



**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
Université Abderrahmane MIRA de Béjaia
Faculté des sciences de la nature et de la vie
Département des Sciences alimentaires**

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Contrôle de Qualité et
Analyse des aliments



Thème



**Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de
l'huile du noyau de datte : essai d'incorporation dans une
margarine de table.**

Préparée par :

M^{elle} KAAANIN Ghania

M^{elle} HARFI Lydia

Devant le jury :

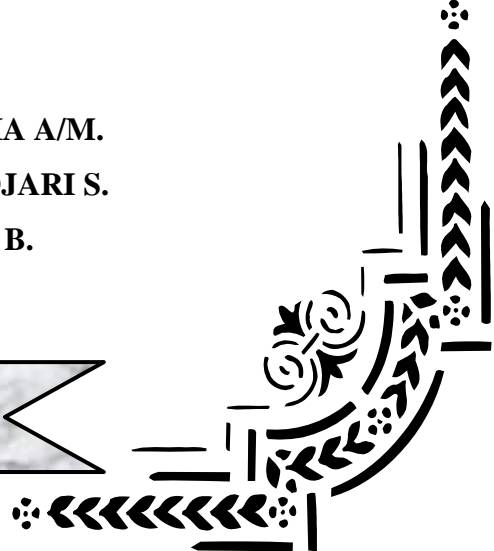
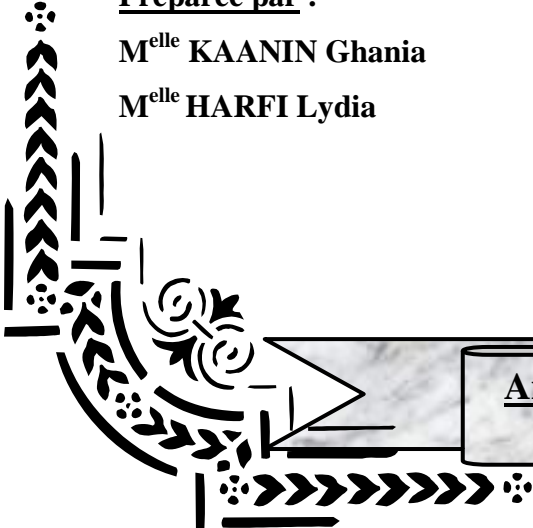
Président: D^r MADANI K.

Examineur: M^r BOUAOUDIA A/M.

Examinatrice: M^{me} TAMENDJARI S.

Co-encadreur: M^r ZEROUAL B.

Encadreur : M^{me} GUERFI F.



**Année universitaire
2011/2012**

Remerciements

Remerciements

Avant toute chose nous remercions dieu le tout puissant qui nous a donné la volonté et le courage afin de réaliser ce modeste travail.

Nous remercions profondément notre promoteur Mr HADJAL. S Le directeur de la direction de recherche & développement du complexe agroalimentaire Cévital de nous avoir ouvert les portes de son laboratoire et d'avoir mis a notre disposition les moyens nécessaires pour la réalisation de notre étude et le co-promoteur Mr ZEROUAL. B, ainsi que tous les responsables et personnel de laboratoires pour leur entière disponibilité et coopération lors de la réalisation de notre travail.

Nous tenons vivement à remercier notre promotrice Mme GUERFI. F pour les consignes et la grande volonté qu'elle n'a pas cessé de nous témoigner, pondant tout notre travail.

Qu'il nous soit permis de remercier également :

A Dr MADANI. K, Mme TAMENDJRI.S ainsi que Mr Bouaoudia. A/M d'avoir respectivement présidé le jury et examiner ce travail.

Nos remerciements s'adressent à tous ceux et à celles qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce travail.

Dédicaces



Je dédie ce modeste travail en premier lieu

- ❖ *A mes très chers parents pour leurs conseils et leurs sacrifices.*
- ❖ *Mes très chères frères et sœurs à qui je souhaite une vie pleine de bonheur, de santé et de réussite ;*
- ❖ *A La mémoire de mes grands parents que Dieu les accueille dans son vaste paradis.*
 - ❖ *A mon oncle et son épouse*
 - ❖ *A mes cousins et cousines.*
- ❖ *A Tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer.*
 - A mes amis*
 - ❖ *Toute la promotion CQA 2011-2012.*
 - ❖ *A ma binôme Lydia et sa famille*

GHANIA

Dédicaces



Je dédie ce travail

A ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs

Et ceux à qui je dois tant

A mes parents,

Pour leur amour et leur support affectif.

A ma sœur Cellia et mes frères Yanis, Malek et le petit Mohand.

! La mémoire de mes grands parents que Dieu les accueille dans son vaste paradis.

A mes oncles surtout mon oncle Razik et à mes tantes.

A mes cousins et cousines et à toutes leurs familles.

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

A mes amis,

Pour tous les merveilleux moments passés ensemble, qu'ils soient encore nombreux,

A ma binôme Ghania et sa famille.

Et a toute la promotion CQA 2011/2012

Lydia

Liste des abréviations

A : Acidité

Abs contr : Absorbance de **contrôle**.

Abs éch : Absorbance de l'**échantillon**.

AO : Acide Oléique

BHA : Butyl-hydroxy-anisole

BHT : butyl-hydroxy-toluène

Ca: Calcium

CG : Corps Gras

CG-MS : Chromatographie de Phase Gazeuse Couplée à un Spectrophotomètre de Masse

Cu : Cuivre

DPPH : 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl

ET : Ecart Type

Fe: Fer

HND : Huile de Noyau de Dattes

HPLC : Chromatographie Liquide à haute Performance

IA : Indice d'acidité

II : Indice d'iode

IP : Indice Peroxyde

IS : Indice de Saponification

K: Potassium

LAND : Largeur du Noyau de Datte

M : Masse molaire

MF1 : Margarine témoin

MF2 : Margarine à 100 ppm

MF3 : Margarine à 50 ppm

Mg: Magnésium

Mn: Manganèse

mPa.s : Micro Pascale par Seconde

MS : Matière Sèche

M : Moyenne

MG : Matière Grasse

N : Normalité

Na: Sodium

ND : Noyau de dattes

N_D^t: Indice de réfraction à la température **t**.

P: Phosphore

PND : Poids du Noyau de Datte

PPM : Particule Par Million

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire

SFC : Solid Fat Content

T : Température

trs /min : Tour par Minute

UV : Ultraviolet

V : Volume

Zn : Zinc

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 1 : Profil des composées phénoliques de l'huile du noyau de dattes | 13 |
| Figure 2 : Profil en stérols de l'huile du noyau de dattes | 13 |
| Figure 3 : Profil des tocophérols de l'huile du noyau de dattes | 14 |
| Figure 4 : Structure chimique de quelques polyphénols de l'HND..... | 17 |
| Figure 5 : Structure chimique des stérols de l'HND | 17 |
| Figure 6 : Diagramme de fabrication de la margarine..... | 24 |
| Figure 7 : Procédé d'extraction liquide-liquide des polyphénols de l'HND | 37 |
| Figure 8 : Organigramme représentant le dosage des polyphénols totaux..... | 39 |
| Figure 9 : Organigramme représentant le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de dattes..... | 40 |
| Figure 10 : Mécanisme de réduction du radical DPPH• Par un antioxydant | 42 |
| Figure 11 : Procédé de la fabrication de la margarine dans la chaine pilote..... | 45 |
| Figure 12: Taux de solides (SFC) des différentes margarines. | 63 |
| Figure 13 : Résultats de l'analyse de la teneur en eau, du point de fusion et de pH..... | 65 |
| Figure 14 : Indices de peroxyde des échantillons étudiés..... | 65 |
| Figure 15 : Courbe du test d'oxydation accélérée | 68 |
| Figure 16 : Temps d'induction (h) des échantillons de la margarine. | 68 |

Liste des photos

| | |
|---|----|
| Photos N° 1: A) les dattes et Noyaux, B) la poudre des noyaux de dattes..... | 25 |
| Photos N° 2 : L'huile de la poudre du noyau de dattes (<i>Mech-Degla</i>). | 54 |

Liste des tableaux

| | |
|---|----|
| Tableau I : Composition chimique de noyau de dattes | 4 |
| Tableau II : Valeurs moyennes de quelques indices physiques de l'HND selon certains auteurs. | 9 |
| Tableau III : Composition moyenne en acides gras de différentes variétés de l'HND | 10 |
| Tableau IV: Principaux constituants en composé phénolique de l'HND en %..... | 14 |
| Tableau V: Principaux constituants des stérols de l'HND en %. | 15 |
| Tableau VI : Principaux constituants en tocophérols de l'HND %..... | 15 |
| Tableau VII: Préparation de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique | 38 |
| Tableau VIII: Préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes | 40 |
| Tableau IX : Préparation de la corbe d'étalonnage du β -carotène | 41 |
| Tableau X : Caractéristiques morphologiques des noyaux de dattes étudiés | 52 |
| Tableau XI : montre quelques valeurs des indices biochimiques de la poudre..... | 53 |
| Tableau XII: Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile extraite du ND..... | 55 |
| Tableau VIII : Composition en acides gras de la matière grasse du ND..... | 57 |
| Tableau XIV : Recette des margarines élaborées..... | 61 |
| Tableau XV : Indice SFC de la margarine témoin et la margarine enrichie en l'HND. | 62 |
| Tableau IIVI : Caractéristiques physico-chimiques des margarines élaborées..... | 64 |

Sommaire

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale..... 1

Chapitre 1 : Partie théorique

I. Noyau de datte et sa valorisation 3

I.1. Introduction.....3

I.2. Noyau de dattes (ND).....3

I.3. Caractéristiques physico-chimiques des ND.....3

I.3.1. Caractéristiques physiques (morphologie) du ND.....3

I.3.2. Composition chimique du ND.....4

I.4. Valorisation du noyau de datte.....4

I.4.1. Fonction antiseptique.....5

I.4.1.1. Actions pharmacologiques.....5

I.4.1.2. Fonction cosmétologique.....5

I.4.1.3. L'activité antivirale.....5

I.4.2. Différentes utilisations du noyau de datte.....5

I.4.2.1. Alimentation animale.....5

I.4.2.2. Fabrication de charbon actif.....6

I.4.2.3. Fabrication du pain.....6

I.4.2.4. Extraction de polysaccharides.....6

I.4.2.5. Autres utilisations.....7

II. L'huile du noyau de datte 8

II.1. Introduction 8

II.2. Caractéristiques organoleptiques de l'huile du noyau de datte (HND).....8

| | |
|--|----|
| II.2.1. La viscosité..... | 8 |
| II.2.2. La couleur et l'odeur | 8 |
| II.3. Caractéristiques physiques de l'HND..... | 8 |
| II.4. Composition chimique de l'HND..... | 9 |
| II.4.1. Composition en acide gras | 9 |
| II.4.2. Composés en antioxydants naturels | 11 |
| II.4.2.1. Les polyphénols..... | 11 |
| II.4.2.2. Les stérols..... | 12 |
| II.4.2.3. Les tocophérols | 12 |
| II.5. Actions pharmacologiques de l'huile du noyau de datte..... | 15 |
| II.5.1. Propriétés antioxydantes..... | 15 |
| III. Généralités sur la margarine | 18 |
| III.1. Introduction..... | 18 |
| III.2. Généralités sur la margarine..... | 19 |
| III.2.1. Définitions..... | 19 |
| III.2.2. Composition globale de la margarine | 19 |
| III.2.2.1. Phase grasse | 19 |
| III.2.2.2. Blend | 19 |
| III.2.2.3. Phase aqueuse | 21 |
| III.2.3. Préparation de la phase aqueuse..... | 22 |
| III.2.4. Préparation de la phase grasse | 22 |
| III.2.5. Dosage et émulsification..... | 22 |
| III.2.5. Pasteurisation | 23 |
| III.2.6. Refroidissement et cristallisation..... | 23 |
| III.2.7. Conditionnement..... | 23 |
| III.2.8. Stockage..... | 23 |

Chapitre2: partie pratique

| | |
|--|----|
| I.1. Matériel végétal..... | 25 |
| I.1.1. Le choix de la variété..... | 25 |
| I.1.2. Présentation de la variété..... | 25 |
| I.2. Méthodes d'analyses..... | 26 |
| I.3. Caractéristique physique du noyau de datte (<i>Mech-Degla</i>)..... | 26 |
| I.3.1 Analyses physico-chimiques de la poudre du noyau de datte..... | 26 |
| I.3.1.1. Détermination de l'humidité..... | 26 |
| I.3.1.2. Détermination de la teneur en matière grasse..... | 27 |
| I.4. Caractérisation physique et chimique de l'huile du noyau de datte..... | 29 |
| I.4.1. Détermination de la teneur en eau..... | 29 |
| I.4.2. Indice de réfraction..... | 29 |
| I.4.3. Absorbance dans l'ultraviolet..... | 30 |
| I.4.4. Détermination de l'acidité..... | 30 |
| I.4.5. Détermination de l'indice de peroxyde..... | 31 |
| I.4.6. Détermination de l'indice d'iode..... | 33 |
| I.4.7. Composition en acides gras des huiles par CPG..... | 34 |
| I.4.8. Détermination de la couleur..... | 36 |
| I.5. Détermination de la teneur en polyphénols de l'huile du noyau de datte..... | 36 |
| I.5.1. Extraction des polyphénols..... | 36 |
| I.5.2. Dosage des polyphénols..... | 37 |
| I.6. Détermination de la teneur en flavonoïdes..... | 39 |
| I.7. Détermination de la teneur en caroténoïdes..... | 41 |
| I.7.1. Dosage des caroténoïdes..... | 41 |
| I.8. Détermination du pouvoir antioxydant..... | 42 |
| I.8.1. Pouvoir anti-radicalaire..... | 42 |
| II. Essai d'elaboration d'une margarine par incorporation de l'HND..... | 44 |

| | |
|---|----|
| II. Formulation de la recette..... | 44 |
| II.2. Procédé de fabrication dans la chène pilote..... | 44 |
| II.3. Analyse de la margarine formulé physique..... | 45 |
| II.3.1 Analyse physique..... | 45 |
| II.3.1.1. Détermination du taux de solide par RMN..... | 45 |
| II.3.2. Analyse physico-chimique..... | 46 |
| II.3.2.1. Teneur en eau (Humidité)..... | 46 |
| II.3.2.3. Détermination du point de fusion..... | 47 |
| II.4. Détermination de l'indice de qualité (l'indice de peroxyde)..... | 48 |
| II.5. Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique..... | 49 |
| II.6. Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation..... | 50 |

Chapitre 3: Résultats et discussions

| | |
|--|----|
| I. Caractéristiques physiques des noyaux de datte étudiés..... | 52 |
| I.1. Caractéristiques morphologiques..... | 52 |
| I.2. Composition biochimique de la poudre..... | 53 |
| I.2.2. Le taux de matières grasses..... | 54 |
| I.2.3. Couleur..... | 54 |
| I.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'HND..... | 55 |
| I.3.1. Humidité de l'huile..... | 55 |
| I.3.2. Absorbance spécifique..... | 55 |
| I.3.3. Indice de réfraction..... | 56 |
| I.3.4. Indice de peroxyde..... | 56 |
| I.3.5. Acidité..... | 56 |
| I.3.6. Indice d'iode..... | 57 |
| I.4. La composition en acides gras..... | 57 |
| I.5. Polyphénols de l'huile du noyau de datte..... | 58 |

| | |
|--|----|
| I.6. Flavonoïdes..... | 59 |
| I.7. Les caroténoïdes..... | 60 |
| I.8. Activité antiradicalaire de l'huile du noyau de datte..... | 60 |
| II. Elaboration et caractérisation d'une margarine enrichie en HND..... | 61 |
| II.1. Elaboration de la margarine enrichie en huile du noyau de datte..... | 61 |
| II.2. Caractérisation d'une margarine enrichie en huile du noyau de datte..... | 61 |
| II.2.1. Caractéristique physique..... | 61 |
| II.2.1.1. Analyse de la texture par RMN | 61 |
| II.2.2. Caractéristiques physico-chimiques..... | 64 |
| II.2.2.1. La teneur en eau | 65 |
| II.2.2.2 Le point de fusion..... | 65 |
| II.2.2.3. Indice de peroxyde | 66 |
| II.2.2.4. Détermination du pH de la phase aqueuse | 67 |
| II.3. Test d'oxydation accéléré ou encore test au Rancimat..... | 67 |
| Conclusion..... | 70 |

Introduction

Introduction

La valorisation des sous-produits organiques dans l'industrie agroalimentaire par des moyens chimiques a attiré l'intérêt de beaucoup de chercheurs pour deux buts principaux : protection de l'environnement et l'exploitation économique.

L'agriculture oasienne en général et le palmier dattier en particulier jouent un rôle très important tant sur le plan culturel et socio-économique que sur le plan écologique. En effet, le palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) est une plante vitale pour les régions désertiques où il constitue une base de survie à leurs populations. Actuellement, de par le monde, plus de 2000 variétés ou cultivars différents existent, mais seul un nombre limité est valorisé pour la qualité de leurs fruits (**Al-Hooti et al., 2002**).

Les sous produits du palmier dattier (*Phoenix dactylifera* L.) (feuilles, tronc, noyaux, pédicelles...etc) ont diverses utilisations dans les régions sahariennes. Les noyaux de dattes, en particulier, sont destinés à l'alimentation du bétail quand ils ne sont pas carrément jetés.

De nombreux travaux de recherche sont consacrés à la valorisation du noyau de dattes sous différentes formes : charbon actif (**Girgis et al., 2002 ; El Nemr et al., 2007; Alhamed et al., 2009**), supplément en alimentation de bétail (**Hussein et Alhadrami, 2003**), préparation de l'acide citrique et de protéines (**Abou-Zeid et al., 1983**), en médecine traditionnelle pour ses propriétés antimicrobienne et antivirale (**Ali et al., 1999; Hamada et al., 2002**) et (**Sabah et al., 2007**).

La caractérisation du noyau a relevé sa richesse en diverses substances biochimiques et minérales de valeur à savoir: fibres diététiques (22,5–94%), protéines (2,3–6,4%), cendre (0,9–1,8%), sucres (5-6%), composés phénoliques (3102–4430 mg/100g), et matière grasse (7 à 13 %) (**Abdel Nabey, 1999 ; AL-Farsi et al., 2007,2008; Chaira et al., 2007**). L'huile du noyau de dattes est composée d'acides gras (l'acide oléique : 56,1 %, acide linoléique : 11,6 %, acide laurique : 8,3 %, acide myristique : 6,0 % ...) (**Al-Hooti et al., 1998**) et antioxydants naturels : polyphénols, stérols, tocophérols et caroténoïdes (**Besbes et al., 2007**) ceci nous a actuellement conduit à formuler une margarine nutritive et plus résistante à l'oxydation.

Selon **Karleskind (1992)**, La margarine se définit comme étant une émulsion de type eau dans l'huile qui comprend deux phases essentielles :

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

Elle contient aussi des additifs (lécithine, sel, colorant, antioxydants, vitamines, etc.) répartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse (**Faur, 1996**).

Le but de cette étude est la valorisation des noyaux de dattes sous forme de l'huile extraite, comme additif alimentaire naturel dans la margarine en substitution aux additifs synthétiques utilisés couramment (α -tocophérol). Ce choix est motivé par la grande capacité antioxydante de l'huile du noyau de dattes. Ainsi cette étude s'attellera en premier lieu à étudier les caractéristiques physicochimiques et antioxydantes de l'huile du noyau de dattes, en second lieu sur son incorporation dans une margarine de table fabriqué par le complexe agro-alimentaire Cévital de la wilaya de Bejaïa.

Chapitre 1 : Partie théorique

I. Noyau de datte et sa valorisation

I.1. Introduction

Les noyaux du palmier dattier sont des déchets de beaucoup d'industries de transformation des dattes (**Al-Hooti et al., 1997**).

Plusieurs chercheurs se sont intéressés à l'étude de la caractérisation physico-chimique des noyaux de dattes (**Hamada et al., 2002**). Par ailleurs, une abondante bibliographie est disponible concernant l'activité antioxydante des pépins et des noyaux de plusieurs espèces végétales : pépins d'agrumes (**Bocco et al., 1998**), grignons d'olives (**Bouzide et al., 2005**), grains d'écrou (**Yang et al., 2009**), pépins de raisins (**Yilmaz et al., 2006 ; Bozan et al., 2008**). Par contre, seuls **Chaira et al. (2007)** et **Al-Farsi et al. (2008)** se sont intéressés à notre connaissance à la caractérisation des propriétés antioxydantes des noyaux de dattes. Les noyaux de dattes représentent 6 à 15 % du poids total de la datte selon la variété et la qualité des dattes (**Barreveld, 1993 ; Jassim et Naji, 2007**).

I.2. Noyau de dattes (ND)

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

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

I.3. Caractéristiques physico-chimiques des ND

I.3.1. Caractéristiques physiques (morphologie) du ND

Selon **Acourene et Tama (1997)**, une différence significative entre arbres a été relevée sur le diamètre, le poids, la longueur du noyau même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation.

De plus, ces différences peuvent être induites par les types de pollen utilisés par les phoeniculteurs (**Khalifa, 1980**). Ce dernier auteur a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau.

Les études effectuées par **Acourene et Tama, (1997)**, ont montré que le poids du noyau de dattes algériennes (Ziban) peut varier d'un cultivar à un autre selon différents paramètres : poids : 0,6 – 1,69 g, diamètre : 0,58 – 1 cm et longueur: 2,9 – 3,15 cm.

I.3.2. Composition chimique du ND

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

Tableau I : Composition chimique du noyau de dattes

| Composition chimiques | Teneur | Références |
|---|--|--|
| Teneur en eau en % | 7 à 19 | Boudechiche et al., 2009 |
| Matière protéique (Shahal) (% MS) | 2,29 | A-Farsi et al., 2007 (Variété Shahal) |
| Matière grasse en % | 13,2 | Amellal, 2008 ; Djouab, 2007 |
| Sucres en % | 4,4 à 4,6 | Lecheb, 2010 |
| Fibres en % | 70 | Almana et al., 1994 |
| Polyphénols (% MS) | 0,0215 à 0,0526 | Besbes (2004b) |
| Minéraux : (%MS) <ul style="list-style-type: none">• K• Ca• Mg• P• Na• Fe• Zn• Cu• Mn | 25,4- 28,9 1,35- 1,87 - 6,74 – 9,36 0,38- 1,48 0,22- 1,68 - 0,07 – 0,2 0,06 – 0,09 | Devshony et al. (1992) (Variétés Israéliennes) |

I.4. Valorisation du noyau de datte

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

I.4.1. Fonction antiseptique

I.4.1.1. Actions pharmacologiques

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

I.4.1.2. Fonction cosmétologique

Selon **Bouza et al. (2002)** cités par **Chaira et al. (2007)** l'extrait du noyau de datte abaisserait clairement et rapidement les rides du visage.

I.4.1.3. L'activité antivirale

L'utilisation du noyau ou des grains de différents fruits et légumes est connue depuis l'antiquité comme un complément alternatif dans la médecine. Selon **Jassim et Naji (2007)**, les noyaux et pépins possèdent des actions bénéfiques contre le stress et les symptômes secondaires. Ils ont souligné l'exemple de la poudre des noyaux d'abricots employée par les mexicains comme un remède traditionnel dans le traitement du cancer ce qui est connu aussi en Russie dès 1845.

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

I.4.2. Différentes utilisations du noyau de dattes

I.4.2.1. Alimentation animale

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

De son côté, **Osman et al. (1999)** ont signalé les effets semblables des noyaux et des pulpes de dattes dans l'alimentation des poissons et des animaux laitiers.

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

I.4.2.2. Fabrication du charbon actif

La propriété principale des charbons actifs semble liée à la présence de micropores responsables de leur pouvoir adsorbant tandis que les macropores et les mésopores s'apparentent à des conducteurs de fluides vers la surface interne (**Addoun et al., 2000**). Les précurseurs du charbon peuvent être d'origine botanique (les noyaux de fruits entre autres), minérale (charbon par exemple) ou issus de matériaux polymères (caoutchouc notamment) (**Banat et al., 2003**). Selon **Garcia (2002)** environ 50% de charbon actif utilisé dans la pratique industrielle sont d'origine botanique.

Les déchets agricoles lignocellulosiques (substances organiques et inorganiques) contiennent des valeurs élevées en carbone (**Banat et al., 2003**), ils sont considérés comme une bonne source de production du charbon actif (**Haimour et Emeish, 2006**). Les travaux d'**Addoun et al. (2000)** montrent que la carbonisation du noyau de dattes peuvent conduire à l'obtention de charbon actif, et peuvent avoir des applications diverses comme la purification des gaz, élimination des phénols, traitement des eaux polluées et dans la pharmacologie (**Alhamed, 2009 ; Bouchelta et al., 2008**).

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

I.4.2.3. Fabrication du pain

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

I.4.2.4. Extraction de polysaccharides

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

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

épaississants ou viscosifiants pour les industries pharmaceutiques et alimentaires (**Bouanani et al., 2007**).

I.4.2.5. Autres utilisations

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

Selon **Rahman et al. (2007)**, le noyau de datte torréfié est peut être additionné à une boisson traditionnelle décaféinée qui peut substituer le café quand la caféine est une contrariété une telle boisson est aussi utilisée depuis longtemps dans le monde arabe, un mélange de poudre du noyau de dattes grillées de manière semblable avec la poudre du café comme une boisson chaude, cette dernière permet de réduire le taux de caféine (**Al-Turki, 2008 ; Rahman et al., 2007**).

II. L'huile du noyau de datte

II.1. Introduction

Les noyaux de dattes, en plus de leurs applications en pharmacologie, peuvent être une source potentielle d'huile de table (**Jassim et Naji, 2007**).

II.2. Caractéristiques organoleptiques de l'huile du noyau de datte (HND)

II.2.1. La viscosité

Peu d'études sont consacrées aux caractères rhéologiques de l'huile du noyau de datte. **Besbes et al. (2004a)** a évalué la viscosité des huiles de noyaux de deux variétés de dattes *Deglet Nour* et *Allig* qui sont respectivement de : 20- 40 mPa.s. Cette dernière semble, en se référant à la littérature scientifique, légèrement plus faible que celle de l'huile d'olive (60 mPa.s) (**Fomuso et Akoh, 2002**). Par ailleurs, **Oomah, et al. (2000)** ont montré que la viscosité de l'huile de framboise est semblable à celles de l'HND. En fait, la viscosité est directement liée à la présence des acides gras à courtes chaînes (**Gustone et al., 1986; Geller et Goodrum, 2000**).

II.2.2. La couleur et l'odeur

L'huile extraite des noyaux de dattes est de couleur jaunâtre verte pâle avec une odeur agréable (**Barreveld, 1993**). Ceci est confirmé dans une étude effectuée par **Besbes et al. (2005)** concernant la couleur de l'huile du noyau de datte de deux variétés tunisiennes *Deglet Nour* et *Allig*. Cette même étude montre que ces dernières donnent une couleur jaune plus foncée par rapport aux huiles de palme, de soja, de maïs, de tournesol et d'olive (**Hsu et Yu, 2002**). Selon **Besbes et al. (2004a)** cette couleur des huiles est due à la présence des caroténoïdes.

II.3. Caractéristiques physiques de l'HND

Le Tableau II récapitule quelques indices physiques de HND des différentes variétés étudiées par plusieurs auteurs.

Tableau II : Valeurs moyennes de quelques indices physiques de l'HND selon certains auteurs.

| Auteurs Caractérisation physique | El-Shurafa et al., 1982 (Dattes libyennes) | Devshony et al., 1992 (Dattes Israéliennes) | Mehran et Filsoof, 1974 (Dattes Iraniennens) |
|-------------------------------------|--|---|--|
| Indice d'iode (II) | 54.8 | 49.5 | 52.03 |
| Indice de saponification(IS) | 207 | 221.0 | - |
| Indice d'acide (IA) | 1.75 | 3.76 | - |
| Insaponifiable (%) | - | 0.78 | - |

II.4. Composition chimique de l'HND

II.4.1. Composition en acide gras

Selon les études effectuées par plusieurs auteurs (**Barreveld, 1993 ; Abdel Nabey, 1999, Besbes et al., 2005**) le pourcentage en matières grasses de l'huile du noyau de datte varie de 7 à 13 % ce qui peut justifier sa valorisation. **Besbes et al. (2004a, 2005)** ont prouvé que l'huile de noyaux de deux variétés de dattes tunisiennes (*Daglet Nour* et *Allig*) est mono-insaturée.

Par ailleurs, les acides gras de l'huile du noyau de datte se présentent sous deux formes : saturée et insaturée selon le type de noyaux. **Al-Shahib et Marshall (2003)** ont effectué des études sur quatorze (14) variétés de dattes, lesquelles montrent que 14 types d'AG peuvent exister dans l'huile de ND alors que seulement huit (8) sont relevés dans la pulpe du fruit et à de faibles concentrations.

Al-Showiming (1990), Al-Hooti et al. (1998), Al-shahib et Marshall (2003), Besbes et al. (2004a) rapportent un taux élevé en acide oléique (41,1 – 58,8 g/100g) dans 20 variétés de dattes analysées.

La teneur en acides gras de différents HND est récapitulée dans le tableau III.

Tableau III: Composition moyenne en acides gras de différentes variétés de l'HND

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

II.4.2. Composés en antioxydants naturels

Des auteurs suggèrent exploiter l'huile du noyau de datte comme source assez riche en antioxydants naturels : polyphénols, stérols, tocophérols et caroténoïdes (**Besbes et al., 2007**).

Selon ces derniers, ces substances ont une activité antioxydante supérieure à celle des antioxydants synthétiques (BHA, BHT). D'autre part, elles présentent un avantage émanant de leur origine naturelle ; de ce fait, leur utilisation rationnelle n'implique pas de risque sur la santé humaine contrairement aux antioxydants synthétiques.

Les mêmes auteurs ont identifié par Chromatographie liquide à haute performance (HPLC) et chromatographie de phase gazeuse couplée à un spectrophotomètre de masse (CG-MS) les composés phénoliques, les stérols et les tocophérols contenus dans l'huile du noyau de dattes (Voir figures 1, 2, 3 et tableau IV, V, VI).

II.4.2.1. Les polyphénols

L'huile du noyau de dattes est riche en composés phénoliques (**Besbes et al., 2004b**). La composition en polyphénols de l'huile du noyau de dattes dépend des conditions de stockage (**Marinova et Yanishlieva 2003**).

Dans la figure 1, deux pics (1 et 8) ne sont pas identifiés. Selon toujours **Besbes et al. (2004b)**, ils pourraient être responsables de l'activité antioxydante et que d'autres composés sont présents dans l'huile du noyau de dattes : Hydroxytyrosol, Acide gallique, Tyrosol, Acide 3,4-dihydroxyphenylacétique...etc (tableau IV).

Selon **Visioli et Galli (1998)** ; **Ucella (2001)** ; **Malik et Bradford (2006)** l'oleuropéine, le tyrosol, l'hydroxytyrosol et le demethyl-oleuropeine possèdent des propriétés biologiques et fonctionnelles attribuées à leur capacité antioxydante. Ces composés protègent des risques cardiovasculaires et des risques de cancers tout en réduisant l'excrétion urinaire du F2-isoprostane, biomarqueur du stress oxydant (**Visioli et al., 2000**).

La classification des polyphénols est basée sur le nombre et la nature des substituants dans le noyau aromatique. La présence de groupements hydroxyles et la structure aromatique, confèrent à ces composés des propriétés antioxydantes par transfert d'hydrogène, chélation de métaux, ou inhibition enzymatique (**Robards et al., 1999**; **Garcia-Alonson et al., 2004** ; **Halliwel et al., 2005**; **Dimitrios, 2006**). Cette activité est fonction du nombre et de la

position des groupements hydroxyles (**Williamson et Manach, 2005 ; Villano et al., 2007 ; Aoshima et Ayabe, 2007**).

II.4.2.2. Les stérols

Selon **Salvador et al. (2001)**, les stérols contenus dans l'huile du noyau de dattes (3000 à 3500 mg/kg) sont plus élevés que ceux de l'huile d'olive (1500 mg/kg). Selon toujours ces auteurs, dans l'huile d'olive, le β -sitostérol est majoritaire (75 à 87 %) alors que **Besbes et al. (2004b)** révèlent que dans l'huile du noyau de dattes cette molécule est associée au Campesterol (90 %) tout en notant la présence de β -sitostérol dans les huiles végétales (de grains de raisins, l'huile d'arachide, l'huile de tournesol).

II.4.2.3. Les tocophérols

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

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

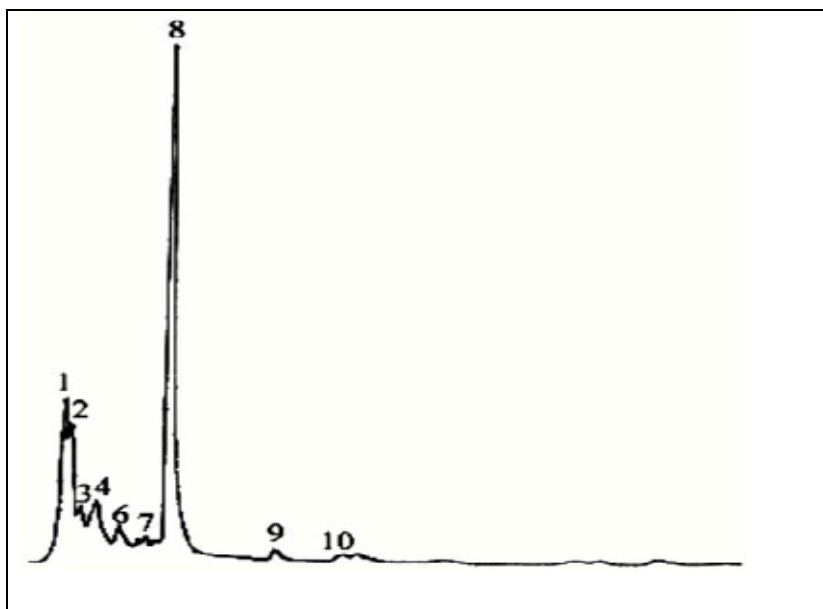


Figure 1 : Profil des composées phénoliques de l'huile du noyau de datte par HPLC
(Besbes *et al.*, 2004b).

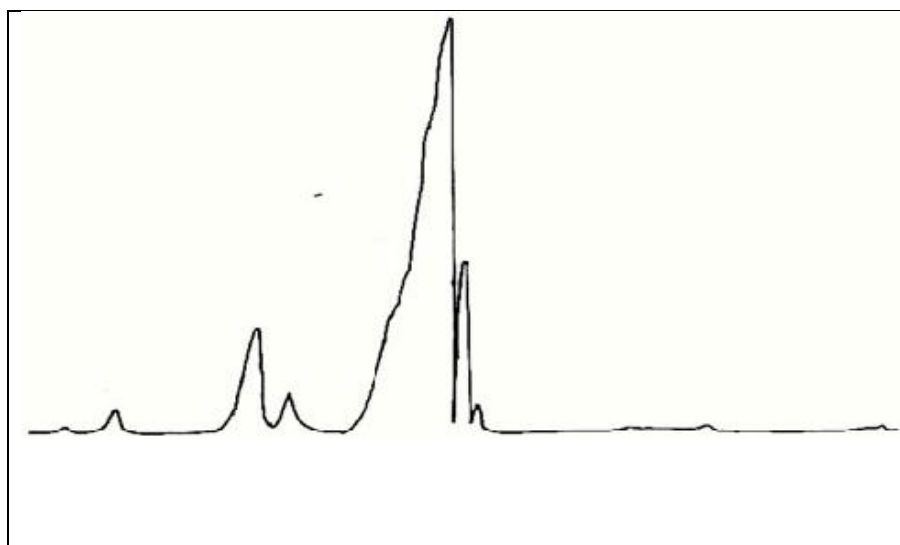


Figure 2: Profil en stérols de l'huile du noyau de datte par CG-MS
(Besbes *et al.*, 2004b).

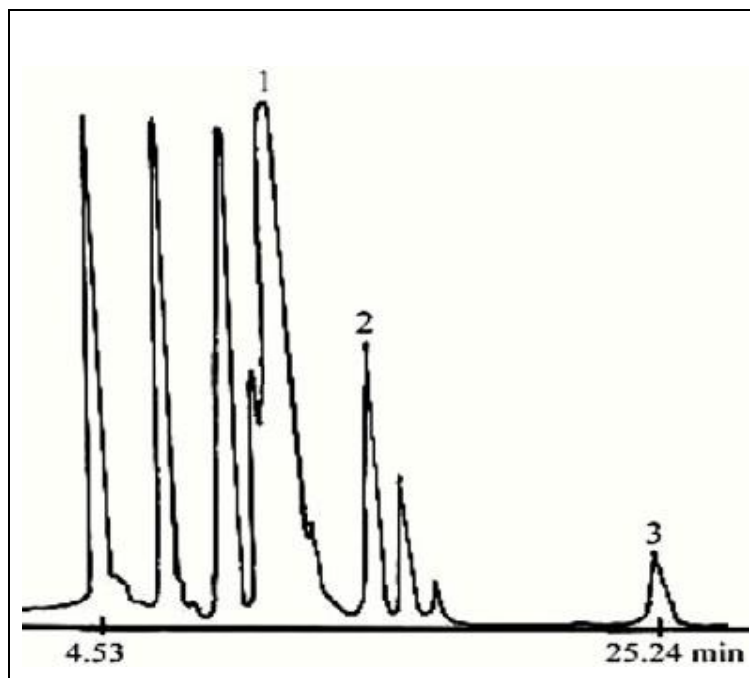


Figure 3: Profil des tocophérols de l'huile du noyau de datte par HPLC
(Besbes *et al.*, 2004b).

Tableau IV: Principaux constituants en composé phénolique de l'huile du noyau de datte en %.

| Polyphénols | Composition (%) (Besbes <i>et al.</i> , 2004b) |
|-----------------------------------|---|
| Non identifié | 50 - 60 |
| Hydroxytyrosol | 6,94 - 10,22 |
| Acide gallique | 2,48 - 4,11 |
| Acide protocatechuiques | 4,26 - 9,62 |
| Acide 3,4-dihydroxyphenylacétique | 1,56 |
| Tyrosol | 4,50 - 8,10 |
| Acide caféique | 1,30 - 4,95 |
| Acide p-coumarique | 0,22 - 0,26 |
| Oleuropeine | 0,11 - 0,18 |

La structure chimique de quelques composés phénoliques est donnée dans la figure 4.

Tableau V : Principaux constituants des stérols de l'huile du noyau de datte en %.

| Stérols | Concentration (%) (Besbes et al., 2004b) |
|-------------------------|---|
| Cholestérol | 0,58 - 0,96 |
| Campestérol | 9,10 - 10,19 |
| Stigmastérol | 2,29 - 2,42 |
| β -sitostérol | 78,66 - 83,31 |
| D5-avenasterol | 0,45 - 4,50 |
| D5.2, 4-stigmastadienol | 0,23 - 0,41 |

La structure chimique de quelques composés de stérol est donnée dans la figure 5.

Tableau VI : Principaux constituants en tocophérols de l'huile du noyau de datte en %.

| Tocophérols | Composition (%) (Besbes et al., 2004b) |
|-----------------------|---|
| α - tocophérol | 24,97 - 38,85 |
| γ - tocophérol | 3,76 - 5,40 |
| σ - tocophérol | 1,22 - 2,40 |

II.5. Actions pharmacologiques de l'huile du noyau de dattes

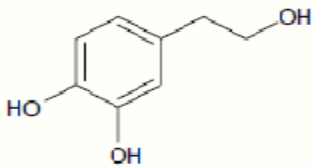
II.5.1. Propriétés antioxydantes

Les agents antioxydants rencontrés dans l'huile du noyau de datte sont la vitamine E, les caroténoïdes, les composés phénoliques (des phénols simples comme l'hydroxytyrosol et des phénols complexes comme l'oleuropéoside), des stérols et des tocophérols (**Besbes et al., 2004b**). L'activité a été vérifiée in vitro et in vivo par **Dammak et al. (2007)**. Rappelons que la vitamine E est un mélange de α , β , γ et δ tocophérol (**Wilfred et Ralph, 2008**).

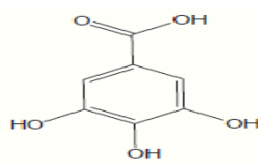
Il convient de noter que le β -carotène s'avère être un inhibiteur de l'oxygène singulet et en même temps, il présente un effet synergique avec l' α -tocophérol ce qui a permis d'ailleurs de découvrir un effet antioxydant synergique très bénéfique dans la prévention de certaines formes de cancers et du vieillissement (**Ghedira, 2005**).

Les études au laboratoire ont montré que les dérivés de l'hydroxytyrosol stimuleraient la production d'oxyde nitreux, médiateur de l'activité relaxante ayant aussi une action antithrombotique et antioxydante (**Léger, 1999**).

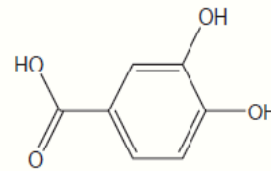
Les polyphénols peuvent être conjugués avec un ou plusieurs résidus glycosyls ou liés avec d'autres composés chimiques tels que des amines ou les lipides (**Nève, 2002**). Cette structure leur confère des propriétés biologiques et anti-oxydantes importantes (**Blokhina et al., 2003; Vattem et al., 2005**).



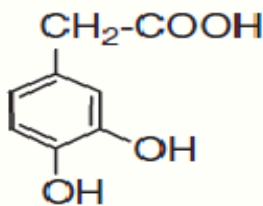
Hydroxytyrosol



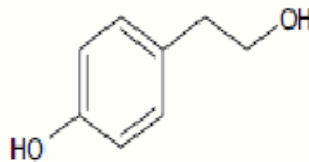
Acide gallique



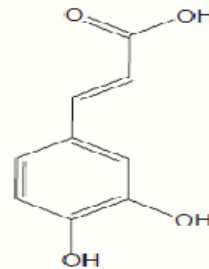
Acide protocatechiques



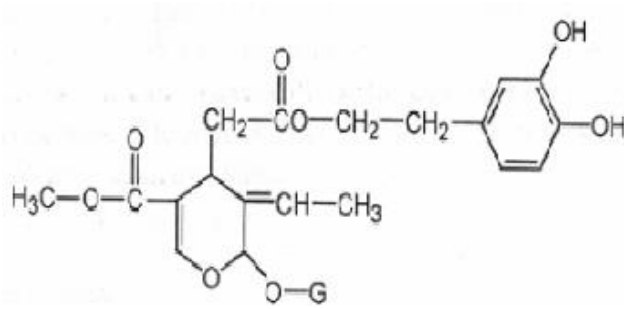
Acide caféique



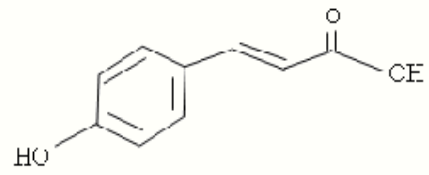
Acide 3,4-dihydroxyphenylacétique



Tyrosol

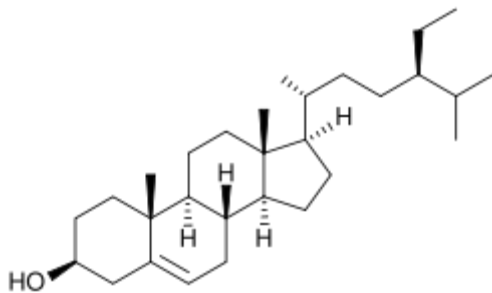


Acide *p*-coumarique

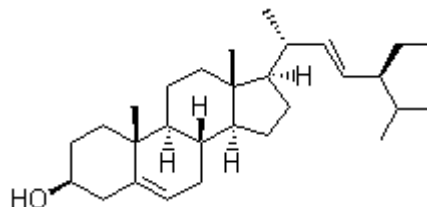


Oleuropeine

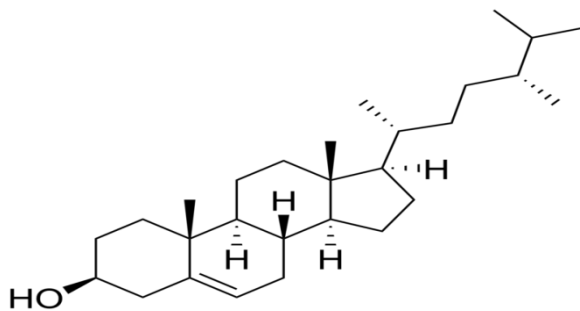
Figure 4 : Structure chimique de quelques polyphénols de l'HND.



β -Sitostérol



Stigmastérol



Campestérol

Figure 5 : Structure chimique des stérols de l'HND

III. Généralités sur la margarine

III.1. Introduction

La margarine est une émulsion plastique (de type eau dans l'huile), initialement formulée pour remplacer et suppléer le beurre. Sous sa forme standard, elle est constituée de deux phases essentielles :

- 80 à 82 % de phase grasse (mélange d'huiles de différents points de fusion).
- 16 à 18 % de phase aqueuse (eau et/ou lait).

Elle contient en outre, des auxiliaires de fabrication à raison de 2% utilisés pour des raisons technologiques (émulsifiants), sensorielles (sucres, arômes, colorants), nutritionnelles (vitamines), de conservation (correcteurs de pH, antioxydants...), et de législation (révélateurs).

Les progrès technologiques et la popularité dont jouit la margarine auprès du consommateur ont fait que sa production s'est accrue en quantité et en diversité. De nos jours, le terme « margarines » se décline désormais au pluriel et des formules dites diététiques ont fait leur apparition, avec à leur tête, les margarines basses calories (60 % de phase grasse et 40 % de phase aqueuses). Ces dernières ont été élaborées pour contribuer à la lutte contre l'obésité, fléau des temps modernes.

Dans sa conception initiale, la margarine peut subir des détériorations dont la plus importante est l'oxydation. De plus, ses auxiliaires de fabrication sont en majorité, d'origine synthétique.

L'étude du noyau de datte et particulièrement de ses constituants mineurs, met en évidence des substances, aux propriétés très intéressantes pratiquement complémentaires de la margarine :

- des polyphénols, produits hautement antioxydants ;
- des colorants naturels ;

III.2. Généralités sur la margarine

III.2.1. Définitions

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile W/O qui comprend deux phases essentielles:

- une phase continue: la phase grasse.
- une phase dispersée: la phase aqueuse.

Elle contient aussi des additifs (lécithine, monoglycérides, sel, colorant, antioxydants, conservateurs, vitamines) répartis, en partie, dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse. L'émulsion est un système liquide comprenant deux phases non miscibles, une des deux phases étant finement dispersée dans l'autre. Mais du fait de son instabilité thermodynamique, l'émulsion tend à se séparer, pour redonner les deux phases d'origine. Il est donc nécessaire, dans le cas de la margarine, de faciliter la mise en émulsion et de stabiliser celle-ci, c'est le rôle des émulsifiants qui réduisent la quantité de travail nécessaire à la formation d'un mélange homogène à partir de ces deux phases non miscibles: la stabilité finale du produit sera obtenue par cristallisation de la phase grasse à haut point de fusion au sein de l'émulsion. La définition complète de la margarine est donc celle d'un système polydispersé de corps gras à l'état solide et à l'état liquide, d'eau et/ou lait, d'ingrédients et quelquefois de bulles de gaz (**Karleskind, 1992**).

III.2.2. Composition globale de la margarine

En général, toutes les margarines ont une composition globale identique, dont une phase grasse constitue de lipides représentant de 80 % à 82 % de la masse totale, 16 % à 18 % d'eau et/ou lait, constituant la phase aqueuse et enfin, 2 % d'additifs, obligatoires ou facultatifs (**Karleskind, 1992**).

III.2.2.1. Phase grasse

C'est du blend additionné d'ingrédients liposolubles.

III.2.2.2. Blend

Le blend est un mélange d'huiles végétales traitées, de proportions choisies en fonction des propriétés du produit fini recherchées, des applications envisagées et, bien entendu des conditions du prix, c'est la recette principale de la margarine.

- **Additifs liposolubles**

Ce sont des additifs dissous dans la phase grasse tel que : les émulsifiants, colorants, conservateur, vitamines et arômes.

- **Emulsifiants**

Ce sont des composés ayant des propriétés tensio-actives, dues à leur caractère amphiphatique ; leur structure chimique étant composée à la fois de groupes hydrophiles et lipophile ce qui leur permet de se dissoudre dans les deux phases, permettant leur union sous forme d'émulsion homogène (**Faur, 1992**).

Comme émulsifiants, on distingue deux types. Des produits naturels tels que la lécithine (surtout de soja) et le jaune d'œuf (utilisé à un degré moindre que la lécithine). Et des produits non naturels tels que les monoglycérides et diglycérides résultants de la glycérolyse des huiles (**François, 1974**).

- **Colorants**

Les colorants sont des substances qui par leurs propriétés physico-chimiques peuvent être utilisés aux fins de colorer les denrées alimentaires (**Etournaud et al., 1992**).

Dans la margarine, ils sont utilisés pour lui conférer une couleur assez voisine à celle de beurre, cette couleur peut être obtenue par l'addition de l'huile de palme rouge ou de β -carotène, leurs emplois sont limités à des doses strictement nécessaires selon le type de la margarine à fabriquer (**Faur, 1992**).

- **Arômes (aromatisants)**

L'addition dans les margarines de parfums, essences, arômes chimiques artificiels ou autres similaires est interdite. L'aromatization peut être réalisée par :

- Addition de diacétyle (un constituant de l'arôme de beurre), qui a une forte odeur quinonique.
- Addition de cocktails d'arôme. L'arôme d'une margarine, même préparée avec du lait mûré et une addition complémentaire de diacétyle, est encore loin de l'arôme de beurre (**Faur, 1992**).

- **Vitamines liposolubles**

Il s'agit de la vitamine A et vitamine D (**Faur, 1992**).

III.2.2.3. Phase aqueuse

Cette phase représente environ 16 à 18 % de la composition globale de la margarine. Elle est constituée soit d'eau soit de lait, soit d'un mélange eau/lait, additionnée d'ingrédients hydrosolubles. Elle est la plus sensible des constituants de la margarine, à des contaminations microbiennes, et nécessite donc une pasteurisation préalable.

➤ L'eau

L'eau utilisée doit répondre aux critères de potabilité, elle doit subir un adoucissement pour éliminer les ions métalliques catalyseurs d'oxydation et les substances toxiques et un traitement à l'ultra-violet pour éliminer les microorganismes.

➤ Lait

Il est surtout additionné, une fois modifié pour servir d'apport d'arômes à la margarine (dans le cas où l'addition d'arômes est interdite). On utilise un laitensemencé par des ferments lactiques préparés spécialement pour l'aromatization de la margarine (**Faur, 1992**).

• Les additifs hydrosolubles

➤ Le sel et le sucre

Ils sont employés pour donner à la margarine son goût propre. Ils interviennent, l'un et l'autre, dans le « profil » de flaveur. Le sucre sert à donner un « doré » au met rôti ou cuit, très apprécié (**François, 1974**).

Selon **Faur (1992)**, l'addition du sucre est faite surtout dans le cas des margarines pour pâtisserie et que le sel, à coté de son rôle dans l'amélioration de la sapidité, peut être bactériostatique, **Corseul et al. (2004)** rajoute que c'est grâce à son hygroscopie (retient l'eau).

➤ Les conservateurs

Outre le sel de table (NaCl), l'addition de l'acide sorbique (E200) ainsi que celle de ses sels de sodium (E201), de potassium (E202) et de calcium (E203) isolément ou ensemble dans une proportion pondérale de 2 g par kilogramme de produit fini. L'acide sorbique est un acide faible, avec ses sels, il présente un bon effet fongicide dont l'action inhibitrice est en fonction de la concentration en acide non dissous, elle augmente quand le pH diminue (**Faur, 1992**).

➤ **Les correcteurs de pH**

Les acides citrique, lactique et leurs sels de Na^+ , K^+ , Ca^{++} sont autorisés. En effet, l'addition du sel dans les margarines n'est pas élevée pour que ça constitue un véritable bactériostatique, d'où la nécessité de contrôler le pH de la phase aqueuse; une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes (**Faur, 1992**).

➤ **Les antioxygènes**

On peut ajouter des tocophérols (extrait naturels) ou synthétiques via la phase grasse, qui ont pour rôle d'éviter l'oxydation des huiles en retardant l'apparition du rancissement. On peut aussi utiliser des gallates de propyle, BHT (butylhydroxytoulène) (**Hoelinger, 2002**).

➤ **Les révélateurs**

L'amidon en tant que révélateur à une dose de 0.2 % permet de différencier la margarine du beurre, quoiqu'il existe actuellement d'autres moyens de les distinguer, par exemple, l'huile de sésame (**Cheftel et Cheftel, 1977**).

III.2.3. Préparation de la phase aqueuse

Elle consiste à pomper l'eau osmosée vers le bac mélangeur (triblender), ensuite ajouter manuellement par un entonnoir les ingrédients hydrosolubles, préalablement pesés et, qui seront solubilisés par agitation mécanique à température ambiante. Le contenu du bac de dissolution est pompé vers les bacs tampons.

III.2.4. Préparation de la phase grasse

Une quantité du blend est pompée vers un bac mélangeur et, additionnée manuellement d'ingrédients liposolubles.

III.2.5. Dosage et émulsification

Cette étape consiste à alimenter les trois têtes de la pompe doseuse avec des proportions convenables en blend, phase aqueuse et phase grasse. Le mélange ainsi formé, est pompé grâce à une pompe centrifugeuse vers un bac d'émulsion afin d'assurer une bonne homogénéisation de matière à avoir, une dispersion équilibrée des gouttelettes d'eau dans la phase grasse.

III.2.5. Pasteurisation

La pasteurisation désigne un traitement qui détruit, de manière plus ou moins totale, des éléments microbiens sous leur forme végétative pour assurer la sécurité du produit (Leyrat et Vierling, 2001).

Après que l'émulsion soit stable, elle passe dans un pasteurisateur à plaque, pour subir un traitement thermique à 80 °C jusqu'à 85° pendant 3 à 4 secondes puis, un refroidissement jusqu'à atteindre environ, 5° C au dessus du point de fusion.

On assure ainsi la destruction des germes tout en préservant les qualités organoleptiques (Dia et al., 2001).

III.2.6. Refroidissement et cristallisation

La cristallisation est le passage d'un état désordonné liquide à un état ordonné solide (Cansell et al., 2007).

La stabilisation finale du système polydispersé étant capital, les phénomènes de cristallisation jouent un rôle très important, car ils vont permettre la création de la structure du produit et contribuer à sa stabilité (Faur, 1992).

III.2.7. Conditionnement

Le conditionnement a pour but de préparer les produits pour la distribution et la vente, mais il doit aussi veiller à conserver les propriétés essentielles de la margarine, en particulier le goût, la fraîcheur et la couleur, qui ne doivent pas évoluer que très lentement au cours de la durée de vie du produit (Faur, 1992).

III.2.8. Stockage

Les cartons de margarine sont mis en palettes puis, transférés aux chambres de stockage au niveau du magasin sous froid. Le résumé des étapes de fabrication de la margarine est présenté dans la figure 6.

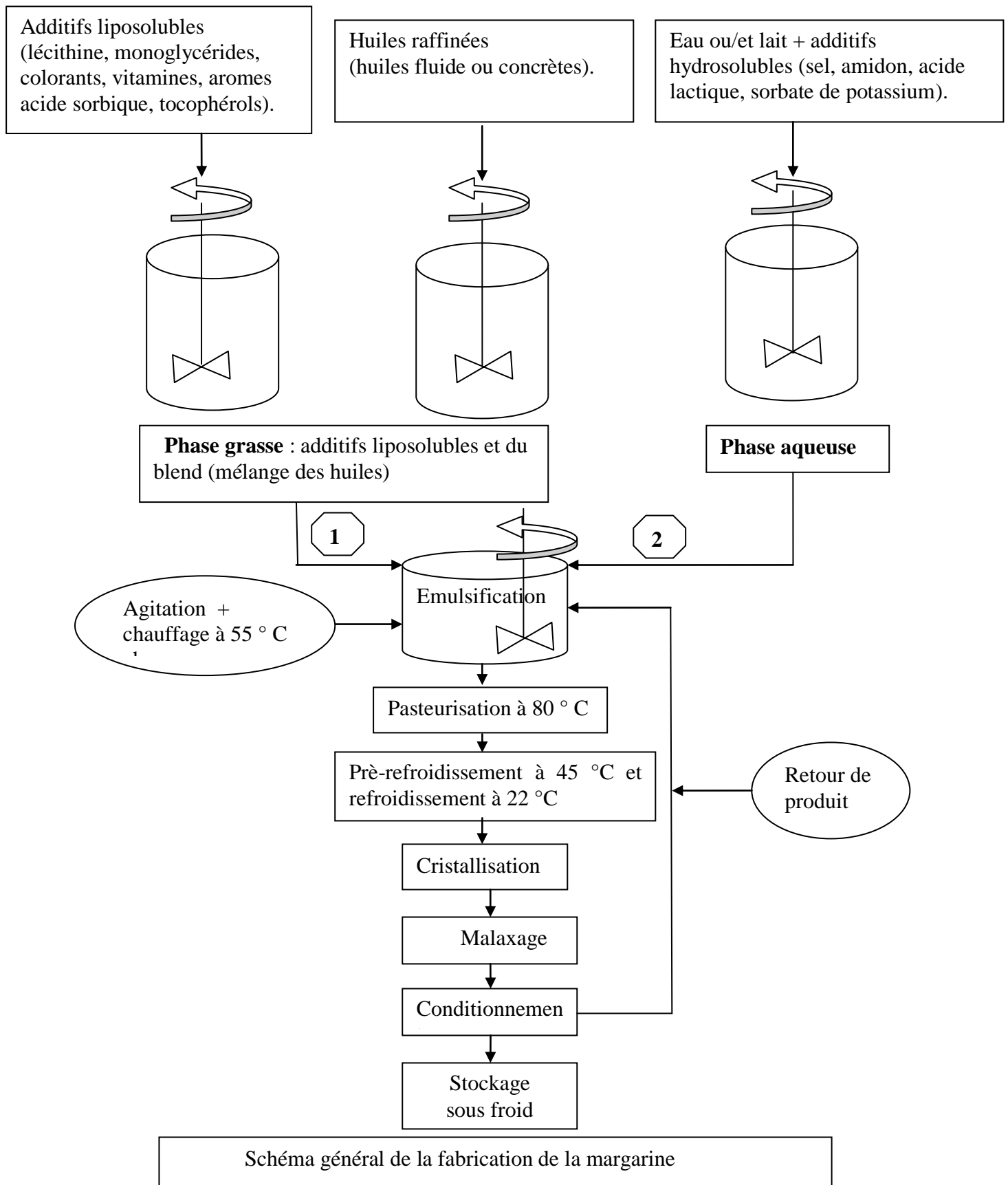


Figure 6 : Diagramme de fabrication de la margarine
(Cossut et al., 2002).

Chapitre 2 : Partie pratique

I.1. Matériel végétal

I.1.1. Le choix de la variété

Les noyaux étudiés proviennent de la datte de la variété *Mech-Degla* Algérienne de la wilaya d'OUARGLA. Nous avons récupéré un lot de 50 Kg du fruit datte entier. Un échantillonnage est réalisé par un prélèvement au hasard. Les noyaux obtenus après dénoyautage sont séchés à 50 °C pendant 48h puis concassés manuellement à l'aide d'un mortier et d'un pilon, puis broyé à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir une poudre de granulométrie plus fine (au moins de 2 mm) conformément à la procédure décrite par la masse broyée est conservée au réfrigérateur (4 °C) jusqu'à l'analyse (**Besbes et al., 2005**).

I.1.2. Présentation de la variété

La variété de datte retenue dans cette étude, est très répandue dans les palmeraies de la région Sud-est. C'est une variété connue sous le nom *Mech-Degla*. La datte *Mech-Degla* est de forme sub-cylindrique, légèrement rétrécie à l'une de ses extrémités. A maturité, la datte est plutôt beige clair, teinté d'un marron peu prononcé. L'épicarpe est ridé, peu brillant et cassant. Le mésocarpe est peu charnu de consistance sèche et de texture fibreuse (**Buelguedj, 1996**). La datte ayant servi pour la présente étude, les noyaux ainsi que la poudre obtenue sont représentés dans la photo suivante :



Photos N°1 : A) les dattes et Noyaux.

B) la poudre des noyaux de dattes.

I.2. Méthodes d'analyses

Elles se rapportent aux expériences suivantes :

1. Caractérisation physico-chimique des noyaux de dattes et de leur matière grasse (extraction de l'huile du noyau, indices physiques et composition chimique) ;
2. Valorisation et extraction des composés responsables de l'activité antioxydante de la matière grasse du noyau de datte ;
3. Essai d'élaboration d'une margarine, par incorporation de l'huile du noyau de datte, avec application des plans suivants :
 - Elaboration de la margarine à la chaîne pilote.
 - Obtention et analyse de cette margarine.
 - Etude de la stabilité oxydative de la margarine formulée en fonction des facteurs (le temps, la température et le pourcentage en huile du noyau).

I.3. Caractéristique physique du noyau de dattes (*Mech-Degla*)

La caractérisation est réalisée sur 12 noyaux prélevés au hasard sur lesquels on a déterminé :

- 1- les dimensions des noyaux (longueur et largeur), à l'aide d'un pied à coulisse avec une précision de $\pm 0,1$ cm.
- 2- les poids des noyaux, à l'aide d'une balance analytique de précision de $\pm 0,001$ g.

I.3.1 Analyses physico-chimiques de la poudre du noyau de dattes

I.3.1.1. Détermination de l'humidité (NF V 03-903)

Le test de l'humidité est réalisé dans le but d'estimer la teneur en eau du noyau de dattes.

❖ Principe

La teneur en eau est déterminée sur une partie aliquote de 1 g d'échantillon broyé étalé dans une capsule en porcelaine puis séché dans une étuve réglée à une température de 103 ± 2 °C, jusqu'à obtention d'un poids constant.

❖ Mode opératoire

- Sécher des capsules vides à l'étuve durant 15 mn à 103 ± 2 °C ;
- Tarer les capsules après refroidissement dans un dessiccateur ;

- Peser dans chaque capsule 1 g d'échantillon préalablement broyé et les placer dans l'étuve réglée à 103 ± 2 °C pendant 3 heures ;
- Retirer les capsules de l'étuve, les placer dans le dessiccateur et après refroidissement les peser. L'opération est répétée jusqu'à l'obtention d'un poids constant (en réduisant la durée de séchage à 30 mn) pour éviter la caramélisation.

-

❖ Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée selon la formule suivante :

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

Soit :

H % : Humidité.

M₁ : Masse de la capsule + poudre avant séchage (g).

M₂ : Masse de la capsule + poudre après séchage (g).

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

I.3.1.2. Détermination de la teneur en matière grasse (NF EN ISO 734-1, 2000)

Dans ce travail nous avons effectué l'extraction de l'huile des noyaux de dattes en utilisant l'hexane.

❖ Principe de la méthode d'extraction à chaud (Soxhlet)

Quand le ballon est chauffé (voire le schéma en annexe I), les vapeurs du solvant passent par le tube adducteur, se condensent dans le réfrigérant et retombent dans le corps de l'extracteur, faisant ainsi macérer le solide dans le solvant. Le condensât s'accumule dans l'extracteur jusqu'à atteindre le sommet du tube-siphon, ce qui provoque le retour du liquide dans le ballon, accompagné des substances extraites. Le cycle reprend et le solvant contenu dans le ballon s'enrichit progressivement en composés solubles. Comme seul le solvant peut s'évaporer de nouveau, la matière grasse s'accumule dans le ballon jusqu'à ce que l'extraction soit complète.

❖ Mode opératoire

La matière grasse contenue dans le noyau de datte est extraite à partir de 30g de poudre en utilisant la méthode de Soxhlet, le solvant utilisé est l'hexane. Après la distillation le pourcentage des lipides est exprimé en poids de la matière sèche.

- Sécher le ballon de 500 ml à l'étuve à 105 °C pendant une heure ;
- Refroidir le ballon au dessiccateur pendant 30 mn ;
- Peser le ballon à la précision de 0.001g ;
- Peser 30 g environ du noyau de dattes broyer ;
- Introduire le broyat dans la cartouche de papier filtre ;
- Placer la cartouche avec la prise d'essai à l'intérieur de l'appareil Soxhlet ;
- Verser 200 ml de solvant d'extraction dans le ballon et 50 ml dans l'extracteur ;
- Chauffer le ballon pendant 8 heures (20 siphonages par heure) jusqu'à l'épuisement de la matière grasse ;
- Après, éliminer le solvant du ballon par distillation ;
- Sécher le résidu du ballon dans une étuve à 70-80 °C ;
- Refroidir le ballon au dessiccateur pendant 30 mn ;
- Peser le ballon avec l'huile à la précision de 0.001g ;
- Répéter l'opération de séchage jusqu'à obtention d'un poids constant du ballon.

❖ Expression des résultats

Le rendement d'extraction correspondant au taux de matière grasse obtenue est calculé selon la formule suivante :

$$H (\%) = - \frac{(P_1 - P_2)}{P_3} \times 100$$

Soit :

P₁ : Poids du ballon vide (g).

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

P₃ : Poids de la prise d'essai (g).

I.4. Caractérisation physique et chimique de l'huile du noyau de datte

I.4.1. Détermination de la teneur en eau (Humidité) (NF V 03-903)

❖ Principe

Au cours du stockage, l'humidité et la chaleur encouragent la dégradation des triglycérides par hydrolyse en donnant naissance à des acides gras libres et du glycérol, la détermination du taux d'humidité a pour but d'évaluer les risques d'altération de l'échantillon par hydrolyse.

❖ Mode opératoire

La teneur en eau est déterminée sur une partie aliquote de 5 g d'huile étalée dans une capsule en porcelaine puis séché dans une étuve réglée à une température de 103 ± 2 °C, jusqu'à obtention d'un poids constant. La teneur en eau est déterminée par la même formule utilisée pour la poudre du noyau de datte.

I.4.2. Indice de réfraction (NE : ISO 6320 Quatrième Edition 2000-03-15)

❖ Définition

On entend par indice de réfraction d'une substance le rapport entre la vitesse d'une lumière de longueur d'onde déterminée dans l'air et la vitesse de cette même lumière dans cette substance. Il permet de mesurer la pureté d'un échantillon.

❖ Principe :

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

❖ Mode opératoire

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

❖ **Expression des résultats :**

$$N_D^t = N_D^{t'} + 0,00035 (t - t')$$

D'où : $t' = 40^\circ\text{C}$.

t : température de l'échantillon pendant l'analyse.

N_D^t : indice de réfraction à la température t .

0,00035 : la variation de l'indice de réfraction des triglycérides par degré au voisinage de 40°C .

I.4.3. Absorbance dans l'ultraviolet

Les méthodes UV reposent sur la détermination des coefficients d'extinction $E_{1\text{cm}}^{1\%}$.

❖ **Principe**

L'absorbance à 232 nm et 270 nm d'un corps gras renseigne sur la présence de système diéniques (hydroperoxydes) et triéniques conjugués (aldéhydes, cétones, ...). Le taux de ces substances, exprimé comme extinction spécifique, est déterminé selon la méthode décrite par le **COI, (1996)**.

❖ **Mode opératoire**

- Peser 0,25g de l'huile dans une fiole jaugée de 25 ml, et le remplir avec du cyclohexane jusqu'au trait de jauge.
- Remplir les cuves ayant un chemin optique de 1 cm.

❖ **Expression des résultats**

L'absorbance spécifique d'une solution à la concentration de 1%, mesurée en utilisant un parcours optique de 1 cm à une longueur d'onde λ , est donnée par la formule :

$$\epsilon_{1\text{cm}(\lambda)} = A(\lambda) / C * d$$

$\epsilon_{1\text{cm}(\lambda)}$: Densité optique à la longueur d'onde λ nm;

$A(\lambda)$: densité optique à la longueur d'onde λ nm;

C : Concentration de la solution à analyser en g/100 ml;

d : Epaisseur de la cuve en cm.

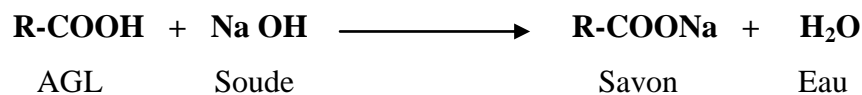
I.4.4. Détermination de l'acidité (NE 1.2 – 43, 1985)

❖ Définition

L'acidité est le pourcentage d'acide gras libre dans la matière grasse (huile), elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Il nous renseigne sur le degré de la fraîcheur du corps gras.

❖ Principe

Le principe de cette analyse consiste à mettre en solution une quantité connue d'huile dans l'alcool puis à effectuer un titrage des acides gras libres, par une solution de NaOH (0.1 N) à chaud en présence de phénophtaléine selon la réaction suivante :



❖ Mode opératoire

Peser 10g d'huile dans un Becher, ajouter 100 ml d'alcool préalablement neutralisé par une solution de soude (0,1N) en présence de phénophtaléine à 1% jusqu'à l'obtention d'une couleur rose, puis chauffer légèrement le tout sur une plaque chauffante jusqu'à la dissolution de l'huile, puis titrer par la solution de NaOH à 0.1N avec agitation jusqu'à l'obtention d'une couleur rose persistante quelques secondes.

❖ Expression des résultats

$$\text{Acidité \%} = M \times N \times V/m \times 10$$

A : Acidité de l'huile.

N : Normalité de NaOH (0,1N).

V : Volume de la chute du Burette NaOH (ml).

M : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression $M = 282\text{g/mol}$ pour l'acide oléique et $M=254\text{ g/mol}$ pour l'acide palmitique.

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

I.4.5. Détermination de l'indice de peroxyde (NE 1.2 – 50, 1985)

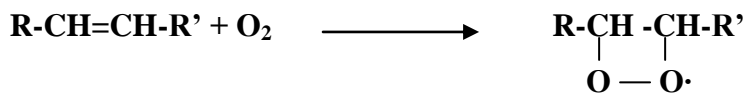
❖ Définition

C'est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras oxydant l'iodure de potassium. Sa détermination renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile.

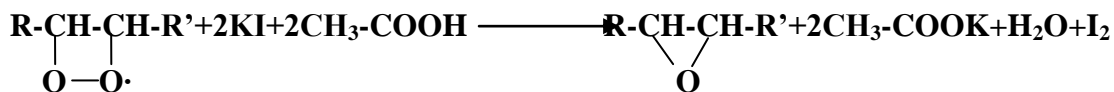
❖ Principe

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

- La réaction de formation de peroxyde :



- ❖ Réaction d'iodure de potassium au milieu acide :



- ❖ L'iode libéré est titré par le thiosulfate de sodium;



❖ Mode opératoire

Peser 2 g d'huile dans un ballon de 250 ml, ajouter 10 ml de chloroforme et 15 ml d'acide acétique. Introduire 1ml de solution de KI saturé, fermer le ballon avec un bouchon, agiter bien pendant 1min et laisser reposer à l'abri de la lumière pendant 5min. Ensuite ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidons à 0.5% comme indicateur de couleur, puis titrer l'iode libéré avec une solution de thiosulfate de sodium à 0.002N jusqu'à disparition de la couleur noire bleuté. En parallèle, effectuer un essai à blanc.

❖ Expression des résultats

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

$$\text{IP (meqg / kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 100/m$$

IP : indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme.

V₀ : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V₁ : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0,002N.

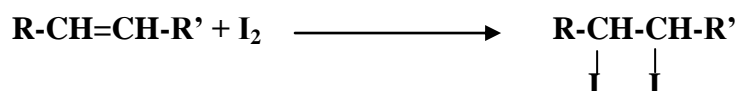
m : prise d'essai en gramme.

I.4.6. Détermination de l'indice d'iode (NE. 1. 2.96, 1988)

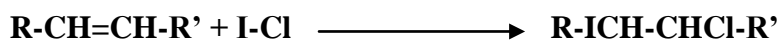
L'indice d'iode est le nombre de gramme d'iode, fixé sur les doubles liaisons de 100 gramme de corps gras dans des conditions précisées. Il est déterminé selon la méthode de Wijs.

❖ Principe

Les composés présentant une ou plusieurs doubles liaisons sont susceptibles d'entrer en jeu dans une réaction d'addition avec le di iode selon l'équation :

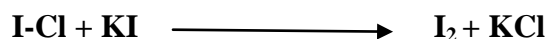


Comme le di iode se fixe trop lentement sur les doubles liaisons, on emploie du monochlorure d'iode ICl en solution dans de l'acide acétique (réactif de Wijs). On fait réagir une quantité connue d'huile, préalablement dissous dans du tétrachlorure de carbone, avec un excès de réactif de Wijs. Il se fixe sur toutes les doubles liaisons selon :

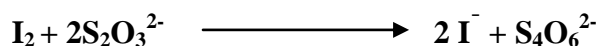


Après réaction complète, on ajoute un excès d'une solution d'iodure de potassium KI.

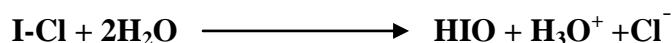
L'excès de réactif de Wijs transforme les ions iodure I⁻ en di iode I₂ selon la réaction :



Le di iode est dosé avec une solution titrée en ion thiosulfate $S_2O_3^{2-}$. La réaction entre l'iode en excès et le thiosulfate de sodium est donnée ci-dessous :



Pour mieux repérer l'équivalence, on verse quelques gouttes d'empois d'amidon qui colorent la solution en bleu foncé (présence de di iode). En fin de réaction, les déchets de réactifs de Wijs sont détruits par ajout d'eau selon la réaction :



❖ Mode opératoire

- Introduire la prise d'essai exactement pesée dans un flacon de 300 ml, bouchant à l'émeri préalablement lavé et séché, et la dissoudre dans 15 ml de tétrachlorure de carbone, puis ajouter 25 ml, exactement mesuré, du réactif de Wijs.
- Boucher ; agiter légèrement et placer le flacon à l'abri de la lumière pendant une à deux heures. Au bout de ce temps, ajouter 20ml de la solution d'iodure de potassium à 10%, et environ 150 ml d'eau, agiter et titrer l'iode libéré avec le thiosulfate de sodium (0,1 N) en présence d'empois d'amidon comme indicateur, à la fin de titrage, il faut agiter vivement.

❖ Expression des résultats

$$\Pi = (V_0 - V_1) \times 1,29 / P$$

Où :

Π : indice d'iode en g/ 100 g.

V_0 : volume en ml de thiosulfate de sodium (0,1 N) utilisé pour l'essai avec l'échantillon.

V_1 : volume en ml de thiosulfate de sodium (0,1 N) utilisé pour l'essai à blanc.

1,29 : nombre de gramme d'iode correspondant à 0,1 ml de thiosulfate de sodium (0,1N).

P : prise d'essai exprimée en g d'iode correspondant à 0,1ml de thiosulfate de sodium (0,1 N).

I.4.7. Composition en acides gras des huiles par CPG (NE NF EN ISO 5508, 2000)

❖ Principe

Généralement les acides gras sont analysés après dérivation sous forme ester. Cette transformation chimique permet d'abaisser leurs points d'ébullition et obtenir ainsi des dérivés thermostables. Les méthodes d'estérification sont nombreuses. Le choix s'effectuera

en fonction des acides gras à analyser : présence d'acides gras libres, d'acides gras à chaîne courte, d'acides gras à fonction alcools ou acides. Le flux d'hydrogène, entraîne la migration des acides gras méthylés à travers la colonne chromatographique. L'hexane, n'ayant pas d'affinité pour la phase stationnaire, migre plus rapidement tandis que les acides gras méthylés migrent plus tardivement, en fonction de leur temps de rétention. Les acides gras sont identifiés grâce à l'utilisation de standards (Ollé, 2002 ; Djouab, 2007 ; Mimoun, 2010).

❖ Mode opératoire

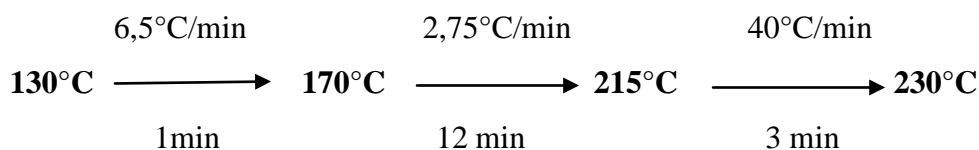
➤ Préparation des esters méthyliques

Les esters méthyliques sont préparés suivant la méthode E.C. (2002). Une aliquote de 0,5g d'huile est dissoute dans 5 ml d'hexane pour chromatographie, à laquelle sont ajoutés 0,5 ml d'une solution méthanolique d'hydroxyde de potassium (2 N). Le tout est agité pendant 30 secondes, puis centrifugé à 3000 tours/min pendant 5 minutes. 2 gouttes du surnageant sont prélevées et mélangées avec 1ml d'hexane.

➤ Dosage qualitatif et quantitatif

Un volume de 1 µl des esters méthyliques sont injectés dans un chromatographe en phase gazeuse de type Chrompack C 9002 dont les conditions d'analyse sont décrites ci après :

- ✓ Injecteur : SPLIT 1/100 ;
- ✓ Colonne capillaire DB 23 : (longueur : 30, diamètre intérieur : 0,32 mm et épaisseur : 0,25µm) ;
- ✓ Gaz vecteur : Azote ;
- ✓ Détecteur : FID ;
- ✓ Températures : (injecteur : 250 °C, détecteur : 250 °C, le four : 200 °C) ;
- ✓ Vitesse du papier : 0,5 cm/min ;
- ✓ Quantité injectée : 1µl ;
- ✓ Programme (gradient de température) :



❖ **Expression des résultats**

Les acides gras sont identifiés en fonction de leur temps de rétention au niveau de la colonne par comparaison à des acides gras étalons et le taux de chaque acide gras (%) est déterminé par le calcul des aires des pics correspondants (voir l'annexe II).

I.4.8. Détermination de la couleur (NE 1.2-364, 1989)

❖ **Principe**

La détermination de la couleur se fait par la méthode la plus couramment utilisée à l'aide d'un appareil appelé colorimètre «LOVIBOND PX 880» qui consiste à comparer la couleur de l'échantillon à un jeu de verre coloré jaune, rouge, et bleu dont la superposition permet de réaliser une couleur identique à celle de l'échantillon.

❖ **Mode opératoire**

Verser l'échantillon à analyser dans la cellule du lovibond, puis déterminer la couleur correspondante en faisant la comparaison avec les lames de couleur standard. La lecture se fait par le réglage de deux faces et l'observation jusqu'à l'obtention de la même couleur des deux cotés, ensuite, il faut lire sur la planche les valeurs du jaune, rouge et bleu.

❖ **Expression des résultats**

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

I.5. Détermination de la teneur en polyphénols de l'huile du noyau de datte

I.5.1. Extraction des polyphénols

Selon **Besbes et al. (2004b)** les composées phénoliques de l'huile du noyau de datte sont extraits suivant la méthode de **Gutfinger, (1981)**. 10g de l'huile du noyau de datte sont dissous dans 20 ml d'hexane, les composées phénoliques du mélange ont été extraites avec 3×20 de mélange de méthanol/eau (60/40 : V/V), l'absorbance est déterminée à 760nm en utilisant la méthode de Folin-ciocalteu's, comme il est décrit par **Salvador et al. (2003)**.

La teneur des polyphénols totaux de l'huile du noyau de datte est exprimée en équivalent de l'acide gallique (mg/kg de l'huile du noyau de datte).

❖ Mode opératoire

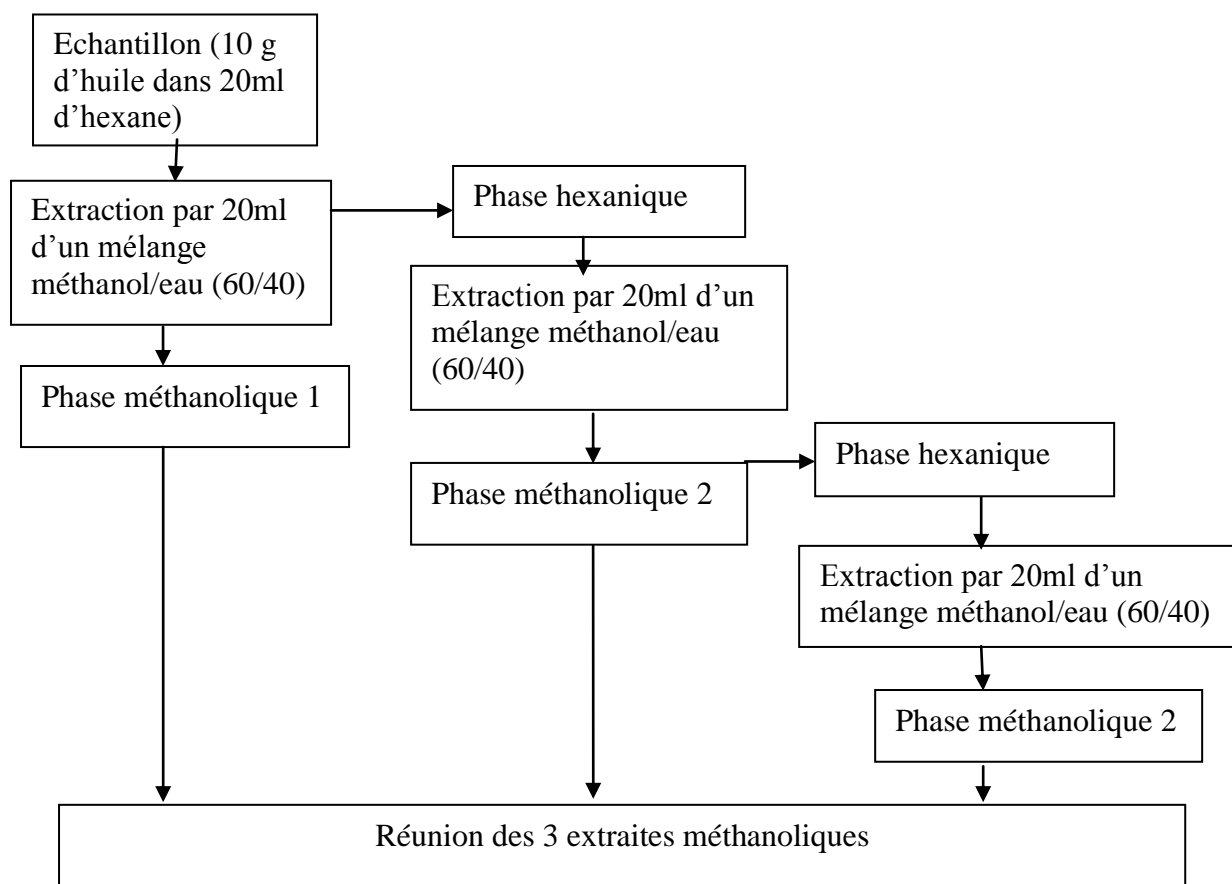


Figure 7: Procédé d'extraction liquide-liquide des polyphénols d'huile du noyau de datte (Gutfinger, (1981)).

I.5.2. Dosage des polyphénols

❖ Principe

Le réactif Folin-Ciocalteu's est constitué par un mélange d'acide phosphotungstique ($H_3PW_{12}O_{40}$) et d'acide phosphomolybdique ($H_3PMo_{12}O_{40}$). Il est réduit, lors de l'oxydation des phénols, en un mélange d'oxydes bleus de tungstène (W_8O_{23}) et de molybdène (Mo_8O_{32}). La coloration bleue est proportionnelle au taux de composés phénoliques présents dans le milieu donne un maximum d'absorption à 760 nm (Ribéreau-Gayon et al., 1982).

Le dosage des polyphénols totaux est réalisé par la méthode décrite par Juntachote et al. (2006).

❖ Préparation de la gamme d'étalonnage

- On pèse 10 mg d'acide gallique ;
- Les dissoudre dans 20 ml du mélange méthanol/eau (60/40), soit une solution (S1) avec une concentration de 0,5 mg/ml avec une dilution de 1/8 on obtient une solution mère de 0,0625 mg/ml;
- Diluer la solution mère comme suite :
- Prélever 5 ml de la solution mère puis ajouter 5 ml d'eau distillée et l'on obtient une dilution de S/2 ;
- Prélever 5 ml de la solution S/2 puis ajouter 5 ml d'eau distillée et l'on obtient une dilution de S/4 ;
- refaire la même procédure pour les autres dilutions.

Tableau VII : Préparation des dilutions de l'acide gallique pour la réalisation de la courbe standard des polyphénols totaux.

| Dilution | S _M | S/2 | S/4 | S/8 |
|---------------------|----------------|-------|-------|-------|
| Concentration mg/ml | 0,0625 | 0,032 | 0,015 | 0,007 |

❖ Traçage de la courbe d'étalonnage de l'acide gallique

- Prélever 0,5 ml de chaque dilution d'échantillon dans des tubes à essais ;
- Ajouter 5 ml d'eau distillée dans chaque tube ;
- Ajouter 0,5 ml de réactif de Folin-Ciocalteu's ;
- Après 3 mn, ajouter 0,5 ml de carbonate de sodium à 20 % ;
- Laisser incuber pendant une heure à température ambiante et à l'abri de la lumière.

Le blanc est représenté par 0,5 ml de méthanol/eau, 5 ml d'eau distillée additionné de 0,5ml de réactif de Folin-Ciocalteu's et 0,5 ml de carbonate de sodium.

La lecture des absorbances est faite à 760 nm, après agitation est repos d'une heure. La concentration en composés phénoliques totaux est déterminée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant l'acide gallique comme standard d'étalonnage (voir l'annexe II).

Le dosage des polyphénols totaux dans l'extrait de l'huile du noyau de datte est représenté par l'organigramme de la figure 8.

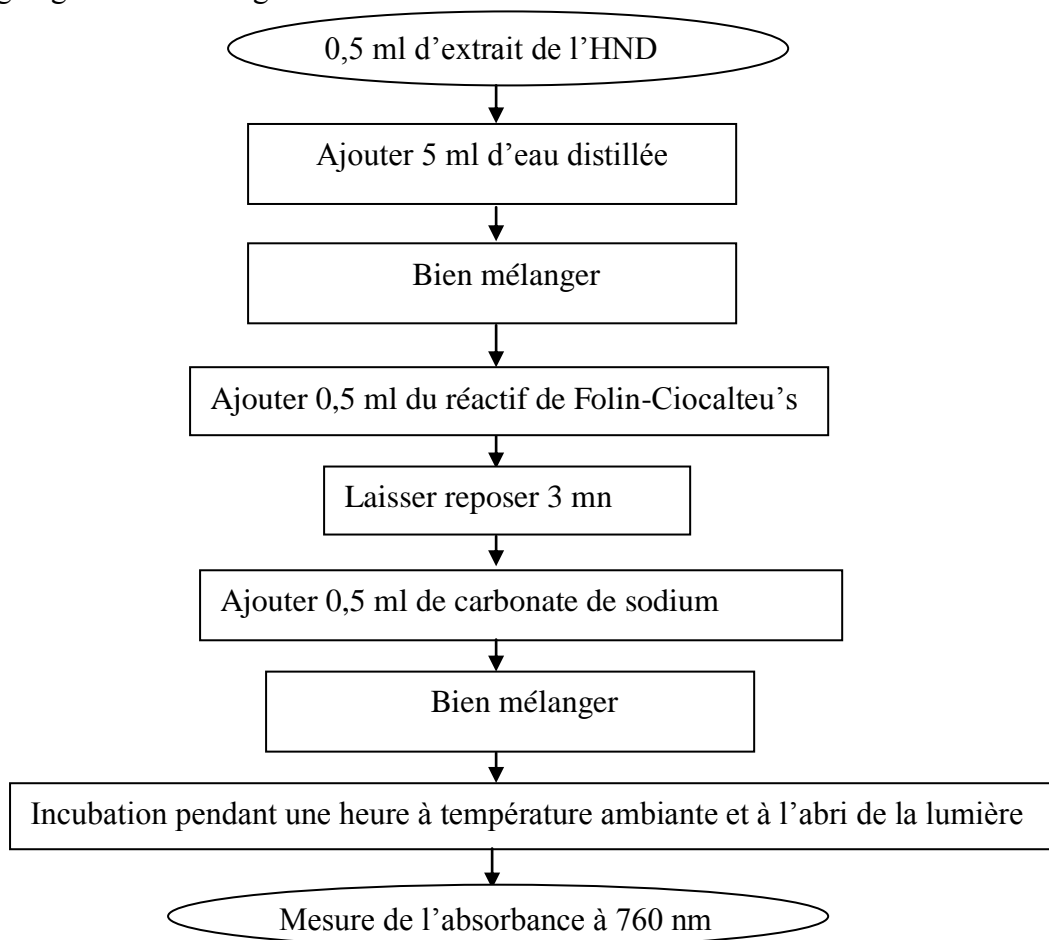


Figure 8: Organigramme représentant le dosage des polyphénols totaux (Juntachote *et al.*, 2006).

I.6. Détermination de la teneur en flavonoïdes

❖ Principe

L'estimation quantitative des flavonoïdes totaux contenus dans l'extrait d'huile du noyau de datte est réalisée par la méthode colorimétrique de **Kumazawa *et al.* (2004)**.

Les flavonoïdes possèdent un groupement hydroxyl (OH) libre, en position 5 qui est susceptible de donner avec le groupement CO en position 4, un complexe coloré avec le chlorure d'aluminium (voir annexe I). Les flavonoïdes forment des complexes jaunâtres par chélation des métaux (fer et aluminium) (**Boulekbache, 2005**). Ceci traduit le fait que le métal (Al) perd deux électrons pour s'unir à deux atomes d'oxygène de la molécule phénolique agissant comme donneur d'électrons (**Ribéreau-Gayon, 1968**).

Les teneurs en flavonoïdes sont exprimées en ppm (milligramme d'équivalent de quercétine /kg d'huile du noyau de datte).

❖ Mode opératoire

- Mettre 0,5 ml d'extrait de dattes dans un tube à essai ;
- Ajouter 0,5 ml de solution méthanolique de chlorure d'aluminium à 2 % ;
- Après 10 mn, l'absorbance est lue à 420 nm.

La préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes est illustrée dans le tableau suivant:

Tableau VIII : Préparation de la courbe d'étalonnage des flavonoïdes

| Dilution | S | S/2 | S/4 | S/8 | S/16 |
|-----------------------|----|-----|-----|-----|------|
| Concentration (ug/ml) | 20 | 10 | 5 | 2,5 | 1,25 |

La concentration des flavonoïdes contenus dans les extraits de dattes est calculée en se référant à la courbe d'étalonnage obtenue en utilisant la quercétine comme standard (voir annexe II). Le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de dattes est représenté par l'organigramme de la figure 9.

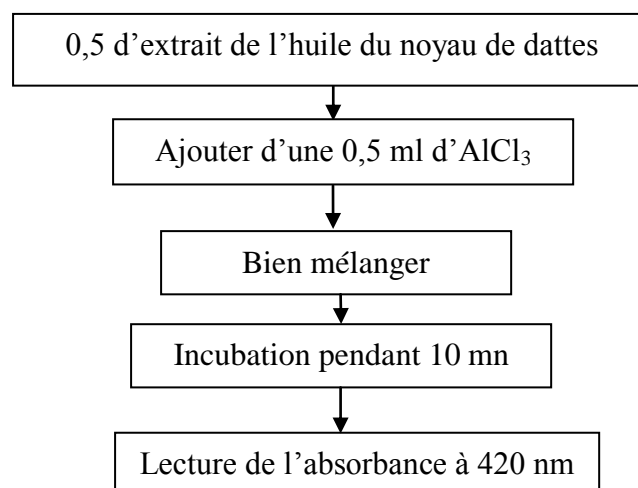


Figure 9: Organigramme représentant le dosage des flavonoïdes dans l'extrait de dattes (Kumazawa et al., 2004).

I.7. Détermination de la teneur en caroténoïdes

I.6.1. Dosage des caroténoïdes

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

Les concentrations des caroténoïdes sont estimées en se référant à la courbe d'étalonnage utilisant le β -carotène et les résultats sont exprimés en mg/kg de l'huile du noyau de datte (voir annexe II).

❖ Préparation de la gamme d'étalonnage

- On pèse 3mg de β -carotène ;
- Les dissoudre dans 10 ml d'hexane, soit une solution (S1) avec une concentration de 0,3 mg/ml ;
- Diluer la solution mère comme suite :
- Prélever 5 ml de la solution mère puis ajouter 5 ml d'hexane et l'on obtient une dilution de S/2 ;
- refaire la même procédure pour les autres dilutions.

La préparation de la courbe d'étalonnage des caroténoïdes est illustrée dans le tableau suivant :

Tableau IX : Préparation des dilutions de β -carotène pour la réalisation de la courbe standard des caroténoïdes.

| Dilution | S _M | S/2 | S/4 | S/8 | S/16 | S/32 | S/64 |
|-----------------------|----------------|------|-------|--------|---------|---------|---------|
| Concentration (mg/ml) | 0,3 | 0,15 | 0,075 | 0,0375 | 0,01875 | 0,00937 | 0,00468 |

❖ Traçage de la courbe d'étalonnage de β -carotène

- Mettre 0,5 ml d'extrait de l'huile du noyau de dattes dans un tube à essai ;
- Ajouter 5 ml de l'hexane ;
- Après l'absorbance est lue à 420 nm.

I.8. Détermination du pouvoir antioxydant

Le pouvoir antioxydant est estimé par l'activité anti-radicalaire.

I.8.1. Pouvoir anti-radicalaire

❖ Principe

Le pouvoir anti-radicalaire ou l'effet «scavenger» sur le radical 2,2-diphényl-1-picrylhydrazyl (DPPH) est une méthode qui est initialement utilisée pour déterminer les donneurs de protons dans les composés phénoliques (Prakash, 2001).

La figure suivante montre le mécanisme de réduction du radical DPPH•.

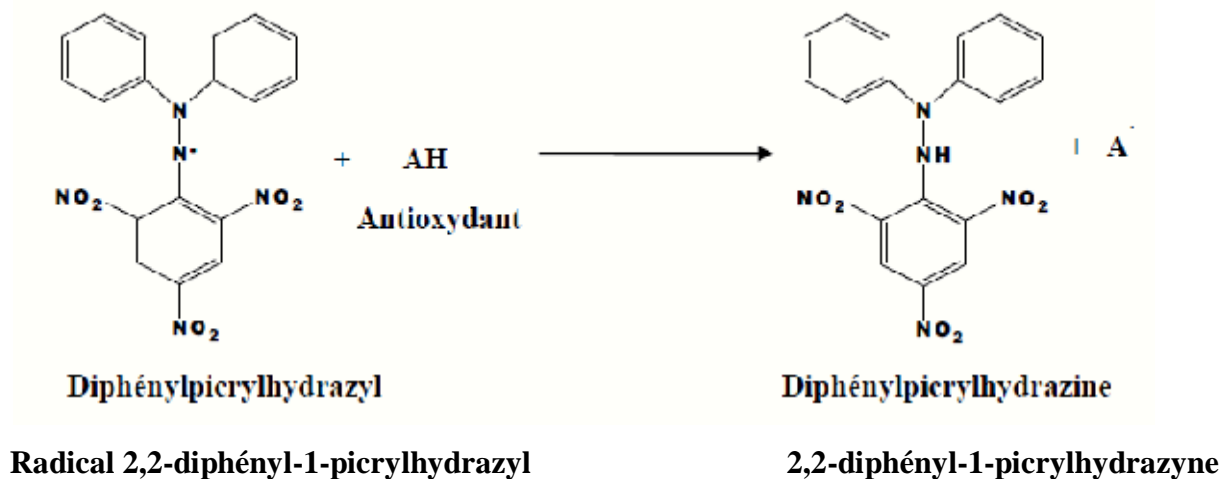


Figure 10: Mécanisme de réduction du radical DPPH• Par un antioxydant AH (Molyneux, 2004).

La molécule DPPH• est un radical stable grâce à la délocalisation de son électron célibataire autour de la molécule empêchant ainsi sa polymérisation, ce qui est le cas de la plupart des radicaux. La délocalisation de l'électron est responsable d'un développement d'une couleur violet foncée.

La présence d'un antioxydant dans le milieu engendre la libération d'un proton réduisant ainsi le radical DPPH• Suite à cette réaction, la couleur violette se dissipe laissant apparaître une couleur jaune pâle du groupe picryl. Le suivi de la délocalisation est réalisé par spectrophotométrie à 517 nm (Gülcin et al., 2003 ; Molyneux, 2004 ; Roginsky et Lissi, 2005).

❖ Extraction

Le procédé d'extraction liquide-liquide des substances ayant une activité antiradicalaire se fait par deux méthodes différentes, un à chaud et l'autre à température ambiante dans le but de faire une étude comparative.

❖ Extraction à chaud (ébullition) (NF EN ISO 734-1, 2000)

Après huit heures d'extraction de la matière grasse par l'appareil de Soxhlet on utilisant l'hexane, l'extraction des substances ayant une activité antiradicalaire est identique à celui des polyphénols **Gutfinger, (1981)**.

❖ Extraction à froid (macération) (NF V03-905)

C'est une opération qui s'effectue à froid, le temps de macération avec le solvant (hexane) est de 48 heures. Durant cette opération, une agitation est nécessaire. La séparation du solvant et l'échantillon est réalisée par filtration.

- Dans une fiole de 500 ml, 100 g de la fraction fine (poudre du noyau de datte) et remplir d'hexane puis fermer avec un couvercle, la macération subit une agitation magnétique au bout de 48 heures.
- Soutirer l'hexane dans un ballon
- Evaporer l'hexane et récupérer l'huile

L'extraction des substances ayant une activité antiradicalaire est identique à celui des polyphénols **Gutfinger, (1981)**.

❖ Mode opératoire

Une aliquote des extraits de la matière grasses est ajoutée à 2 ml d'une solution éthanolique du radical 2-2-diphényl 1-picrylhydrazyl (DPPH) à 0,025mM. L'absorbance est mesurée à 517 nm après une incubation de 30 min à l'obscurité.

L'activité antiradicalaire est exprimée en mg équivalent quercétine par 100 g de matière fraîche.

$$\% \text{ DPPH réduit} = [(\text{Abs contr} - \text{Abs éch}) / \text{Abs contr}] \times 100$$

Abs contr : Absorbance de contrôle.

Abs éch : Absorbance de l'échantillon.

II. Essai d'élaboration d'une margarine par incorporation de l'HND

II.1. Formulation de la recette

La première démarche consiste à fixer les propriétés que l'on désire conférer à notre produit, notamment son point de fusion, son pH et sa teneur en matière grasse totale.

Dans notre étude nous avons formulé une margarine dont la composition globale standard est de :

- 82% de phase grasse.
- 16% de phase aqueuse (eau, lait ou eau et lait en poudre).

La phase grasse est constituée du blend (mélange d'huiles végétales traitées) et des additifs liposolubles suivants : émulsifiants de type acide mono glycéride lactique, colorant (β -carotène), arôme du beurre et de l'huile du noyau de dattes.

L'huile du noyau de datte est utilisée dans le but de substituer l' α -tocophérol synthétique ajouté par l'entreprise Cévital.

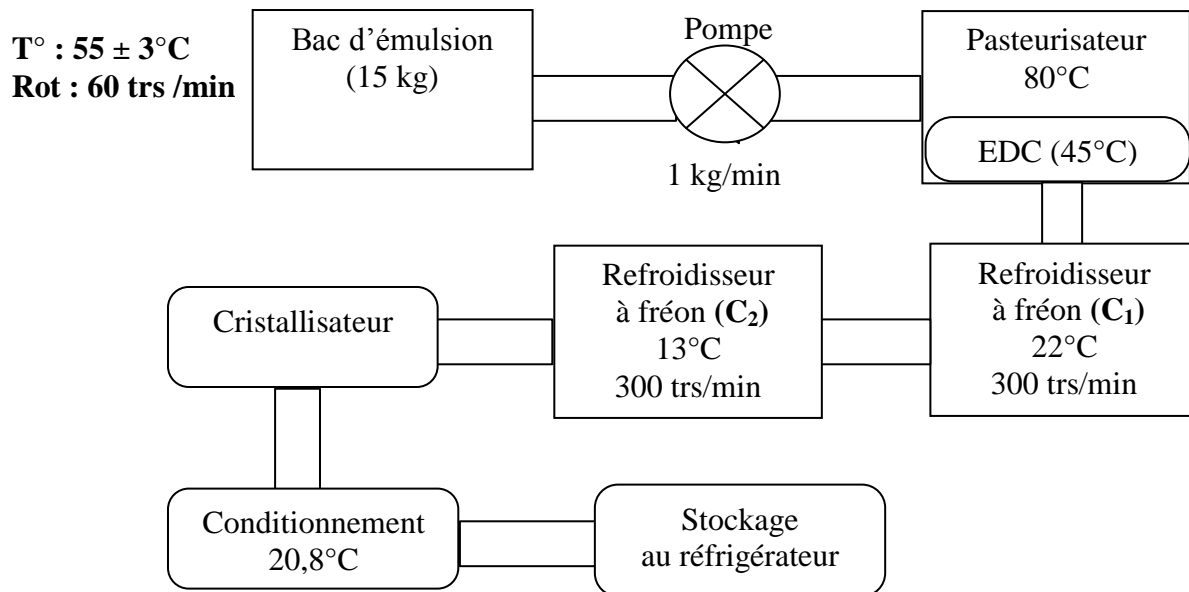
La phase aqueuse est constituée d'eau, de lait et d'additifs hydrosolubles : l'exhausteur de goût (sel), conservateur qui est la sorbate de potassium et le correcteur de pH qui est l'acide lactique. Une margarine sans l'huile du noyau de datte est élaborée en parallèle afin de servir de témoin.

II.2. Procédé de fabrication dans la chaîne pilote

La fabrication des margarines est réalisée dans la chaîne pilote au niveau de l'entreprise Cévital Food SPA de Béjaïa (voir la figure 11). Après le dosage des deux phases et leurs ingrédients ; le mélange est versé dans le bac d'émulsification où se déroule l'opération d'émulsification. A ce stade, la stabilité de l'émulsion est incomplète, elle fait appel donc à une cristallisation. Néanmoins, une autre étape intermédiaire est obligatoire, c'est la pasteurisation. Cette dernière se fait par chauffage à 80 °C pendant 3 à 4 secondes sous pression de vapeur de 3 bars, suivi par un refroidissement de 45 °C par la circulation d'eau afin d'éviter un choc thermique. L'émulsion, ainsi produite, atteint une température de 22°C et de 13°C en passant dans un premier puis un deuxième cylindre de refroidissement à fréon respectivement.

La stabilité finale du produit est obtenue par la cristallisation. L'émulsion cristallisée est acheminée par la trémie jusqu'au malaxeur. Cet appareil va désaérer et malaxer le mélange en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité.

Les margarines ainsi produites ont une température de 20,8 °C et sont conditionnées dans des barquettes en plastique et stockées au réfrigérateur à une température de 4 °C.



C_1 : premier cylindre de refroidissement

C_2 : deuxième cylindre de refroidissement

EDC : échangeur de chaleur

Figure 11 : Procédé de la fabrication de la margarine dans la chaîne pilote.

II.3. Analyse de la margarine formulée

Les margarines élaborées feront l'objet d'une caractérisation physicochimique et d'un test de Rancimat pour apprécier leur résistance à l'oxydation.

II.3.1. Analyse physique

II.3.1.1. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) (NF EN ISO 8292 T60-250, 1995)

La détermination de la teneur en corps gras solides est effectuée à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée basse résolution, de type (minispec mq 20, Germany) (voir l'annexe I). La teneur en solide d'une phase grasse constitue un élément important pour la connaissance des propriétés rhéologiques d'une graisse. Basée sur la mesure, par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire à basse résolution et à onde pulsée, de la teneur en composés liquides contenant de l'hydrogène. Méthode rapide et non destructrice, la RMN nécessite de connaître la nature de la matière

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

❖ Principe

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

❖ Mode opératoire

La méthode indirecte dite aussi standard consiste à faire préparer des tubes d'échantillons d'huiles bien mélangés après avoir fait fondre la margarine, ces tubes doivent être remplis à hauteur de 3cm ensuite les essuyer. Ensuite on procède à des incubations : 15 min à 100°C, 5 min à 60°C, 60 min à 0°C, 30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 °C en faisant la lecture à chaque température. Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides.

II.3.2. Analyse physico-chimique

II.3.2.1. Teneur en eau (Humidité) (NE 1. 2-47, 1985)

❖ Définition

C'est la perte en masse d'un produit chauffé à 103 ± 2 °C dans les conditions spécifiques.

❖ Principe

Evaporation de l'eau ainsi que les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur (plaque chauffante).

❖ Mode opératoire

- Peser le bécher vide (p1)
- Peser le poids de la prise d'essai (p2)

- Déposer sur une plaque chauffante, en agitant soigneusement de temps à autres afin d'éviter la formation des gouttelettes d'eau aux parois du bécher (générer ainsi le phénomène d'éclaboussures
- Laisser refroidir dans un dessiccateur
- Peser le bécher contenant l'échantillon, soit un poids (p)
- Laisser refroidir dans un dessiccateur

❖ Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{(P_1 + P_2) - P}{P_2} \times 100$$

H (%) : humidité exprimée en pourcentage massique ;

P₁ : poids du bécher vide en gramme (**g**) ;

P₂ : poids de la prise d'essai en grammes (**g**) ;

p : poids du bécher contenant l'échantillon après chauffage en gramme (**g**).

II.3.2.3. Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)

❖ Définition

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

❖ Principe

Il est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur, à une certaine température (maximum 37°C).

❖ Mode opératoire

- Après avoir fait fondre une quantité de margarine, un blend est obtenu ce dernier est filtré puis introduit dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 cm.
- Refroidir le blend au réfrigérateur pour une durée de (8 à 10 min).
- Fixer les deux capillaires à une pince en bois.

- La pince est suspendue sur les côtés du bécher et les deux capillaires sont immergés dans l'eau osmosée, ensuite le milieu est chauffé lentement (0.5°C/min) dans un bain marie
- Observer attentivement et noter la température à laquelle les colonnes d'huile commencent à remonter dans les tubes

❖ Expression des résultats

La température notée correspond au point de fusion de la margarine (huile) exprimée en °C.

II.4. Détermination de l'indice de qualité (l'indice de peroxyde) (NE. 1. 2. 98, 1988)

❖ Définition

L'indice de peroxyde est la quantité du produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalent d'O₂ actif par 1000g du corps gras dans les conditions opératoires décrites.

❖ Principe

C'est le traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium sachant que la fusion de la matière grasse doit se passer à une T °C de 70 °C max.

❖ Mode opératoire

- Préparer un ballon bien séché, bouché et tenue à l'abri du contact avec l'air
- Disposer du thiosulfate de sodium dans une burette à 0.01N (éviter les bulles d'air lors du remplissage de la burette)
- Disposer des réactifs à ajouter ultérieurement à l'échantillon à savoir :
 - 12ml de chloroforme
 - 18ml d'acide acétique
- Peser 5g de l'échantillon à analyser (blend) dans le ballon préparé ;
- Préparer dans un bécher 0.5g d'iodure de potassium (KI) complété à 1.5g d'eau distillée en assurant une bonne agitation ;

- Ajouter dans le ballon préparé et contenant le blend à titrer, le mélange chloroforme, acide acétique en agitant le tout pour bien dissocier ce dernier, puis ajouter en dernier lieu l'iodure de potassium ;
- Boucher le ballon, bien agiter pendant une minute;
- Mettre à l'abri de la lumière pendant une minute ;
- Ajouter 75ml d'eau distillée (afin d'arrêter la réaction) et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré ;
- Titrer à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium à 0.01N ;
- Lire sur la burette la chute correspondante.

❖ **Expression des résultats**

$$IP = \text{Chute} \times 2$$

IP : Indice de peroxyde

II.5. Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique (NE. 1. 2.430, 1989)

❖ **Définition**

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

❖ **Principe**

Mesure de la différence de potentiel entre une électrode de verre et une électrode de référence dans la phase aqueuse séparée de la margarine fondue.

❖ **Mode opératoire**

- Etalonner le pH mètre par l'eau distillée à pH =7.
- Introduire les électrodes dans la phase aqueuse à la température de mesure.
- Lorsque la lecture devient constante, lire la valeur du pH indiqué par le pH. mètre à 0.01 unités de pH près, sur l'échelle de l'instrument.

II.6. Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou encore test au rancimat (ISO 6886, 2006)

Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR ou Temps d'Induction au test Rancimat, exprimé en heures correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif (Rahmani, 2007).

La norme internationale **ISO 6886. (2006)** définit la période d'induction et la stabilité à l'oxydation comme suit :

- **La période d'induction** : c'est le temps écoulé entre le début de mesure et le moment où la formation de produits d'oxydation commence à augmenter rapidement.
- **La stabilité à l'oxydation** : c'est une période d'induction, exprimée en heures et déterminée suivant la méthode ci-après.

❖ Principe

Le principe du test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température spécifiée, elle se fait généralement à une température comprise entre 100 et 120 °C, sous un bullage intensif d'air. Les acides organiques, produits de dégradation de cette oxydation poussée, sont entraînés par un courant d'air et recueillis dans une fiole contenant de l'eau déminéralisée ou distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. Le temps est déterminé par conductimétrie et correspond au TIR (Temps d'Induction au test Rancimat) ou période d'induction. La fin de celle-ci est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation.

❖ Mode opératoire

1. Fixer la pompe à membrane pour gaz et régler le débit à 10 l/h exactement. Puis arrêter à nouveau la pompe.
2. Amener le bloc chauffant à la température voulue (100°C en général) à l'aide du thyristor et du thermomètre à contact. La température doit être maintenue constante à une variation de $\pm 0,01$ °C près pendant toute la durée de l'essai.

3. Remplir les cellules de mesure de 50 ml d'eau distillée ou déminéralisée à l'aide d'une pipette de mesure.
4. Vérifier les électrodes et régler leurs signaux à l'aide du potentiomètre d'étalonnage de façon à ce qu'elles soient sur l'axe zéro du papier de l'enregistreur.
5. A l'aide d'une pipette peser, à 0,01g près, 3,00g de l'échantillon et les introduire dans le flacon d'oxydation à l'air.
6. Mettre en marche la pompe à membrane pour gaz et régler à nouveau le débit sur 10 l/h exactement. Relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement.
7. Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son bouchon hermétique dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant ou dans le bain chauffant, qui doivent être tous les deux à la température requise.
8. Arrêter les mesures au moment où le signal a atteint 100% de l'échelle de l'enregistreur (généralement 200 μ S/cm).

❖ Expression des résultats

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

I. Caractéristiques physiques des noyaux de datte étudié

I.1. Caractéristiques morphologiques

Les résultats détaillés concernant les caractéristiques morphologiques des noyaux de dattes de la variété *Mech-Degla* sont donnés dans le tableau X.

Tableau X : Caractéristiques morphologiques des noyaux de dattes étudiés.

| Dattes | Poids (g) | LONG (cm) | LARG (cm) |
|---------------|------------------------|------------------|------------------|
| 1 | 1,1208 | 1,9 | 0,5 |
| 2 | 1,0828 | 2,1 | 0,6 |
| 3 | 1,1000 | 2,0 | 0,5 |
| 4 | 1,1286 | 2,0 | 0,5 |
| 5 | 1,0677 | 1,9 | 0,7 |
| 6 | 1,3366 | 2,0 | 0,5 |
| 7 | 0,7863 | 2,0 | 0,5 |
| 8 | 1,3930 | 1,9 | 0,5 |
| 9 | 1,0681 | 1,9 | 0,6 |
| 10 | 1,0507 | 1,9 | 0,5 |
| 11 | 1,0326 | 1,9 | 0,5 |
| 12 | 1,0668 | 2 | 0,6 |
| M ± ET | 1,1028 ± 0,1513 | 2,0 ± 0,1 | 0,5 ± 0,1 |

LARG : Largeur du Noyau de Datte, **LONG** : Longueur du Noyau de Datte, **ET** : écart type, **M** : Moyenne.

Les dimensions des noyaux de dattes étudiées de la variété *Mech-Degla* sont comprises entre (0,7863 à 1,3930 g) pour le poids, (1,9 à 2,1 cm) pour la longueur et (0,5 à 0,7 cm) avec une moyenne de 0,5 pour la largeur du noyau.

Selon **Abdullah et Salah (1999)** dans une étude faite sur 13 variétés des noyaux de dattes Libyennes indiquant que la valeur moyenne des paramètres de poids, largeur et longueur sont respectivement de 0,7-2 g, 0,8-1,1 cm et 1,8-2,8 cm.

Selon **Acourene et Tama (1997)**, une différence significative entre arbres a été relevée sur le diamètre, le poids, la longueur du noyau même si les palmiers pris en compte proviennent d'une même exploitation.

De plus, ces différences peuvent être induites par les types de pollen utilisés par les phoeniculteurs (**Khalifa, 1980**). Ce dernier auteur a démontré l'effet significatif des pollens sur les caractères morphologiques du noyau.

I.2. Composition biochimique de la poudre

Les résultats détaillés concernant les caractéristiques biochimiques de la poudre du noyau sont donnés dans le tableau XI.

Tableau XI : Les valeurs des indices biochimiques de la poudre.

| Constituants | Valeurs moyennes (%) |
|-----------------|----------------------|
| Humidité | 5,00 ± 0,03 |
| MG (ébullition) | 9,84 ± 1,45 |

MG : matières grasses

I.2.1. La teneur en eau (Humidité)

La teneur en eau est un critère de qualité utilisé essentiellement pour estimer le degré d'humidité du noyau de datte et elle renseigne sur la stabilité du produit contre les risques d'altération durant la conservation.

Le taux d'humidité de la poudre du noyau de datte est de (5 ± 0,03 %). Cette valeur est compatible à celle trouvée par **Al-Farsi et al. (2007)** 5,19 % et **Devshony et al. (1992)** pour d'autres variétés (4,22 – 4,78 %) : variété *Shahal*. Elle est par contre, plus élevée que celles trouvées par **Al-Farsi et al. (2007)** qui est de 3,14 % : variété *Mabseli* et plus faible à celle trouvée par **Hussein et Alhadrami (2003)** qui est de 7 %. **Hamada et al. (2002)**, la teneur en eau des noyaux de dattes des variétés *Khalas*, *Lulu* et *Fard* est comprise entre 7 – 11 %.

La teneur en eau des noyaux de dattes est comparable à celle des autres aliments tels que paille de céréales (10-15%) (**Chenost et al., 1991**) et 7 – 11 % **Chabaca et al. (2000)**, les pédicelles de dattes (10,4 %) (**Arbouche et Arbouche, 2008**), le blé (13,8%), l'orge (12,4 %) et l'avoine (12,6%) (**Anonyme, 1999**). De ce fait, les noyaux de dattes peuvent bien être classés, du point de vue leur teneur en eau dans le groupe des graines et des céréales connues pour être pauvres en eau.

I.2.2. Le taux de matières grasses

La durée de huit heures dans l'extracteur type Soxhlet avec l'utilisation de l'hexane comme solvant d'extraction a été suffisante pour un bon épuisement des noyaux et une meilleure extraction de l'huile à chaud.

Le rendement de la matière grasse obtenu par extraction à chaud est entre (8,59-13,16 %) peut être comparé à celui trouvé par **Hamada et al. (2002)** (8,7-12,3 %), pour 11 variétés des noyaux de dattes cultivés dans la région de Qassim de l'Arabie saoudite et à celui trouvé par **Chaira et al. (2007)** pour la variété *Allig* (12,73%), **Hamada et al. (2002)** pour la variété *Khalas* (13,2 %), **Besbes et al. (2004)** pour la variété *Allig* (12,67 %).

Cependant, ce taux est relativement élevé comparé à celui rapporté par **Al-Farsi et al. (2007)** et dans une étude effectuée sur des variétés tunisiennes (*Mabsili, Um-Salah et Shahal*) ont trouvé des valeurs (5 - 6%) beaucoup plus faibles que celle rapportées par les auteurs précédents.

Généralement, le procédé d'extraction par solvant est très utilisé surtout pour les graines qui sont pauvres en matière grasse telles que les noyaux de dattes, les grignons d'olive... etc.

I.2.3. Couleur et saveur

La couleur de l'huile du noyau de dattes étudiées est de 2,3 rouge et 22,0 jaune. L'observation visuelle (voir la photo N°2) montre une couleur jaune claire, une odeur et saveur agréable a été relevée. A la température ambiante cette huile est fluide. **Besbes et al. (2009)** a relié la couleur jaune à la quantité importante de pigments jaunes (caroténoïdes).



Photos N°2 : L'huile de la poudre du noyau de dattes (*Mech-Degla*).

I.3. Caractéristiques physico-chimiques de l'huile du noyau de datte

Le tableau XII regroupe les valeurs des indices physiques et chimiques de l'huile issus de la poudre du noyau de datte.

Tableau XII : Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile des noyaux de dattes.

| Les paramètres | Teneurs moyennes |
|---|--|
| Indice d'iode (g d'iode /100 g de CG) | 53 |
| Acidité (%) | $0,37 \pm 0,17$ |
| Extinction à l'UV (%) ϵ_{1cm} | $K_{232} : 1,528 \pm 0,060$ $K_{270} : 0,381 \pm 0,016$ |
| Indice de réfraction à 40° C | $1,4563 \pm 0,0002$ |
| Indice de peroxyde (mégq d'O ₂ / kg de CG) | $3,66 \pm 0,58$ |

I.3.1. Humidité de l'huile

Le taux d'humidité déterminé est de $5,42 \pm 0,16$ %. Cette valeur est comparée à celle trouvée par **Lecheb (2010)** sur la variété *Mech-Degla* Algérienne (5,73 %).

I.3.2. Absorbance spécifique

La mesure de l'absorbance aux ultra-violets est l'une des méthodes de mesure de l'état d'oxydation de l'huile. Elle permet de suivre l'évolution de la peroxydation et de connaître la teneur en produits secondaires d'oxydation.

Les résultats de l'absorbance spécifique de l'huile du noyau de dattes étudiée (voir le tableau XII) sont comparable avec ceux obtenues par **Besbes et al. (2004)** à partir des variétés *Deglet Nour* et *Allig* qui présentent des valeurs pour K_{232} (1,2-2,5) respectivement, ainsi que pour K_{270} la valeur trouvée pour les deux variétés est de 0,5.

Si nous comparons nos résultats à la norme **Codex Stan (1981)** pour l'huile de grignons d'olive, qui prévoient pour une longueur d'onde 232 nm, une extinction spécifique maximale de 3,5 pour l'huile d'olive vierge et une extinction spécifique maximale de 5,5 pour l'huile de grignons d'olives. Alors que pour l'absorbance à la longueur d'onde de 270 nm, la norme prévoit une extinction spécifique maximale de 0,3 pour l'huile d'olive vierge et extinction spécifique maximale de 2,00 pour l'huile de grignon d'olives. Nous constatons que

nos résultats sont inférieurs aux valeurs fixées par la norme ceci témoigne que notre huile contient une quantité très basse des produits d'oxydation.

I.3.3. Indice de réfraction

L'indice de réfraction obtenu à 40° C est de 1,4563, cette valeur est analogue à l'indice de réfraction déterminé à 40° C par **M.M. Basuny et al. (2010)** pour l'huile du noyau de datte de la variété *Khalas* (1,4595). Ils sont d'ailleurs tout à fait comparables à ceux des huiles d'olive cultivées et correspondent aussi aux valeurs données par la norme du **Codex Stan (1981)** qui sont de 1,4677 à 1,4705 pour une huile d'olive vierge.

I.3.4. Indice de peroxyde

La détermination de l'indice de peroxyde exprimé en méq d'O₂/kg de CG d'un corps gras renseigne sur son état d'altération par oxydation (**AFNOR, 1988**). Le processus d'oxydation de l'huile étudiée est suivi par la détermination de l'indice de peroxyde (IP). Les matières grasses s'altèrent essentiellement par l'oxydation, phénomène chimique mettant en œuvre des mécanismes réactionnels très différents aboutissant au rancissement oxydatif ou hydrolytique (**Rahmani, 2007**).

Le résultat obtenu ($3,66 \pm 0,58$ méq d'O₂/kg de CG) est conforme à la norme d'une huile raffinée (< 5). Il confirme aussi la stabilité et la résistance de l'huile du noyau de datte à l'oxydation. Cette valeur est supérieure de celle trouvée par **Abdel Nabey (1999)** concernant six variétés d'huile des noyaux de dattes égyptiennes (1,54 méq d'O₂/kg de CG).

Si on compare l'indice de peroxyde de l'huile du noyau de datte à celui de l'huile d'olive on trouve que celui du l'HND est faible, cela est confirmé dans une étude effectuée par **Krichene et al. (2010)** sur quatre variétés de l'huile d'olive tunisienne étudiée : *Chemlali* (13,2 méq d'O₂/kg de CG) ; *Chêtoui* (7,8 méq d'O₂/kg de CG) ; *El Hor* (9,5 méq d'O₂/kg de CG) ; *Oueslati* (15,2 méq d'O₂/kg de CG).

I.3.5. Acidité

Le degré d'acidité des huiles extraites est exprimé en pourcentage d'acide oléique. L'acidité (% d'acide oléique) de l'HND ($0,37 \pm 0,17$ %) trouvé est légèrement supérieure aux valeurs trouvées sur trois variétés de l'huile d'olive : *Picual* (0,15 % d'AO), *Hojiblanca* (0,20 % d'AO), *Arbequina* (0,25 % d'AO), dans une étude réalisée par **Gutiérrez et al. (2002)**. Mais ce résultat est proche de celui trouvé par **Ninfali et al. (2008)** sur deux variétés d'olive analysées après trois ans de leur extraction : *Leccino* (0,39 % d'AO) et *Frantoio* (0,33 % d'AO).

I.3.6. Indice d'iode

L'huile du noyau de datte étudiée présente un indice d'iode de l'ordre de 53 g d'iode /100 g de CG. La valeur obtenue est comparable à celle citée par la littérature en particulier celle trouvé par **Besbes et al. (2005)** dans une étude effectuée sur six variétés libyennes (en moyenne 54,8 g d'iode/100 g de CG).

Cependant, l'indice d'iode trouvé est inférieur à la valeur moyenne de l'indice d'iode de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive rapporté par la norme **Codex Stan (1981)** (75-94 g d'iode/100 g de CG).

L'indice d'iode est une mesure simple et rapide de l'insaturation totale mais ne fournit aucune indication quant au profil des huiles en acide gras. L'expérience de l'indice d'iode est basée sur le fait que les acides gras, correspondant à l'huile, peuvent fixer autant de molécules d'iode qu'ils ont de doubles liaisons. En effet, plus l'indice d'iode est élevé, plus l'huile est insaturée.

I.4. La composition en acides gras

Les résultats de la composition en acides gras de l'huile du noyau analysée sont consignés dans le tableau XIII. D'après les chromatogrammes (voir l'annexe I), les acides gras détectés sont: l'acide palmitique, laurique, myristique, stéarique, oléique, linoléique.

Tableau XIII : Composition en acides gras de la matière grasse du noyau de datte.

| Acide gras | % d'acide gras |
|--------------------------|----------------|
| Acide laurique (C12:0) | 19,532 |
| Acide myristique (C14:0) | 11,534 |
| Acide palmitique (C16:0) | 12,199 |
| Acide stéarique (C18:0) | 3,870 |
| oléique (C18 :1) n 9 cis | 44,900 |
| linoléique (C18 :2) | 7,964 |

L'acide oléique représente 44,90 % de l'huile du noyau de datte étudié. C'est l'acide gras majoritaire qui va donc conférer ses propriétés à l'huile, il est monoinsaturé et de type ω -9.

Cet acide gras est également très majoritaire dans l'huile d'olive. Quantitativement, le second acide gras rencontré dans cette huile est l'acide laurique avec un taux de 19,532 %, puis l'acide palmitique 12,199 % ; acide myristique 11,534 % ; acide linoléique 7,964 % ; acide stéarique 3,870 %. L'huile étudiée peut être donc considérée comme une huile oléique-laurique.

La comparaison du nombre d'acides gras trouvé dans cette huile à celui cité par la littérature montre qu'il existe des variétés qui contiennent jusqu'à quatorze acides gras, mais généralement l'huile du noyau de datte est caractérisée par la présence de cinq acides gras importants (C18 :1, C18 :2, C16:0, C14:0, C12:0) ; l'acide oléique (C18 :1) était toujours le plus abondant.

Le degré de saturation montre que cette huile est composée de 47,135 % d'acide gras saturés, une valeur qui le rend résistant à la rancidité oxydante. Le degré d'insaturation est de 52,864 % d'acide gras insaturés, dont 44,900 % d'acide gras monoinsaturés et 7,964 % d'acides gras polyinsaturés. Ces résultats confirment l'aspect fluide de l'huile.

Dans une étude effectuée par **Besbes et al. (2004)** sur deux cultivars de l'huile du noyau de datte, l'acide oléique s'étendant de 41,3 % pour l'huile des noyaux de *Deglet Nour* à 47,7 % pour l'huile des noyaux d'*Allig*. Cependant, **Al-Hooti et al. (1998)** a trouvé un contenu plus élevé de l'acide oléique (53,3 – 58,8 %) dans l'huile du noyau de dattes extraite à partir des variétés de l'*Emirat*.

Besbes et al. (2004) a prouvé également que l'huile du noyau de la variété *Deglet-Nour* a été considérée comme une huile oléique-laurique, alors que l'huile du noyau de la variété *Allig* était une huile oléique-linoléique. D'autre part **Al-Hooti et al. (1998)** a prouvé que les huiles des noyaux de datte étaient de type oléique-linoléique ou oléique-palmitique.

La composition en acides gras de l'huile du noyau de dattes semble varier légèrement avec les cultivars. Elle peut être due à l'état physiologique des noyaux qui sont différent, et à l'influence des facteurs climatiques des régions d'études (**Besbes et al., 2004**).

I.5. Polyphénols de l'huile du noyau de datte

Le méthanol /eau est l'un des solvants le plus utilisé pour l'extraction des composés phénoliques (**Mueller-Harvey, 2001**).

Après addition du réactif de Folin-Ciocalteu's, une couleur bleue est obtenue avec une intensité variable en fonction de la concentration de l'acide gallique (utilisé comme étalon), ou de l'extrait d'huile du noyau de datte, les résultats du calcul de la concentration correspondant sont exprimés en mg équivalent d'acide gallique par kg d'huile.

La détermination des teneurs en composés phénoliques totaux (polaires et apolaires) dans les extraits de l'huile du noyau de datte avec l'utilisation le méthanol/eau comme solvant d'extraction aboutit à une teneur moyenne $112,9194 \pm 26,5703$ mg/kg, cette teneur est plus faible par rapport à celle rapporté par **Besbes et ses collaborateurs (2004b)** dans une étude mené sur des variétés des noyaux de dattes récoltées sur des palmeraies tunisiennes. Les différentes variétés analysées ont présenté un contenu phénolique dans la gamme de 215 et 526 mg/kg de MS.

Cette différence peut dépendre des conditions de stockage de l'huile du noyau de datte qui peut affecter la composition en polyphénols (**Marinova et Yanishlieva, 2003**), ou bien peut être expliquée par le temps, la température d'extraction, la nature de solvant utilisé et le type de la variété analysée.

Les teneurs en polyphénols totaux enregistrées pour nos extraits phénoliques sont comprises dans l'intervalle trouvé par **Tura et al. (2007)**, (55,4 à 615,78 ppm) pour dix-huit variétés d'huile d'olive Italiennes et dans l'intervalle trouvé par **Brahmi et Boutagrabet. (2008)**, (71,89 à 539,78 ppm) pour cinq variétés d'huile d'olive Algériennes. Nous constatons que la teneur en composés phénoliques de notre huile est proche de celle de l'huile d'olive.

I.6. Flavonoïdes

Une couleur jaune est observée après l'ajout du chlorure d'aluminium à la solution éthanolique de quercétine. Cette couleur est aussi observée dans le cas des extraits d'huile du noyau de datte indiquant ainsi la présence de complexes de chélation des ions d'aluminium par les flavonoïdes (**Ribereau-Gayon, 1968**).

La teneur en flavonoïde dans les extraits d'huile du noyau de datte est exprimée en mg équivalent quercétine par kilogramme d'huile du noyau de datte.

D'après la teneur trouvée $15,7 \pm 0,7$ ppm, l'huile du noyau de dattes étudiée présente des teneurs en flavonoïdes faible.

Comme aucune référence de la teneur en flavonoïdes n'a été trouvé, nous avons jugé nécessaire de comparer nos résultats à ceux obtenus par **d'Oliveras-Lopez et al. (2007)**, pour

trois variétés d'huile d'olive Italiennes et huit variétés Espagnoles (0,61 à 2,6 ppm), nos résultats sont élevés.

I.7. Les caroténoïdes

La teneur en caroténoïdes présente dans l'huile du noyau étudiée est de $125,534 \pm 0,109$ mg/kg. La présence de cette quantité importante de caroténoïdes confirme l'interprétation de la couleur jaune de l'huile du noyau de datte par les différents auteurs qu'elle est due à cette substance.

En effet, l'analyse d'une variété Algérienne (*Deglet-Nour*), **Lecheb (2010)** a obtenue une valeur de 0,99 mg/g de matière sèche tandis que **Nehdi et al. (2010)** dans une étude effectuée sur l'huile du noyau de datte de l'espèce *Phoenix canariensis* a trouvé une valeur de 55,1 ppm de caroténoïdes, ceci peut être expliqué par l'état sec du fruit.

Les caroténoïdes de l'huile du noyau de datte sont supérieurs à celle de l'huile d'olive, cela est montré par **Uzzan (1992)** qui est de 5 à 10 ppm.

Les caroténoïdes des huiles se trouvent à des concentrations variables selon les variétés, le degré de maturité, le système technologique utilisé pour l'extraction de l'huile, l'âge de l'huile (**Rahmani, 1993**) ainsi que le facteur génétique (**Cariado et al., 2007**).

I.8. Activité antiradicalaire de l'huile du noyau de datte

Dans le but de caractériser l'activité antiradicalaire de l'huile du noyau de datte, des extractions à chaud (Soxhlet) et à froid (macération) à partir de la poudre du noyau de datte ont été réalisées en utilisant l'hexane (solvant permettant d'extraire que la matière grasse).

Dans cette étude, en plus du pouvoir réducteur, la méthode au DPPH (1,1-Diphényl-2-Picryl- Hydrazyl) est sélectionnée pour évaluer l'activité antioxydante des extraits de l'huile du noyau de datte. Elle permet d'estimer plus précisément la concentration du radical inhibé par les molécules actives (**Maisuthiaskul et al., 2007**).

Ces résultats montrent que l'HND extraite à froid a une activité antiradicalaire plus élevée comparée à celle de l'extrait à chaud. l'extrait à froid de l'huile par l'hexane a l'aptitude d'inhiber 55,91 % des radicaux libres alors que l'extrait à chaud de l'huile par l'hexane a une température de 69°C ne réduit que de 20 – 30 % des radicaux libres. Cette différence est due à l'oxydation de l'huile extraite à chaud (la température étant un facteur d'oxydation) et à l'état caractéristique de l'huile.

II. Elaboration et caractérisation d'une margarine enrichie en huile du noyau de dattes

II.1. Elaboration de la margarine enrichie en huile du noyau de dattes

Les recettes détaillées de la margarine témoin et de la margarine enrichie en huile du noyau de datte, sont données dans le tableau XIV.

Tableau XIV : Recette des margarines élaborées.

| Matières premières | Margarine témoin | Margarine à 100 ppm de l'HND | Margarine à 50 ppm de l'HND |
|--|-------------------------|-------------------------------------|------------------------------------|
| Mélange d'huiles végétales non hydrogénées et huile fluide (tournesol) | | | |
| Ingrédients liposolubles | | | |
| Mono-glycéride | | | |
| α -tocophérol | oui | Non | Non |
| Arôme | oui | oui | oui |
| β -carotène | oui | oui | oui |
| Huile du noyau de dattes (ppm) | Non | 100 | 50 |
| Ingrédients hydrosoluble | | | |
| Sorbate de sodium | | | |
| Acide lactique | | | |
| Sel (NaCl) | | | |
| Lait | | | |

II.2. Caractérisation d'une margarine enrichie en huile du noyau de dattes

II.2.1. Caractéristique physique

II.2.1.1. Analyse de la texture par RMN (SFC)

L'indice SFC se rapporte au pourcentage des matières grasses qui sont solides à des températures différentes. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau XV.

Tableau XV : Indice SFC de la margarine témoin et la margarine enrichie en huile du noyau de dattes.

| Température (°C) | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 | 30 | 35 | 40 |
|------------------------|------|------|------|------|------|-----|-----|-----|
| SFC (°C) de MF1 | 34,6 | 28,3 | 20,9 | 14,3 | 9,7 | 6 | 3 | 0,3 |
| SFC (°C) de MF2 | 26,5 | 22,8 | 18,2 | 12,5 | 8,7 | 5,7 | 3,4 | 1,7 |
| SFC (°C) de MF3 | 35,7 | 29,7 | 22,7 | 15,6 | 10,5 | 7 | 3,7 | 0,5 |

MF1 : Margarine témoin; **MF2 :** Margarine à 100 ppm de l'HND; **MF3 :** Margarine à 50 ppm de l'HND.

D'après les résultats obtenus nous pouvons dire que notre margarine est plastique et facile à tartiner, à 37°C, l'indice de SFC est inférieur à 6%, et donc la margarine fond facilement dans la bouche.

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

Les courbes de solide de MF1, MF2 et MF3 sont représentées dans la figure 12. D'après l'allure des courbes, on remarque une diminution du solide en allant de basses températures (5°C) vers les hautes températures (40°C), tendant même à zéro dans le cas de MF1.

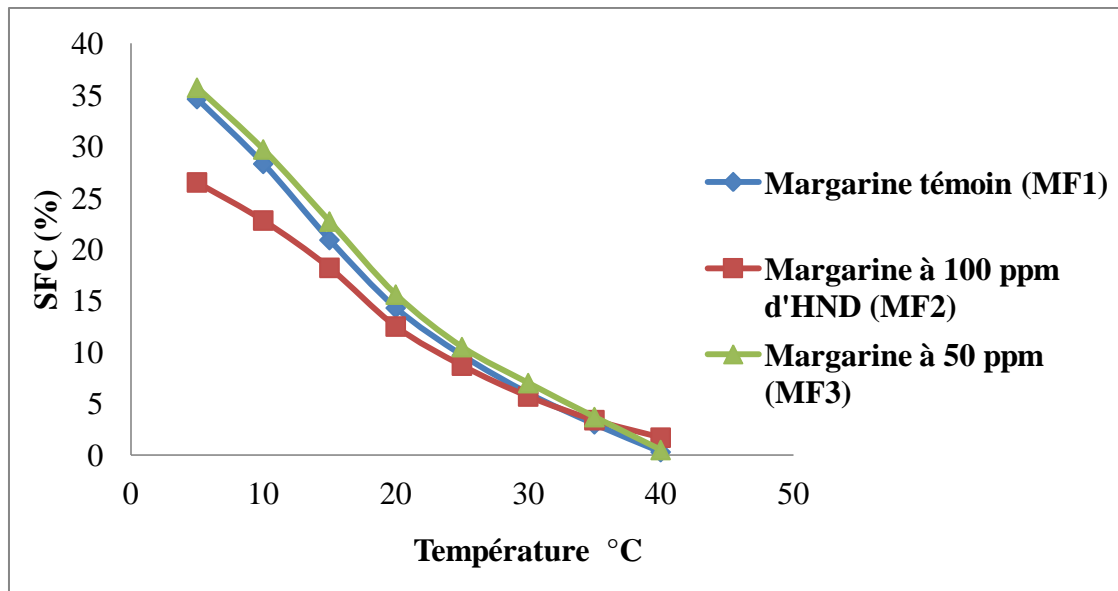


Figure 12: Taux de solides (SFC) des différentes margarines.

Lumor et al. (2008) ont étudié les propriétés du blend d'huile de colza et de la fraction moyenne du palme à différents pourcentages massiques, en termes de taux de solide (SFC) et de morphologie cristalline. D'après les résultats qu'ils ont obtenus, il en sort que :

- Une bonne margarine à tartiner est celle présentant un SFC d'au moins 7,6 % à 10°C, teneur nécessaire au bon maintien de la structure cristalline, assurant ainsi une bonne tartinabilité de la margarine une fois retirée du réfrigérateur et fond complètement en bouche. Le fondant en bouche total de celle-ci permet une meilleure libération de la flaveur et donne une sensation de douceur plus accrue.
- Les huiles et les graisses avec des SFC modérés compris entre 7,6 - 13 % à 10°C et une courbe de solide raide aux températures de non réfrigération sont adéquates pour la formulation des margarines à tartiner.

En se basant sur les résultats de **Lumor et ses collaborateurs (2008)** à 10°C les margarines MF1, MF2 et MF3 possède ce minimum de 7,6 % en SFC, avec des valeurs moyennes de 28,3 %, 29,7 et 22,8 % respectivement, ce qui prouve leur tartinabilité acceptable. Ces résultats sont également en accord avec les préconisations de **Ribeiro et al. (2009)** dont le SFC des margarines à 10°C ne doit pas dépasser 32 % pour que la tartinabilité soit garantie aux températures de réfrigération.

D'après **Ribeiro et al. (2009)** ; **Karleskind et Wolff (1992)** la quantité de solide présente à différentes températures au cours de la cristallisation et aussi inversement au cours de la fusion est sans doute un paramètre primordial à considérer et va de suite spécifier la phase

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

- * le SFC à 5 et 10°C contrôle le comportement à l'étalement du produit (sa facilité à être tartiné à la température du réfrigérateur) en relation avec le procédé et les conditions de fabrication.
- * A 15 et 20 °C le SFC est un facteur important pour le procédé, la dureté du produit final et l'exsudation huileuse.
- * A 20 et 25°C, il est lié à la stabilité de la margarine.
- * A 30 et 35°C, il est lié à la texture (tenue lors de certaines utilisations) et aux propriétés de libération de l'arôme et de la saveur dans la bouche (appréciation orale du produit).

II.2.2. Caractéristiques physico-chimiques

Les résultats de la caractérisation physico-chimique des margarines MF1, MF2 et MF3 sont représentés dans le tableau XVI.

Tableau XVI: Caractéristiques physico-chimiques des margarines élaborées.

| Paramètres | Teneurs | | |
|--|---------|------|-------|
| | MF1 | MF2 | MF3 |
| Teneur en eau (%) | 13,85 | 15 | 15,06 |
| Point de fusion (°C) | 35,8 | 35,2 | 36 |
| Indice de peroxyde (Meq d'O ₂ /Kg MG) | 0,32 | 0,3 | 0,32 |
| pH de la phase aqueuse | 4,2 | 4 | 4 |

Les résultats de l'analyse de la teneur en eau, du point de fusion et de pH sont représentés dans les graphes suivants :

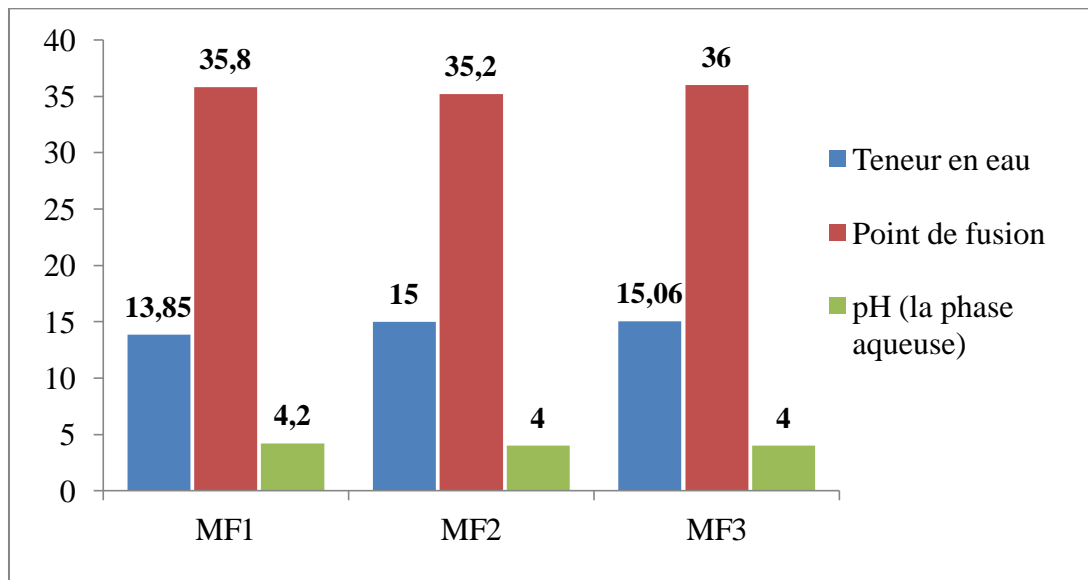


Figure 13 : Résultats de l'analyse de la teneur en eau, du point de fusion et de pH.

II.2.2.1. La teneur en eau (Humidité)

Les résultats de l'humidité pour les trois margarines MF1, MF2 et MF3 sont présentés dans la figure 13. On remarque que la teneur en eau (humidité) est différente pour les trois margarines ; elle est de l'ordre de 13,85 % pour MF1, 15 % pour MF2 et 15,06 % pour MF3. Les résultats MF1, MF2 et MF3 correspondent aux critères fixés pour leur élaboration, ils sont conformes à la norme (**ISO 662 deuxième édition 15-09-1998**) qui dit que la teneur en eau ne doit pas dépasser 16% max.

II.2.2.2 Le point de fusion

Les points de fusion pour les trois margarines MF1, MF2 et MF3 sont représentés dans la figure 13, se situent entre 35 à 36 °C.

Selon **Belitz et al. (2004)**, le point de fusion dépend des facteurs attribués à la structure des triglycérides. Selon **François (1974)**, ces facteurs sont :

- ✓ Longueur de la chaîne carbonée : Le point de fusion croît avec le nombre d'atomes de carbone.
- ✓ Nombre de doubles liaisons : Pour une même longueur de la chaîne, le point de fusion décroît avec le nombre des doubles liaisons.

- ✓ Forme géométrique : Le point de fusion des formes cis est plus bas que celui des formes trans.

Le point de fusion des trois margarines correspond à celui choisi pour la recette retenue. Il doit être fixé de manière à ce que la margarine soit fondante dans la bouche mais aussi plastique à température ambiante pour supporter le travail mécanique lors de la tartinabilité. A titre comparatif, notre résultat se situe dans l'intervalle des températures de fusion de 15 margarines de la Turquie (33.0 et 36.9 °C) (**Karabulut et al., 2006**).

II.2.2.3. Indice de peroxyde

Les premiers produits formés par oxydation sont les peroxydes ou les hydroperoxydes qui évoluent ensuite vers des structures plus stables: produits volatils et produits non volatils.

L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (**Karleskind et Wolff, 1992**).

Les résultats d'indices de peroxyde estimé pour les échantillons étudiés sont représentés dans la figure 14.

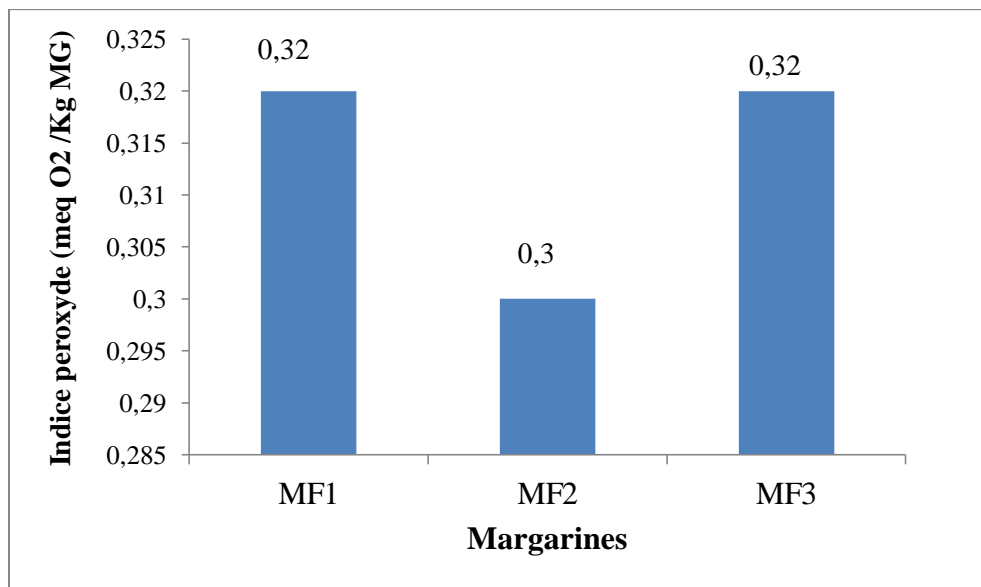


Figure 14 : Indice de peroxyde des échantillons étudiés.

Nous remarquons que la valeur de l'indice de peroxyde est presque la même pour les trois margarines, elle est nettement inférieure à la norme utilisée par l'entreprise qui est 10 Méq O₂/Kg MG (**NE.1.2.98.88**) et inférieure à 5 méq/kg, maximum requis par les normes (**Karleskind, 1992**).

II.2.2.4. Détermination du pH de la phase aqueuse

Les pH de la phase aqueuse pour les trois margarines MF1, MF2 et MF3 sont de l'ordre 4,2, 4 et 4,1 respectivement, présentés dans la figure 12.

Nous remarquons que les valeurs de pH des trois margarines sont très proches et que pour ces pH les deux émulsions sont stables.

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse. Une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes. En général on fixe le pH entre 4,0 et 5,5 (dans certaines margarines de feuilletage on peut avoir des valeurs de 3,0 à 3,5). Ces faibles valeurs de pH, conduisent à une sensation acide, qui ne peut pas plaire aux consommateurs.

II.3. Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou encore test au Rancimat

L'oxydation lipidique des aliments est un problème qui se pose de plus en plus en agroalimentaire. Ce test peut prédire la stabilité oxydative de l'huile ainsi que sa durée de conservation (**Hidalgo et al., 2006**). Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de la margarine à l'oxydation, les échantillons ont été soumis à un test d'oxydation accéléré sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil rancimat Metrohm n°743. Les résultats de l'analyse des échantillons de MF1, MF2 et MF3 sont représentés dans l'annexe III.

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

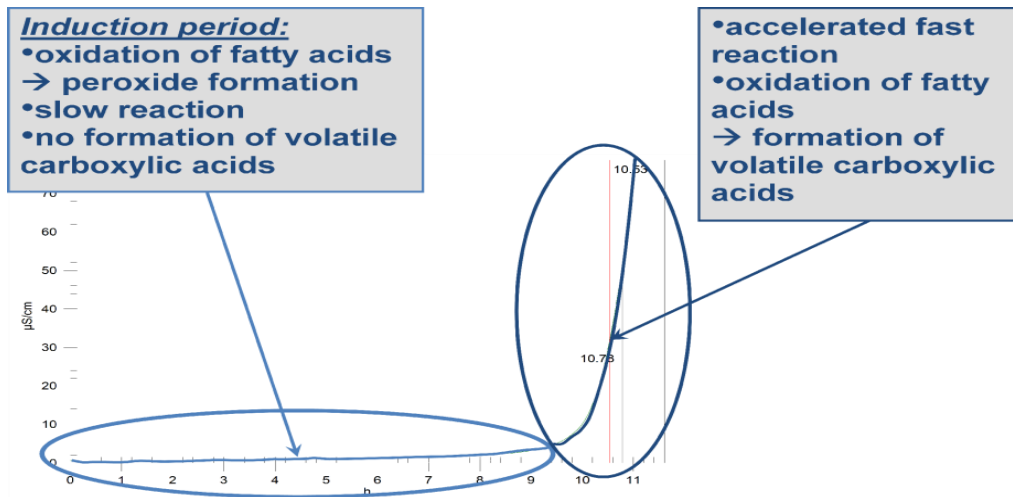


Figure 15 : Courbe du test d'oxydation accélérée (ISO 6886, 2006).

Des tests d'oxydabilité accélérée sur Rancimat ont ainsi été effectués à des concentrations de 100 et 50 ppm d'huile du noyau de datte dans la margarine de table de Cévital.

Le graphique suivant résume les résultats obtenus par les tests Rancimat et illustre l'influence de l'ajout d'huile du noyau de datte dans la formulation de la margarine de table.

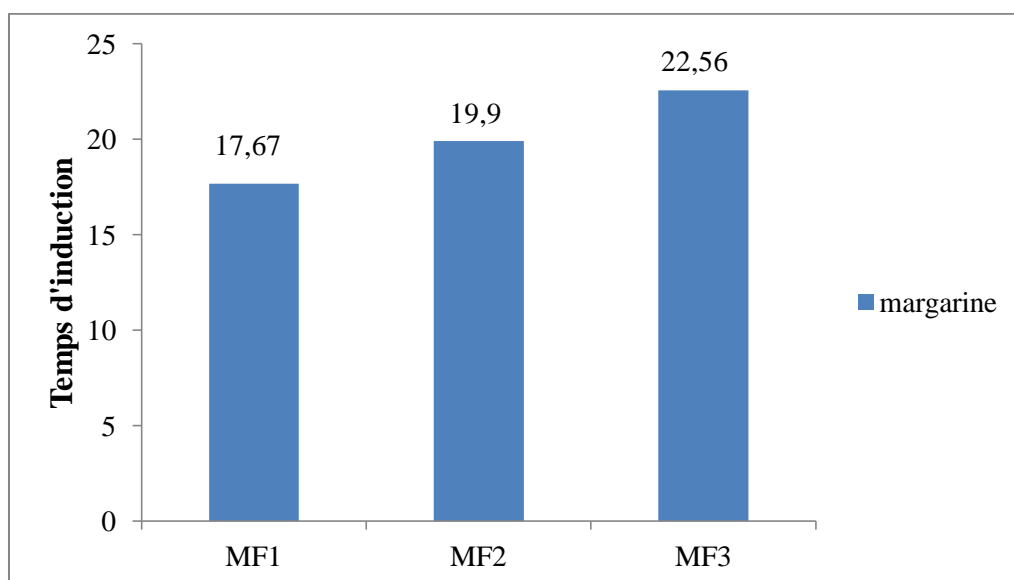


Figure 16: Temps d'induction exprimé (h) des échantillons de la margarine.

D'après la figure 16, on remarque que la margarine enrichie en huile du noyau de datte à 50 ppm résiste mieux à l'oxydation après 22 heures de chauffage, que la margarine enrichie à 100 ppm et qui a réagit après 19 heures.

L'interprétation de cette expérience est assez floue, le sujet de la pro-oxydabilité étant assez délicat et nécessitant un matériel de précision qui n'est pas encore à la disposition du

laboratoire de Recherche et Développement de l'entreprise Cévitel. Toutefois, une pro-oxydabilité de cet extrait au dessus d'un certain seuil est à suspecter.

Le témoin a révélé la plus petite valeur par rapport aux deux autres échantillons ceci peut être expliqué par l'inefficacité d'antioxydants synthétiques utilisés.

Une résistance supérieure à la normale sera la preuve de la présence d'anti-oxygènes dans le corps gras étudié, et qui prolonge considérablement sa durée de résistance à l'oxydation. Dans notre cas la présence des caroténoïdes, polyphénols et des flavonoïdes n'est pas étrangère à cet état de fait. Il est établi que les caroténoïdes maintiennent la stabilité oxydative des huiles.

D'après ces résultats, on peut déduire que l'huile du noyau de datte contient des antioxydants réagissant en synergie, plus puissants que l' α -tocophérol synthétique.

Les flavonoïdes sont connus pour leurs propriétés antioxydantes mais ils sont susceptibles d'avoir un effet prooxydant. En effet, plusieurs d'entre eux ont été décrits comme responsables d'auto-oxydation et de la génération de radicaux oxygénés actifs, comme le peroxyde d'hydrogène. L'activité prooxydante de ces substances est le résultat de leur capacité à réduire les métaux comme le Fe^{+3} pour donner Fe^{+2} lequel réagira avec O_2 ou H_2O_2 avec génération d'initiateurs de l'oxydation. En définitive, certains flavonoïdes pourraient accélérer la survenue de l'atteinte oxydative de l'ADN, des protéines et des glucides *in vitro*. Cependant, le potentiel pro-oxydant de ces composés ne doit pas être négligé dans le mécanisme d'action des flavonoïdes (**KEBIECHE, 2009**).

Conclusion

Conclusion

Le présent travail est d'apporter un supplément de connaissance sur les caractéristiques physico-chimiques et antioxydantes de l'huile du noyau de datte ce qui peut contribuer à mettre en relief la possibilité de sa valorisation. Dans cette optique, un essai d'incorporation d'un extrait huileux du noyau de datte dans une margarine de table a été réalisé.

Des résultats obtenus, il ressort que les noyaux de dattes de la variété *Mech-Degla* représentent 8,59 à 13,16 % de matière grasse et un taux d'humidité de 5%.

L'analyse de l'huile extraite a permis de mettre en évidence sa teneur élevée en acides gras ; elle est en outre stable avec un indice de peroxyde inférieur à 5 (valeur maximale tolérée pour les huiles alimentaires raffinées) et une acidité assez faible. L'huile de noyau de dattes est riche en caroténoïdes et présente une teneur faible en polyphénols et flavonoïdes.

L'activité antioxydante de l'huile du noyau de datte est déterminée par l'activité antiradicalaire qui est estimée par la mesure du pourcentage d'inhibition du radical stable DPPH. Les valeurs trouvées oscillent entre 20 à 30% pour l'huile extraite à chaud tandis qu'elle est de 55,91 % pour l'huile extraite par macération.

L'essai de formulation d'une margarine enrichie en huile du noyau de datte a été expérimenté, en vue de substituer l' α -tocophérol synthétique utilisé dans l'industrie par les antioxydants naturels présents dans l'huile du noyau de datte.

Les indices de caractérisation de notre margarine révèlent :

Les critères (gras, non gras et point de fusion) s'avèrent conformes à la recette préétablie. En outre, l'indice du degré d'altération par oxydation (indice de peroxyde) est conforme aux normes. L'évaluation de la stabilité oxydative, s'est révélée positive. La margarine enrichie en l'huile du noyau de datte, s'est avérée plus résistante à l'oxydation, que la margarine témoin.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

A

- Abdullah M., El-Alwani, Salah S., El-Ammari., 2003.** Fruit Physical characteristic of date palm cultivars grown in three Libyan Oases. pp. 662-669.
- Acourene S., Tama M., 1997.** Caractérisation physicochimique des principaux cultivars de datte de la région de Ziban. *Revue recherche Agronomique*, Ed. INRAA, N° 1, pp. 59-66.
- Addoun A., Merzougui Z. et Belhachemi M., 2000.** Préparation et caractérisation de matériaux a grand pouvoir adsorbant .Thèse Magistère.
- Afnor., 1988.** Recueil de normes françaises des corps gras, oléagineuses, Produit dérivés, Ed. AFNOR, 325p.
- Al-Farsi M., Alasalvar C., Al-Abid C.M., Al-Shoaily K., Mansorah Al-Amry., Al-Rawahy F., 2007.** Compositional and functional characteristics of dates, syrups, and their by-products. *Food Chemistry*, vol. 104, pp.943–947.
- Al-Farsi A.M., Lee C.Y., 2008.** Optimization of phenolics and dietary fibre extraction from date seeds. *Food Chemistry*, vol.108, pp. 977-985.
- Al-Farsi M., Alasalvar C., Morris A., Baron M., Shahidi F., 2005.** Compositional and sensory characteristic of three native sun-dried date (*Phoenix dactylifera* L.) varieties grown in Oman. *Journal of agricultural and food chemistry*, vol.53, pp. 7586-7591.
- Alhamed Y.A., 2009.** Adsorption kinetics and performance of packed bed adsorber for phenol removal using activated carbon from dates' stones. *J. Hazard. Mater.* 10.1016/j.05.002;
- Al-Hooti, S., Sidhu, J.S., Qabazard, H., 1998.** Physicochemical characteristic of five date fruit cultivars grown in the United Arab Emirates. *Plant Foods for Human Nutrition*, vol. 35, pp. 44-46.
- Al-Hooti S.N., Sidhu J.S., Al-Saqer J.M., Amani A., 2002.** Chemical composition and quality of date syrup as affected by pectinase/cellulose enzyme treatment. *Food Chemistry*, vol.79, pp.215-220.
- Ali B.H, Bashir A.K., 1999.** Statut hormonal reproducteur de Hadrami G. d'Al des rats traités avec des puits de date. *Nourriture Chem*, vol. 66, pp 437-41.
- Almana H.A., Mahmoud R.M., 1994.** Palme date seeds as an alternative source of dietary fibre in saudi bread. *Ecology of food and nutrition*, vol. 32, pp. 261-270.

Al-Qarawi A.A., Abdel-Rahman H., Ali B.H., Mousa., H.M., El-Mougy S.A., 2005. The ameliorative effect of dates (*Phoenix dactylifera* L.) on ethanol-induced gastric ulcer in rats. *Journal of Ethnopharmacology*, vol.98, pp. 313- 317.

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

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

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

Al-Hooti S., Sidhu J. S., Qabazard H., 1998. Chemical composition of seeds of date fruit cultivars of United Arab Emirates. *J.Food Sci.Technol.*, vol. 35, pp. 44-46.

Anonyme., 1999. Valeur alimentaire des grains. Brochure de bromatologie à l'école nationale vétérinaire de Lyon.

Arain S., Sherazi S.T.H., Bhangar M.I., Talpur F.N. et Mahesar S.A., 2009. Oxidative stability assessment of *Bauhinia purpurea* seed oil in comparison to two conventional vegetable oils by differential scanning calorimetry and Rancimat methods. *Thermochimica Acta.*, vol. 484 : pp. 1-3.

Arbouche F., Arbouche H.S., 2008. Pédicelles de dattes du sud est Algérien: effets du traitement à l'urée et du mode de stockage sur leur composition chimique et leur digestibilité. *Livestock Research for Rural Development.* vol.20, N°97.

B

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

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

Belitz, H-D., Grosch W. et Schieberle P., 2004. Lipids. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany, ISBN: 3-540-40818-5. Food chemistry, pp. 164-165.

Blokhina O., Eija V., Faggerstedt K.V., 2003. Antioxidant, Oxidative Damage and Oxygen Deprivation Stress. *Annals of Botany*, vol.91, pp.179-194.

Besbes S, Christophe Blecker, Claude Deroanne, Neila bahloul1, Georges Lognay, Nour-eddine Drira et Hamadi Attia., 2004 b. Date seed oil phenolic, tocopherol and Sterol profiles'. *Journal of Food Lipids*, vol. 11, pp. 251-265.

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

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

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

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

Brahim S. et Boutagrabet K., 2008. Activité antioxydante des extraits phénoliques de quelques variétés de l'huile d'olive algérienne. Mémoire d'ingénieur en contrôle de qualité et analyse alimentaire. Université Abderrahmane MIRA de Béjaïa.

Buelguedj M., 1996. Caractéristiques des cultivars de dattiers du Sud-Est du Sahara algérien. Volume I. Conception et réalisation : Filière "Cultures pérennes" de l'ITDAS, 67 p.

C

Cariado, M.N., Motilva, M. J., Goni, M. Romero, M.P., 2007. Comparative study of the effect of the maturation process of the olive fruit on the chlorophyll and caroténoid fraction of drupes and virgin olive oils from *Arbequina* and *farga* cultivars. *Food chemistry*, pp. 28-32.

Chabaca R., Larwence A., Paynot M., Tisserand J.L., 2000. Effet de diverses conditions de traitement à l'ammoniac d'une paille de blé sur les teneurs en acide p-coumarique et férulique et sur la dégradabilité de l'azote mesurée « in situ ». *Annales de zootechnie*, vol. 49, pp. 29-38.

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

Chaira N., Ferchichi A., Mrabet A., Sghairoun M., 2007. Chemical Composition of the Flesh and the Pits of Date Palm Fruit and Radical Scavenging Activity of Their extracts. *Pakistan Journal of Biological Sciences*, vol.10, N°13, pp. 2202-2207.

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

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

Chenost M., Grenet N., Morel d'Arleux F et Zwaenepoel., 1991. Synthèse sur les pailles de céréales. *Comité des sous produits- RNED Bovins*. 49 p.

Codex Alimentarius Commission, 2003. Codex alimentarius: Standard for olive oils and olive pomace oils. (Rev. 2-2003 ed., vol. STAN 33-1981).

Codex Stan, 33, 1981. Norme de CODEX pour les huiles d'olive vierges et raffinées et pour l'huile de grignons d'olive raffinée. (Rev. 1-1989), pp. 1-6

Conseil Oléicole International, 1996. Analyse spectrophotométrique dans l'ultraviolet. Conseil Oléicole International/T20/ Doc 19 6 juin 1996, Madrid. Espagne.

D

Dammak I., Ben Abdallah F., Boudaya S., Besbes S., Keskes L., El Gaied A., Turki H., Attia H., Hentati B., 2007. Date seed oil limit oxidative injuries induced by hydrogen peroxide in human skin organ. *BioFactors*, vol. 29, pp. 137-145.

Devshony S., Eteshola E., Shani A., 1992. Characteristics and Some Potential applications of Date Palm (*Phoenix dactylifera*.L.) Seeds and Seed Oil. *J.A.O.C.S.*, vol. 69, N°6, pp.595-597.

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

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

E

E.C., 2002. Regulation n°796 of 6 May 2006 on changes EC- Regulation. 2568/91. Official J.L.128/815/05/02. 2002. Bruxelles (Belgium).

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

El-Shurafa M.Y., Ahmed H.S., Abu- Naji S.E., 1982. Date Palm.J.1,75.

Etournaud, A., Aubort, J-D., Auderset, P., Buxtorf, U-P et al., 1992. Colorants pour denrées alimentaires et cosmétiques. In «Manuel suisse des denrées alimentaires». MSDA. 1.

F

Faur, L., 1992. Transformation des corps gras à des fins alimentaires. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 2 : pp. 938- 984. ISBN : 2-85206-662-9.

François, R., 1974. Généralités. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris, vol.36, N°41, pp. 43-44.

François, R., 1974. Huilerie. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris, pp. 134-135.

François, R., 1974. Margarine. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris, pp. 290-291.

Fomuso L. B. ; Akoh C. C., 2002. Lipase-catalyzed acidolysis of olive oil and caprylic acid in a bench-scale packed bed bioreactor. *Food research international*, vol.35, N°.1, pp. 15-21.

G

Ghedira K., 2005. Les flavonoïdes: structure, propriétés biologiques, rôle prophylactique et emplois en thérapeutique. *Phytothérapie*, vol.4, pp. 162-169.

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

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

Gutiérrez F., Villafranca M.J., 2002. Castellano, Changes in the Main Components and Quality Indices of Virgin Olive Oil During Oxidation, *J.A.O.C.S.*, vol.79, N°7.

H

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

Haimour N.M., Emeish S., 2006. Utilization of date stones for production of activated carbon using phosphoric acid. *Waste Management*, vol.26, pp. 651–660.

Hidalgo F.J., Leon M.M. Et Zamora R., 2006. Antioxidative Activity of Amino Phospholipids and Phospholipid/Amino Acid Mixtures in Edible Oils As Determined by the Rancimat Method. *J. Agric. Food Chem*, vol.54, pp. 5461-5467.

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

Hsu, S. Y., Yu, S. H., 2002. Comparisons on 11 plant oil fat substitutes for low-fat kung-wans. *Journal of Food Engineering*, vol.51, pp. 215–220.

Hussein A.S., Alhadrami G.A., 2003. Effect of Enzyme Supplementation and Diets Containing Date Pits on Growth and Feed Utilization of Broiler Chicks. *mAgricultural and Marine Sciences*, vol.8, N°.2, pp. 67-71.

I

ISO Norme Internationale, 1995. Méthode ISO 8292:1995 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée. Ed.2.

ISO Norme Internationale, 2000. Méthode ISO 6320 :2000. Corps gras d'origine animale et végétale- détermination de l'indice de réfraction. Ed.4.

ISO Norme Internationale, 2000. Méthode ISO 5508:2000 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse. Ed.2.

ISO Norme Internationale, 2006. Méthode ISO 6886:2006 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré). Ed.2.

J

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

Juntachote T., Berghofer E., Siebenhandl S., Bauer F., 2006. The antioxidative properties of Holy basil and Galangal in cooked ground pork. *Meat Science*, vol. 72, pp. 446-456.

K

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

KEBIECHE M., 2009. Activité biochimique des extraits flavonoïdiques de la plante *Ranunculus repens* L : effet sur le diabète expérimental et l'hépatotoxicité induite par l'Epirubicine. Thèse de doctorat, Université Mentouri Constantine. 129 p.

Krichene D., Allalout A., Mancebo-Campos V., Salvador M.D., Zarrouk M., Fregapane G., 2010. Stability of virgin olive oil and behaviour of its natural antioxidants under medium temperature accelerated storage conditions. *Food Chemistry*, vol. 121, pp. 171-177.

- Karleskind A. et Wolff J.P., 1992.** Manuel des corps gras. Ed : Tech et Doc. 1579p.
- Karleskind A., 1992.** Manuel des Corps Gras. Ed. Tech & Doc, Paris, Tom 1. 1579 p.
- Kumazawa S., Hamasaka T., Nakayama T., 2004.** Antioxydant activity of propolis of various geographic origins. *Food Chemistry*, vol.84, pp. 329-339.

L

- Lapornik B., Prosek M., Wondra A.L., 2004.** Comparison of extracts prepared from plant byproducts using different solvents and extraction time. *Journal of Food Engineering*.
- Lecheb F., 2007.** Extraction et caractérisation physico-chimique et biologique de la matière grasse du noyau des dattes : essai d'incorporation dans une crème cosmétique de soin. Université M'hamed Bougara-Boumerdes.
- Léger, C., 1999.** Co-produits de l'huilerie d'olive: les composés phénoliques et leurs propriétés biologiques. *OCL. Oléagineux, Corps gras, Lipides*, vol. 6, pp. 60-63.
- Leyral, G et Vierling, E., 2001.** Conservation des aliments. In «Microbiologie et toxicologie des aliments, hygiène et sécurité alimentaires». Doin, Paris. 146p.
- Lumor S.E., Kim B.H. et Akoh C.C., 2008.** Optimization of Solid Fat Content and Crystal Properties of a *trans*-Free Structured Lipid by Blending with Palm Midfraction. *J. Agric. Food Chem.* Vol. 56, pp. 9294-9298.

M

- Maisuthisakul P., Suttajit M., Pongsawatmanit R., 2007.** Assessment of phenolic content and free radical-scavenging capacity of some Thai indigenous plants. *Food Chemistry*, vol.100, pp. 1409–1418.
- Marinova, E.M., Yanishlieva, N.V., 2003.** Antioxidant activity and mechanism of action of some phenolic acids at ambient and high temperature. *Food Chemistry*, vol. 81, pp.189 -197.
- Mehran M., Filsoof M., 1974.** Characteristics of Iranian almond nuts and oils. *J.A.O.C.S.*, vol.51, N°11, pp. 433-434.
- Mimoun M., 2010.** Statut en acides gras polyinsaturés et bénéfiques d'une nutrithérapie à base de glycérophospholipides enrichis en acide docosahexaénoïque chez un modèle murin de mucoviscidose. Université de la Méditerranée Aix-Marseille II. 119 p.
- M. M. Basuny, A., A. Al-Marzooq, M., 2010.** Production of mayonnaise from date pits oil. *Banat's Journal of biotechnology*, vol.1, N°2. <http://dse.Usab-tm.ro/en/bjb.html>.
- Molyneux P., 2004.** The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxydant activity. *Journal of science technology*, vol.26, N°2, pp.211-219.

Mueller-Harvey, I., 2001. Analysis of hydrolysable tannins - a review. *Animal Feed Science and Technology*, vol.91,N°1/2, pp. 3-20.

N

Nehdi, I., Omri, S. I. Khalil, M, I. Al-Resayes, S., 2010. Characteristics and chemical composition of date palm (*Phoenix canariensis*) seed oil. *Industrial Corps and Products*, vol. 32, pp. 360-365.

Nève J., 2002. Modulation de l'apport alimentaire en anti-oxydants. *Nutrition Clinique et Métabolisme*, vol.16, pp. 292–300.

Ninfali P., Esposito S., Montedoro G., 2007. A 3-year Study on Quality, Nutritional and Organoleptic Evaluation of Organic and Conventional Extra-Virgin Olive Oils. *J. A. O. C. S.*, vol.85, pp. 151–158.

O

Ollé M., 2002. Analyse des corps gras. Dans : *Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés*, pp. 332 – 345.

Oliveras-Lopez M. L., Innocenti M., Giaccherini C., Leri F., Romani A. Et Mulinacci N., 2007. Study of the phenolic composition of Spanish and Italian monocultivar extra virgin olive oils: Distribution of lignans, secoiridoidic, simple phenols and flavonoides. *Talanta*. Vol.73, pp. 726-732.

Oomah, B.D., Ladet, S., Godfrey, D.V., Liang, J., et Girard, B., 2000. Characteristics of raspberry (*Rubus idaeus L.*) seed oil. *Food Chemistry*, vol.69, pp. 187–193.

Osman m. F., ben zayed a. A., alhadrami g. A., 1999. Sulfuric acid treated date pits as dietary ingredients in tilapia (*Oreochromis niloticus*) diets. *Bioresource Technology* 620-627.

Owen, P.L., Johns, T., 1999. Xanthine oxidase inhibitory activity of north eastern North American plant remedies used for gout. *Journal of Ethnopharmacology*, vol.64, pp. 149-160.

P

Prakash A., 2001. antioxydant activity. *Medallion Laboratoires. Analytical Progress*, vol.19, N°2, pp.1-6.

Perrin, J-L., 1992. Détermination de l'altération dans « Manuel des corps gras ». Ed. TEC & DOC, Lavoisier, Paris, vol.2, pp. 1198-1218.

R

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

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

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

Ribéreau-Gayon J., Peynaud E., Sudraud P. And Ribéreau-Gayon P., 1982. Composés phénoliques. In «Traité d'œnologie, sciences et technique du vin ».Ed. Dunod, pp. 477-499.

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

Robards K., Prenzler P.D., Tucker G., Swatsitang P. et Glover W., 1999. Phenolic compounds and their role in oxidative process in fruits. *Food Chemistry*, vol.66, pp. 401- 436.

Roginsky V.and Lissi E.A., 2005. Review of méthode to determine chain-breaking antioxydant activity in food. *Food chemistry*, vol.92, pp. 235-254.

S

Sabah A. A., Jassim A., Naji, 2007. In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Pits on a Pseudomonas Phage ; CAM , pp.1-6.

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

Salvador, M. D., Aranda, F., Gomez-Alonso, S., Fregapane, G., 2001. Cornicabra virgin olive oil a study of five crop seasons: composition, quality and oxidative stability. *Food Chemistry*, vol.74, pp. 274–276.

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

T

Tura D., Gigliotti C., Pedo S., Failla O., Bassi D. et Serraiocco A., 2007. Influence of cultivar and site of cultivation on levels of lipophilic and hydrophilic antioxidants in virgin olive oils (*Olea europeae L.*) and correlations with oxidative stability. *Scientia Horticulturae*, vol.112, pp. 108-119.

U

Uzzan A., 1992. Olive et huile d'olive. In : Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp. 221-228.

V

Visioli F., Caruso D., Galli C., Viappiani S., Galli G. and Sala A., 2000. Olive Oils Rich in Natural Catecholic Phenols Decrease Isoprostane Excretion in Humans. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, vol.278, N°3, pp. 797-799.

Visioli F., Galli C., 1998. Olive oil phenols and their potential effects on human health *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol.46, pp. 4292- 4296.

W

Wilfred V., Ralph N., 2008. Phenolic Compound Biochemistry, Purdue University, West Lafayette, IN, U.S.A. Gainesville FL 32610-3610.

Williamson G., Manach C., 2005. Bioavailability and bioefficacy of polyphenols in humans. II. Review of 93 intervention studies. *American Journal of Clinical Nutrition*, vol.1, pp. 243-255.

Annexes



Photo N°1 : L'appariel de Soxhlet au cours de l'extraction.



Photo N°2 : L'appariel de Rotavapor au cours de distillation.



Photo N°3 : Spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) basse résolution type (minispec mq 20, Germany).

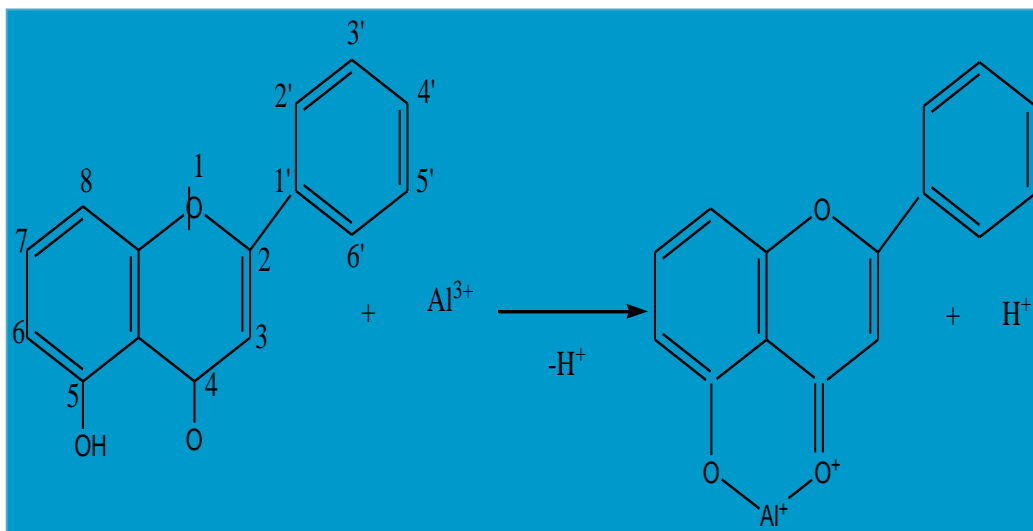


Figure N°1 : Mécanisme de réaction du chlorure d'aluminium avec les flavonoïdes (Ribereau-Gayon, 1968).

I. Les courbes d'étalonnages

I.1. Les polyphénols

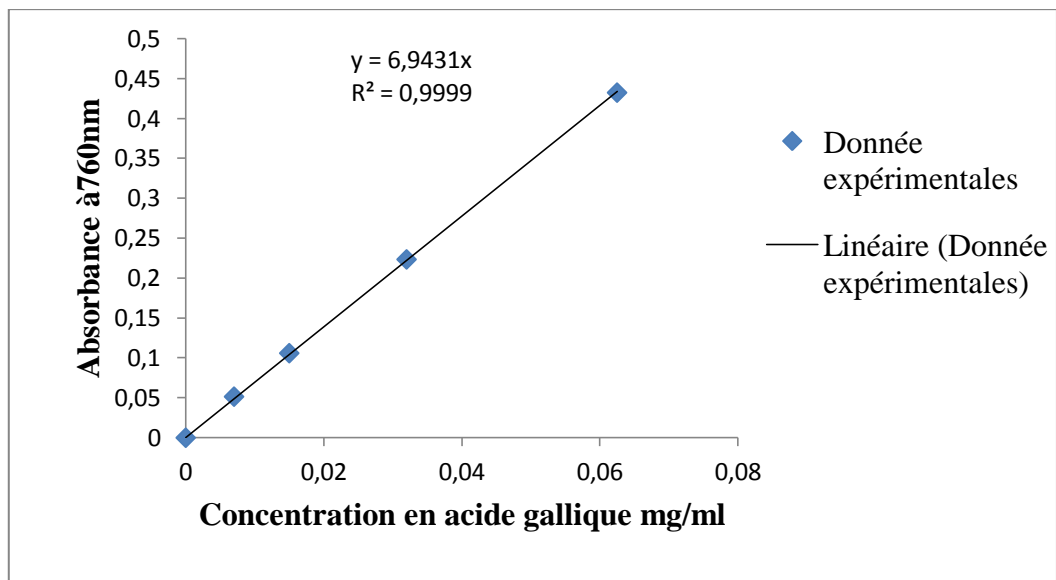


Figure 1 : Courbe d'étalonnage des polyphénols totaux (mg/ml).

I.2. Les caroténoïdes

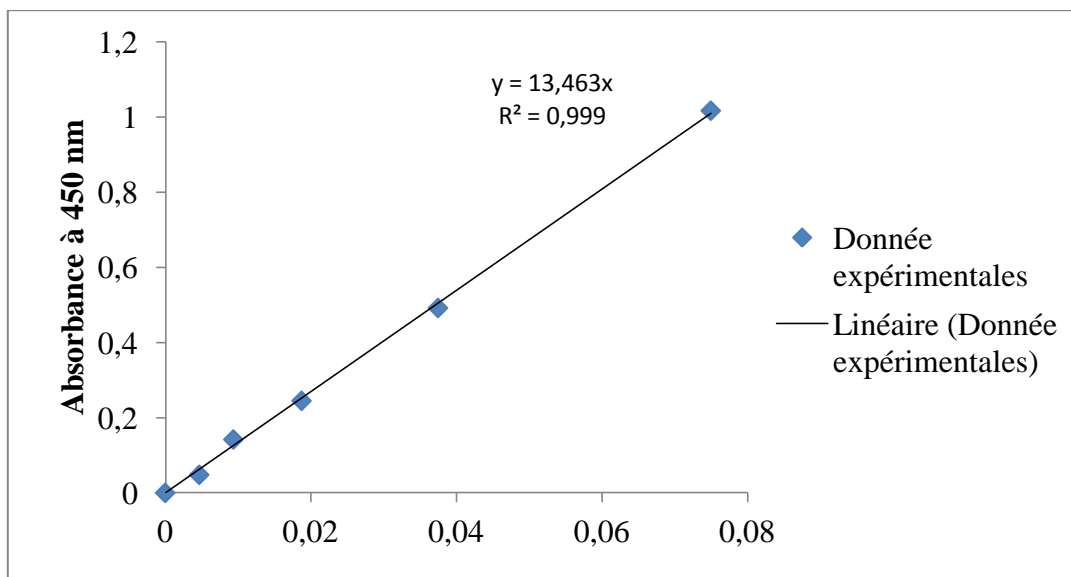


Figure 2 : Courbe d'étalonnage des caroténoïdes (mg/ml).

I.3. Les flavonoïdes

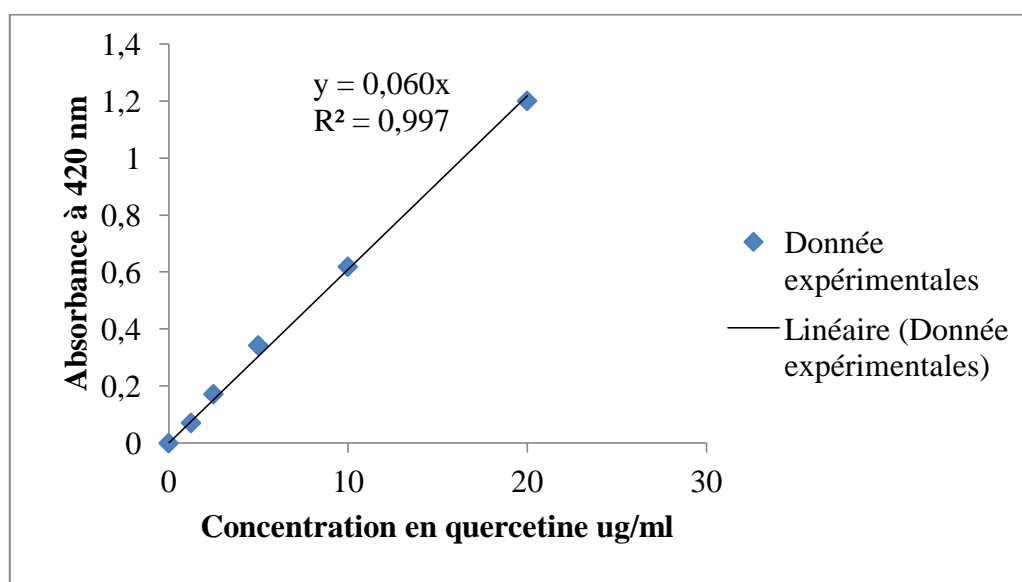


Figure 3 : Courbe d'étalonnage des flavonoïdes.

II. Chromatogramme de l'huile du noyau de dattes

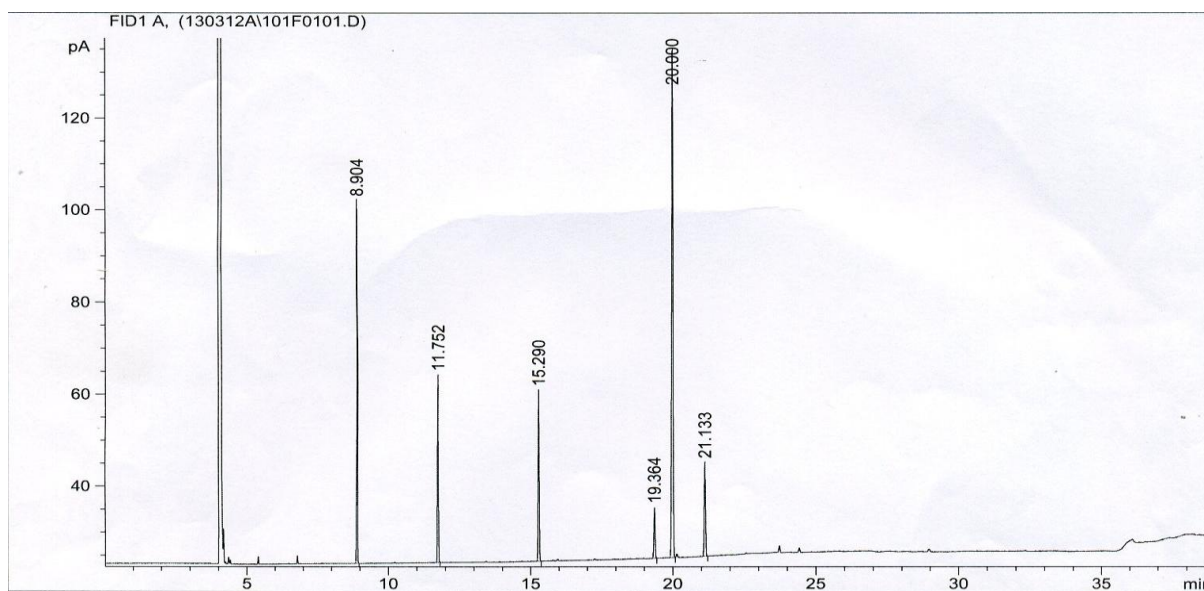


Figure 4 : Chromatogramme type des esters méthyliques des acides gras d'une huile d'oléastre.

A **T1**= 8,904 laurique (C12:0), **T2**= 11,752 myristique (C14:0), **T3**= 15,290 l'acide palmitique (C16:0), **T4**= 19,364 stéarique (C18:0), **T5**= 20,000 oléique (C18:2), **T6**= 21,133 linoléique (C18 :2).

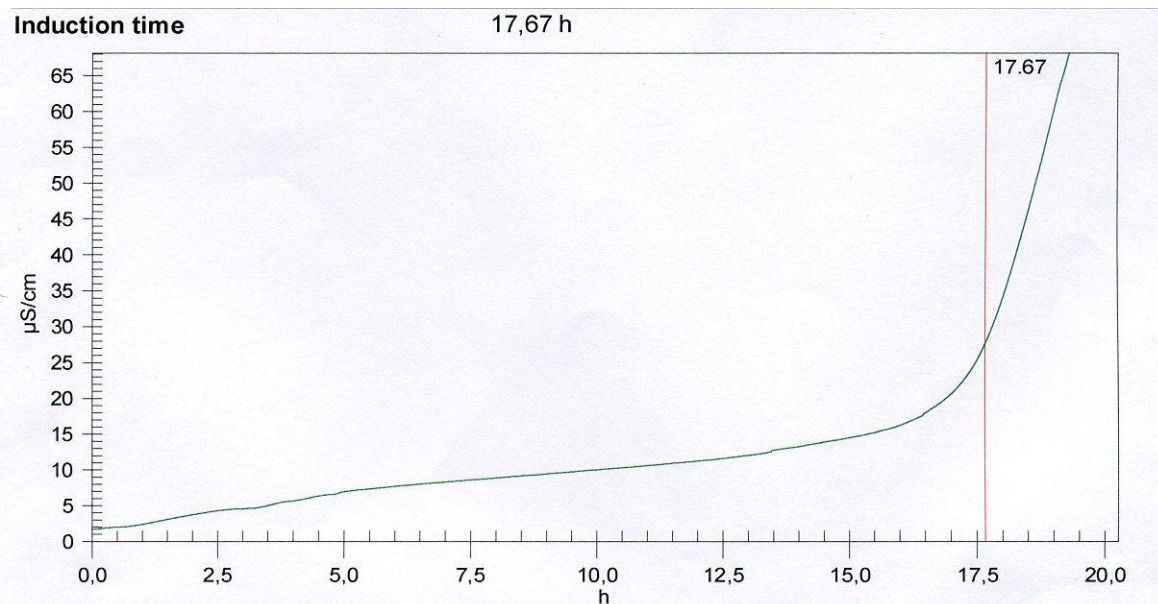


Figure 5 : Courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat de MF1.

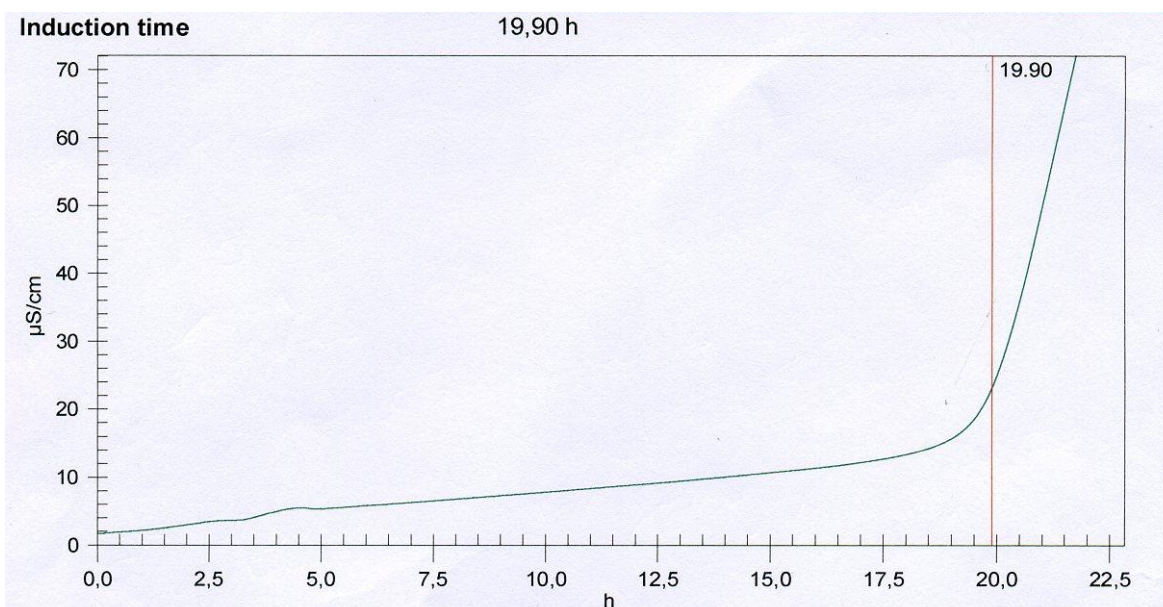


Figure 6 : Courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat de MF2 à 100 ppm d'HND.

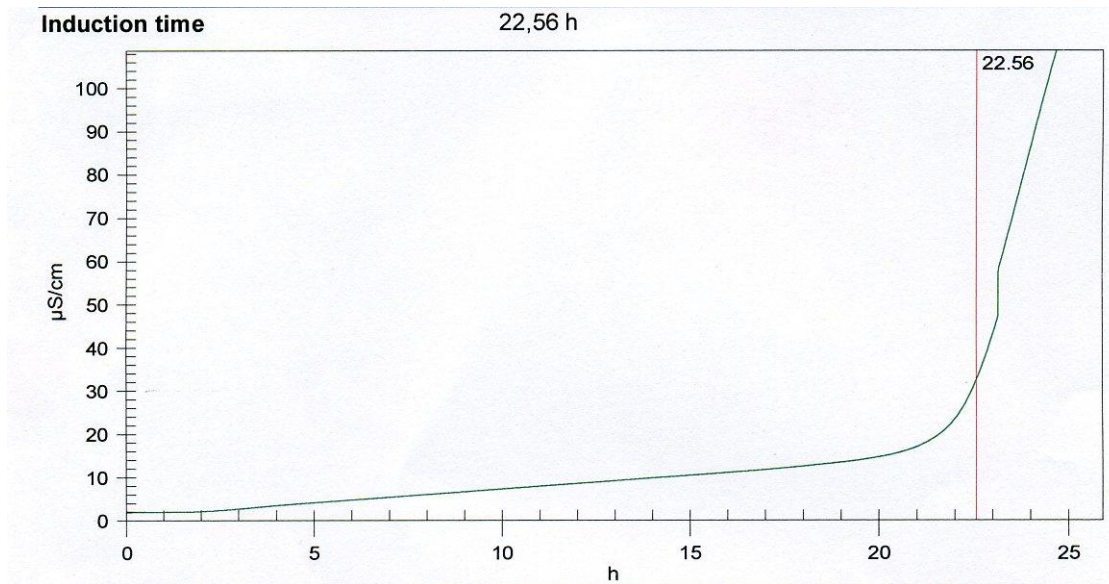


Figure 7 : Courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat deMF3 à 50 ppm d’HND.

Summary

This work focuses on enhancing the core dates variety of Mech Degla by extraction of the oil obtained in the Soxhlet extractor using hexane as the extraction solvent and its incorporation into the formulation of a margarine table.

Initially, the physicochemical characteristics of the core dates are determined. Its fat content is $9.84 \pm 1.45\%$. The antioxidant activity of the oil core of dates is studied by determining the polyphenol content and antiradical activity. Its content of polyphenols, carotenoids and flavonoids, respectively: (112.9194 ± 26.5703 mg / kg), (125.534 ± 0.109) and (15.7 ± 0.7 mg /kg).

In addition, margarine is known to be susceptible to oxidative damage and low in certain essential elements in the oil core of dates. A table margarine enriched by kernel oil of dates, has been developed industrially. The analysis of the texture of the margarine produced shows an acceptable color, shiny and homogeneous, plastic and easy to spread. At 37°C , the SFC index is less than 6%, and therefore the margarine melts easily in the mouth. The analysis of margarine obtained has the following physicochemical characteristics: pH 4.2, a peroxide value of 0.32 meq O_2 / kg of margarine, a melting point of 36.0°C .

The evaluation of oxidative stability was positive by the Rancimat test. Margarine fortified with oil core dates, proved more resistant to oxidation, as margarine witness.

Résumé

Le présent travail porte sur la valorisation du noyau de dattes de variété *Mech Degla* par l'extraction de l'huile obtenu dans l'extracteur Soxhlet en utilisant l'hexane comme solvant d'extraction et son incorporation dans la formulation d'une margarine de table.

Dans un premier temps, les caractéristiques physicochimiques du noyau de dattes sont déterminées. Sa teneur en matière grasse est de $9,84 \pm 1,45$ %. L'activité antioxydante de l'huile du noyau de dattes est étudiée par détermination de la teneur en polyphénols et l'activité antiradicalaire. Sa teneur en polyphénols, en caroténoïde et en flavonoïde est respectivement de : $(112,9194 \pm 26,5703 \text{ mg/kg})$, $(125,534 \pm 0,109)$ et $(15,7 \pm 0,7 \text{ mg/kg})$.

Par ailleurs, la margarine est connue pour être sensible à l'altération par oxydation et pauvre en certains éléments essentiels contenus dans l'huile du noyau de dattes. Une margarine de table enrichie par l'huile du noyau de dattes, a été élaborée industriellement. L'analyse de la texture de cette margarine élaborée montre une couleur acceptable, un aspect brillant et homogène, plastique et facile à tartiner. À $37 \text{ }^\circ\text{C}$, l'indice de SFC est inférieur à 6%, et donc cette margarine fond facilement dans la bouche. L'analyse de la margarine obtenue présente, les caractéristiques physico-chimiques suivantes : un pH de 4.2, un indice de peroxyde de $0,32 \text{ méq d'O}_2/\text{Kg}$ de margarine, un point de fusion de $36,0^\circ\text{C}$.

L'évaluation de la stabilité oxydative, s'est révélée positive par le test du rancimat. La margarine enrichie en l'huile du noyau de dattes, s'est avérée plus résistante à l'oxydation, que la margarine témoin.

Mots clés : Valorisation du noyau de dattes, extraction a chaud de l'huile du noyau de dattes, activité antioxydante, formulation de la margarine.