiaire pour M2 mais faible pour M1 et Mc situés du côté opposé de la direction des descripteurs. Cette distribution des margarines sur le biplot de l'ACP a confirmé une augmentation de l'intensité des attributs avec l'augmentation du pourcentage d'huile de lentisque incorporée dans les margarines. Comme a révélé le panel d'experts dans la caractérisation sensorielle de ces produits, la faible quantité d'huile de lentisque ajoutée à l'échantillon M1 n'a pas exercé d'effet significatif sur les caractéristiques du produit, cela a abouti à un profil sensoriel proche de celui de la margarine témoin (Mc), et a indiqué que l'incorporation d'une quantité minimale d'huile de lentisque n'a pas entraîné de modifications significatives des attributs analysés.

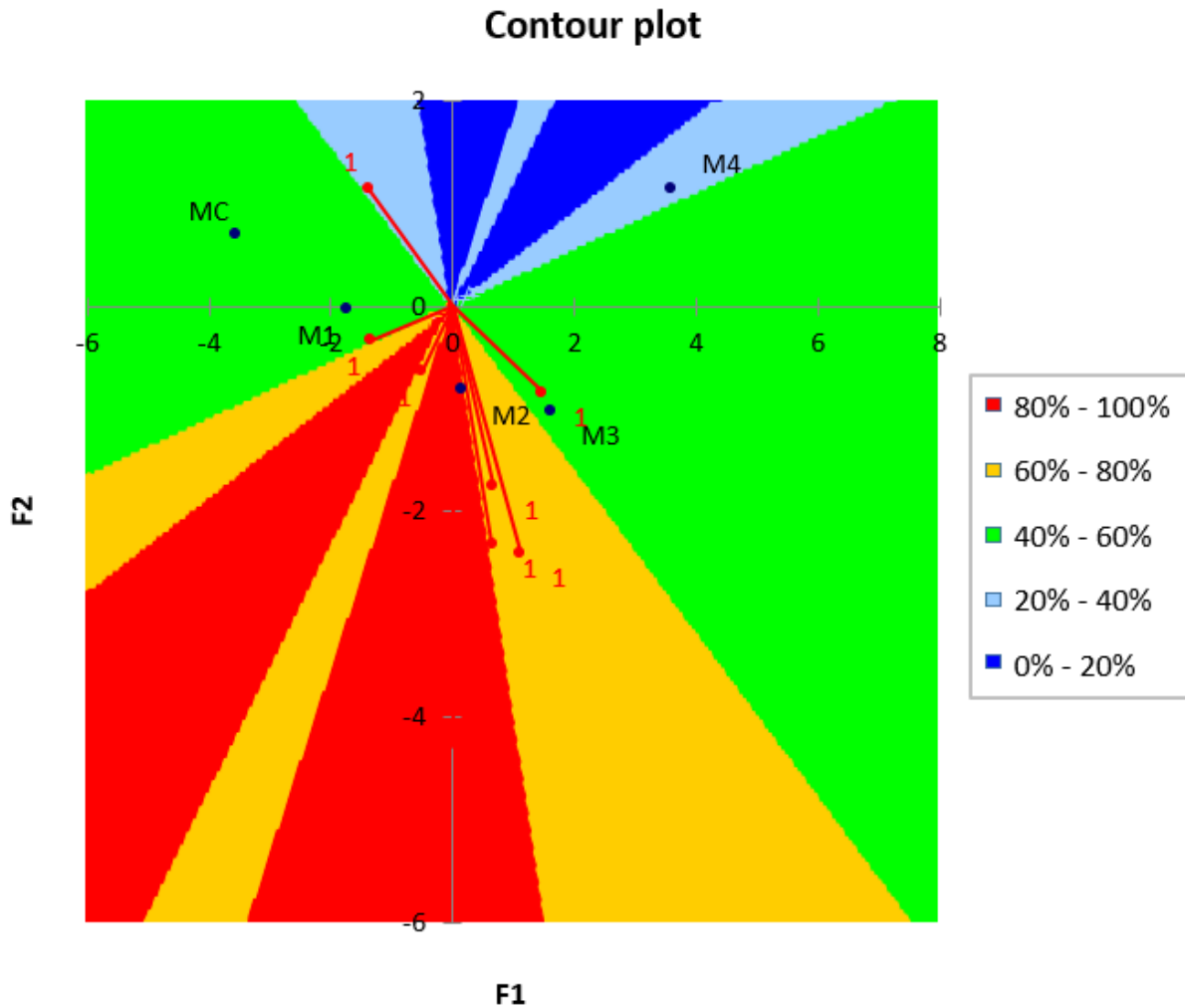
#### 4.6.5. Cartographie des préférences (PREFMAP)

La cartographie des préférences est réalisée en adoptant l'approche de cartographie des préférences externes (PREFMAP), qui combine les données de l'analyse en composantes principales (PCA) et du clustering hiérarchique agglomératif (AHC). Cette méthode réduit les profils hédoniques complexes en un nombre limité de clusters homogènes, permettant une meilleure interprétation des préférences des consommateurs.

Les résultats obtenus ont montré que la margarine M2 se distingue comme la plus appréciée, obtenant un taux de satisfaction élevé (80-100 %). Cette préférence est attribuée à son équilibre sensoriel marqué par une odeur, un goût, un arôme et une couleur harmonieux et très appréciés des consommateurs. Cette margarine est suivie de près par les margarines Mc, M1 et M3 qui sont situées dans une zone de préférence intermédiaire (40-60 %), offrant des caractéristiques sensorielles acceptables mais moins marquées que celles de M2. Enfin, la margarine M4 qui s'est positionné dans une zone de préférence inférieure (20-40 %) (**Figure 39**). Cette faible appréciation résulte du niveau sensoriel jugé excessif en raison des niveaux élevés d'intensités des caractéristiques évaluées, dues à la forte concentration d'huile de lentisque incorporée.

Dans l'ensemble, l'incorporation d'huile de lentisque dans la margarine a induit une amélioration des propriétés sensorielles, à mesure que la concentration a augmenté jusqu'à atteindre sa plus haute appréciation à la concentration optimale de 5 % (M2). Au-delà de ce seuil, une concentration plus élevée comme dans M3 (10%) et M4 (15%), a entraîné une baisse significative de la préférence des consommateurs.

Ces observations concordent avec les conclusions **d'Echeverria et al. (2021)**, qui ont démontré que les consommateurs privilégient des huiles végétales présentant des couleurs vibrantes et la présence d'arômes caractéristiques, comme celles d'huile d'olive, d'huile de pistache ou d'autres huiles de qualités supérieures. Ces qualités, typiquement recherchées par les consommateurs, soulignent l'importance d'un profil sensoriel équilibré pour atteindre des niveaux d'appréciation optimaux.



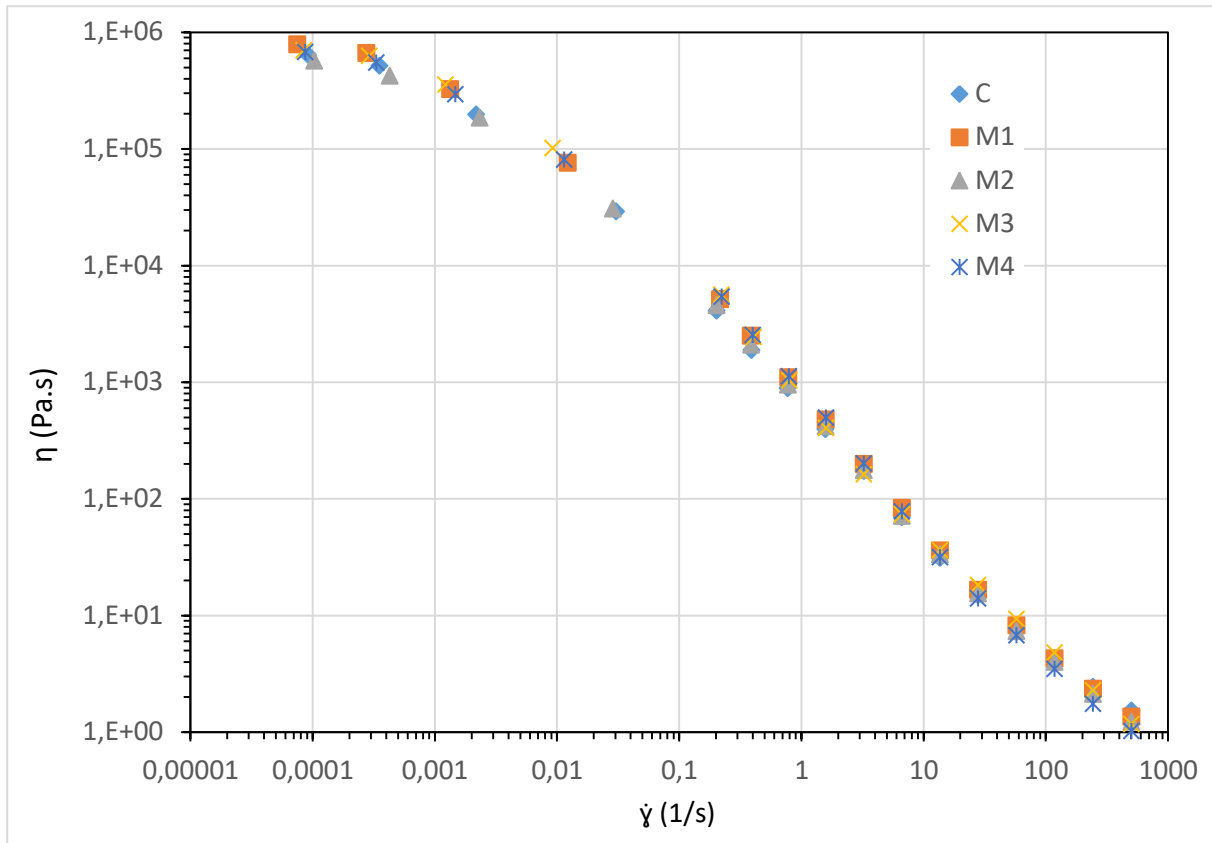
**Figure 38** : Cartographie des préférences (PREFMAP) des échantillons de margarines élaborées exprimées en pourcentages.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

## 4.7. Rhéologie des margarines élaborés

### 4.7.1. Viscosité

Les figures 39 et 40 présentent les viscosités des échantillons de margarines mesurées à 20 °C et 40 °C, respectivement. Il a été observé que pour les deux températures, les valeurs de viscosité ne sont pas significativement influencées par l'ajout d'huile de lentisque et de miel dans les formulations des margarines. En effet, l'inclusion de 2, 5, 10 et 15 % d'huile de lentisque n'a pas entraîné de variations notables de la viscosité. Cette dernière est restée similaire à celle de la margarine témoin sur l'ensemble de la plage de taux de cisaillement étudiée.

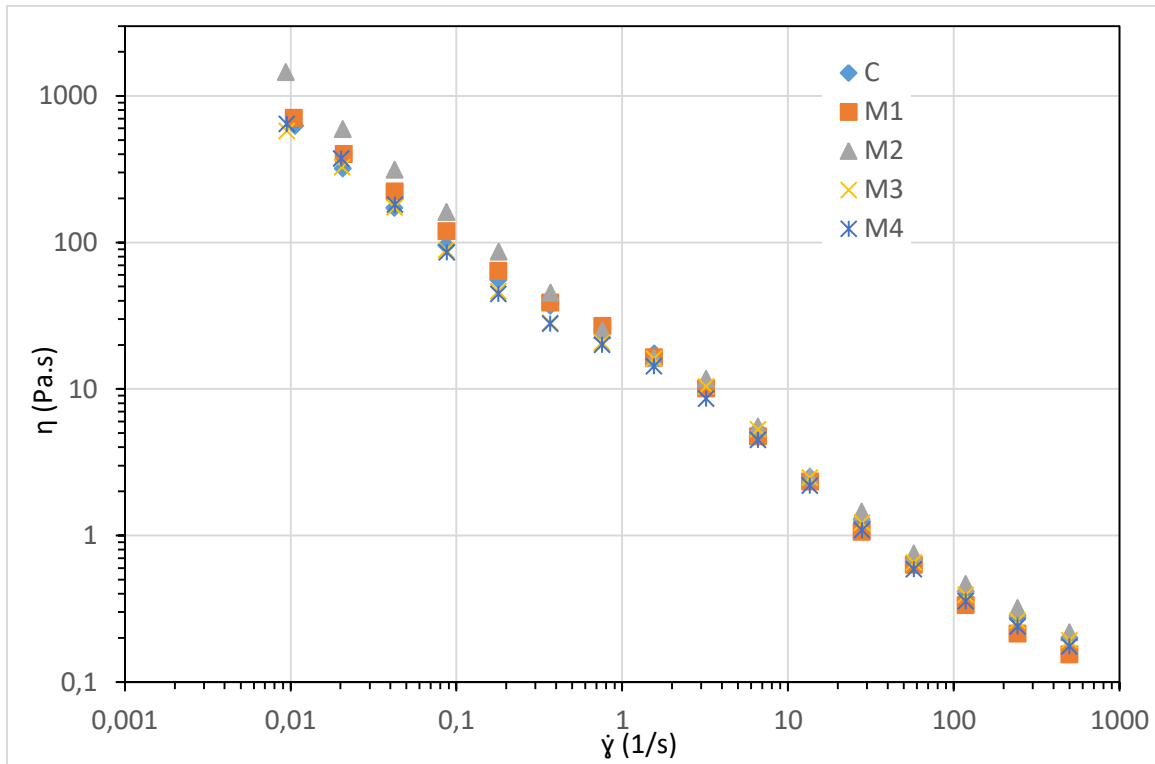


**Figure 39** : Viscosités des différentes margarines formulées en fonction du taux de cisaillement à une température de 20°C.

Mc : margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5% de miel.

À une température de 20 °C, les courbes de viscosité ont indiqué une allure non-newtonienne et un comportement rhéofluidifiant à mesure que le taux de cisaillement a augmenté la résistance des échantillons a diminué et par conséquent, la viscosité a diminué. Ce type de comportement est également appelé pseudoplastique, caractérisé par une diminution de la viscosité sous l'effet de l'augmentation de la contrainte et de taux de cisaillement, cela est également observé pour la formulation de margarine avec l'inuline (**Li et al., 2022**). Ce phénomène peut être expliqué par une réorganisation de la structure interne du fluide entre l'état de repos et celui d'écoulement. À l'état de repos, la distribution et la structuration ordonnée sont liées à des particules cristallines qui induisent une forte résistance aux déformations, ce qui implique une viscosité apparente élevée. Lorsqu'une contrainte de cisaillement est appliquée, ces particules tendent à s'orienter et à s'aligner dans la direction de l'écoulement, réduisant les interactions interparticulaires et favorisant l'écoulement, ce qui conduit à une diminution de la viscosité (**Sereti et al., 2021**).

La littérature scientifique rapporte l'existence d'une corrélation négative entre la déformation et la viscosité des produits élastomères (Ardakani et al., 2015 ; Ciavarella et al., 2021).



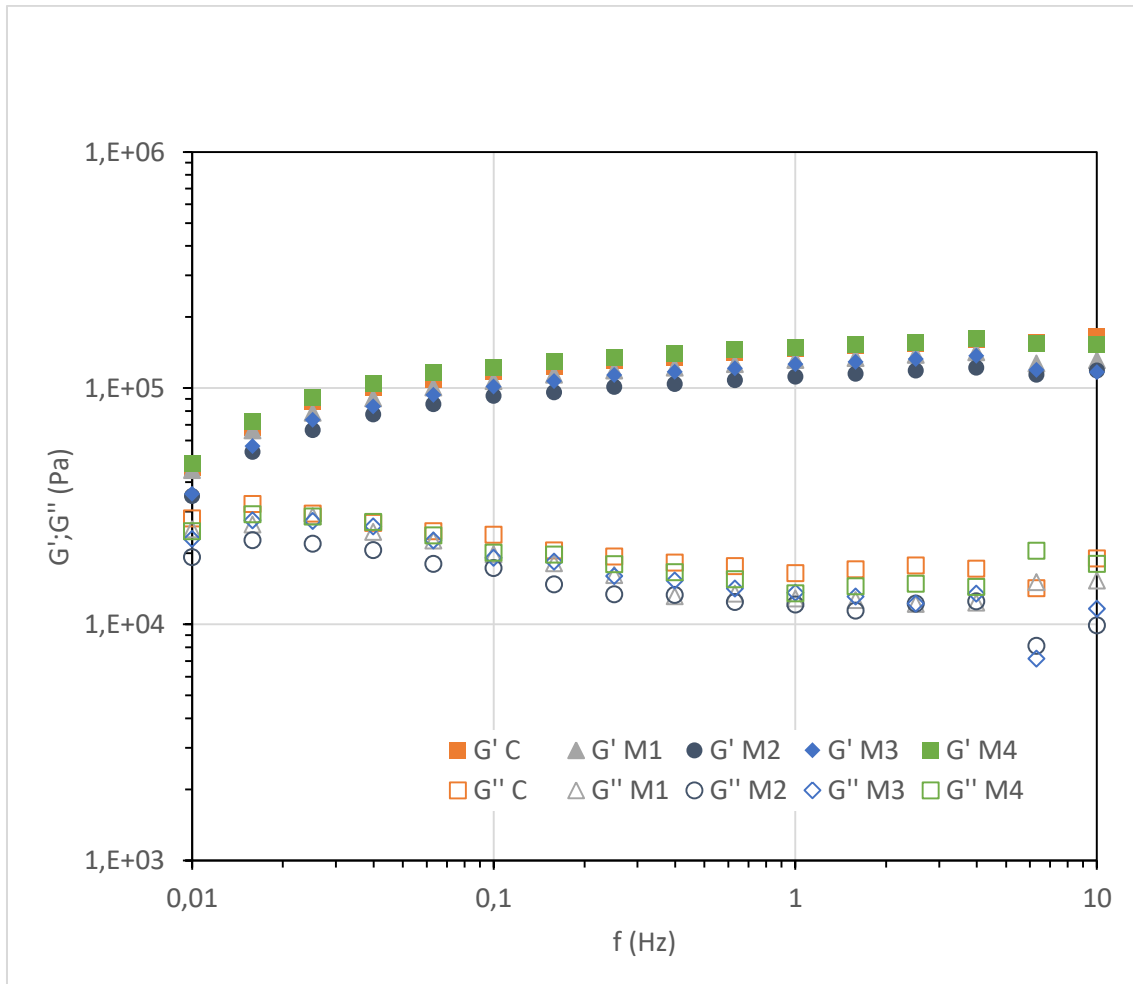
**Figure 40 :** Viscosités des différentes margarines formulées en fonction du taux de cisaillement à une température de 40°C.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4: les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5%.

A une température de 40°C, les valeurs de viscosité sont plus faibles, avec un comportement rhéofluidifiant sur toute la plage du taux de cisaillement étudiée. La viscosité des margarines formulées est d'environ 10 Pa.s à  $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$ , ce qui est nettement inférieur à la viscosité (1000 Pa.s) enregistrée à 20°C avec le même taux de cisaillement. Cette diminution indique qu'une augmentation de la température entraîne une réduction de la viscosité, en raison de la diminution des interactions intermoléculaires et de la fonte partielle des cristaux lipidiques à des températures proches du point de fusion ( $\approx 37 \text{ °C}$ ) (Santos et al., 2005 ; Vithanage et al., 2009). Ce phénomène est bien décrit par le modèle d'Ostwald Waele où les paramètres ( $K$ ,  $n$ ,  $R^2$ ) permettent de caractériser ce type de comportement non newtonien. Les indices de comportement à l'écoulement ( $n < 1$ ) confirment la nature pseudoplastique des échantillons (annexe 6).

### 4.7.2. Viscoélasticité

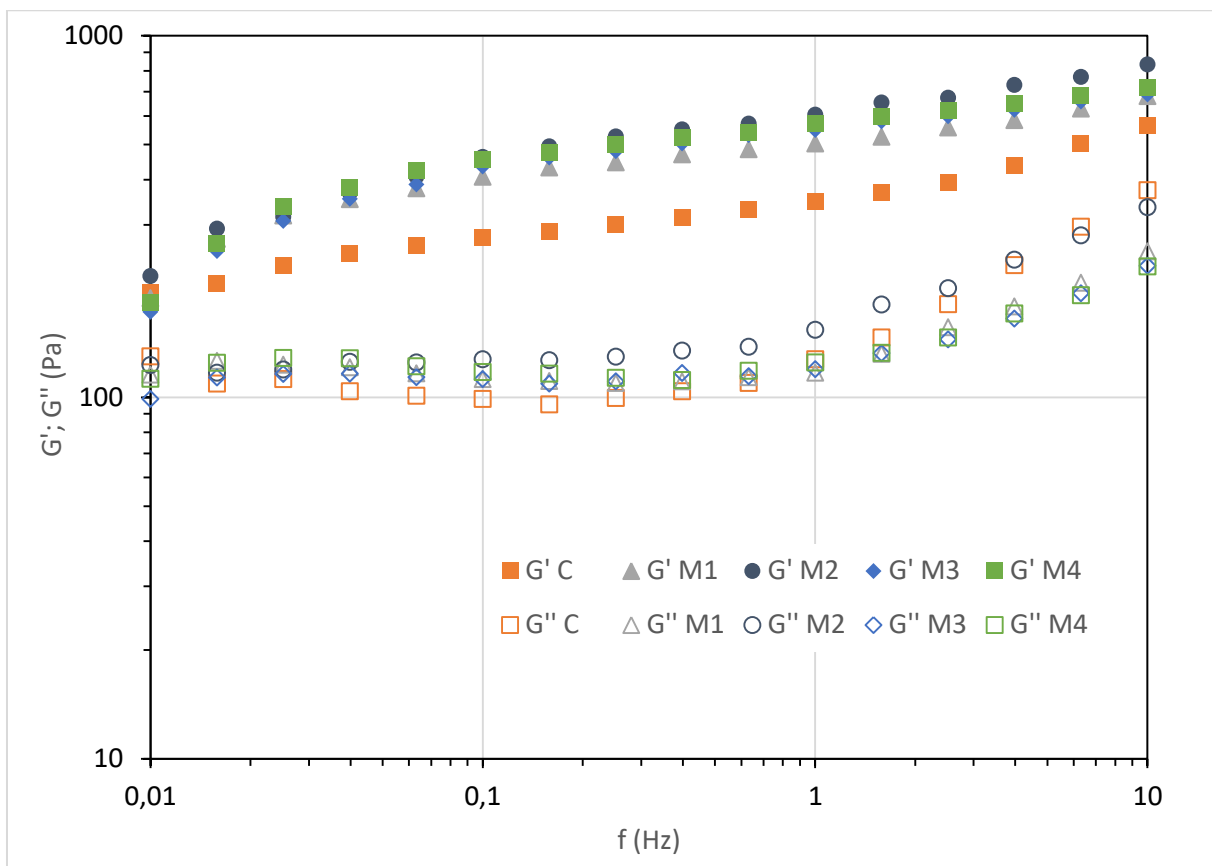
Les spectres mécaniques observés en figures 41 et 42 illustrent les propriétés viscoélastiques des différentes margarines préparées et montrent l'évolution des valeurs du module de conservation ( $G'$ ) et de la perte ( $G''$ ) en fonction de la fréquence angulaire ( $f$  HZ) à 20 et 40°C, respectivement. Il a été observé qu'à une température de 20 °C (**Figure 41**), le module d'élasticité ( $G'$ ) est supérieur au module de viscosité ( $G''$ ) sur toute la plage de fréquences pour tous les échantillons, ce qui est caractéristique d'un comportement solide viscoélastique typique des matières grasses structurées comme la margarine. Cette dominance du module élastique sur le module de perte reflète une structure interne cohésive, soutenue par un réseau cristallin stable. Ce comportement observé est en accord avec les résultats de margarines testées par **Moriya et al. (2020)** et **Fallahasgari et al. (2023)** et qui ont montré une région linéaire viscoélastique avec  $G' > G''$ .



**Figure 41** : Spectres mécaniques de viscoélasticité des différentes margarines préparées à une température de 20°C.  $G'$  et  $G''$  sont respectivement les modules élastique et visqueux.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5%.

La similitude des valeurs de  $G'$  et  $G''$  entre les différents échantillons à 20 °C indique une structure interne globale identique, et suggère que l'ajout d'huile de lentisque n'a pas perturbé l'architecture interne du réseau cristallin. Ce réseau est probablement maintenu grâce sa composition en triacylglycérols structurants POP et POS qui sont déjà identifiées dans cette huile. Ces composés favorisent une bonne interaction entre les cristaux de graisse et la phase aqueuse dispersée, comme l'ont confirmé **Gao et al. (2022)**. D'autres travaux ont démontré également que la nature des cristaux gras et leur répartition influencent fortement les propriétés viscoélastiques, en particulier la fermeté, la propagation et la stabilité structurale (**Sellami et al., 2012 ; Shah et al., 2014**).



**Figure 42** : Spectres mécaniques de viscoélasticité des différentes margarines formulées à une température de 40°C.  $G'$  et  $G''$  sont respectivement les modules élastique et visqueux.

Mc: margarine contrôle sans ajout ni de l'huile de lentisque ni de miel. M1, M2, M3 et M4 : les margarines additionnées de 2, 5, 10, 15% d'huile de *Pistacia lentiscus*, respectivement, et de 0,5%.

A une température de 40 °C (**Figure 42**) on observe une forte diminution des deux modules à été observée, bien que  $G'$  est restée supérieure à  $G''$  sur toute la gamme des fréquences étudiées. Ces résultats indiquent un affaiblissement de la structure, probablement dû à la fusion partielle de ces cristaux gras à cette température. De plus, la dépendance en fréquence de  $G'$  et  $G''$  est plus élevée à 40 °C. **Moriya et al, (2020)** ont démontré que  $G'$  et

$G''$  diminuent logarithmiquement à mesure que la température augmente à 45°C et dans une autre recherche **Vithanage et al. (2009)** ont montré que le module de stockage ( $G'$ ) à 5°C est 10 fois plus élevé que celui à 20°C pour les beurres. De plus, **Lazaridou et al. (2004)** et **Karasu et al. (2015)** ont mentionné dans leurs études que la structure du miel devient plus sensible à la fréquence et entraîne un affaiblissement de son réseau structural. Cependant, les échantillons enrichis (M1, M2, M3 et M4) présentent des valeurs de  $G'$  supérieures à celles de l'échantillon témoin (Mc), indiquant une meilleure stabilité thermique et une structure interne plus stable.

Cela peut être attribué à la présence de composés antioxydants dans l'huile de lentisque et du miel ajoutés, qui renforcent la cohésion du réseau lipidique même à des températures proches du point de fusion (37–40 °C) et confèrent un module d'élasticité élevé aux margarines enrichies. Ceci est également démontré par **Álvarez et al. (2022)** et **Quintana-Martinez et al. (2018)** pour d'autres formulations notamment des margarines enrichies en huile de grignon d'olive et d'émulsions d'huile dans l'eau.

Enfin, la détermination du facteur d'amortissement ( $\tan\delta = G''/G'$ ) pour tous les échantillons indique qu'il est inférieur à 1 à 20 °C (annexe 6), confirmant un comportement de type solide viscoélastique ( $G' > G''$ ). À 40 °C, bien que  $\tan\delta$  augmente, il demeure dans les limites indiquant une structure partiellement intacte, ce qui démontre la résistance des formulations enrichies à la perte complète de leurs propriétés mécaniques sous contrainte thermique, à l'exception de l'échantillon témoin qui présente moins de résistance. Ces résultats sont corroborés avec ceux obtenus sur des margarines à base de CLA (acide linoléique conjugué) ou d'émulsifiants naturels (diacylglycérol de palme), qui conservent un comportement solide même à des niveaux de stress ou de température élevés (**Cheong et al., 2009 ; Shah et al., 2014**).

Ainsi, les propriétés viscoélastiques mesurées suggèrent que l'ajout d'huile de lentisque et de miel dans la margarine pourrait offrir une stabilité thermique et mécanique importante, sans compromettre la structure cristalline du produit final. Cette capacité à maintenir une architecture interne cohérente même à des températures proches du point de fusion est un atout technologique important pour des applications industrielles, en particulier dans les régions à climat chaud ou lors de conditions de stockage fluctuantes.

---

## *Conclusion et perspectives*

---

## Conclusion et perspectives

Dans le cadre d'une formulation de margarines à tartiner enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel, plusieurs analyses physicochimiques et chromatographiques, activités biologiques, propriétés sensorielle et rhéologiques ont été déterminées en vue d'évaluer la qualité, la stabilité, la sécurité microbiologique ainsi que l'acceptabilité organoleptique des margarines formulées.

Les résultats d'analyses physicochimiques ont montré que l'huile de *Pistacia lentiscus* est très stable et fraîche. L'acidité faible de l'huile ( $0,36 \pm 0,03$  %) a témoigné d'une faible dégradation des triglycérides et de sa bonne conservation. L'indice de peroxyde était extrêmement bas ( $0,35 \pm 0,03$  meq  $O_2$ /kg), ce qui a indiqué une quasi-absence d'oxydation primaire des acides gras. L'indice de saponification ( $188 \pm 0,20$  mg KOH/g) est situé dans les normes du codex alimentarius (188–196 mg KOH/g), et a reflété une proportion équilibrée en acides gras de longueur de chaîne moyenne. Ces résultats ont influencé positivement la texture et la plasticité de la margarine et ont facilité son émulsion et sa tartinabilité. L'indice d'iode ( $83,8 \pm 0,18$  g  $I_2$ /100 g) et l'indice de réfraction ( $1,4675 \pm 0,002$ ) ont classé cette huile parmi les huiles non siccatives.

L'analyse chromatographique a inscrit cette huile parmi les huiles riches en acide gras insaturés, caractérisée par une dominance de l'acide oléique (49,49 %) et de triglycérides comme POO (23,08 %), POL (16,66 %) et OOO (14,57 %). La présence d'acides gras rares comme les acides margarique et margaroléique lui a conféré un intérêt technologique particulier, notamment dans la formulation de margarine. La forte teneur en  $\beta$ -stérols (83,11 mg/kg) a conféré à l'huile un intérêt nutritionnel, tandis que sa richesse en  $\alpha$ -tocophérols ( $117,41 \pm 3,83$  mg/kg) et  $\alpha$ -tocotriénols ( $29,44 \pm 1,33$  mg/kg) a renforcé sa stabilité oxydative.

Les résultats des analyses des paramètres physico-chimiques du miel ont confirmé son authenticité, sa bonne qualité, et sa valeur nutritionnelle élevée. L'analyse pollinique a montré un miel polyfloral avec une diversité florale sans pollen prédominant. Les analyses physicochimiques ont démontré que c'est un miel acide avec un pH  $4,25 \pm 0,02$  classé parmi les miels de nectar et grâce à sa conductivité électrique très significatif de  $1,915 \pm 1,00$  mS/cm, il est considéré comme foncé riche en minéraux, dominé par le potassium (2171,74 mg/kg). La teneur en HMF était de  $18,01 \pm 0,62$  mg/kg qui restait bien en dessous de la limite maximale autorisée (40 mg/kg).

L'analyse chromatographique a montré que ce miel est riche en acides aminés, dont la proline est majoritaire ( $764,3 \pm 95,6 \mu\text{g/g}$ ), suivie de la bêta-alanine ( $170,3 \pm 16,6 \mu\text{g/g}$ ). Le profil glucidique est dominé par le fructose ( $470,31 \pm 4,27 \text{ mg/g}$ ) et le glucose ( $268,70 \pm 2,13 \text{ mg/g}$ ), avec une faible teneur en saccharose ( $5,43 \pm 0,43 \text{ mg/g}$ ), ce qui a confirmé l'authenticité et l'absence d'adultération du miel.

L'huile de *Pistacia lentiscus* et le miel d'abeille ont présenté une richesse notable en composés antioxydants, avec des teneurs respectives en polyphénols totaux de  $230,8 \pm 0,46 \text{ mg GAE/100 g}$  et  $56,49 \pm 0,31 \text{ mg GAE/100 g}$ , en flavonoïdes de  $77,50 \pm 0,96 \text{ mg QE/100 g}$  et  $5,45 \pm 1,39 \text{ mg QE/100 g}$  en caroténoïdes  $1670,95 \pm 1,67 \text{ mg/kg}$  et en chlorophylles de  $18,26 \pm 1,16 \text{ mg/kg}$ . Ces deux matrices naturelles révèlent des potentiels antioxydants et antibactérien notables. Le miel s'est distingué par une efficacité supérieure, notamment par son activité scavenger du DPPH ( $85,27 \%$  pour le miel et  $73,36 \%$  pour l'huile) et son pouvoir réducteur ( $537,30 \text{ mg EAG/100 g}$  pour le miel et  $286,1 \pm 1,56$  pour l'huile). Sur le plan antibactérien, les deux produits étaient actifs, notamment contre *Staphylococcus aureus*, mais le miel a montré des zones d'inhibition (DZI) la plus larges avec  $20,67 \text{ mm}$ , et a demeuré plus efficace face à *E. coli* et *P. aeruginosa*.

Les résultats des analyses physico-chimiques des margarines enrichies ont montré qu'ils répondent aux normes (ISO) en vigueur, avec une teneur en eau ( $<18 \%$ ), en sel ( $\leq 0,5 \%$ ) et une acidité ( $\leq 0,18 \%$ ) toutes conformes. L'ajout d'huile de lentisque a entraîné une très légère hausse de l'acidité et du taux de sel (notamment pour M3 et M4), une diminution du point de fusion de  $37,60 \text{ }^\circ\text{C}$  pour Mc, jusqu'à  $35,90 \text{ }^\circ\text{C}$  pour M5 (15% d'huile de lentisque) et une modification de la couleur vers des teintes jaune-verdâtre. La texture reste homogène et la tartinabilité optimale, avec un bon profil de fusion (SFC de  $35,3 \%$  à  $5 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $0,2 \%$  à  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

L'évaluation de la stabilité oxydative des margarines formulées a montré une résistance satisfaisante à l'oxydation durant 12 semaines de stockage, avec un indice de peroxyde conforme aux normes ( $<10 \text{ meq O}_2/\text{kg}$ ). La formulation M1, contenant  $2 \%$  d'huile, a affiché la meilleure stabilité ( $1,95 \text{ meq O}_2/\text{kg}$  à  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $4,16 \text{ meq O}_2/\text{kg}$  à  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ ), confirmée par un temps d'induction rancimat le plus élevé ( $22,26 \text{ h}$ ). Toutefois, à des concentrations plus élevées ( $15 \%$ ), l'huile a exercé un effet pro-oxydant, comme l'a indiqué l'élévation de l'indice de peroxydes ( $3,47$  à  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $4,76$  à  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ ). L'élévation de la température a accéléré l'oxydation, doublant les extinctions spécifiques (K232 et K270) dès la première semaine à  $30 \text{ }^\circ\text{C}$  (M3 :  $0,217$  à  $4 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $0,413$  à  $30 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

Après 12 semaines, une augmentation marquée des produits primaires et secondaires d'oxydation a été observée, notamment une hausse de la concentration en MDA jusqu'à 10 fois, avec M1 conservant la plus faible teneur (0,17 mg MDA/kg), soulignant son efficacité comme formulation antioxydante optimale.

L'enrichissement des margarines en huile de *Pistacia lentiscus* a amélioré d'avantage leurs profils lipidiques, notamment par une augmentation de la teneur en acide oléique avec la quantité d'huile ajoutée, renforçant ainsi leurs qualités nutritionnelles. Par ailleurs, toutes les formulations ont présenté une excellente qualité microbiologique avec l'absence de germes pathogènes (*Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et *Salmonella enterica*), conformément aux exigences des normes ISO.

Les résultats de l'évaluation sensorielle des margarines préparées ont mis en évidence une influence significative de la concentration en huile sur les attributs organoleptiques, notamment l'odeur, la couleur, le goût et l'arôme ( $p < 0,001$ ). L'intensité sensorielle a augmenté proportionnellement avec la concentration d'huile de lentisque ajoutée, particulièrement plus marquée dans les échantillons M3 (10 %) et M4 (15 %). Toutefois, l'analyse hédonique a révélé que M2 (5 %) offre le meilleur équilibre sensoriel et la préférence maximale (80–100 %), tandis qu'un enrichissement excessif réduit l'acceptabilité du produit. Les analyses multivariées (CHA, ACP, PREFMAP) ont confirmé ces tendances et ont positionné M2 comme formulation optimale en termes de satisfaction sensorielle.

Les résultats rhéologiques ont montré que l'ajout d'huile de lentisque jusqu'à 15 %, n'a pas affecté pas la viscosité apparente des formulations, qui ont conservé un comportement pseudoplastique typique des margarines. La viscosité a diminué avec l'élévation du taux de cisaillement et de la température, passant d'environ 1000 Pa.s à 20 °C à seulement 10 Pa.s à 40 °C, confirmant une perte de résistance due à la désorganisation des structures cristallines lipidiques. Parallèlement, les propriétés viscoélastiques ont montré que toutes les margarines ont conservé un comportement solide viscoélastique ( $G' > G''$ ), même à 40 °C, avec une meilleure stabilité structurelle des échantillons enrichis (M1, M2, M3 et M4) par rapport au témoin (Mc), grâce à la présence des triacylglycérols structurants issus de l'huile de lentisque, qui ont renforcé la cohésion du réseau lipidique. De plus, les antioxydants naturellement présents dans cette huile ont contribué à améliorer la résistance thermomécanique des margarines enrichies, par conséquent la conservation de ces propriétés texturales.

L'ensemble des travaux réalisés sur la formulation de margarines enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel ouvre les perspectives suivantes :

- Optimiser la formulation par modélisation statistique avancée pour maximiser la stabilité et l'acceptabilité sensorielle.
- Valorisation industrielle et faisabilité à grande échelle.
- Évaluer la synergie entre les composés antioxydants du miel et de l'huile *Pistacia lentiscus* pour proposer des systèmes de conservation naturels sans additifs de synthèse.
- Étudier la cinétique d'oxydation et de dégradation au cours d'un stockage plus long.
- Évaluer la bioaccessibilité et la biodisponibilité des composés bioactifs de la margarine enrichie, par des modèles *in vitro* ou *in vivo*.
- Étudier sur des modèles animaux les effets physiologiques et métaboliques de cet enrichissement (cholestérol, inflammation, stress oxydatif).
- Extension à d'autres matrices alimentaires : fromages à tartiner enrichie en sources végétaux, vinaigres, viennoiseries et biscuits.
- Etude économique et évaluation du coût de production.

---

## **Références bibliographiques**

---

- Abdel-Aziz, S. M., Asker, M. M., Keera, A. A., & Mahmoud, M. G. (2016).** Microbial food spoilage: control strategies for shelf life extension. *Microbes in Food and Health*, 239-264.
- Achat, S., Tomao, V., Madani, K., Chibane, M., Elmaataoui, M., Dangles, O., & Chemat, F. (2012).** Direct enrichment of olive oil in oleuropein by ultrasound-assisted maceration at laboratory and pilot plant scale. *Ultrasonics Sonochemistry*, 19(4), 777-786.
- Ahrari-Roodi, P., Moosavi, Z., Afkhami Goli, A., Azizzadeh, M., & Hosseinzadeh, H. (2018).** Histopathological study of protective effects of honey on subacute toxicity of acrylamide-induced tissue lesions in rats brain and liver. *Iranian Journal of Toxicology*, 12(3), 1-8.
- Aidoud, A., Elahcene, O., Abdellaoui, Z., Yahiaoui, K., & Bouchenak, O. (2021).** Effect of virgin olive and *Pistacia lentiscus* oils fortified with tomato lycopene on biochemical parameters in Wistar rats. *The North African Journal of Food and Nutrition Research*, 5(12), 69-74.
- Aidli-Ouadah, A., Rezig, L., Chougui, N., Beder-Belkhir, W., Hadjal, S., Zeroual, B., & Idoui, T. (2025).** Effect of pomegranate (*Punica granatum L.*) peel extract on the oxidative stability of soybean oil and margarine. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 1-15.
- Ait Mohand, B., El Antari, A., & Benkhalti, F. (2022).** Influence of maturity stage on chemical composition and antioxidant activity of *Pistacia lentiscus* seed oils. *Arabian Journal of Medicinal and Aromatic Plants*, 8(1), 171-186.
- Ait Said S. (2011).** Stratégies adaptatives des deux espèces du genre *Pistacia* (*P-lentiscus et P- atlantica* Desf). Aux conditions d'altitude, de salinité et d'aridité : Approches morphoanatomique, phytochimiques et écophysiological. Thèse de Doctorat en biologie végétale. Université de Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou, p. 180.
- Ajibola, A., Chamunorwa, J. P., & Erlwanger, K. H. (2012).** Nutraceutical values of natural honey and its contribution to human health and wealth. *Nutrition & Metabolism*, 9(61), 1-12.
- Alaerjani, W. M. A., & Mohammed, M. E. A. (2024).** Impact of floral and geographical origins on honey quality parameters in Saudi Arabian regions. *Scientific Reports*, 14(1), 8720.
- Albrand, P., Julcour, C., Veyrine, F., & Billet, A. M. (2021).** Sunflower oil hydrogenation mechanisms and kinetics. *Chemical Engineering Journal*, 420(1), 1-11.

- Al-Farsi, M., Al-Amri, A., Al-Hadhrami, A., & Al-Belushi, S. (2018).** Color, flavonoids, phenolics and antioxidants of Omani honey. *Heliyon*, 4(10), 1-14.
- Al, M. L., Daniel, D., Moise, A., Bobis, O., Laslo, L., & Bogdanov, S. (2009).** Physico-chemical and bioactive properties of different floral origin honeys from Romania. *Food Chemistry*, 112(4), 863-867.
- Ali, H., Abu Bakar, M. F., Majid, M., Muhammad, N., & Lim, S. Y. (2020).** In vitro antidiabetic activity of stingless bee honey from different botanical origins. *Food Research*, 4(5), 1421–1426.
- Al-Mamary M., Al-Meeri A. & Al-Habori M. (2002).** Antioxidant activities and total phenolics of different types of honey. *Nutrition Research*, 22, 1041–1047.
- Alqarni, A.S., Owayss, A.A. & Mahmoud, A.A. (2016).** Physicochemical characteristics, total phenols and pigments of national and international honeys in Saudi Arabia. *Arabian Journal of Chemistry*, 9(1), 114-120.
- AL-Saghir, M.G., (2006).** Phylogenetic Analysis of the Genus Pistacia (Anacardiaceae). Doctoral dissertation in Biological Sciences. Polytechnic Institute-Blacksburg, Virginia, p. 113.
- AL-Saghir, M. G., & Porter, D. M. (2011).** Taxonomic revision of the genus Pistacia L.(Anacardiaceae). *American Journal of Plant Sciences*, 3(1), 12-32.
- Alvarez-Suarez, J. M., Tulipani, S., Romandini, S., Vidal, A., & Battino, M. (2009).** Methodological aspects about determination of phenolic compounds and in vitro evaluation of antioxidant capacity in the honey: A review. *Current Analytical Chemistry*, 5(4), 293– 302.
- Alvarez-Suarez, J.M., Tulipani, S., Díaz, D., Estevez, Y., Romandini, S., Giampieri, F., Damiani, E., Astolfi, P., Bompadre, S., & Battino, M. (2010).** Antioxidant and antimicrobial capacity of several monofloral Cuban honeys and their correlation with color, polyphenol content and other chemical compounds. *Food and Chemical Toxicology*, 48(8–9), 2490–2499.
- Álvarez, M. D., Cofrades, S., Pérez-Mateos, M., Saiz, A., & Herranz, B. (2022).** Development and physico-chemical characterization of healthy puff pastry margarines made from olive-pomace oil. *Foods*, 11(24), 4054.
- Amessis-Ouchemoukh N. (2014).** Caractérisation phytochimique par UHPLC-ESI-QTOFMS/MS de quelques extraits de plantes médicinales et la détermination de leurs

propriétés biologiques : anti-inflammatoire, anti-acétylcholinestérase et antioxydante. Thèse Doctorat en Sciences Alimentaires. Université Abderrahmane Mira-Bejaia, p. 230.

**Amessis-Ouchemoukh, N., Maouche, N., Otmani, A., Terrab, A., Madani, K., & Ouchemoukh, S. (2021).** Evaluation of Algerian's honey in terms of quality and authenticity based on the melissopalynology and physicochemical analysis and their antioxidant powers. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, 14(3), 305– 324.

**Ameur, D., & Szydłowska-Czerniak, A. (2024).** Antioxidant Potential Evaluation at Various Stages of Black Cumin Oil Production. *Foods*, 13(21), 3518.

**Ameur, R. B., Hadjkacem, B., Ayadi, M., Ikram, B. A., Feki, A., Gargouri, J., Gargouri, A., & Allouche, N. (2024).** Phytochemical profile of Tunisian *Pistacia lentiscus* fruits oil: Antioxidant, antiplatelet and cytotoxic activities assessment. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 126(8), 1-16.

**Anand, A. (2021).** Enhanced Lipase-Catalyzed Triglyceride Hydrolysis. Doctoral dissertation, University of Kansas, p. 165.

**Andersen, A. J. C., & Williams, P. N. (2016).** Margarine. Elsevier. pp.432.

**Anwar, F., Jamil, A., Iqbal, S., & Sheikh, M. A. (2006).** Antioxidant activity of various plant extracts under ambient and accelerated storage of sunflower oil. *Grasas y Aceites*, 57(2), 189-197.

**Anwar, A., Faiz, M. A., & Hou, J. (2025).** Effect of Honey Concentration on the Quality and Antioxidant Properties of Probiotic Yogurt Beverages from Different Milk Sources. *Applied Sciences*, 15(4), 2210.

**Apak, R., Güçlü, K., Özyürek, M., & Karademir, S. E. (2004).** Novel total antioxidant capacity index for dietary polyphenols and vitamins C and E, using their cupric ion reducing capability in the presence of neocuproine: CUPRAC method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 52(26), 7970-7981.

**Aparicio, R., & Aparicio-Ruiz, R. (2000).** Authentication of vegetable oils by chromatographic techniques. *Journal of Chromatography A*, 881(1-2), 93-104.

**Ardakani, F., Jahani, Y., & Morshedian, J. (2015).** The impact of viscoelastic behavior and viscosity ratio on the phase behavior and morphology of polypropylene/polybutene-1 blends. *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 21(2), 94-101.

- Arellano, M., Norton, I. T., & Smith, P. (2015).** Specialty oils and fats. Food Technology and nutrition, Woodhead Publishing, 5(1), 385-412.
- Assia, A., & Ali, L. (2015).** Enzymes activities, hydroxymethylfurfural content and pollen spectrum of some Algerian honey. African Journal of Agricultural Research, 10(7), 613-622.
- Athanasiadis, V., Chatzimitakos, T., Kalompatsios, D., Palaiogiannis, D., Makrygiannis, I., Bozinou, E., & Lalas, S. I. (2023).** Evaluation of the efficacy and synergistic effect of  $\alpha$ - and  $\delta$ -tocopherol as natural antioxidants in the stabilization of sunflower oil and olive pomace oil during storage conditions. International Journal of Molecular Sciences, 24(2), 1113.
- Ávila, S., Hornung, P. S., Teixeira, G. L., Malunga, L. N., Apea-Bah, F. B., Beux, M. R., Beta, T., & Ribani, R. H. (2019).** Bioactive compounds and biological properties of Brazilian stingless bee honey have a strong relationship with the pollen floral origin. Food Research International, 123, 1-10.
- Ayad, R., Amessis-Ouchemoukh, N., Ouchemoukh, S., Madani, K., & Boulekbache-Makhlouf, L. (2021).** Pollen profiles, physicochemical characteristics, and antioxidant activities of two honey samples from Jijel City (Algeria). The Annals of the University Dunarea de Jos of Galati Fascicle VI – Food Technology, 45(2), 147–167.
- Ayouaz, S., Bensadia, D., Hamitri-Guerfi, F., Muhammad, D. R. A., Mouhoubi, K., Arab, R., Rahmani, Y., Guemouni, S., Hadjal, S., & Madani, K. (2022).** Impact of incorporating sesame oil (*Sesamum indicum* L.) in an Algerian frying oil and margarine formulation. The North African Journal of Food and Nutrition Research, 6(14), 165-177.
- Azeredo, L. da C., Azeredo, M. A. A., de Souza, S. R., & Dutra, V. M. L. (2003).** Protein contents and physicochemical properties in honey samples of *Apis mellifera* of different floral origins. Food Chemistry, 80(2), 249–254.
- Azizi, N., Hacini, N., Sellani, H., & Selatenia, K. (2022).** Evaluation and study of the physico-chemical, biological (antibacterial and antifungal) characteristics of (*Pistacia lentiscus* L.) oil originating in three regions of Algeria. Ukrainian Journal of Ecology, 12(10), 34-44.
- Baloš, M. Ž., Jakšić, S., Popov, N., & Polaček, V. (2021).** Characterization of Serbian sunflower honeys by their physicochemical characteristics. Food and Feed Research, 48(1), 1-8.
- Balouiri, M., Sadiki, M., & Ibnsouda, S. K. (2016).** Methods for in vitro evaluating antimicrobial activity: A review. Journal of Pharmaceutical Analysis, 6(2), 71-79.

- Bansal, V., Medhi, B., & Pandhi, P. (2005).** Honey--a remedy rediscovered and its therapeutic utility. *Kathmandu University Medical Journal*, 3(3), 305-309.
- Barouh, N., Bourlieu-Lacanal, C., Figueroa-Espinoza, M. C., Durand, E., & Villeneuve, P. (2022).** Tocopherols as antioxidants in lipid-based systems: The combination of chemical and physicochemical interactions determines their efficiency. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 21(1), 642-688.
- Barour, A. A., & Taouarfia, M. (2022).** Cartography and spatial distribution of the genus *Pistacia* in Souk Ahras, Northeast Algeria. *Biodiversitas Journal of Biological Diversity*, 23(1). 286-290.
- Bartolucci, E. (2022).** Influence of genetic and technological factors on the quality parameters of vegetable oils. PhD dissertation in Agricultural, Environmental and Food Sciences. Polytechnic University of Marche-Ancona, Italy, p. 190.
- Batovska, D., & Inbar, M. (2024).** Beyond the nut: *Pistacia* leaves as natural food preservatives. *Foods*, 13(19), 3138.
- Batovska, D. (2025).** Advancing *Pistacia terebinthus* L.(Anacardiaceae) Research: Food Preservation, Functional Foods, and Nutraceutical Potential. *Foods*, 14(7), 1245.
- Bean, A. (2012).** Investigating the anti-inflammatory activity of honey. PhD Thesis, Biological Sciences. The University of Waikato, pp. 353.
- Becerril-Sánchez, A. L., Quintero-Salazar, B., Dublán-García, O., & Escalona-Buendía, H. B. (2021).** Phenolic compounds in honey and their relationship with antioxidant activity, botanical origin, and color. *Antioxidants*, 10(11), 1700.
- Belay A., Dessi H., Guelelat B., Marc B., Admassu B., & Melaku S. (2016).** Rheology and botanical origin of Ethiopian monofloral honey. *LWT-Food Science and Technology*. 75(39), 393-401.
- Belay, A., Haki, G. D., Birringer, M., Borck, H., Lee, Y.-C., Kim, & Melaku, S. (2017).** Enzyme activity, amino acid profiles and hydroxymethylfurfural content in Ethiopian monofloral honey. *Journal of Food Science and Technology*, 54(9), 2769–2778.
- Beldi, M., Bouchecker, A., Djelloul, R., & Lazli, A. (2020).** Physicochemical characterization and antibacterial and antifungal activities of *Pistacia lentiscus* oils in Northeastern Algeria. *Catrina: The International Journal of Environmental Sciences*, 22(1), 57-69.

- Belgasim, S. M., Boubrig, S. Y., & Zaed, M. S. (2025).** Physical and Chemical Properties of Fruit Oil of *Pistacia lentiscus* L. Growing Wild in Libya. *Alexandria Science Exchange Journal*, 46(2), 279-289.
- Belhaj, O., Oumato, J., & Zrira, S. (2015).** Étude physico-chimique de quelques types de miels Marocains. *Revue Marocaine Des Sciences Agronomiques et Vétérinaires*, 3(3), 71–75.
- Belyagoubi-Benhammou, N., Belyagoubi, L., El Zerey-Belaskri, A., Zitouni, A., Ghembaza, N., Benhassaini, H., Atik- Bekkara, F., Piras, A., Falconieri, D., & Rosa, A. (2018).** Fatty acid composition and antioxidant activity of *Pistacia lentiscus* L. fruit fatty oil from Algeria. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 12, 1408-1412.
- Ben Hmida, R., Gargouri, B., Chtourou, F., Sevim, D., & Bouaziz, M. (2022).** Fatty acid and triacylglycerid as markers of virgin olive oil from mediterranean region: Traceability and chemometric authentication. *European Food Research and Technology*, 248(7), 1749-1764.
- Benzie, I. F., & Strain, J. J. (1996).** The ferric reducing ability of plasma (FRAP) as a measure of “antioxidant power”: the FRAP assay. *Analytical Biochemistry*, 239(1), 70-76.
- Beretta, G., Granata, P., Ferrero, M., Orioli, M., & Maffei Facino, R. (2005).** Standardization of antioxidant properties of honey by a combination of spectrophotometric/fluorimetric assays and chemometrics. *Analytica Chimica Acta*, 533(2), 185–191.
- Beretta, G., Granata, P., Ferrero, M., Orioli, M., & Maffei-Faciano, R. (2005).** Standardization of antioxidant properties of honey by a combination of spectrophotometric and two-Dimensional High-Resolution Nuclear Magnetic Resonance. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 53 (15), 8495-8501.
- Bernal, J., Mendiola, J. A., Ibáñez, E., & Cifuentes, A. (2011).** Advanced analysis of nutraceuticals. *Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis*, 55(4), 758-774.
- Bertoncelj, J., Dobersek, U., Jamnik, M., & Golob, T. (2007).** Evaluation of the phenolic content, antioxidant activity and colour of Slovenian honey. *Food Chemistry*, 105(2), 822–828.
- Beuchat, L. R. (1983).** Influence of water activity on growth, metabolic activities and survival of yeasts and molds. *Journal of Food Protection*, 46(2), 135-141.

- Bloch, K. (1992).** Sterol molecule: structure, biosynthesis, and function. *Steroids*, 57(8), 378-383.
- Bogdanov, S., Marttin, P., Lüllman, C., Borneck, R., Morlot, M., Heritier, J., Vorwohl, G., Russmann, H., Persano-Oddo, L., Sabatini, A. G., Maecazzan, G. L., Marioleas, P., Tsigouri, A., KerKvliet, J., Ortiz, A. & Ivanov, T. (1997).** Harmonised methods of the European honey commission. *Apidologie*, 1-59.
- Bogdanov, S., Lüllman, C., Martin, P., Von Der Ohe, W., Russmann, H., Vorwohl, G., Persano-Oddo, L., Sabatini, A. G., Marcazzan, G. L., Piro, R., Flamini, C., Morlot, M., Heritier, J., Borneck, R., Marioleas, P., Tsigouri, A., Kerkvliet, J., Ortiz, A., Ivanov, T., D'Arcy, B., Mossel, B. & Vit, P. (1999).** Honey quality and international regulatory standards: review by the international honey commission. *Bee World*, 80(2), 61–69.
- Bogdanov, S., Ruoff, K., & Persano, O.L. (2004).** Physico- chemical methods for characterisation of unifloral honeys: A review. *Apidologie*, 35 (1), 4–17.
- Bogdanov, S., Haldimann, M., Luginbühl, W., & Gallmann, P. (2007).** Minerals in honey: environmental, geographical and botanical aspects. *Journal of Apicultural Research*, 46(4), 269-275.
- Bogdanov, S., Jurendic, T., Sieber, R., & Gallmann, P. (2008).** Honey for nutrition and health: a review. *Journal of the American College of Nutrition*, 27(6), 677-689.
- Bogdanov, S. (2011).** Honey Composition. *Bee Product Science*, 1-10.
- Bonté, F., & Desmoulière, A. (2013).** Le miel : origine et composition. *Actualités Pharmaceutiques*, 52(531), 18–21.
- Bora, J., Tongbram, T., Mahnot, N., Mahanta, C. L., & Badwaik, L. S. (2022).** Tocopherol. *Nutraceuticals and Health Care*, Academic Press, pp. 259-278.
- Bouchab, H., Essadek, S., El Kamouni, S., Moustaid, K., Essamadi, A., Andreoletti, P., Cherkaoui-Malki, M., EL Kebbaj, R., & Nasser, B. (2023).** Antioxidant effects of argan oil and olive oil against iron-induced oxidative stress: in vivo and in vitro approaches. *Molecules*, 28(15), 5924.
- Boudieb, K., Ait Slimane-Ait Kaki, S., & Amellal-Chibane, H. (2019).** Effect of maturation degree on the fixed oil chemical composition, phenolic compounds, mineral nutrients and antioxidant properties of *Pistacia lentiscus* L. fruits. *Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca*, 47(3), 836-847.

- Boudieb, K., Ait Slimane-Ait Kaki, S., & Amellal-Chibane, H. (2019).** Traditional uses, phytochemical study and morphological characterization of *Pistacia lentiscus* L. fruits from three areas of northern Algeria. *Journal of Applied Biosciences*, 135, 13788-13797.
- Boudjelal, A., Henchiri, C., Sari, M., Sarri, D., Hendel, N., Benkhaled, A., & Ruberto, G. (2013).** Herbalists and wild medicinal plants in M'Sila (North Algeria): An ethnopharmacology survey. *Journal of Ethnopharmacology*, 148(2), 395-402.
- Bouhala, A., Ouchemoukh, S., Moussi, A., & Beidjoudi, S. (2020).** Altitude effect on the properties of honeys from the region of Jijel (Algeria). *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, 70(2), 169–178.
- Boukeloua, A., Belkhiri, A., Djerrou, Z., Bahri, L., Boulebda, N., & Pacha, Y. H. (2012).** Acute toxicity of *Opuntia ficus indica* and *Pistacia lentiscus* seed oils in mice. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines*, 9(4), 607-611.
- Boutemine, I. M., Amri, M., Amir, Z. C., Fitting, C., Mecherara-Idjeri, S., Layaida, K., Sennoun, N., Berkane, S., Cavillon, J. M., & Touil-Boukoffa, C. (2018).** Gastro-protective, therapeutic and anti-inflammatory activities of *Pistacia lentiscus* L. fatty oil against ethanol-induced gastric ulcers in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, 224, 273-282.
- Boussaid A., Chouaibi M., Rezig L., Hellal R., Donsi` F., Ferrari G., Hamdi S. (2018).** Physicochemical and bioactive properties of six honey samples from various floral origins from Tunisia. *Arabian Journal of Chemistry*, 11(2), 265-274.
- Bouyahya, A., Dakka, N., Talbaoui, A., Moussaoui, N. E., Abrini, J., & Bakri, Y. (2018).** Phenolic contents and antiradical capacity of vegetable oil from *Pistacia lentiscus* L. *Journal of Materials and Environmental Science*, 9(5), 1518-24.
- Bouyahya, A., Abrini, J., Dakka, N., & Bakri, Y. (2019).** Essential oils of *Origanum compactum* increase membrane permeability, disturb cell membrane integrity, and suppress quorum-sensing phenotype in bacteria. *Journal of Pharmaceutical Analysis*, 9(5), 301-311.
- Brahmi, F., Haddad, S., Bouamara, K., Yalaoui-Guellal, D., Prost-Camus, E., De Barros, J. P. P., Prost, M., Atanasov, A. G., Madani, K., Boulekbache-Makhlouf, L., & Lizard, G. (2020).** Comparison of chemical composition and biological activities of Algerian seed oils of *Pistacia lentiscus* L., *Opuntia ficus indica* L. mill and *Argania spinosa* L. *Skeels. Industrial Crops and Products*, 151, 112456.
- Brahmi, F., Mateos-Aparicio, I., Garcia-Alonso, A., Abaci, N., Saudi, S., Smail-Benazzouz, L. Guemghar-Haddadi, H., Madani, K & Boulekbache-Makhlouf, L. (2022).**

Optimization of conventional extraction parameters for recovering phenolic compounds from potato (*Solanum tuberosum* L.) peels and their application as an antioxidant in yogurt formulation. *Antioxidants*, 11(7), 1401.

**Brahmi, F., Chennit, B., Batrouni, H., Benallaoua, K., Madani, K., & Boulekbache-Makhlouf, L. (2023).** Valorization of apricot, melon, and watermelon by-products by extracting vegetable oils from their seeds and formulating margarine. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids*, 30, 11.

**Brugnerotto, P., Fuente-Ballesteros, A., Martín-Gómez, B., Ares, A. M., Gonzaga, L. V., Fett, R., Costa, A. C., & Bernal, J. (2024).** Free amino acid profile in *Mimosa scabrella* honeydew honey from Brazil and chemometric analysis for geographical discrimination. *Food Research International*, 177, 113856.

**Brühl, L., & Unbehend, G. (2021).** Precise color communication by determination of the color of vegetable oils and fats in the CIELAB 1976 ( $L^* a^* b^*$ ) color space. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 123(7), 2000329.

**Bruneau E. 2002.** Le miel. In «Le Traité Rustica de l'Apiculture». Edition Rustica, 354-364.

**Burlando, B., & Cornara, L. (2013).** Honey in dermatology and skin care: a review. *Journal of Cosmetic Dermatology*, 12(4), 306-313.

**Cabirol, A., Moriano-Gutierrez, S., & Engel, P. (2024).** Neuroactive metabolites modulated by the gut microbiota in honey bees. *Molecular Microbiology*, 122(3), 284-293.

**Can, Z., Yildiz, O., Sahin, H., Turumtay, E. A., Silici, S., & Kolayli, S. (2015).** An investigation of Turkish honeys: Their physico-chemical properties, antioxidant capacities and phenolic profiles. *Food Chemistry*, 180, 133-141.

**Čanadanović-Brunet, J., Četković, G., Šaponjac, V. T., Stajčić, S., Vulić, J., Djilas, S., Štajner, D., & Popović, B. (2014).** Evaluation of phenolic content, antioxidant activity and sensory characteristics of Serbian honey-based product. *Industrial Crops and Products*, 62, 1-7.

**Carbone, V., Charrouf, Z., Carelli, A.A., Aparicio-Ruiz, R., Carrin, M.E., Gharsellaoui, M., Cozzolino, R., Rossignol-Castera, A., Crews, C., Skoulika, R., Aparicio, R., Zohar, K., Ayadi, M., Matthäus, B., Baumler, E.R., Chiarello, M.D., Penci, M.C., Zarrouk, M., Guillaume, D., Constenla, D., Garcia-Gonzalez, D.L., Harhar, H., Grati-Kamoun, N., & Ben Temime, S. (2001).** Assessment of chemical and physical-chemical properties of edible oils. *MAC-Oils*, 127-284.

- Chandel, V., Biswas, D., Roy, S., Vaidya, D., Verma, A., & Gupta, A. (2022).** Current advancements in pectin: extraction, properties and multifunctional applications. *Foods*, 11(17), 2683.
- Chang, C. C., Yang, M. H., Wen, H. M., & Chern, J. C. (2002).** Estimation of total flavonoid content in propolis by two complementary colorimetric methods. *Journal of Food and Drug Analysis*, 10(3), 178-182.
- Charef, M., Yousfi, M., Saidi, M., & Stocker, P. (2008).** Determination of the fatty acid composition of acorn (*Quercus*), *Pistacia lentiscus* seeds growing in Algeria. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 85, 921-924.
- Charef, M. (2011).** Contribution à l'étude de la composition chimique et étude des propriétés phytochimiques et nutritionnelles des lipides des fruits de *Pistacia lentiscus* et du *Quercus*. Thèse de doctorat en Chimie Organique Appliquée. Université Kasdi Merbah-Ouargla, Algérie, p. 98.
- Charrouf, Z., & Guillaume, D. (1999).** Ethnoeconomical, ethnomedical, and phytochemical study of *Argania spinosa* (L.) Skeels. *Journal of Ethnopharmacology*, 67(1), 7-14.
- Charrouf, Z., & Guillaume, D. J. (2007).** Phenols and polyphenols from *Argania spinosa*. *American Journal of Food Technology*, 2(7), 679-683.
- Cheong, L. Z., Tan, C. P., Long, K., Suria Affandi Yusoff, M., & Lai, O. M. (2009).** Physicochemical, textural and viscoelastic properties of palm diacylglycerol bakery margarine during storage. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 86(8), 723-731.
- Cheung, Y., Meenu, M., Yu, X., & Xu, B. (2019).** Phenolic acids and flavonoids profiles of commercial honey from different floral sources and geographic sources. *International Journal of Food Properties*, 22(1), 290–308.
- Chobot, V., Kubicova, L., Bachmann, G., & Hadacek, F. (2013).** Versatile redox chemistry complicates antioxidant capacity assessment: Flavonoids as milieu-dependent anti-and pro-oxidants. *International Journal of Molecular Sciences*, 14(6), 11830-11841.
- Choi, S.-H., & Nam, M. S. (2020).** Classification of honeydew and blossom honeys by principal component analysis of physicochemical parameters. *Korean Journal of Agricultural Science*, 47(1), 67–81.

- Chouaibi, M., Rezig, L., Mahfoudhi, N., Arafa, S., Donsi, F., Ferrari, G., & Hamdi, S. (2013).** Physicochemical Characteristics and Antioxidant Activities of *Zizyphus lotus* L. Seed Oil. *Journal of Food Biochemistry*, 37(5), 554-563.
- Chouaibi, M., Rezig, L., Gaout, N., Daoued, K. B., Msaada, K., & Hamdi, S. (2020).** Cold pressed *Pistacia lentiscus* seed oils. *Cold pressed oils*. Academic Press. pp. 373-384.
- Chougui, N., Djerroud, N., Naraoui, F., Hadjal, S., Aliane, K., Zeroual, B., & Larbat, R. (2015).** Physicochemical properties and storage stability of margarine containing opuntia ficus-indica peel extract as antioxidant. *Food Chemistry*, 173, 382-390.
- Choy, K., Nash, S. H., Kristal, A. R., Hopkins, S., Boyer, B. B., & O'Brien, D. M. (2013).** The carbon isotope ratio of alanine in red blood cells is a new candidate biomarker of sugar-sweetened beverage intake. *The Journal of Nutrition*, 143(6), 878-884.
- Christie, W. W. (1982).** A simple procedure for the transmethylation of glycerolipids and cholesteryl esters. *Journal of Lipid Research*, 23(7), 1072-1075.
- Christopoulou, E., Lazaraki, M., Komaitis, M., & Kaselimis, K. (2004).** Effectiveness of determinations of fatty acids and triglycerides for the detection of adulteration of olive oils with vegetable oils. *Food Chemistry*, 84(3), 463-474.
- Chrysam, M. M. (1996).** Margarines and spreads. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*, 3, 65-114.
- Ciavarella, M., Papangelo, A., & McMeeking, R. (2021).** Crack propagation at the interface between viscoelastic and elastic materials. *Engineering Fracture Mechanics*, 257, 108009.
- Codex Alimentarius. (1999).** Codex standard for named vegetable oils. *Codex stan*, 210, 1-13.
- Codex Alimentarius. (2001).** Standard for honey. Adopted in 1981. Revised in 1987.
- Codex Alimentarius. (2007).** Codex Stan 256-2007: Standard for Fat Spreads and Blended Spreads. Adopted in 2007, amended 2009.
- Colette, C., & Monnier, L. (2011).** Fatty acids: Classification, function and balance between the different families. *Médecine des Maladies Métaboliques*, 5(3), 237-246.
- Corbett, P. (2003).** It's time for an oil change! Opportunities for high-oleic vegetable oils, *INFORM- International News on Fats, Oils and Related Materials*, 14(8), 480-481.

- Cortopassi-Laurino M. & Gelli D.S. (1991).** Analyse pollinique, propriétés physico-chimiques et action antibactérienne des miels d'abeilles africanisées *Apis mellifera* et de Méliponinés du Brésil. *Apidologie*, 22(1), 61-73.
- Cotte J. F., Casabianca H., Chardon S., Lheritier J. & Grenier-Loustalot M. F. (2003).** Application of carbohydrate analysis to verify honey authenticity. *Journal of Chromatography A*, 1021(1-2), 145–155.
- Cotte J.F. (2004).** Analyse des miels. I- Vers de nouvelles méthodes d'investigation des adultérations. *Bulletin Technique Apicole*, 31(1), 15-24.
- Cruz-Casas, D. E., Aguilar, C. N., Ascacio-Valdés, J. A., Rodríguez-Herrera, R., Chávez-González, M. L., & Flores-Gallegos, A. C. (2021).** Enzymatic hydrolysis and microbial fermentation: The most favorable biotechnological methods for the release of bioactive peptides. *Food Chemistry: Molecular Sciences*, 3, 100047.
- Cushnie, T. T., & Lamb, A. J. (2005).** Antimicrobial activity of flavonoids. *International Journal of Antimicrobial Agents*, 26(5), 343-356.
- Da Costa, E., Silva, J., Mendonça, S. H., Abreu, M. H., & Domingues, M. R. (2016).** Lipidomic approaches towards deciphering glycolipids from microalgae as a reservoir of bioactive lipids. *Marine Drugs*, 14(5), 101.
- Daglia, M. (2012).** Polyphenols as antimicrobial agents. *Current opinion in biotechnology*, 23(2), 174-181.
- Daoued, K. B., Chouaibi, M., Gaout, N., Haj, O. B., & Hamdi, S. (2016).** Chemical composition and antioxidant activities of cold pressed lentisc (*Pistacialentiscus L.*) seed oil. *Rivista Italiana delle Sostanze Grasse*, 93, 31-38.
- Dary, O., & Hurrell, R. (2006).** Guidelines on food fortification with micronutrients. World Health Organization, Food and Agricultural Organization of the United Nations: Geneva, Switzerland, 2006, 1-376.
- Da Silva, P. M., Gauche, C., Gonzaga, L. V., Costa, A. C. O., & Fett, R. (2016).** Honey: Chemical composition, stability and authenticity. *Food Chemistry*, 196, 309–323.
- Dastmalchi, K., Damien-Dorman, H.J., Oinonen, P.P., Darwis, Y., Laakso, I. & Hiltunen, R. (2008).** Chemical composition and in vitro antioxidative activity of a lemon balm (*Melissa officinalis L.*) extract., *Food Science and Technology*, 41(3), 391-400.

- Decker, E. A., & Welch, B. (1990).** Role of ferritin as a lipid oxidation catalyst in muscle food. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 38(3), 674-677.
- Delamarre, S., & Batt, C. A. (1999).** The microbiology and historical safety of margarine. *Food Microbiology*, 16(4), 327-333.
- Deman, L., Deman, J. M., & Blackman, B. (1995).** Effect of tempering on the texture and polymorphic behaviour of margarine fats. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 97(2), 55-60.
- Demnati, D., Sánchez, S., Pacheco, R., Zahar, M., & Martínez, L. (2011).** Comparative study of argan and olive fruits and oils. *Actes du Premier Congrès International de l'Arganier*, 7, 435-441.
- Demole, M. (1970).** La margarine. Histoire et évolution. Ed, Dunod. Paris, p. 1869-1969.
- De Rossi, L., Rocchetti, G., Lucini, L., & Rebecchi, A. (2025).** Antimicrobial potential of polyphenols: Mechanisms of action and microbial responses A narrative review. *Antioxidants*, 14(2), 200.
- Devi, A., & Khatkar, B. S. (2017).** Relationship of physical properties of fats and oils with quality characteristics of cookie. *International Journal of Innovative Science Engineering Technology*, 6(8), 1567-72.
- Dhieb, C., Trabelsi, H., Boukhchina, S., & Sadfi-Zouaoui, N. (2021).** Evaluation of antifungal and antibacterial activities of Tunisian lentisc (*Pistacia lentiscus* L.) fruit oil. *Journal of Food and Nutrition Research*, 9(4), 177-181.
- Dhifi, W., Jelali, N., Chaabani, E., Beji, M., Fatnassi, S., Omri, S., & Mnif, W. (2013).** Chemical composition of Lentisk (*Pistacia lentiscus* L.) seed oil. *African Journal of Agricultural Research*, 8(16), 1395-1400.
- Di Meo, F., Lemaire, V., Cornil, J., Lazzaroni, R., Duroux, J. L., Olivier, Y., & Trouillas, P. (2013).** Free radical scavenging by natural polyphenols: Atom versus electron transfer. *The Journal of Physical Chemistry A*, 117(10), 2082-2092.
- Di Vincenzo, A., Tana, C., El Hadi, H., Pagano, C., Vettor, R., & Rossato, M. (2019).** Antioxidant, anti-inflammatory, and metabolic properties of tocopherols and tocotrienols: clinical implications for vitamin E supplementation in diabetic kidney disease. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(20), 5101.

- Djedaia, S. (2016).** Etude physico-chimique et caractérisation du fruit de la plante lentisque (*Pistacia lentiscus* L.) Thèse de doctorat. Faculté des sciences. Université Badji Mokhtar-Annaba, p. 174.
- Djerrou, Z., Djaalab, H., Riachi, F., Serakta, M., Chettou, A., Maameri, Z., Boutobza, B., & Hamdi-Pacha, Y. (2013).** Irritantcy potential and sub acute dermal toxicity study of *Pistacia lentiscus* fatty oil as a topical traditional remedy. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative Medicines*, 10(3), 480-489.
- Djouab, A., Benamara, S., Benamounah, A., Djemel, F., & Gougam, H. (2017).** Oxidative stability of margarine enriched with Phoenix canariensis L. date peel extract. *Iranian Journal of Chemistry and Chemical Engineering (IJCCE)*, 36(3), 53-64.
- Doghbage, A., Belhadj, S., Derridj, A., Mevy, J. P., Gauquelin, T., Merdas, S., Tonetto, A & Foulla, H. F. (2020).** Comparative eco-botanical analysis of *Pistacia lentiscus* L. in Algeria through morphological and ultra-structural markers related to leaves and stomata. *Agrobiologia*, 10(1), 1826-1836.
- Doukani K., Tabak S., Derriche A., & Hacini Z. (2014).** Etude physicochimique et phytochimique de quelques types de miels Algériens. *Ecologie-Environnement*, 10, 37-49.
- Ebrahimzadeh, M. A., Pourmorad, F., & Bekhradnia, A. R. (2008).** Iron chelating activity, phenol and flavonoid content of some medicinal plants from Iran. *African Journal of Biotechnology*, 7(18), 3188-3192.
- Echeverria, G., Leclerc, C., Giné-Bordonaba, J., & Romero, A. (2021).** Sensorial Evaluation and Aroma of Vegetable Oils. *Oil and Oilseed Processing: Opportunities and Challenges*, 245-278.
- El-Haskoury, R., Al-Waili, N., Kamoun, Z., Makni, M., Al-Waili, H., & Lyoussi, B. (2018).** Antioxidant activity and protective effect of carob honey in ccl4-induced kidney and liver injury. *Archives of Medical Research*, 49(5), 306–313.
- El-Soud, N. H. A., & Helmy, N. (2012).** Honey between traditional uses and recent medicine. *Macedonian Journal of Medical Sciences*, 5(2), 205-214.
- Erejuwa, O. O., Sulaiman, S. A., & Ab Wahab, M. S. (2012).** Fructose might contribute to the hypoglycemic effect of honey. *Molecules*, 17(2), 1900-1915.

- Ergenekon, M., & Çakır, Ç. A. (2024).** Impact of *Pistacia Terebinthus* on The Antioxidant Activity and Total Phenolics of Ice Cream Depending on Roasting Conditions and Incorporation Time. *Eurasian Journal of Food Science and Technology*, 8(2), 81-91.
- Escuredo, O., Miguez, M., Fernandez-Gonzalez, M., & Seijo, M. C. (2013).** Nutritional value and antioxidant activity of honeys produced in a European Atlantic area. *Food Chemistry*, 138(2-3), 851–856.
- Escuredo, O., Dobre, I., Fernández-González, M., & Seijo, M. C. (2014).** Contribution of botanical origin and sugar composition of honeys on the crystallization phenomenon. *Food Chemistry*, 149, 84–90.
- Escuredo, O., & Seijo, M. C. (2024).** Authenticity of honey: characterization, bioactivities and sensorial properties series II. *Foods*, 13(13), 2079.
- Eteraf-Oskouei, T., & Najafi, M. (2013).** Traditional and modern uses of natural honey in human diseases: a review. *Iranian Journal of Basic Medical Sciences*, 16(6), 731.
- Eymard, S. (2003).** Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation et de la transformation du chinchard (*Trachurus trachurus*): choix des procédés. Thèse de doctorat en Génie des procédés. Université de Nantes, France, p. 143.
- Fallahasgari, M., Barzegar, F., Abolghasem, D., & Nayebzadeh, K. (2023).** An overview focusing on modification of margarine rheological and textural properties for improving physical quality. *European Food Research and Technology*, 249(9), 2227-2240.
- Fanali, C., Della Posta, S., Vilmercati, A., Dugo, L., Russo, M., Petitti, T., Mondello, L., & De Gara, L. (2018).** Extraction, analysis, and antioxidant activity evaluation of phenolic compounds in different Italian extra-virgin olive oils. *Molecules*, 23(12), 3249.
- Farooqui, A. A., Ong, W. Y., Horrocks, L. A., Farooqui, A. A., Ong, W. Y., & Horrocks, L. A. (2008).** Glutamate and aspartate in brain. *Neurochemical Aspects of Excitotoxicity*, 3-20.
- Feás, X., Pires, J., Iglesias, A., & Estevinho, M. L. (2010).** Characterization of artisanal honey produced on the Northwest of Portugal by melissopalynological and physico-chemical data. *Food and Chemical Toxicology*, 48(12), 3462–3470.
- Feás X., Vázquez-Tato M., Estevinho L., Seijas J., & Iglesias A. (2012).** Organic bee pollen: botanical origin, nutritional value, bioactive compounds, antioxidant activity and microbiological quality. *Molecules*, 17 (7), 8359–8377.

- Fedeli, R., Vannini, A., Djatouf, N., Celletti, S., & Loppi, S. (2024).** Can lettuce plants grow in saline soils supplemented with biochar?. *Heliyon*, 10(4), 1-13.
- Fennema, O. R. (1996).** "Food Chemistry." 3rd ed. Boca Raton, FL, pp 1064.
- Ferreira, I. C., Aires, E., Barreira, J. C., & Estevinho, L. M. (2009).** Antioxidant activity of Portuguese honey samples: different contributions of the entire honey and phenolic extract. *Food Chemistry*, 114(4), 1438-1443.
- Fetter, D., & Carlson, A. J. (1931).** The Vitamin A and D Content of Some Margarines. *American Journal of Physiology-Legacy Content*, 96(2), 257-264.
- Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). (2022).** Fats and oils market review: Trends and outlook. Rome.
- Förstermann, U., Xia, N., & Li, H. (2017).** Roles of vascular oxidative stress and nitric oxide in the pathogenesis of atherosclerosis. *Circulation Research*, 120(4), 713–735.
- Frega, N., Mozzon, M., & Lercker, G. (1999).** Effects of free fatty acids on oxidative stability of vegetable oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 76(3), 325-329.
- Fruehwirth, S., Egger, S., Kurzbach, D., Windisch, J., Jirsa, F., Flecker, T., Ressler, M., Reiner, A. T., Firat, N., & Pignitter, M. (2021).** Ingredient-dependent extent of lipid oxidation in margarine. *Antioxidants*, 10(1), 105.
- Gao, H., Gao, W., Yang, X., Liu, Y., & Wang, Z. (2022).** Effects of different tempering temperatures on the properties of industrial sheet margarine. *RSC Advances*, 12(36), 23311-23321.
- Gerlei, M., Pierson, H., Ponçot, M., Kahn, C. J., & Linder, M. (2024).** Chemical Composition and Crystallization Behavior of Oil and Fat Blends for Spreadable Fat Applications. *Foods*, 13(20), 3305.
- Gheldof, N. & Engeseth, N. J. (2002).** Antioxidant capacity of honeys from various floral sources based on the determination of oxygen radical absorbance capacity and inhibition of in vitro lipoprotein oxidation in human serum samples. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 50(10), 3050–3055.
- Ghramh, H.A., Khan, K.A., & Alshehri, A.M.A. (2019).** Antibacterial potential of some Saudi honeys from Asir region against selected pathogenic bacteria. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 26(6), 1278–1284.

- Giuliani, A., Cerretani, L., & Cichelli, A. (2011).** Chlorophylls in olive and in olive oil: chemistry and occurrences. *Critical reviews in Food Science and Nutrition*, 51(7), 678-690.
- Gliszczyńska-Świgło, A., & Sikorska, E. (2004).** Simple reversed-phase liquid chromatography method for determination of tocopherols in edible plant oils. *Journal of Chromatography A*, 1048(2), 195-198.
- Glover, A. D., & Kolb, K. E. (1991).** Demonstrating what "light" margarine means. *Journal of Chemical Education*, 68(8), 654.
- Goodarzi, B. & Khosravi, A. (2013).** The Effects of simultaneous 8 weeks *Astragalus* sp/*Euphorbia cheriradenia* honey supplementation and endurance training on membrane lipid peroxidation of erythrocytes after a bout acute Exhaustive treadmill exercise in rats. *European Academic Research*, 1(2), 2286- 4822.
- Gorinstein, S., Martin-Belloso, O., Katrich, E., Lojek, A., Číž, M., Gligelmo-Miguel, N., Haruenkit, R., Park, Y.S., Jung, S.T., & Trakhtenberg, S. (2003).** Comparison of the contents of the main biochemical compounds and the antioxidant activity of some Spanish olive oils as determined by four different radical scavenging tests. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 14(3), 154-159.
- Guignard, J.L., 2001.** *Botanique systématique moléculaire*. 12<sup>ème</sup> Edition Masson, Paris. pp. 174-274.
- Gülçin, İ., Oktay, M., Kirreççi, E., & Küfrevioğlu, Ö. I., (2003).** Screening of antioxidant and antimicrobial activities of anise (*Pimpinella anisum* L.) seed extracts. *Food Chemistry*, 83(3), 371-382.
- Gülçin, I., Alici, H. A., & Cesur, M. (2005).** Determination of in vitro antioxidant and radical scavenging activities of propofol. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 53(3), 281-285.
- Gultepe, E. E., Cetingul, I. S., Uyarlar, C., Iqbal, A., Rahman, A., Hacisalihoglu, S., Ozcinar, U., & Bayram, I. (2018).** Effects of *Pistacia terebinthus* seed meal and different storage times on egg quality of laying hens. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 47, 1-5.
- Gunstone, F. (2009).** *The chemistry of oils and fats: sources, composition, properties and uses*. Wiley & Sons. pp. 282.

- Gupta, E. (2020).**  $\beta$ -Sitosterol: Predominant phytosterol of therapeutic potential. *Innovations in Food Technology: Current Perspectives and Future Goals*, 465-477.
- Gutiérrez-Rosales, F., Garrido-Fernández, J., Gallardo-Guerrero, L., Gandul-Rojas, B., & Minguéz-Mosquera, M. I. (1992).** Action of chlorophylls on the stability of virgin olive oil. *Journal of the American Oil Chemists Society*, 69, 866-871.
- Ha, J. W., Choi, J. Y., & Boo, Y. C. (2023).** Differential effects of histidine and histidinamide versus cysteine and cysteinamide on copper ion-induced oxidative stress and cytotoxicity in HaCaT keratinocytes. *Antioxidants*, 12(4), 801.
- Habib H. M., Al Meqballi F. T., Kamal H., Souka U. D., & Ibrahim W. H. (2014).** Physicochemical and biochemical properties of honeys from arid regions. *Food Chemistry*, 153, 35–43.
- Hadi, H., Omar, S., & Awadh, A. I. (2016).** Honey, a gift from nature to health and beauty: A review. *British Journal of Pharmacy*, 9(1), 46-54.
- Harris, W. S., Mozaffarian, D., Rimm, E., Kris-Etherton, P., Rudel, L. L., Appel, L. J., Engler, M.R., Engler, M.M., & Sacks, F. (2009).** Omega-6 fatty acids and risk for cardiovascular disease: a science advisory from the American Heart Association Nutrition Subcommittee of the Council on Nutrition, Physical Activity, and Metabolism; Council on Cardiovascular Nursing; and Council on Epidemiology and Prevention. *Circulation*, 119(6), 902-907.
- Harun, M. (2019).** Fatty acid composition of sunflower in 31 inbreed and 28 hybrid. *Biomedical Journal of Scientific and Technical Research*, 16(3), 12032-12038.
- Haydon, G. F. (1969).** Correlation between refractive index and iodine value in sunflower oil from Queensland grown seed. *Queensland Journal of Agricultural and Animal Sciences*, 26(4), 509-511.
- Hermosín, I., Chicon, R. M., & Cabezudo, M. D. (2003).** Free amino acid composition and botanical origin of honey. *Food Chemistry*, 83(2), 263-268.
- Himed, L., & Barkat, M. (2014).** Élaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de Citrus limon. *Oilseeds and fats, Crops and Lipids*, 21(1), A102.
- Hossain, M., Niloy, S., Hosen, A., Islam, M., Islam, Z., Das, S., & Rana, M. (2016).** Antioxidant Activities and HPLC-DAD Based Phenolic Content Determination of *Bauhinia scandens*. *British Journal of Pharmaceutical Research*, 14(6), 1–9.

- Hsu, C. Y., Chao, P. Y., Hu, S. P., & Yang, C. M. (2013).** The antioxidant and free radical scavenging activities of chlorophylls and pheophytins. *Food and Nutrition Sciences*, 4(8), 1-8.
- Huang, J., Zaynab, M., Sharif, Y., Khan, J., Al-Yahyai, R., Sadder, M., Ali, M., Alarab, S.R., & Li, S. (2024).** Tannins as Antimicrobial Agents: Understanding Toxic Effects on Pathogens. *Toxicon*, 247, 107812.
- Huchet, E., Julie, C. & Laurent, G. (1996).** Les constituants chimiques du Miel. *Science et Medecine*, 4, 1-7.
- Humphrey, A. M. (2004).** Chlorophyll as a color and functional ingredient. *Journal of Food Science*, 69(5), 422-425.
- Humphries, R., Bobenchik, A. M., Hindler, J. A., & Schuetz, A. N. (2021).** Overview of changes to the clinical and laboratory standards institute performance standards for antimicrobial susceptibility testing, M100. *Journal of Clinical Microbiology*, 59(12), 10-1128.
- Ichihara, K., Shibahara, A., Yamamoto, K., & Nakayama, T. (1996).** An improved method for rapid analysis of the fatty acids of glycerolipids. *Lipids*, 31(5), 535-539.
- Idris, Y. M. A., Mariod, A. A., & Hamad, S. I. (2011).** Physicochemical properties, phenolic contents and antioxidant activity of sudanese honey. *International Journal of Food Properties*, 14(2), 450–458.
- Imoisi, O. B., Ukhun, M. E., Ezoguan, V. O., & Osemwegie, Q. E. (2018).** Fatty acid profiles, correlation of iodine value, refractive index of heated, unheated palm kernel oil and palm olein. *Journal of Chemical Society of Nigeria*, 43(4). 745-751.
- Imtara, H., Elamine, Y., & Lyoussi, B. (2018).** Physicochemical characterization and antioxidant activity of Palestinian honey samples. *Food Science & Nutrition*, 6(8), 2056-2065.
- İnanlar, B., & Altay, F. (2024).** The method that makes oils and fats healthier: interesterification. *Black Sea Journal of Engineering and Science*, 7(5), 1081-1091.
- International olive council, (2017).** Determination of the difference between actual and theoretical content of triacylglycerols with ecn 42, principe de Vergara, 154-28002 COI/T.20/Doc. No 20 /Rev. 4.
- International olive council, (2020).** Determination of the composition and content of sterols triterpenic dialcoholsnans aliphatic alcohols by capillary column gas chromatography, principe de Vergara, 154-28002 Madrid. COI/T.20/Doc. N° 26 Rév. 5 p. 10.

- Isla, M.I., Craig, A., Ordoñez, R., Zampini, C., Sayago, J., Bedascarrasbure, E., Alvarez, A., Salomón, V., & Maldonado, L. (2011).** Physico chemical and bioactive properties of honeys from Northwestern Argentina. *LWT - Food Science and Technology*, 44(9), 1922–1930.
- Ismail, M. M., Hamad, M. F., & Elraghy, E. M. (2018).** Using goat's milk, barley flour, honey, and probiotic to manufacture of functional dairy product. *Probiotics and Antimicrobial Proteins*, 10, 677-691.
- ISO 8292. (1995).** Animal and vegetable fats and oils- determination of solid fat content - Pulsed nuclear magnetic resonance method. ISO: Geneva.
- ISO-3961. (1996).** Animal and Vegetable Fats and Oils- determination of iodine value. ISO: Geneva.
- ISO-6320. (2000).** Animal and Vegetable Fats and oils- determination of refractive index. ISO: Geneva.
- ISO-6321. (2002).** Animal and vegetable fats and oils- determination of melting point in open capillary tube (slip point). ISO: Geneva.
- ISO 6579. (2002).** Microbiology of Food and Animal Feeding Stuffs—Horizontal Method for the Detection of Salmonella spp. 4th Edition. ISO, Geneva, Switzerland.
- ISO 6888-1. (2003).** Microbiology of food and animal feeding stuffs.- Horizontal method for the enumeration of coagulase positive staphylococci (Staphylococcus aureus and other. ISO, Geneva, Switzerland.
- ISO-15648. (2004).** fats and butter- determination of salt content. ISO: Geneva.
- ISO 7251. (2005).** Microbiology of food and animal feeding stuffs. Horizontal method for the detection and enumeration of presumptive Escherichia coli. Most probable number technique. ISO, Geneva, Switzerland.
- ISO-6886. (2006).** Animal and vegetable fats and oils- determination of oxidation stability ( accelerated oxidation test). ISO: Geneva.
- ISO-3960. (2007).** Animal and vegetable fats and oils- determination of peroxide value. ISO: Geneva.
- ISO 21527- 2. (2008).** Microbiology of food and animal feeding stuffs - Horizontal method for the enumeration of yeasts and moulds -Part 2: Colony count technique in products with water activity less than or equal to 0,95. ISO, Geneva, Switzerland.

- ISO 4833. (2008).** Microbiology of food and animal feeding stuffs-Horizontal method for the enumeration of microorganisms-Colony-count technique at 30 degrees C. ISO, Geneva, Switzerland.
- ISO-8292-1. (2008).** Animal and vegetable fats and oils- determination of solid fat content by pulsed NMR part 1- direct methode. ISO: Geneva.
- ISO-660. (2009).** Animal and vegetable fats and oils- determination of Acid Value and Acidity. ISO: Geneva.
- ISO-27608. (2010).** Animal and vegetable fats and oils- determination of LovibondR colour - automatic method. ISO: Geneva.
- ISO-662. (2016).** Animal and vegetable fats and oils- determination of moisture and volatile matter content. ISO: Geneva.
- ISO-6883. (2017).** Animal and vegetable fats and oils- determination of density. ISO: Geneva.
- ISO-3657. (2020).** Animal and vegetable fats and oils- determination of saponification value. ISO: Geneva.
- Israili, Z. H. (2014).** Antimicrobial properties of honey. *American Journal of Therapeutics*, 21(4), 304-323.
- Issaad, F.Z, Fernandes, I. P. G., Enache, T.A, Mouats, C., & Oliveira-Brett, A.M. (2018).** Honey and pollen phenolic composition, antioxidant capacity, and DNA protecting properties. *Electroanalysis*, 30, 1–9.
- Ivanova, M., Hanganu, A., Dumitriu, R., Tociu, M., Ivanov, G., Stavarache, C., Liliana Popescu, L., Ghendov-Mosanu, A., Sturza, R., Deleanu, C., & Chira, N. A. (2022).** Saponification value of fats and oils as determined from <sup>1</sup>H-NMR data: The Case of Dairy Fats. *Foods*, 11(10), 1466.
- Izzah N. I., Kadir M. R. A., Zulkifli R. M., & Mohamed M. (2021).** Antioxidant profiles between Malaysian Apis and Trigona honeys. *Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 25 (2), 243-256.
- Jaganathan, S. K., & Mandal, M. (2009).** Antiproliferative effects of honey and of its polyphenols: A review. *Journal of Biomedicine and Biotechnology*, 2009(1), 1–13.

- James, O. O., Mesubi, M. A., Usman, L. A., Yeye, S. O., Ajanaku, K. O., Ogunniran, K. O., Ajani, O., & Siyanbola, T. O. (2009).** Physical characterisation of some honey samples from North-Central Nigeria. *International Journal of Physical Sciences*, 4(9), 464-470.
- Jaśkiewicz, K., Szczęsna, T., & Jachula, J. (2025).** How Phenolic Compounds Profile and Antioxidant Activity Depend on Botanical Origin of Honey A Case of Polish Varietal Honeys. *Molecules*, 30(2), 360.
- Jéanne F. (2004).** Le miel de miellat (origine, nature et composition). *Bulletin Technique Apicole*, 31(2), 87-92.
- Jiang, J., Shi, D., Zhou, X. Q., Yin, L., Feng, L., Liu, Y., Jiang, W.D., & Zhao, Y. (2015).** Effects of glutamate on growth, antioxidant capacity, and antioxidant-related signaling molecule expression in primary cultures of fish enterocytes. *Fish Physiology and Biochemistry*, 41, 1143-1153.
- Jiang, Q., Im, S., Wagner, J. G., Hernandez, M. L., & Peden, D. B. (2022).** Gamma-tocopherol, a major form of vitamin E in diets: Insights into antioxidant and anti-inflammatory effects, mechanisms, and roles in disease management. *Free Radical Biology and Medicine*, 178, 347-359.
- Kaanin-Boudraa, G., Brahmi, F., Wrona, M., Nerín, C., Hadjal, S., Madani, K., & Boulekbache-Makhlouf, L. (2021).** Citrus paradisi essential oil as a promising agent for margarine storage stability: Composition and antioxidant capacity. *Journal of Food Processing and Preservation*, 45(5), e15374.
- Kaanin-Boudraa, G., Hamitri-Guerfi, F., Harfi, L., Kernou, O. N., Brahmi, F., Hardou-Belhocine, K., Hadjal, S., & Madani, K. (2023).** Physicochemical characterization and antioxidant capacity of the extracted oil from date pits and its effect on storage stability of margarine. *North African Journal of Food and Nutrition Research*, 7(16), 54-67.
- Kandji, N. A. (2001).** Etude de la composition chimique et de la qualité d'huiles végétales artisanales consommées au Sénégal. Thèse de doctorat en pharmacie. Université cheikh anta diop-dakar, Sénégal, p. 99.
- Karabulut, I. (2010).** Effects of  $\alpha$ -tocopherol,  $\beta$ -carotene and ascorbyl palmitate on oxidative stability of butter oil triacylglycerols. *Food Chemistry*, 123(3), 622–627.
- Karasu, S., Toker, O. S., Yilmaz, M. T., Karaman, S., & Dertli, E. (2015).** Thermal loop test to determine structural changes and thermal stability of creamed honey: Rheological characterization. *Journal of Food Engineering*, 150, 90-98.

- Karleskind, A. (1992).** Manuel Des Corps Gras; Technique et Documentation-Lavoisier. Nahrung, 36, 621.
- Karri, S., Sharma, S., Hatware, K., & Patil, K. (2019).** Natural anti-obesity agents and their therapeutic role in management of obesity: A future trend perspective. Biomedicine & Pharmacotherapy, 110, 224–238.
- Kassim, M., Achoui, M., Mansor, M., & Yusoff, K. M. (2010).** The inhibitory effects of Gelam honey and its extracts on noucheitric oxide and prostaglandin E2 in inflammatory tissues. Fitoterapia, 81(8), 1196–1201.
- Kast, C. (2014).** Comment maitriser la teneur en eau du miel ? Revue suisse d'apiculture, 8, 24-27.
- Kejík, Z., Kapláneek, R., Masařík, M., Babula, P., Matkowski, A., Filipenský, P., Vesela, K., Gburek, J., sykora, D., Martasek, P., & Jakubek, M. (2021).** Iron complexes of flavonoids-antioxidant capacity and beyond. International Journal of Molecular Sciences, 22(2), 646.
- Khalifaoui, M., & Mezni, F. (2024).** A review on *Pistacia lentiscus* seeds oil in Tunisia: Nutraceutical and economic potential. Journal of Materials and Environmental Science, 15 (10), 1469, 1477.
- Khalil, M.I., Moniruzzaman, M., Boukraâ, L., Benhanifia, M., Islam, M.A., Islam, M.N., Sulaiman, S.A., & Gan, S.H. (2012).** Physicochemical and antioxidant properties of Algerian Honey. Molecules, 17(9), 199–215.
- Khan, Z., Nath, N., Rauf, A., Emran, T. B., Mitra, S., Islam, F., Chandran, D., Barua, J., khandaker, M.U., Idris, A.M., & Thiruvengadam, M. (2022).** Multifunctional roles and pharmacological potential of  $\beta$ -sitosterol: Emerging evidence toward clinical applications. Chemico-Biological Interactions, 365, 110-117.
- Kiin-Kabari, D. B., Umunna, P. S., & Giami, S. Y. (2020).** Physicochemical properties and fatty acid profile of African elemi fruit pulp oil compared with palm kernel oil. European Journal of Agriculture and Food Sciences, 2(6), 1-5.
- Kılıç, K., Onal-Ulusoy, B., & Boyacı, İ. H. (2007).** A novel method for color determination of edible oils in  $L^* a^* b^*$  format. European Journal of Lipid Science and Technology, 109(2), 157-164.

- Kivima, E., Tanilas, K., Martverk, K., Rosenvald, S., Timberg, L., & Laos, K. (2021).** The composition, physicochemical properties, antioxidant activity, and sensory properties of Estonian honeys. *Foods*, 10(3), 1-14.
- Klere, J., & Mordret, F. (2000).** De Mege-Mouries aux margarines d'aujourd'hui. *Actualite Chimique*, (11), 10-12.
- Koushki, M., Nahidi, M., & Cheraghali, F. (2015).** Physico-chemical properties, fatty acid profile and nutrition in palm oil. *Archives of Advances in Biosciences*, 6(3), 117-134.
- Kozhoridze, G., Orlovsky, N., Orlovsky, L., Blumberg, D. G., & Golan-Goldhirsh, A. (2015).** Geographic distribution and migration pathways of *Pistacia*—present, past and future. *Ecography*, 38(11), 1141-1154.
- Krishnan, R., Mohammed, T., Kumar, G. S., & Arunima, S. (2021).** Honey crystallization: Mechanism, evaluation and application. *Pharmaceutical Innovation*, 10(5), 222-31.
- Kritchevsky, D. (1995).** Fatty acids, triglyceride structure, and lipid metabolism. *The Journal of Nutritional Biochemistry*, 6(4), 172-178.
- Lachman, J., Koliňová, D., Miholová, D., Kořata, J., Titěra, D., & Kult, K. (2007).** Analysis of minority honey components: Possible use for the evaluation of honey quality. *Food Chemistry*, 101(3), 973–979.
- Laia, O. M., Ghazalia, H. M., Cho, F., & Chong, C. L. (2000).** Physical and textural properties of an experimental table margarine prepared from lipase-catalysed transesterified palm stearin: palm kernel olein mixture during storage. *Food Chemistry*, 71(2), 173-179.
- Laincer, F., Keramane, B., Tamendjari, A., Pallotti, G., Rovellini, P., Hadjal, S., Souagui, S., & Bachir-Bey, M. (2025).** Margarine formulation with virgin olive oil as a substitute for synthetic antioxidants and enhancing nutritional and functional properties. *Acta Alimentaria*, 54(2), 294-305.
- Laouar, H. (2017).** Analyses polliniques et physico-chimiques des miels du Nord Est algérien. Thèse de doctorat en Sciences et Biologie Végétale. Université BADJI Mokhtar–Annaba, p. 159.
- Lazaridou, A., Biliaderis, C. G., Bacandritsos, N., & Sabatini, A. G. (2004).** Composition, thermal and rheological behaviour of selected Greek honeys. *Journal of Food Engineering*, 64(1), 9-21.

- Lequeux, R., & Bruneau, E. (2009).** Guide des bonnes pratiques Apicoles. Edition Louvain-la-Neuve, 3, 4-78.
- Li, J., Cui, H., Xu, X., Li, J., Lu, M., Guan, X., Zhu, D., & Liu, H. (2022).** Effect of fat replacement by inulin on the physicochemical properties and sensory attributes of low-fat margarine. *Food Hydrocolloids*, 133, 107868.
- Li, J., Liao, R., Zhang, S., Weng, H., Liu, Y., Tao, T., Yu, F., Li, G., & Wu, J. (2023).** Promising remedies for cardiovascular disease: Natural polyphenol ellagic acid and its metabolite urolithins. *Phytomedicine*, 116, 154867.
- Liu, Y., Chen, Y., & Fukui, K. (2024).**  $\alpha$ -Tocotrienol Protects Neurons by Preventing Tau Hyperphosphorylation via Inhibiting Microtubule Affinity-Regulating Kinase Activation. *International Journal of Molecular Sciences*, 25(15), 8428.
- Livermore, D. M. (2002).** Multiple mechanisms of antimicrobial resistance in *Pseudomonas aeruginosa*: our worst nightmare?. *Clinical Infectious Diseases*, 34(5), 634-640.
- Lobreau-Callen D., Clément M-C. & Marmion V. (1999).** Les miels. *Techniques de L'ingénieur*, 1-20.
- Loizou, S., Lekakis, I., Chrousos, G. P., & Moutsatsou, P. (2010).**  $\beta$ -Sitosterol exhibits anti-inflammatory activity in human aortic endothelial cells. *Molecular Nutrition & Food Research*, 54(4), 551-558.
- López-López, A., Castellote-Bargalló, A. I., & López-Sabater, M. C. (2001).** Comparison of two direct methods for the determination of fatty acids in human milk. *Chromatographia*, 54, 743-747.
- Louvreaux, J., Maurizio, A., & Vorwohl, G. (1978).** Methods of melissopalynology. *BeeWorld*, 59, 139–157.
- Louveaux J. (1985).** Les produits du rucher. Les abeilles et leur élevage. Food and Agriculture Organization of the United Nations- International System for Agricultural Science and Technology. 165–199.
- Lukić, M., Lukić, I., & Moslavac, T. (2021).** Sterols and triterpene diols in virgin olive oil: A comprehensive review on their properties and significance, with a special emphasis on the influence of variety and ripening degree. *Horticulturae*, 7(11), 493.
- Maamei–Habibatni Z. (2014).** *Pistacia lentiscus* L.: Evaluation pharmaco-toxicologique. Thèse de Doctorat en sciences. Université de Constantine I, p. 138.

- Mahmoud, A. A., Owayss, A. A., Iqbal, J., & Raweh, H. S. (2023).** Modified Equations to Calculate Water Content and Refractive Index of Honey Based on Its Total Soluble Solids. *Journal of Food Engineering and Technology*, 12(1), 29-33.
- Majewska, E., Drużyńska, B., & Wołosiak, R. (2019).** Determination of the botanical origin of honeybee honeys based on the analysis of their selected physicochemical parameters coupled with chemometric assays. *Food Science and Biotechnology*, 28(5), 1307–1314.
- Makhloufi, C., Kerkvliet, J. D., D'albore, G. R., Choukri, A., & Samar, R. (2010).** Characterization of Algerian honeys by palynological and physico-chemical methods. *Apidologie*, 41(5), 509-521.
- Makhloufi, C., Kerkvliet, J., & Schweitzer, P. (2015).** Characterisation of some monofloral Algerian honeys by pollen analysis. *Grana*, 54(2), 156-166.
- Makhloufi, C., Ait Abderrahim, L., & Taibi, K. (2021).** Characterization of some Algerian honeys belonging to different botanical origins based on their physicochemical properties. *Iranian Journal of Science and Technology, Transaction A, Science*, 45, 189–199.
- Maliar, T., Maliarová, M., Blažková, M., Kunštek, M., Uváčková, L., Viskupičová, J., Purdesova, A., & Beňovič, P. (2023).** Simultaneously Determined Antioxidant and Pro-Oxidant Activity of Randomly Selected Plant Secondary Metabolites and Plant Extracts. *Molecules*, 28(19), 6890.
- Malik, D., Narayanasamy, N., Pratyusha, V. A., Thakur, J., & Sinha, N. (2023).** Dietary Lipids and Health. In *Textbook of Nutritional Biochemistry*. pp. 193-228.
- Maniet, G., Jacquet, N., & Richel, A. (2019).** Recovery of sterols from vegetable oil distillate by enzymatic and non-enzymatic processes. *Comptes Rendus Chimie*, 22(4), 347-353.
- Marangoni, A. G. (2025).** Perspective: Margarine as an emulsion-filled colloidal oleogel. *Physics of Fluids*, 37(1). 011302.
- Marchenay, P., & Bernard, L. (2007).** *L'homme, l'abeille et le miel*. Paris, De Borée. 223-225.
- Martínez-Pallé, E., & Aronne, G. (2000).** Reproductive cycle of *Pistacia lentiscus* (Anacardiaceae) in southern Italy. *Plant Biosystems*, 134(3), 365-371.

- Mathäus, B. W. (1996).** Determination of the oxidative stability of vegetable oils by Rancimat and conductivity and chemiluminescence measurements. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 73, 1039-1043.
- Mathur, P., Ding, Z., Saldeen, T., & Mehta, J. L. (2015).** Tocopherols in the prevention and treatment of atherosclerosis and related cardiovascular disease. *Clinical Cardiology*, 38(9), 570-576.
- Maurizi, L., Lasalvia, A., Fabiano, M. G., D'Intino, E., Del Cioppo, F., Frascchetti, C., Filippi, A., Ammendolia, M. G., Conte, L. A., Forte, J., Corinti, D., Cerstoni, M.E., Carafa, .M., Marianecchi, C., Rinaldi, F., & Longhi, C. (2024).** Lentisk (*Pistacia lentiscus*) oil nanoemulsions loaded with levofloxacin: Phytochemical profiles and antibiofilm activity against *Staphylococcus* spp. *Pharmaceutics*, 16(7), 927.
- McAnalley, S., Koepke, C. M., Le, L., Vennum, E., & McAlley, B. (2003).** In Vitro methods for testing antioxidant potential: a review. *Glycoscience & Nutrition*, 4, 1-9.
- McClements, D. J., & Decker, E. A. (2000).** Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: Impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. *Journal of Food Science*, 65(8), 1270-1282.
- McClements, D. J. (2004).** Food emulsions: principles, practices, and techniques. CRC press. pp.557.
- McFarland, J. (1907).** The nephelometer: an instrument for estimating the number of bacteria in suspensions used for calculating the opsonic index and for vaccines. *Journal of the American Medical Association*, 49(14), 1176-1178.
- Meda, A., Lamien, C. E., Romito, M., Millogo, J., & Nacoulma, O. G. (2005).** Determination of the total phenolic, flavonoid and proline contents in Burkina Fasan honey, as well as their radical scavenging activity. *Food Chemistry*, 91(3), 571-577.
- Medeiros, A. B., Pandey, A., Freitas, R. J., Christen, P., & Soccol, C. R. (2000).** Optimization of the production of aroma compounds by *Kluyveromyces marxianus* in solid-state fermentation using factorial design and response surface methodology. *Biochemical Engineering Journal*, 6(1), 33-39.
- Mehenni, C., Atmani-Kilani, D., Dumarçay, S., Perrin, D., Gérardin, P., & Atmani, D. (2016).** Hepatoprotective and antidiabetic effects of *Pistacia lentiscus* leaf and fruit extracts. *Journal of Food and Drug Analysis*, 24(3), 653-669.

- Meital, L. T., Windsor, M. T., Perissiou, M., Schulze, K., Magee, R., Kuballa, A., Golledge, J., Bailey, T. G., Askew, C. D., & Russell, F. D. (2019).** Omega-3 fatty acids decrease oxidative stress and inflammation in macrophages from patients with small abdominal aortic aneurysm. *Scientific Reports*, 9(1), 12978.
- Mensink, R. P., & Katan, M. B. (1992).** Effect of dietary fatty acids on serum lipids and lipoproteins. A meta-analysis of 27 trials. *Arteriosclerosis and thrombosis: a Journal of Vascular Biology*, 12(8), 911-919.
- Merouane, A., Noui, A., Ali, K. N. B., & Saadi, A. (2014).** Activité antioxydante des composés phénoliques d'huile d'olive extraite par méthode traditionnelle. *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 8(4), 1865-1870.
- Meziani, S., Menadi, N., Haoud, K., Mehidda, H., Benattouche, Z., & Benali, M. (2021).** Inhibition de l'oxydation de l'huile de Tournesol produite en Algérie par les produits de Maillard. *Revue Nature et Technologie*, 13(1), 72-80.
- Mezni, F., Maaroufi, A., Msallem, M., Boussaid, M., Khouja, M. L., & Khaldi, A. (2012).** Fatty acid composition, antioxidant and antibacterial activities of *Pistacia lentiscus* L. fruit oils. *Journal of Medicinal Plants Research*, 6(39), 5266-5271.
- Mezni, F., Khouja, M., Gregoire, S., Martine, L., Khaldi, A., & Berdeaux, O. (2014).** Effect of growing area on tocopherols, carotenoids and fatty acid composition of *Pistacia lentiscus* edible oil. *Journal of Natural Product and Plant Resources*, 28(16), 1225–1230.
- Mezni, F., Labidi, A., Msallem, M., Boussaid, M., Khouja, M. L., & Khaldi, A. (2014).** Influence of harvest date on fatty acid composition and antioxidant activity of *Pistacia lentiscus* L. edible oils. *Journal of Materials and Environmental Science*, 5(6), 1703-1708.
- Mezni, F., Aouadhi, C., Khouja, M. L., Khaldi, A., & Maaroufi, A. (2015).** In vitro antimicrobial activity of *Pistacia lentiscus* L. edible oil and phenolic extract. *Natural Product Research*, 29(6), 565-570.
- Mezni, F., Labidi, A., Khouja, M. L., Martine, L., Berdeaux, O., & Khaldi, A. (2016).** Diversity of sterol composition in Tunisian *Pistacia lentiscus* seed oil. *Chemistry & Biodiversity*, 13(5), 544-548.
- Mezni, F., Slama, A., Ksouri, R., Hamdaoui, G., Khouja, M. L., & Khaldi, A. (2018).** Phenolic profile and effect of growing area on *Pistacia lentiscus* seed oil. *Food Chemistry*, 257, 206-210.

- Mezni, F., Martine, L., Khouja, M. L., Berdeaux, O., & Khaldi, A. (2020).** Identification and quantitation of tocopherols, carotenoids and triglycerides in edible *Pistacia lentiscus* oil from Tunisia. *Journal of Materials and Environmental Science*, 11(1), 79-84.
- Mezni, F., Khouja, M. L., & Khaldi, A. (2021).** Geographical patterns of morphological variation in *Pistacia lentiscus* L. L. *Journal of Materials and Environmental Science*, 12(7), 912-8.
- Mezni, F., Slama, A., Ayari, F., Smirani, K., Khaldi, A. (2023).** Effect of fruits storage conditions on the yield and the quality of *Pistacia lentiscus* oil. *Mediterranean Journal of Chemistry*, 13(1), 8-12.
- Milek, M., Bocian, A., Kleczyńska, E., Sowa, P., & Dżugan, M. (2021).** The comparison of physicochemical parameters, antioxidant activity and proteins for the raw local Polish honeys and imported honey blends. *Molecules*, 26(9), 2423.
- Miskandar, M. S., Man, Y. C., Yusoff, M. S. A., & Rahman, R. A. (2005).** Quality of margarine: fats selection and processing parameters. *Asia Pacific journal of Clinical Nutrition*, 14(4), 387.
- Moens, K., Tavernier, I., & Dewettinck, K. (2018).** Crystallization behavior of emulsified fats influences shear-induced partial coalescence. *Food Research International*, 113, 362-370.
- Mohammadi-Nasrabadi, F., Rashidimehr, A., Khoshtinat, K., Alhouei, B., Massomian, A., Rashidian, M., & Esfarjani, F. (2024).** A Comparative Analysis of Butter, Ghee, and margarine and its implications for healthier fat and oil group choices: swot Analysis. *Food Science & Nutrition*, 12(12), 10123-10135.
- Molina, F.O., Alizadeh, K., Bucarey, S.A., Castaneza-Zúñiga, E., & Vásquez-Quitral, P. (2020).** Analysis of organic molecules, physicochemical parameters and pollen as indicators for authenticity, botanical origin, type and quality of honey samples examined. *International Journal of Food Properties*, 23 (1), 2242–2256.
- Mongi, R. J., & Ruhembe, C. C. (2024).** Sugar profile and sensory properties of honey from different geographical zones and botanical origins in Tanzania. *Heliyon*, 10(18). 19-21.
- Moniruzzaman M., Sulaiman S., Khalil M., & Gan S. (2013).** Evaluation of physicochemical and antioxidant properties of sourwood and other Malaysian honeys: A comparison with manuka honey. *Chemistry Central Journal*, 7 (1), 138.

- Montaser, M., Ali, A. T., Sayed, A. M., Abdelmohsen, U. R., Zidan, E.W., Orfali, R., Rateb, M. E., Zaki, M. A., Hassan, H. M., & Mohammed, R. (2022).** <sup>1</sup>H-NMR metabolic profiling, antioxidant activity, and docking study of common medicinal plant-derived honey. *Antioxidants*, 11(10), 1880.
- Moriya, Y., Hasome, Y., & Kawai, K. (2020).** Effect of solid fat content on the viscoelasticity of margarine and impact on the rheological properties of cookie dough and fracture property of cookie at various temperature and water activity conditions. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 14(6), 2939-2946.
- Mouhoubi-Tafnine, Z., Ouchemoukh, S., & Tamendjari, A. (2016).** Antioxydant activity of some Algerian honey and propolis. *Industrial Crops & Products*, 88, 85–90.
- Mouhoubi-Tafnine, Z., Ouchemoukh S., Bachir bey M., Louaileche, H. & Tamendjari, A. (2018).** Effect of storage on hydroxymethylfurfural (HMF) and color of some Algerian honey. *International Food Research Journal*, 25(3), 1044-1050.
- Moumeh B., Garrido M. D., Diaz P., Peñaranda I., & Linares M. B. (2020).** Chemical analysis and sensory evaluation of honey produced by honeybee colonies fed with different sugar pastes. *Food Science and Nutrition*, 8(11), 5823–5831.
- Müller, L., Theile, K., & Böhm, V. (2010).** In vitro antioxidant activity of tocopherols and tocotrienols and comparison of vitamin E concentration and lipophilic antioxidant capacity in human plasma. *Molecular Nutrition & Food Research*, 54(5), 731-742.
- Nadeem, M., Imran, M., Taj, I., Ajmal, M., & Junaid, M. (2017).** Omega-3 fatty acids, phenolic compounds and antioxidant characteristics of chia oil supplemented margarine. *Lipids in Health and Disease*, 16(102), 1-12.
- Naguib, Y. M., Hari, S. P., Passwater Jr, R., & Huang, D. (2003).** Antioxidant activities of natural vitamin E formulations. *Journal of Nutritional Science and Vitaminology*, 49(4), 217-220.
- Naithani V., Nair S. & Kakkar P. 2006.** Decline in antioxidant capacity if Indian herbal teas during storage and its relation to phenolic content. *Food Research International*, 39, 176-181.
- Nakajima, Y., Nakano, Y., Fuwano, S., Hayashi, N., Hiratoko, Y., Kinoshita, A., Miyahara, M., Mochizuki, T., Nishino, K., Tsuruhara, Y., Yokokawa, Y., Iuchi, T., Kon, Y., Mukai, K., Kitayama, Y., Murakado, N., Okuwa, M., & Nakatani, T. (2013).** Effects of three types of Japanese honey on full-thickness wound in mice. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 11 (1), 504-537.

- Nattagh-Eshtivani, E., Barghchi, H., Pahlavani, N., Barati, M., Amiri, Y., Fadel, A., Khosravi, M., Talebi, S., Ziaei, R., Arzhang, P., & Ghavami, A. (2022).** Biological and pharmacological effects and nutritional impact of phytosterols: A comprehensive review. *Phytotherapy Research*, 36(1), 299-322.
- Nazir, S., Ahmad, I., Mobashar, A., Sharif, A., Shabbir, A., & Chaudhary, W. A. (2024).** Mechanistic evaluation of antiarthritic and anti-inflammatory effect of campesterol ester derivatives in complete Freund's adjuvant-induced arthritic rats. *Frontiers in Pharmacology*, 14, 1346054.
- Nikaido, H. (2003).** Molecular basis of bacterial outer membrane permeability revisited. *Microbiology and molecular biology reviews*, 67(4), 593-656.
- Nogala-Kalucka, M., & Gogolewski, M. (2000).** Alteration of fatty acid composition, tocopherol content and peroxide value in margarine during storage at various temperatures. *Food/Nahrung*, 44(6), 431-433.
- O'brien, R. D. (2008).** *Fats and oils: formulating and processing for applications*. CRC press. pp.764.
- Office National des Statistiques (ONS). (2022).** Bilan des huiles et corps gras en Algérie. Ministère de l'Économie et des Finances, République Algérienne. pp.2-3.
- Ohtsuki, T., Sato, K., Furusho, N., Kubota, H., Sugimoto, N., & Akiyama, H. (2013).** Absolute quantification of dehydroacetic acid in processed foods using quantitative <sup>1</sup>H NMR. *Food Chemistry*, 141(2), 1322-1327.
- Okpuzor, J., Okochi, V. I., Ogbunugafor, H. A., Ogbonnia, S., Fagbayi, T., & Obidiegwu, C. (2009).** Estimation of cholesterol level in different brands of vegetable oils. *Pakistan Journal of Nutrition*, 8(1), 57-62.
- Oomah, B. D., Ladet, S., Godfrey, D. V., Liang, J., & Girard, B. (2000).** Characteristics of raspberry (*Rubus idaeus* L.) seed oil. *Food Chemistry*, 69(2), 187-193.
- Oryan, A., Alemzadeh, E., & Moshiri, A. (2016).** Biological properties and therapeutic activities of honey in wound healing: A narrative review and meta-analysis. *Journal of Tissue Viability*, 25(2), 98–118.
- Osés, S. M., Rodríguez, C., Valencia, O., Fernández-Muiño, M. A., & Sancho, M. T. (2024).** Relationships among hydrogen peroxide concentration, catalase, glucose oxidase, and antimicrobial activities of honeys. *Foods*, 13(9), 1344.

- Otmani, A., Amessis-Ouchemoukh, N., Birinci, C., Yahiaoui, S., Kolayli, S., Rodríguez-Flores, M. S., Escuredo, O., Seijo, M. C., & Ouchemoukh, S. (2021).** Phenolic compounds and antioxidant and antibacterial activities of Algerian honeys. *Food Bioscience*, 42, 101070.
- Ouahrani, S., Casal, S., Bachir-Bey, M., & Zaidi, F. (2023).** Impact of Moringa oleífera leaves extract in the stabilization of margarine under accelerated storage. *Journal of Food Measurement and Characterization*, 17(2), 1455-1466.
- Ouchemoukh, S., Louaileche, H., & Schweitzer, P. (2007).** Physicochemical characteristics and pollen spectrum of some Algerian honeys. *Food Control*, 18(1), 52-58.
- Ouchemoukh, S. (2012).** Caractérisation physicochimique, profils polliniques, glucidiques et phénoliques et activités antioxydantes de miels Algériens. Thèse Doctorat en Biochimie. Université Abderrahmane Mira-Bejaia, p. 164.
- Oyaizu, M. (1986).** Studies on products of browning reaction antioxidative activities of products of browning reaction prepared from glucosamine. *The Japanese Journal of Nutrition and Dietetics*, 44(6), 307-315.
- Ozgolet, M., Cakmak, Z. H. T., Bozkurt, F., Sagdic, O., & Karasu, S. (2024).** Response surface optimization of protein extraction from cold-pressed terebinth (*Pistacia terebinthus* L.) oil byproducts: Physicochemical and functional characteristics. *Journal of Food Science*, 89(11), 7380-7396.
- Paié-Ribeiro, J., Baptista, F., Gomes, M. J., Teixeira, A., Pinheiro, V., Outor-Monteiro, D., & Barros, A. N. (2024).** Exploring the Variability in Phenolic Compounds and Antioxidant Capacity in Olive Oil By-Products: A Path to Sustainable Valorization. *Antioxidants*, 13(12), 1470.
- Papastergiadis, A., Mubiru, E., Van Langenhove, H., & De Meulenaer, B. (2012).** Malondialdehyde measurement in oxidized foods: evaluation of the spectrophotometric thiobarbituric acid reactive substances (TBARS) test in various foods. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 60(38), 9589-9594.
- Pasciu, V., Nieddu, M., Baralla, E., Contreras-Solís, I., Sotgiu, F. D., & Berlinguer, F. (2025).** Effect of PUFAs- $\omega$ 3 and  $\omega$ 6 on oxidative stress of sheep erythrocytes. *BMC Veterinary Research*, 21(1), 1-10.
- Patel, A. R., Lecerf, J. M., Schenker, S., & Dewettinck, K. (2016).** The contribution of modern margarine and fat spreads to dietary fat intake. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(3), 633-645.

- Patterson, E., Wall, R., Fitzgerald, G. F., Ross, R. P., & Stanton, C. (2012).** Health implications of high dietary omega-6 polyunsaturated fatty acids. *Journal of Nutrition and Metabolism*, 2012(1), 539426.
- Pereira, R. F., & Bartolo, P. J. (2016).** Traditional therapies for skin wound healing. *Advances in wound care*, 5(5), 208-229.
- Perez, C. (1990).** Antibiotic assay by agar-well diffusion method. *Acta Biol Med Exp*, 15, 113-115.
- Perron, N. R., & Brumaghim, J. L. (2009).** A review of the antioxidant mechanisms of polyphenol compounds related to iron binding. *Cell Biochemistry and Biophysics*, 53, 75-100.
- Petretto, G.L., Tuberoso, C.I.G., Fenu, M.A., Rourke, J.P., Belhaj, O., & Pintore, G. (2017).** Antioxidant activity, color chromaticity coordinates, and chemical characterization of monofloral honeys from Morocco. *International Journal of Food Properties*, 20 (9), 2016-2027.
- Pietta, P., Minoggio, M., & Bramati, L. (2003).** Plant polyphenols: Structure, occurrence and bioactivity. *Studies in Natural Products Chemistry*, 28, 257-312.
- Pita-Calvo, C., & Vázquez, M. (2017).** Differences between honeydew and blossom honeys: A review. *Trends in Food Science & Technology*, 59, 79–87.
- Pohl, P. (2009).** Determination of metal content in honey by atomic absorption and emission spectrometries. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 28(1), 117-128.
- Pokorny, J., Kalinova, L., & Dysseler, P. (1995).** Determination of chlorophyll pigments in crude vegetable oils: Results of a collaborative study and the standardized method (Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, 67(10), 1781-1787.
- Pravst, I. (2014).** Oleic acid and its potential health effects. *Oleic Acid. Production, Uses and Potential Health Effects*, 35-54.
- Prieto, P., Pineda, M., & Aguilar, M. (1999).** Spectrophotometric quantitation of antioxidant capacity through the formation of a phosphomolybdenum complex: specific application to the determination of vitamin E. *Analytical Biochemistry*, 269(2), 337-341.
- Psomiadou, E., & Tsimidou, M. (2001).** Pigments in Greek virgin olive oils: occurrence and levels. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 81(7), 640-647.

- Quezel P, & Santa S. (1963).** Nouvelle flore de l'Algérie et des régions désertiques et méridionales, Tome II, Edition CNRS, Paris, pp. 611-1170.
- Quintana-Martinez, S., Morales-Cano, A., & García-Zapateiro, L. (2018).** Rheological Behaviour in the Interaction of Lecithin and Guar Gum for Oil-in-Water Emulsions. *Czech Journal of Food Sciences*, 36(1).
- Rader, J. I., Weaver, C. M., Patrascu, L., Ali, L. H., & Angyal, G. (1997).**  $\alpha$ -Tocopherol, total vitamin A and total fat in margarines and margarine-like products. *Food Chemistry*, 58(4), 373-379.
- Rahila, M. P., Surendra Nath, B., Laxmana Naik, N., Pushpadass, H. A., Manjunatha, M., & Franklin, M. E. E. (2018).** Rosemary (*Rosmarinus officinalis* Linn.) extract: A source of natural antioxidants for imparting autoxidative and thermal stability to ghee. *Journal of Food Processing and Preservation*, 42(2), e13443.
- Rahman, M. M., Gan, S. H., & Khalil, Md. I. (2014).** Neurological effects of honey: Current and future prospects. *Evidence-Based Complementary and Alternative Medicine*, 2014(1), 1–13.
- Rajindran N., Wahab R .A., Huda N., Julmohammad N., Shariff A. H. M., Ismail N. I., Huyop F. (2022).** Physicochemical Properties of a New Green Honey from Banggi Island, Sabah. *Molecules*, 27(13), 4164.
- Ramadan, M. F., & Mörsel, J. T. (2003).** Oil cactus pear (*Opuntia ficus-indica* L.). *Food Chemistry*, 82(3), 339-345.
- Rangan, C., & Barceloux, D. G. (2009).** Food additives and sensitivities. *Disease-a-month: DM*, 55(5), 292-311.
- Rao, M. A., & Cooley, H. J. (1992).** Rheological behavior of tomato pastes in steady and dynamic shear. *Journal of Texture Studies*, 23(4), 415–425.
- Rao, P. V., Krishnan, K. T., Salleh, N., & Gan, S. H. (2016).** Biological and therapeutic effects of honey produced by honey bees and stingless bees: a comparative review. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, 26(5), 657–664.
- Rasmussen, S. C. (2015).** From honey wine to the cultivation of the grape: An early history of fermented beverages. In *Chemical technology in antiquity*. American Chemical Society. pp. 89-138.

- Ratiu, I. A., Al-Suod, H., Bukowska, M., Ligor, M., & Buszewski, B. (2019).** Correlation study of honey regarding their physicochemical properties and sugars and cyclitols content. *Molecules*, 25(1), 34.
- Re, R., Pellegrini, N., Proteggente, A., Pannala, A., Yang, M., & Rice-Evans, C. (1999).** Antioxidant activity applying an improved ABTS radical cation decolorization assay. *Free Radical Biology and Medicine*, 26(9-10), 1231-1237.
- Règlement (CE) n°2568/1991** de la Commission du 11 juillet 1991, relatif aux normes commerciales de l'huile d'olive. J.O.C.E. du 15.05.2002.
- Ren, W., Li, Y., Yin, Y., & Blachier, F. (2013).** Structure, metabolism and functions of amino acids: an overview. *Nutritional and Physiological Functions of Amino Acids in Pigs*, 91-108.
- Ribeiro, R. de O. R., Mársico, E. T., Carneiro, C. da S., Monteiro, M. L. G., Conte Júnior, C. A., Mano, S., & de Jesus, E. F. O. (2014).** Classification of Brazilian honeys by physical and chemical analytical methods and low field nuclear magnetic resonance (LF 1H NMR). *LWT - Food Science and Technology*, 55(1), 90–95.
- Ribéreau-Gayon J., Peynaud E., Sudraud P. & Ribéreau-Gayon P. (1982).** Composés phénoliques. In «*Traité d'oenologie, sciences et techniques du vin* ». Edition Dunod, 477-499.
- Rice, L. B. (2008).** Federal funding for the study of antimicrobial resistance in nosocomial pathogens: no ESKAPE. *The Journal of Infectious Diseases*, 197(8), 1079-1081.
- Rios, J. L., Recio, M. C., & Villar, A. (1988).** Screening methods for natural products with antimicrobial activity: a review of the literature. *Journal of Ethnopharmacology*, 23(2-3), 127-149.
- Rodriguez Estrada, M. T., Cilla Tatai, A., Cardenia, V., & Garcia Llatas, G. (2014).** Fats and sterols. In *Reference Module in Biomedical Sciences*. Elsevier Inc. pp. 1-17.
- Rogers, M. A. (2017).** Crystallization of fats and fatty acids in edible oils and structure determination. In *Fatty Acids*. AOCS Press. pp. 541-559.
- Rossell, J. B. (Ed.). (1986).** Analysis of oils and fats. Elsevier Applied Science Pub. pp. 441.
- Rubino, J. T., Chenkin, M. P., Keller, M., Riggs-Gelasco, P., & Franz, K. J. (2011).** A comparison of methionine, histidine and cysteine in copper (I)-binding peptides reveals

differences relevant to copper uptake by organisms in diverse environments. *Metallomics*, 3(1), 61-73.

**Sadoudi, R., Ammouche, A., & Ali, A. D. (2014).** Thermal oxidative alteration of sunflower oil. *African Journal of Food Science*, 8(3), 116-121.

**Sagdic, O., Tornuk, F., Karasu, S., Durak, M. Z., & Arici, M. (2017).** Microbial ecology of mayonnaise, margarine, and sauces. *Quantitative Microbiology In Food Processing: Modeling The Microbial Ecology*, 519-532.

**Sahasrabudhe, S. N., Rodriguez-Martinez, V., O'Meara, M., & Farkas, B. E. (2017).** Density, viscosity, and surface tension of five vegetable oils at elevated temperatures: Measurement and modeling. *International Journal of Food Properties*, 20(2), 1965-1981.

**Sajid, M., Yamin, M., Asad, F., Yaqub, S., Ahmad, S., Mubarik, M. A. M. S., Ahmad, B., Ahmad, W., & Qamer, S. (2020).** Comparative study of physio-chemical analysis of fresh and branded honeys from Pakistan. *Saudi Journal of Biological Sciences*, 27(1), 173–176.

**Salvador, M. D., Aranda, F., & Fregapane, G. J. F. C. (2001).** Influence of fruit ripening on 'Cornicabra' virgin olive oil quality a study of four successive crop seasons. *Food Chemistry*, 73(1), 45-53.

**Sánchez-Machado, D. I., Lopez-Cervantes, J., & Vázquez, N. R. (2006).** High-performance liquid chromatography method to measure  $\alpha$ - and  $\gamma$ -tocopherol in leaves, flowers and fresh beans from *Moringa oleifera*. *Journal of Chromatography A*, 1105(1-2), 111-114.

**Santos, J. C. O., Santos, I. M. G., & Souza, A. G. (2005).** Effect of heating and cooling on rheological parameters of edible vegetable oils. *Journal of Food Engineering*, 67(4), 401-405.

**Santos-Silva, J., Bessa, R. J. B., & Santos-Silva, F. S. (2002).** Effect of genotype, feeding system and slaughter weight on the quality of light lambs: II. Fatty acid composition of meat. *Livestock Production Science*, 77(2-3), 187-194.

**Sartaj, K., & Prasad, R. (2020).** Production of Omega-3 and Omega-6 PUFA from Food Crops and Fishes. *Nutraceutical Fatty Acids from Oleaginous Microalgae: A Human Health Perspective*, 187-207.

**Saxena, S., Gautam, S., & Sharma, A. (2010).** Physical, biochemical and antioxidant properties of some Indian honeys. *Food Chemistry*, 118(2), 391–397.

- Schwartz, H., Ollilainen, V., Piironen, V., & Lampi, A. M. (2008).** Tocopherol, tocotrienol and plant sterol contents of vegetable oils and industrial fats. *Journal of Food Composition and Analysis*, 21(2), 152-161.
- Schweitzer P. (2001).** Le vieillissement des miels. *Abeilles de France*, 875.
- Sehaki, C., Jullian, N., Ayati, F., Fernane, F., & Gontier, E. (2023).** A review of *Pistacia lentiscus* polyphenols: Chemical diversity and pharmacological activities. *Plants*, 12(2), 279.
- Sellami, M., Ghamgui, H., Frikha, F., Gargouri, Y., & Miled, N. (2012).** Enzymatic transesterification of palm stearin and olein blends to produce zero-trans margarine fat. *BMC Biotechnology*, 12, 1-8.
- Sereti, V., Lazaridou, A., Tananaki, C., & Biliaderis, C. G. (2021).** Development of a cotton honey-based spread by controlling compositional and processing parameters. *Food Biophysics*, 16(3), 365-380.
- Shah, U., Patel, A. R., Van de Walle, D., Rajarethinem, P. S., Proctor, A., & Dewettinck, K. (2014).** CLA-rich soy oil margarine production and characterization. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91, 309-316.
- Shahidi, F., & Zhong, Y. (2005).** Lipid oxidation: measurement methods. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. pp. 357-385.
- Shin, D.-M., Yune, J. H., Kim, T.-K., Kim, Y. J., Kwon, H. C., Jeong, C. H., Choi, Y.-S., & Han, S. G. (2021).** Physicochemical properties and oxidative stability of duck fat-added margarine for reducing the use of fully hydrogenated soybean oil. *Food Chemistry*, 363, 130-260.
- Shramko, V. S., Polonskaya, Y. V., Kashtanova, E. V., Stakhneva, E. M., & Ragino, Y. I. (2020).** The short overview on the relevance of fatty acids for human cardiovascular disorders. *Biomolecules*, 10(8), 1127.
- Siano, F., Cutignano, A., Moccia, S., Russo, G. L., Volpe, M. G., & Picariello, G. (2020).** Phytochemical characterization and effects on cell proliferation of lentisk (*Pistacia lentiscus*) berry oil: a revalued source of phenolics. *Plant Foods for Human Nutrition*, 75, 487-494.
- Sicard-Bons, C., Bons, P., & Escola, R. (1993).** Identification and analysis of oxygenated sterols in dental cysts. *Bulletin du GIRSO*, 36(3-4), 121-126.

- Silva, T. J., Barrera-Arellano, D., & Badan Ribeiro, A. P. (2022).** The impact of fatty acid profile on the physicochemical properties of commercial margarines in Brazil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 99(6), 469-483.
- Silvano, M. F., Varela, M. S., Palacio, M. A., Ruffinengo, S., & Yamul, D. K. (2014).** Physicochemical parameters and sensory properties of honeys from Buenos Aires region. *Food Chemistry*, 152, 500–507.
- Şimşek, B., Aksoy, A., Kirhan, S., & Şahin Topçu, D. (2019).** Effects of mastic gum (*Pistacia lentiscus*) on chemical, rheological, and microbiological properties of yogurt ice cream. *Journal of Food Processing and Preservation*, 43(7), e13945.
- Singh, P. K., Chopra, R., Garg, M., Dhiman, A., & Dhyani, A. (2022).** Enzymatic interesterification of vegetable oil: A review on physicochemical and functional properties, and its health effects. *Journal of Oleo Science*, 71(12), 1697-1709.
- Smolarek, A. K., & Suh, N. (2011).** Chemopreventive activity of vitamin E in breast cancer: a focus on  $\gamma$ - and  $\delta$ -tocopherol. *Nutrients*, 3(11), 962-986.
- Sopelana, P., Ibargoitia, M. L., & Guillen, M. D. (2016).** Influence of fat and phytosterols concentration in margarines on their degradation at high temperature. A study by <sup>1</sup>H Nuclear Magnetic Resonance. *Food Chemistry*, 197, 1256–202300081.
- Soufi, O., Medouni-Haroune, L., Bachirbey, M., Medouni-Adrar, S., Idir, F., Heddad, T., Ouldsaadi, L., Romero, C., Madani, K., & Makhoulf-Boulekbache, L. (2023).** Statistical optimization of ultrasound-assisted extraction of polyphenols from olive pomace. *Sustainable Chemistry and Pharmacy*, 36, 101260.
- Stegink, L. D. (2020).** Aspartate and glutamate metabolism. In *Aspartame*. CRC Press. pp. 47-76.
- Subila, S. (2016).** Determination of Saponification and Iodine Value of Sunflower Oil. *International Journal of Innovation Research and Advanced Studies*, 3(13), 123-125.
- Subramanian, R., Umesh Hebbar, H., & Rastogi, N.K. (2007).** Processing of Honey: A Review. *International Journal of Food Properties*, 10, 127–143.
- Szydłowska-Czerniak, A., Dianoczki, C., Recseg, K., Karlovits, G., & Szlyk, E. (2008).** Determination of antioxidant capacities of vegetable oils by ferric-ion spectrophotometric methods. *Talanta*, 76(4), 899-905.

- Tafere, D. A. (2021).** Chemical composition and uses of Honey: A Review. *Journal of Food Science and Nutrition Research*, 4(3), 194-201.
- Tahir, H.E., Xiaobo, Z., Zhihua, L., Jiyong, S., Zhai, X., Wang, S., & Mariod, A.A. (2017).** Rapid prediction of phenolic compounds and antioxidant activity of Sudanese honey using Raman and Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy. *Food Chemistry*, 226, 202–211.
- Tan, Y., Chrysopoulou, M., & Rinschen, M. M. (2023).** Integrative physiology of lysine metabolites. *Physiological Genomics*, 55(12), 579-586.
- Temizer, I.K., Güder, A., Temel, F.A., & Cüce, H. (2018).** Antioxidant activities and heavy metal contents of *Castanea sativa* honey. *Global NEST Journal*, 20 (3), 541-550.
- Temunović, M., Šola, Z., Jakšić, V., Vidaković, A., Liber, Z., Poljak, I., & Bogdanović, S. (2024).** Clarifying genetic and taxonomic relationships among *Pistacia* taxa (Anacardiaceae) in Croatia. *Acta Botanica Croatica*, 83(1), 1-13.
- Tereshchuk, L. V., Starovoytova, K. V., & Ivashina, O. A. (2018).** Practical aspects of the use of emulsifiers in manufacturing emulsion fat-and-oil products. *Foods and Raw Materials*, 6(1), 30.
- Terrab, A., Díez, M. J., & Heredia, F. J. (2002).** Characterisation of Moroccan unifloral honeys by their physicochemical characteristics. *Food Chemistry*, 79(3), 373-379.
- Tlak Gajger, I., Pavliček, D., Oreščanin, V., Varenina, I., Sedak, M., & Bilandžić, N. (2024).** Mineral concentrations in different types of honey originating from three regions of continental Croatia. *Foods*, 13(17), 2754.
- Tortosa-Caparrós, E., Navas-Carrillo, D., Marín, F., & Orenes-Piñero, E. (2017).** Anti-inflammatory effects of omega 3 and omega 6 polyunsaturated fatty acids in cardiovascular disease and metabolic syndrome. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 57(16), 3421-3429.
- Tosi E.A., Ré E., Lucero H. & Bulacio L. (2004).** Effect of honey high-temperature short-time heating on parameters related to quality, crystallization phenomena and fungal inhibition. *LWT-Food Science and Technology*, 37(6), 669-678.
- Trabelsi, H., Cherif, O. A., Sakouhi, F., Villeneuve, P., Renaud, J., Barouh, N., Boukhchina, S., & Mayer, P. (2012).** Total lipid content, fatty acids and 4-desmethylsterols

accumulation in developing fruit of *Pistacia lentiscus* L. growing wild in Tunisia. Food Chemistry, 131(2), 434-440.

**Trinh N. T. N., Tuan N. N., Thang T. D., Kuo P. C., Thanh N. B., Tam L. N., Tuoi L.H., Nguyen T. H. D., Vu D. C., Ho T. L., Anh L. N., & Thuy N. T. T. (2022).** Chemical composition analysis and antioxidant activity of coffea robusta monofloral honeys from vietnam. Foods, 11(3), 388.

**Tucker, J. M., & Townsend, D. M. (2005).** Alpha-tocopherol: roles in prevention and therapy of human disease. Biomedicine & Pharmacotherapy, 59(7), 380-387.

**Tuormaa, T. E. (1994).** The adverse effects of food additives on health: a review of the literature with a special emphasis on childhood hyperactivity. Journal of Orthomolecular Medicine, 9, 225-225.

**Upadhyay, R., & Mishra, H. N. (2015).** Multivariate analysis for kinetic modeling of oxidative stability and shelf life estimation of sunflower oil blended with sage (*Salvia officinalis*) extract under Rancimat conditions. Food and Bioprocess Technology, 8, 801–810.

**Vatankhah, H., John, D., & Ramaswamy, H. S. (2020).** Evaluation of thermal and nonthermal treatment of margarine: Pasteurization process efficiency, kinetics of microbial destruction, and changes in thermophysical characteristics. Journal of Food Processing and Preservation, 44(2), e14323.

**Veiko, A. G., Olchowik-Grabarek, E., Sekowski, S., Roszkowska, A., Lapshina, E. A., Dobrzynska, I., Zamaraeva, M., & Zavodnik, I. B. (2023).** Antimicrobial activity of quercetin, naringenin and catechin: Flavonoids inhibit *Staphylococcus aureus*-induced hemolysis and modify membranes of bacteria and erythrocytes. Molecules, 28(3), 1252.

**Villaño, D., Fernández-Pachón, M. S., Moyá, M. L., Troncoso, A. M., & García-Parrilla, M. C. (2007).** Radical scavenging ability of polyphenolic compounds towards DPPH free radical. Talanta, 71(1), 230-235.

**Vithanage, C. R., Grimson, M. J., & Smith, B. G. (2009).** The effect of temperature on the rheology of butter, a spreadable blend and spreads. Journal of Texture Studies, 40(3), 346-369.

**Waheed, M., Hussain, M. B., Javed, A., Mushtaq, Z., Hassan, S., Shariati, M. A., Khan, M. U., Majeed, M., Nigam, M., Mishra, A. P., & Heydari, M. (2019).** Honey and cancer: A mechanistic review. Clinical Nutrition, 38(6), 2499–2503.

- Wang, T., Hicks, K. B., & Moreau, R. (2002).** Antioxidant activity of phytosterols, oryzanol, and other phytosterol conjugates. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 79(12), 1201-1206.
- Wang, J., Zhang, Q., Zhang, Z., & Li, Z. (2008).** Antioxidant activity of sulfated polysaccharide fractions extracted from *Laminaria japonica*. *International Journal of Biological Macromolecules*, 42(2), 127-132.
- Wang, T., & Hammond, E. G. (2010).** Lipoxygenase and lipid oxidation in foods. *Oxidation in Foods and Beverages and Antioxidant Applications*. pp. 105-121.
- Wang, Y., Jin, J., Wu, G., Wei, W., Jin, Q., & Wang, X. (2025).** Omega-9 monounsaturated fatty acids: a review of current scientific evidence of sources, metabolism, benefits, recommended intake, and edible safety. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 65(10), 1857-1877.
- Wiedermann, L. H. (1978).** Margarine and margarine oil, formulation and control. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 55(11), 823-829.
- Wijnker, J. J., Koop, G., & Lipman, L. J. A. (2006).** Antimicrobial properties of salt (NaCl) used for the preservation of natural casings. *Food Microbiology*, 23(7), 657-662.
- Witkowska, A. M., Waśkiewicz, A., Zujko, M. E., Cicha-Mikołajczyk, A., Mirończuk-Chodakowska, I., & Drygas, W. (2022).** Dietary plant sterols and phytosterol-enriched margarines and their relationship with cardiovascular disease among Polish men and women: The WOBASZ II cross-sectional study. *Nutrients*, 14(13), 2665.
- Wu, G. (2009).** Amino acids: metabolism, functions, and nutrition. *Amino acids*, 37, 1-17.
- Samarghandian, S., Farkhondeh, T., & Samini, F. (2017).** Honey and health: A review of recent clinical research. *Pharmacognosy Research*, 9(2), 121.
- Xie, L., Yang, Z. Y., Wen, J., Li, D. Z., & Yi, T. S. (2014).** Biogeographic history of *Pistacia* (Anacardiaceae), emphasizing the evolution of the Madrean-Tethyan and the eastern Asian-Tethyan disjunctions. *Molecular Phylogenetics and Evolution*, 77, 136-146.
- Yadav, L. (2025).** Honey in Bakery and Confectionery Products. In *Honey*. CRC Press. 1st edition. pp. 164-179.
- Yang, J., Liu, Y., Cui, Z., Wang, T., Liu, T., & Liu, G. (2024).** Analysis of Free Amino Acid Composition and Honey Plant Species in Seven Honey Species in China. *Foods*, 13(7), 1065.

- Yao, Y., Zhang, D., Li, R., Zhou, H., Liu, W., Li, C., & Wang, S. (2020).** Zeaxanthin in soybean oil: Impact of oxidative stability, degradation pattern, and product analysis. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 68(17), 4981–4990.
- Yılmaz, B., & Ağagündüz, D. (2022).** Fractionated palm oils: emerging roles in the food industry and possible cardiovascular effects. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 62(7), 1990-1998.
- Yin, H., & Porter, N. A. (2005).** New insights regarding the autoxidation of polyunsaturated fatty acids. *Antioxidants & Redox Signaling*, 7(1-2), 170-184.
- Yoshida, Y., & Niki, E. (2003).** Antioxidant effects of phytosterol and its components. *Journal of Nutritional Science and Vitaminology*, 49(4), 277-280.
- Young, A. J., & Lowe, G. L. (2018).** Carotenoids-antioxidant properties. *Antioxidants*, 7(2), 28.
- Young, N. W., & Wassell, P. (2019).** Margarines and spreads. In *Food emulsifiers and their applications*. Cham: Springer International Publishing. pp. 379-405.
- Zaidi, H., Ouchemoukh, S., Amessis-Ouchemoukh, N., Debbache, N., Pacheco, R., Serralheiro, M. L., & Araujo, M. E. (2019).** Biological properties of phenolic compound extracts in selected Algerian honeys-The inhibition of acetylcholinesterase and  $\alpha$ -glucosidase activities. *European Journal of Integrative Medicine*, 25, 77–84.
- Zaunschirm, M., Pignitter, M., Kienesberger, J., Hernler, N., Riegger, C., Eggersdorfer, M., & Somoza, V. (2018).** Contribution of the ratio of tocopherol homologs to the oxidative stability of commercial vegetable oils. *Molecules*, 23(1), 206.
- Zhang, N., Li, Y., Wen, S., Sun, Y., Chen, J., Gao, Y., Sagymbek, A., & Yu, X. (2021).** Analytical methods for determining the peroxide value of edible oils: A mini-review. *Food Chemistry*, 358, 129834.
- Zhang, P., Liu, N., Xue, M., Zhang, M., Liu, W., Xu, C., & Zhou, Y. (2023).** Anti-inflammatory and antioxidant properties of  $\beta$ -sitosterol in copper sulfate-induced inflammation in zebrafish (*Danio rerio*). *Antioxidants*, 12(2), 391.
- Zitouni, A., Chekroun-Bechlaghem, N., Ghembaza, N., & Belyagoubi- Benhammou, N. (2023).** Lentisk fruits (*Pistacia lentiscus* L.) as sources of phytochemicals with potential health benefits: A review. *Journal of Natural Product Research and Applications*, 3(01), 27–44.

---

## *Annexes*

---

## Annexe 1: Table de CHATAWAY.

Indice de réfraction à 20 °C	Teneur en eau (%)	Indice de réfraction à 20 °C	Teneur en eau (%)
<b>1,5044</b>	<b>13,0</b>	1,4885	<b>19,2</b>
<b>1,5038</b>	<b>13,2</b>	1,4880	<b>19,4</b>
<b>1,5033</b>	<b>13,4</b>	1,4875	<b>19,6</b>
<b>1,5028</b>	<b>13,6</b>	1,4870	<b>19,8</b>
<b>1,5023</b>	<b>13,8</b>	1,4865	<b>20,0</b>
<b>1,5018</b>	<b>14,0</b>	1,4860	<b>20,2</b>
<b>1,5012</b>	<b>14,2</b>	1,4855	<b>20,4</b>
<b>1,5007</b>	<b>14,4</b>	1,4850	<b>20,6</b>
<b>1,5002</b>	<b>14,6</b>	1,4845	<b>20,8</b>
<b>1,4997</b>	<b>14,8</b>	1,4840	<b>21,0</b>
<b>1,4992</b>	<b>15,0</b>	1,4835	<b>21,2</b>
<b>1,4987</b>	<b>15,2</b>	1,4830	<b>21,4</b>
<b>1,4982</b>	<b>15,4</b>	1,4825	<b>21,6</b>
<b>1,4976</b>	<b>15,6</b>	1,4820	<b>21,8</b>
<b>1,4971</b>	<b>15,8</b>	1,4815	<b>22,0</b>
<b>1,4966</b>	<b>16,0</b>	1,4810	<b>22,2</b>
<b>1,4961</b>	<b>16,2</b>	1,4805	<b>22,4</b>
<b>1,4956</b>	<b>16,4</b>	1,4800	<b>22,6</b>
<b>1,4951</b>	<b>16,6</b>	1,4795	<b>22,8</b>
<b>1,4946</b>	<b>16,8</b>	1,4790	<b>23,0</b>
<b>1,4940</b>	<b>17,0</b>	1,4785	<b>23,2</b>
<b>1,4935</b>	<b>17,2</b>	1,4780	<b>23,4</b>
<b>1,4930</b>	<b>17,4</b>	1,4775	<b>23,6</b>
<b>1,4925</b>	<b>17,6</b>	1,4770	<b>23,8</b>
<b>1,4920</b>	<b>17,8</b>	1,4765	<b>24,0</b>
<b>1,4915</b>	<b>18,0</b>	1,4760	<b>24,2</b>
<b>1,4910</b>	<b>18,2</b>	1,4755	<b>24,4</b>
<b>1,4905</b>	<b>18,4</b>	1,4750	<b>24,6</b>
<b>1,4900</b>	<b>18,6</b>	1,4745	<b>24,8</b>
<b>1,4895</b>	<b>18,8</b>	1,4740	<b>25,0</b>
<b>1,4890</b>	<b>19,0</b>		

## Annexe 2 : Courbes d'étalonnages du dosage des antioxydants et des activités antioxydantes

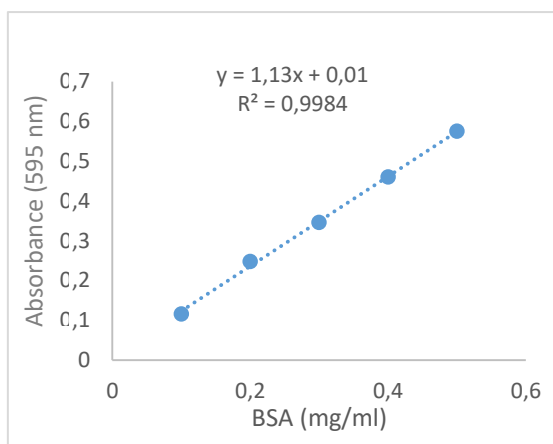


Figure 1 : Courbe d'étalonnage des protéines.

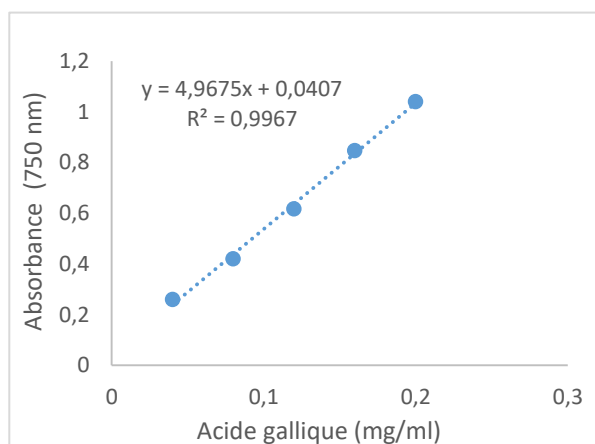


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des composés phénoliques.

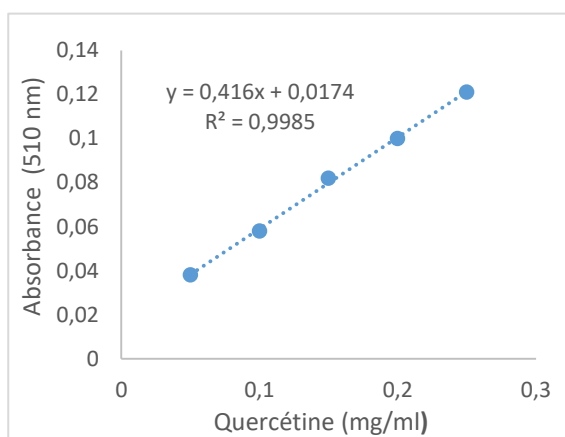


Figure 3 : Courbe d'étalonnage des flavonoides.

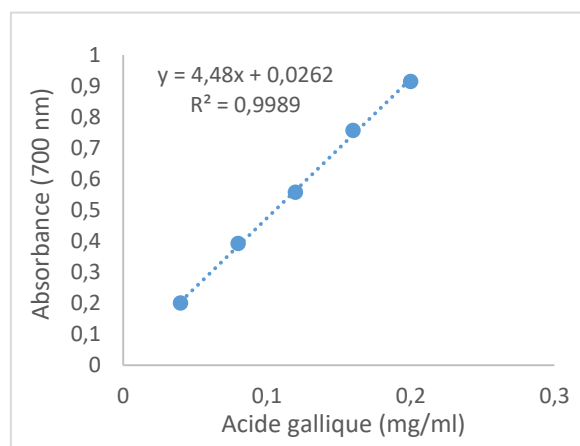
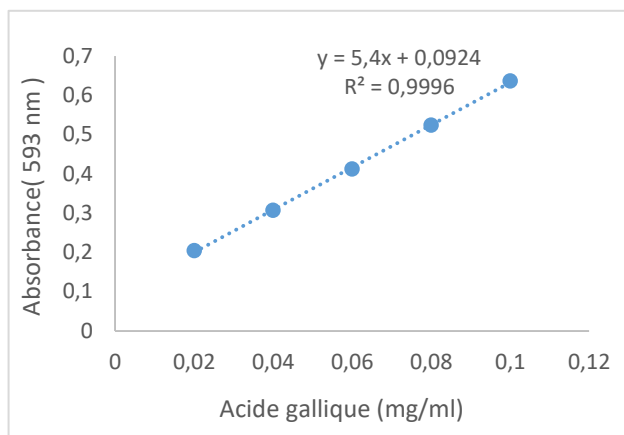
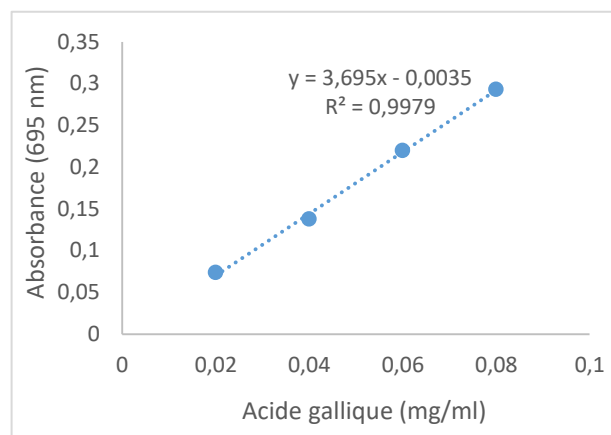


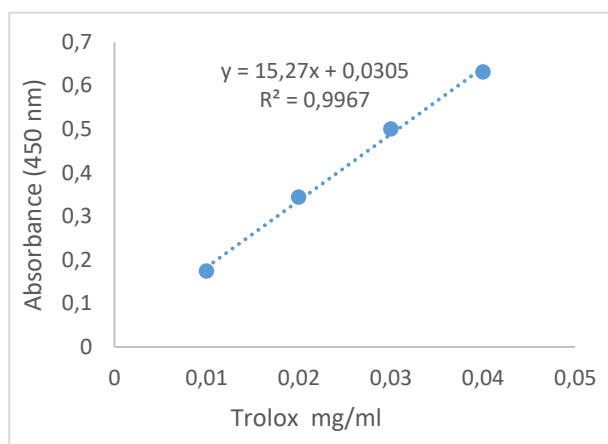
Figure 4 : Courbe d'étalonnage de pouvoir réducteur.



**Figure 5 :** Courbe d'étalonnage de FRAP.



**Figure 6 :** Courbe d'étalonnage de phosphomolybdate



**Figure 7 :** Courbe d'étalonnage de CUPRAC.

### Annexe 3 : Questionnaire d'analyse sensorielle des margarines enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et miel par un panel expert

#### Questionnaire d'analyse Sensorielle des margarines par un panel expert

Age : ..... ans

Date : 29 /05 /2022

Sexe : Féminin

Masculin


Dans l'optique d'une caractérisation sensorielle de la margarine, cinq échantillons codés A, B, C, D, E vous sont présentés. Il vous est demandé de les examiner et de les goûter successivement, puis répondre aux questions qui suivent :

**NB :** A la fin de chaque dégustation prenez un peu de pain puis un peu de pomme et à la fin rincez votre bouche avec de l'eau

##### 1/ Intensité de la couleur

- 1- Très faiblement intense
- 2- Faiblement intense
- 3- Moyennement intense
- 4- Fortement intense
- 5- Très fortement intense

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

##### 2/ Intensité de l'odeur (sans goûter)

- 1- Très faiblement intense
- 2- Faiblement intense
- 3- Moyennement intense
- 4- Fortement intense
- 5- Très fortement intense

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

##### 3/ Intensité du goût (gout sucré)

- 1- Très faiblement intense
- 2- Faiblement intense
- 3- Moyennement intense
- 4- Fortement intense
- 5- Très fortement intense

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

**4/ Intensité de l'arôme (sensation en bouche)**

- 1- Très faiblement intense
- 2- Faiblement intense
- 3- Moyennement intense
- 4- Fortement intense
- 5- Très fortement intense

<b>Echantillon</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>Note</b>					

**5/ Arôme identifié**

- 1- Absence
- 2- Miel
- 3- Huile d'olive
- 4- Huile de lentisque
- 5- Non identifié

<b>Echantillon</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>Note</b>					

**6/ Intensité de texture (sensation en bouche)**

- 1- Non fondante
- 2- Faiblement fondante
- 3- Moyennement fondante
- 4- Fortement fondante
- 5- Très fortement fondante

<b>Echantillon</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>Note</b>					

**7/ Intensité de tartinabilité**

- 1- Très difficile à tartiner
- 2- Difficile à tartiner
- 3- Moyennement tartinable
- 4- Facilement tartinable
- 5- Très facilement tartinable

<b>Echantillon</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>Note</b>					

## Annexe 4 : Questionnaire d'analyse sensorielle des margarines enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et miel par un panel expert

### Questionnaire d'analyse Sensorielle des margarines par un panel hédonique

Age : ..... ans

Date : 29 /05/2022

Sexe : Féminin

Masculin

Dans l'optique d'une caractérisation sensorielle de la margarine, cinq échantillons codés vous sont présentés A, B, C, D, E. Il vous est demandé de les examiner et de les goûter successivement, puis répondre aux questions qui suivent :

**NB** : A la fin de chaque dégustation prenez un peu de pain puis un peu de pomme et à la fin rincez votre bouche avec de l'eau

#### 1/ Appréciation de la couleur

- 1- N'est pas appréciée
- 2- Faiblement appréciée
- 3- Moyennement appréciée
- 4- Fortement appréciée
- 5- Très fortement appréciée

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

#### 2/ Appréciation de l'odeur

- 1- N'est pas appréciée
- 2- Faiblement appréciée
- 3- Moyennement appréciée
- 4- Fortement appréciée
- 5- Très fortement apprécié

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

#### 3/ Appréciation du gout (gout sucré)

- 1- N'est pas appréciée
- 2- Faiblement appréciée
- 3- Moyennement appréciée
- 4- Fortement appréciée
- 5- Très fortement apprécié

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

#### 4/ Appréciation de l'arôme (sensation en bouche)

- 1- Très faiblement appréciée
- 2- Faiblement appréciée
- 3- Moyennement appréciée
- 4- Fortement appréciée
- 5- Très fortement appréciée

Echantillon	A	B	C	D	E
Note					

**5/ Arôme identifié**

- 1- Absence
- 2- Miel
- 3- Huile d'olive
- 4- Huile de lentisque
- 5- Non identifié

Echantillon	A	B	C	D	E
<b>Note</b>					

**6/ Appréciation de la texture (sensation en bouche)**

- 6- Non fondante
- 7- Faiblement fondante
- 8- Moyennement fondante
- 9- Fortement fondante
- 10- Très fortement fondante

Echantillon	A	B	C	D	E
<b>Note</b>					

**7/ Appréciation de la tartinabilité**

- 6- Très difficile à tartiner
- 7- Difficile à tartiner
- 8- Moyennement tartinable
- 9- Facilement tartinable
- 10- Très facilement tartinable

Echantillon	A	B	C	D	E
<b>Note</b>					

**8/ Préférence globale**

Attribuer une note de 1 à 9 pour chaque échantillon selon votre préférence, sachant que 1 correspond à l'échantillon le moins préféré et 9 au plus préféré. Comme présenté dans l'échelle ci-dessous :

- 1- Extrêmement désagréable
- 2- Très désagréable
- 3- Désagréable
- 4- Assez désagréable
- 5- Ni agréable ni désagréable
- 6- Agréable
- 7- Assez agréable
- 8- Très agréable
- 9- Extrêmement agréable

Echantillon	A	B	C	D	E
<b>Note</b>					

Annexe 05 : Significativité des corrélations entre les paramètres physicochimique et la stabilité oxydative des margarines formulées

A	Teneur en eau	Acidité	pH	TBARS S1	TBAR S S12	K232 S1/4°C	K232 S1/30°C	K270 S1/4°C	K270 S1/30°C	K232 S12/4°C	K232 S12/30°C	K270 S12/4°C	K270 S12/30°C	IP S5	IP S6
Teneur en eau	1														
Acidité	0.62*	1													
pH	0.26	0.25	1												
TBARS S1	0.60*	0.58*	-0.17	1											
TBARS S12	0.57*	0.52*	-0.21	0.52*	1										
K232 S1/4°C	0.46	-0.59*	-0.31	-0.26	-0.28	1									
K232 S1/30°C	0.86***	-0.70**	-0.35	-0.54*	-0.47	0.68**	1								
K270 S1/4°C	0.41	0.04	-0.32	0.37	0.28	0.50	-0.20	1							
K270 S1/30°C	-0.42	-0.61*	-0.29	-0.27	-0.29	0.96***	0.67**	0.49	1						
K232 S12/4°C	0.57*	0.17	0.15	0.08	0.01	0.20	-0.49	0.77** *	0.20	1					
K232 S12/30°C	0.58*	-0.33	-0.53*	0.01	0.10	0.01	0.58*	-0.47	0.003	0.87***	1				
K270 S12/4°C	0.41	0.29	-0.27	0.70**	0.68**	0.32	-0.21	0.74**	0.31	0.37	-0.16	1			
K270 S12/30°C	0.32	-0.16	-0.61*	0.45	0.48	0.40	0.48	0.11	0.38	-0.49	0.70**	0.50	1		
IP S5	0.54*	0.31	0.24	0.43	0.35	0.35	-0.35	0.70**	0.35	0.70**	-0.70**	0.70**	0.00	1	
IP S6	0.90***	-0.74**	-0.40	-0.65**	-0.59*	0.39	0.88***	-0.39	0.39	-0.59*	0.69**	0.72	0.30	-0.71**	1
IP S7	0.74**	-0.73**	-0.23	-0.58*	-0.59*	0.88***	0.88***	0.10	0.88***	-0.10	0.20	-0.79	0.30	0.00	0.70**
IP S8	0.74**	-0.74**	-0.22	-0.58*	-0.59*	0.88***	0.88***	0.10	0.88***	-0.10	0.20	-0.09	0.29	0.00	0.70**
IP S9	0.60*	-0.36	-0.50	0.10	0.20	0.89	0.69**	-0.30	0.29	0.79***	0.89***	0.0	0.89***	-0.35	0.60*

<b>IP S10</b>	0.57*	-0.23	-0.13	0.02	0.10	0.10	0.59*	-0.59*	0.10	-	0.89***	0.79***	-0.11	0.69**	-0.35	0.50
<b>IP S11</b>	0.40	-0.31	0.41	-0.45	-0.49	0.59*	0.49	-0.10	0.59*	0.00	-0.20	-0.11	0.00	0.35	0.20	
<b>IP S12</b>	0.11	-0.20	0.30	-0.12	-0.20	0.68**	0.28	0.29	0.68**	0.29	-0.39	0.26	0.10	0.70**	-0.10	
<b>Schaal s3</b>	0.22	0.30	0.59*	-0.22	-0.29	-0.20	-0.29	-0.29	-0.20	0.20	-0.60*	-0.28	-0.59*	0.35	-0.40	
<b>Schaal s4</b>	0.78***	-0.61*	0.65**	0.28	0.20	-0.29	-0.79***	0.29	-0.29	0.69**	-0.89***	0.23	-0.59*	0.71**	-0.90***	
<b>Schaal s5</b>	0.34	0.18	0.66**	-0.19	-0.29	0.20	-0.29	0.29	0.20	0.69**	-0.89***	0.05	-0.59*	0.71**	-0.50	
<b>Schaal s6</b>	0.26	-0.01	-0.45	0.52*	0.49	0.59*	0,00	0,88** *	0.59*	0.49	-0.20	0.87***	0.49	0.71**	-0.30	
<b>Schaal s7</b>	0.11	-0.16	0.30	-0.13	-0.20	0.69**	0.29	0.29	0.69**	0.30	-0.39	0.28	0.10	0.71**	-0.10	
<b>Schaal s8</b>	0.14	-0.30	0.06	-0.04	-0.10	0.39	0.88***	0.59*	0.88***	0.39	-0.30	0.49	0.30	0.71**	0.00	
<b>Schaal s9</b>	0.06	0.10	0.43	0.14	0.10	0.39	0.10	0.10	0.39	0.10	-0.30	0.34	0.20	0.71**	-0.30	
<b>Schaal s10</b>	0.11	-0.16	0,30	-0.13	-0.20	0.29	0.69**	0.29	0.69**	0.30	-0.39	0.28	0.10	0.71**	-0.10	
<b>Schaal s11</b>	0.11	-0.16	0.30	-0.13	-0.20	0.29	0.69**	0.29	0.69**	0.30	-0.39	0.28	0.10	0.71*	-0.10	
<b>Schaal s12</b>	0.13	-0.24	0.13	-0.10	-0.15	0.36	0.81***	0.45	0.81***	0.35	-0.36	0.40	0.20	0.72*	-0.05	

**IP** : Indice de Peroxyde

**TBARS S1/S12** : Substances reactives à l'acide thiobarbiturique à la 1 ère et 12 ème semaine de stockage

**K232 S1/4°C/ K232 S12/4°C et 30°C** : Extraction spécifique à la 1 ère et 12 ème semaine de stockage a une temperature de 4 et de 30°C

**K270 S1/4°C/ K232 S12/4°C et 30 °C** : Extraction spécifique à la 1 ère et 12 ème semaine de stockage a une temperature de 4 et de 30°C

**Annexe 6 : Tableau I : Paramètres de viscosité à 20 et 40 °C (Ostwald waele).**

Margarines	Paramètres de viscosité à 20°C (Ostwald waele)				Paramètres de viscosité à 40°C (Ostwald waele)			
	K (Pa S <sup>n</sup> )	N	R <sup>2</sup>	$\eta$ ( $\gamma=1$ s <sup>-1</sup> )	K (Pa S <sup>n</sup> )	N	R <sup>2</sup>	$\eta$ ( $\gamma=1$ s <sup>-1</sup> )
<b>Mc</b>	1200,00 ± 32,05	-0,15± 0,02	0,99	~1000	18,10±0.05	-0,25±0,01	0,99	~10
<b>M1</b>	1250,00 ± 46,70	-0,14± 0,02	0,99	~1050	18,60±0.04	-0,20±0,01	0,99	~9
<b>M2</b>	1300,00 ± 78,69	-0,13± 0,02	0,99	~1100	23,30±0.05	-0,20±0,01	0,99	~11
<b>M3</b>	1150,00 ± 25,18	-0,16± 0,02	0,99	~950	16,70±0.04	-0,25±0,01	0,99	~8
<b>M4</b>	1100,00 ± 45,12	-0,17± 0,02	0,99	~900	16,00±0.05	-0,23±0,01	0,99	~7

**Tableau II : Paramètres de viscoélasticité à 20 et 40 °C à la fréquence de 1.**

Margarines	Paramètres de viscoélasticité à 20°C			Paramètres de viscoélasticité à 40°C		
	G'	G''	$\Delta$	G'	G''	$\delta$
<b>Mc</b>	146819.50±341.07	16484.76± 124.20	0.11±0.01	348.40 ± 17.42	127.23± 6.36	0.36±0.01
<b>M1</b>	131472.80±373.68	12875.21± 143.83	0.11±0.01	502.78 ± 25.14	116.86± 5.84	0.23±0.01
<b>M2</b>	111750.50±487.54	12124.41± 106.02	0.11±0.01	603.63 ± 30.18	153.48± 7.67	0.25±0.01
<b>M3</b>	126508.10±325.41	13591.87± 179.65	0.11±0.01	548.15± 27.41	119.47± 5.97	0.22±0.01
<b>M4</b>	149131.70±456.62	13528.46± 179.54	0.11±0.01	569.82± 28.49	124.61± 6.23	0.21±0.01

---

**Annexe 7 : Glossaire**

**Alvéoles:** Petites cellules hexagonales de la ruche où les abeilles stockent le miel ou élèvent les larves.

**Antiseptiques:** Produits permettant de lutter contre les microbes pour éviter les infections.

**Arbuste:** Plante ligneuse plus petite qu'un arbre, avec plusieurs branches dès la base.

**Athérogène:** Qui favorise l'apparition de plaques dans les artères (lié à l'athérosclérose).

**Athérosclérose:** Maladie où les artères se bouchent à cause de dépôts de graisses.

**Ayurvédique:** Qui vient de la médecine traditionnelle indienne (Ayurveda).

**Cochenilles:** Insectes parasites des plantes, souvent recouverts d'un bouclier blanc ou cireux.

**Colopathie:** Trouble du côlon (gros intestin), souvent douloureux.

**Cytokines:** Protéines qui aident les cellules à communiquer pendant une infection ou une inflammation.

**Dérivatisation:** Transformation chimique d'une substance pour l'analyser ou la rendre plus stable.

**Dioïque:** Plante avec des fleurs mâles sur un pied et des fleurs femelles sur un autre.

**Étamine:** Partie mâle de la fleur, qui produit le pollen.

**Folioles:** Chacune des divisions d'une feuille composée.

**Jabot:** Partie de l'appareil digestif de l'abeille où elle stocke le nectar.

**Larves:** Jeunes insectes qui n'ont pas encore leur forme adulte (comme les bébés abeilles).

**Mastic:** Résine épaisse produite par certains arbres quand on incise leur tronc ou leurs branches.

**Mélistopalynologique:** Qui concerne l'étude du pollen contenu dans le miel, pour en connaître l'origine.

**Non newtonien :** Liquide dont la viscosité change selon la force qu'on lui applique.

**Œdème:** Gonflement causé par une accumulation de liquide dans les tissus.

**Prostaglandines:** Substances produites par le corps, impliquées dans l'inflammation, la douleur, etc.

**Pucerons:** Petits insectes parasites des plantes, qui sucent leur sève.

**Rachitisme:** maladie due à une carence en vitamine D, calcium ou phosphore, provoquant un mauvais développement des os chez l'enfant, avec déformations et fragilité du squelette.

**Rhéofluidifiant/Pseudoplastique:** Liquide qui devient plus fluide et coule plus facilement quand il subit une déformation.

**Sépales:** Petites feuilles sous la fleur, qui la protègent avant qu'elle s'ouvre.

**Stigmate:** Partie femelle de la fleur qui reçoit le pollen.

**Trophallaxie:** Échange de nourriture entre abeilles, de bouche à bouche.

**Viscoélastique:** Matériau qui a des propriétés à la fois liquides (visqueuses) et solides (élastiques).

**Vivace:** Se dit d'une plante dont la période de végétation s'étend sur plusieurs années (contraire de plante annuelle).

## Résumé

La présente étude est focalisée sur la formulation de margarines enrichies en huile de *Pistacia lentiscus* et en miel comme antioxydants et conservateurs naturels. Des analyses physicochimique et chromatographique sont réalisées sur l'huile, le miel et les margarines formulées. Le dosage des antioxydants, les activités antioxydantes et bactériennes, l'analyse pollinique et les tests de stabilité et de la rhéologie sont aussi réalisés. Les résultats des analyses physicochimiques ont montré que l'huile de lentisque et le miel utilisés sont conformes et répondent aux normes internationales de codex alimentarius et ISO. Ces deux produits naturels sont riches en composés phénoliques et ont manifesté de bonnes activités antioxydante et antibactérienne. L'analyse chromatographique de la composition lipidique d'huile est marquée par la dominance de l'acide oléique (49,49%) ainsi qu'une richesse en triglycérides insaturés (POO, POL et OOO), en  $\beta$ -stérols (83,11 mg/kg) et en  $\alpha$ -tocophérol 117,41 (mg/kg). Les résultats de l'analyse pollinique a permis de confirmer la nature polyflorale du miel, et les résultats chromatographiques ont prouvé son authenticité et sa valeur nutritionnelle considérable, notamment via une concentration importante en minéraux (potassium 2171,74 mg/kg), en proline (764,3  $\mu$ g/g) et en fructose (470,31  $\pm$  4,27 mg/g). Les margarines formulées en huile de lentisque et en miel ont présenté des propriétés physico-chimiques conformes aux normes ISO. L'analyse chromatographique a montré que l'ajout d'huile a amélioré leurs profils lipidiques avec l'augmentation des concentrations en acide oléique, et l'évaluation microbiologique a révélé une bonne qualité microbiologique. La stabilité oxydative est optimisée à 2 % d'enrichissement (formulation M1), avec un indice de peroxyde faible et un temps d'induction élevé (22,26 h). Cependant, une concentration élevée (15 %) peut induire un effet pro-oxydant. L'oxydation est fortement influencée par la durée (12 semaines) et la température de stockage (30 °C), avec une augmentation des produits primaires et secondaires d'oxydation (K232, K270, MDA). L'évaluation sensorielle des margarines formulées a révélé une influence significative de la concentration en huile de lentisque sur les attributs organoleptiques (odeur, couleur, goût, arôme ;  $p < 0,001$ ), avec une intensité croissante et proportionnelle au taux d'huile, particulièrement marquée pour M3 (10 %) et M4 (15 %). La margarine M2 (5 %) a présenté le meilleur équilibre sensoriel et une préférence maximale (80–100 %). Sur le plan rhéologique, l'ajout d'huile jusqu'à 15 % n'a pas modifié pas le comportement pseudoplastique typique des margarines, la viscosité apparente a diminué avec l'augmentation du cisaillement et de la température (de  $\sim 1000$  Pa·s à 20 °C à  $\sim 10$  Pa·s à 40 °C). Les propriétés viscoélastiques ont maintenu un comportement solide-élastique ( $G' > G''$ ), même à 40 °C, avec une stabilité structurelle améliorée des échantillons enrichis (M1, M2, M3 et M4) grâce aux triacylglycérols structurants et aux antioxydants de l'huile de lentisque qui ont renforcé la cohésion et la résistance thermomécanique des formulations.

**Mots clé :** Huile de *Pistacia lentiscus*, Miel, Margarine, Activités biologiques, Stabilité oxydative, Caractéristiques sensorielles et rhéologiques.

## Abstract

The present study focuses on the formulation of margarine enriched with *Pistacia lentiscus* oil and honey as natural antioxidants and preservatives. Physicochemical and chromatographic analyses were conducted on the oil, honey, and the formulated margarines. These include antioxidant quantification, antioxidant and antibacterial activity assays, pollen analysis, as well as stability and rheological tests were also performed. The physicochemical analyses demonstrated that the *Pistacia lentiscus* oil and honey used comply with Codex Alimentarius and ISO international standards. Both natural products are rich in phenolic compounds and exhibited notable antioxidant and antibacterial activities. Chromatographic analysis of the oil's lipid composition revealed a dominance of oleic acid (49.49%), as well as a richness in unsaturated triglycerides (POO, POL, and OOO), in  $\beta$ -sitosterols (83.11 mg/kg), and in  $\alpha$ -tocopherol (117.41 mg/kg). The results of the pollen analysis confirmed the polyfloral nature of the honey, and the chromatographic results proved its authenticity and considerable nutritional value, particularly due to its substantial mineral (potassium 2171.74 mg/kg), proline (764.3  $\mu$ g/g), and fructose content (470.31  $\pm$  4.27 mg/g). The margarines formulated with *Pistacia lentiscus* oil and honey exhibited physicochemical properties in accordance with ISO standards. Chromatographic analysis showed that oil enrichment improved the lipid profile by increasing oleic acid concentrations. Microbiological evaluation confirmed this good microbiological quality. Oxidative stability was optimized at 2% enrichment (formulation M1), with a low peroxide index and high induction time (22.26 h). However, a higher concentration (15%) may induce a pro-oxidant effect. Oxidation was strongly influenced by storage duration (12 weeks) and temperature (30 °C), with the increased of the primary and the secondary oxidation products (K232, K270, MDA). Sensory evaluation revealed a significant influence of *Pistacia lentiscus* oil concentration on organoleptic attributes (odor, color, taste, aroma;  $p < 0.001$ ), with increasing intensity proportional to the oil content, particularly notable in M3 (10%) and M4 (15%). Margarine M2 (5%) presented the best sensory balance and maximum preference (80–100%). Rheologically, adding oil up to 15% did not alter the typical pseudoplastic behavior of margarines. Apparent viscosity decreased with increasing shear rate and temperature (from  $\sim 1000$  Pa·s at 20 °C to  $\sim 10$  Pa·s at 40 °C). Viscoelastic properties maintained solid-elastic behavior ( $G' > G''$ ) even at 40 °C, with enhanced structural stability in enriched samples (M1, M2, M3, and M4), attributed to the structuring triacylglycerols and antioxidants in *Pistacia lentiscus* oil that improved cohesion and thermo-mechanical resistance of the formulations.

**Keywords:** *Pistacia lentiscus* oil, Honey, Margarine, Biological activities, Oxidative stability, Sensory and rheological properties.

## المخلص

تركز هذه الدراسة على تطوير أنواع من المارجرين المدعمة بزيت الضرو (*Pistacia lentiscus*) والعسل كمضادات أكسدة و مواد حافظة طبيعية. وقد أجريت تحاليل فيزيائية-كيميائية وكروماتوغرافية على الزيت والعسل والمارجرين المحضرة، وشملت تحديد كمية مضادات الأكسدة، واختبارات النشاط المضاد للأكسدة والبكتيريا، والتحليل اللغحي، بالإضافة إلى اختبارات الثبات والسلوك الريولوجي. أظهرت التحاليل الفيزيائية-الكيميائية أن زيت lentisque والعسل المستخدمان مطابقان لمواصفات الكودكس الغذائي والمعايير الدولية ISO. يتميز هذان المنتجان الطبيعيان بغناها بالمركبات الفينولية، كما أظهرت نشاطاً ملحوظاً كمضادات أكسدة وكمضادات بكتيرية. أظهرت التحاليل الكروماتوغرافية أن التركيب الدهني للزيت يتميز بسيادة حمض الأوليك (49.49%)، واحتوائه العالي على ثلاثي الغليسريدات غير المشبعة (POO, POL, OOO) والبيتا-ستيرول (83.11 mg/kg) والتوكوفيرول (117.41 mg/kg). أظهر التحليل اللغحي أن العسل متعدد المصادر الزهرية، وأكدت البيانات الكروماتوغرافية أصالته وقيمه الغذائية العالية، لا سيما من خلال تركيزاته المرتفعة من المعادن (البوتاسيوم 2171.74 mg/kg) والبرولين (764.3  $\mu$ g/g) والفركتوز (470.31  $\pm$  4.27 mg/g). أظهرت المارجرين المحضرة بزيت الضرو والعسل خصائص فيزيائية-كيميائية متوافقة مع معايير ISO. وكشفت التحاليل الكروماتوغرافية أن إضافة الزيت حسنت من التركيب الدهني بزيادة تركيزات حمض الأوليك مع زيادة نسبة الزيت المضاف، كما أظهرت التقييمات الميكروبيولوجية جودة ميكروبية عالية. تم تحسين الثبات التأكسدي عند نسبة تدعيم قدرها 2% (M1)، حيث سجل انخفاض في مؤشر البيروكسيد وارتفاع في زمن التحفيز (22.26 ساعة). غير أن التركيزات العالية (15%) قد تؤدي إلى تأثير مؤكسد. ينشأ الأكسدة بشكل كبير بمرور الزمن (12 أسبوعاً) ودرجة الحرارة (30 درجة مئوية)، حيث تزداد المنتجات الأولية والثانوية للأكسدة (K232, K270, MDA). كشفت التقييمات الحسية للمارجرين المحضرة عن تأثير معنوي لتركيز زيت الضرو على الخصائص الحسية (الرائحة، اللون، الطعم، النكهة  $p < 0.001$ ) حيث زادت هذه الصفات طردياً مع تركيز الزيت، وكان ذلك ملحوظاً بشكل خاص في التركيبين (M3 (10%) و M4 (15%) (أما التركيبية (M2 (5%) فقد أظهرت توازناً حسياً ممتازاً وحققت أعلى نسبة تفضيل (80–100%). من الناحية الريولوجية، لم يؤثر إضافة الزيت حتى إلى 15% على السلوك البلاستيكي للزوجات النموذجية للمارجرين، حيث انخفضت اللزوجة الظاهرة مع زيادة معدل القص ودرجة الحرارة (من  $\sim 1000$  باسكال ثانية عند 20 °C إلى  $\sim 10$  باسكال ثانية عند 40 °C) حافظت الخصائص اللزوجة المرنة على سلوك المادة الصلبة ( $G' > G''$ ) حتى عند 40 °C، مع تحسن في الثبات البنوي للعينات المدعمة (M1, M2, M3, M4)، بفضل ثلاثي الغليسريدات البنوية ومضادات الأكسدة الموجودة في زيت الضرو، والتي عززت التماسك والمقاومة الحرارية والميكانيكية للتركيبات.

**الكلمات المفتاحية:** زيت الضرو، عسل، مارجرين، أنشطة بيولوجية، الثبات التأكسدي، الخصائص الحسية والريولوجية.