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

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires
Spécialité : Science des corps gras

Réf :.....

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

MASTER

Thème

Effet de la substitution des huiles hydrogénées par les huiles interesterifiées sur la qualité de la margarine

Présenté par :

M^elle^ Ouguergouz Assia & M^me^ Yekken Saloua

Soutenu le : **20 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

M^r^ Boukhalafa	MAA	Président
M^me^ Berkati	MAA	Encadreur
M^elle^ Issaadi	MAA	Examinateur

Année universitaire : 2017 / 2018

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

A la femme la plus courageuse, sensible, généreuse, la plus belle a mes yeux, à celle qui a su me donner amour et joie de vivre, à celle qui a toujours montré affection et compréhension à mon égard, Ma Mère que je t'aime.

A Mon père que dieu le protège qui m'a toujours soutenu dans mes études, et qui a tout fait pour que je réussisse.
Vraiment aucune dédicace ne saurait exprimer mon attachement mon amour et mon affection. Je vous offre ce modeste travail en témoignage de tous les sacrifices et l'immense tendresse dont vous m'avez toujours su me combler ; Puisse dieu le tout puissant vous garder et vous procurer santé et bonheur

A mon cher frère ***NABIL*** *et sa femme* ***SABRINA***
A ma chère sœur ***NAWEL*** *et son époux* ***AZDIN***
Ames chères sœurs ***YASSMIN, NESSRINE, KAMILIA***
A mon ange ***ANESS*** *que dieu le protège.*
A mes deux familles ***OUGUERGOUZ*** *et* ***BENZEMMA***
A mes oncles et mes tantes précisément ***FARIDA***

Tous mes amis et en particulier mes copines ***SYLIA, LIZA, IBTISAM, SABRINA***
A ma binôme ***SALWA*** *ainsi qu'à toute sa famille*
Ainsi qu'à toute la promotion de Master II Sciences Alimentaires 2017/2018
A tous les enseignants qui m'ont enseigné du primaire jusqu'à ce jour
A toute personne m'ayant aidé de près ou de loin a la réalisation de ce modeste travail

ASSIA

Dédicace

Je dédie cet humble travail :

A la personne qui m'a mise au monde ; qui as assez donné pour moi ; à celle qui m'a allaité de la patience et de la tendresse ; et qui a su me donner amour et compréhension à mon hommage. C'est grâce à elle que j'ai pu vivre ces agréables moments
*Ma très chère mère, ta fille est fière de toi, qu'**Allah** t'accordera une longue vie.*

A mon très cher père ; symboles de courage et de volonté ; qui a consacré et sacrifié sa vie pour mon bien-être ; pour son soutien et son encouragement ainsi que pour tous les efforts fournis afin de me voir un jour réussir mes projets et mes études. Que dieu le protège. Quoi que je fasse, je ne pourrais jamais vous remercier pour tous vos fidélités consentis pour mon éducation, la bienveillance avec laquelle vous m'avez toujours entourée et le soutien que vous n'avez jamais cessé de m'apporter. Sans vous je ne serais ce que je suis aujourd'hui.

*A mon très cher frère **BILAL***
Pour sa droiture, sa générosité et son caractère conciliant.
*A ma très chère adorable sœur **NINA**.*
*A mon petit frère **SALEM.***

*A mon très cher mari **Noureddine***
Pour son dévouement et son inépuisable patience tout au long de ce travail.

A mon grand-père, à qui je souhaite une longue vie Nchallah.
A mes deux grands-mères que j'aime.
Ames beaux-parents ; mes beaux-frères et sœurs.
*A toute mes familles **YEKKEN, BENIDIR et BERKANI** sans exception.*

*A mon binôme **ASSIA** ainsi que sa famille.*
A toutes mes chères amies que j'ai connus à L'Université de targua O.
A tous les enseignants qui m'ont enseigné du primaire jusqu'à ce jour.
A tous les êtres chers à mes yeux que je n'ai pas évoqués.

SALOUA

Remerciements

C'est avec une grande joie et une certaine émotion qu'on rédige aujourd'hui ces quelques lignes de remerciements.

A DIEU LE TOUT PUISSANT, on te glorifie pour ton Amour, ta Générosité, ta Miséricorde sans faille, ton Soutien dans les moments de tribulations et de solitude.

Toute notre gratitude à nos parents pour leur soutien tout au long de nos études. Merci pour vos encouragements et votre présence tout au long de notre cursus. Merci de croire en nous trouvez dans ce travail accompli, tous le respect et l'amour qu'on vous porte.

On ne saurait commencer ces remerciements sans penser à Mme BERKATI S, qui a largement contribué à l'ensemble de ces travaux. On admire particulièrement sa grande rigueur et sa grande implication dans ce travail.

Elle nous a enseigné l'art du : « tient-on pourrait peut-être aussi faire ça en parallèle des autres manips…et puis ça…et ça ? ». On la remercie pour la confiance qu'elle nous a témoignée et pour sa participation plus active tout au long de ce mémoire.

On remercie Mr Boukhalfa d'avoir accepté de présider le jury.

On remercie Mme ISAADI d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Nous remercions l'entreprise CEVITAL de nous avoir accueilli et mettre à notre disposition toutes les conditions nécessaires pour la réalisation de ce travail, particulièrement

Les membres de l'équipe du laboratoire de margarinerie.

Au terme de ce travail, il nous est agréable de remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin, directement ou indirectement à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Abréviations

Introduction……**Erreur ! Signet non défini.**

Synthèse bibliographique

Chapitre I: Transformation alimentaire des huiles et des graisses

I-1- Généralités sur les corps gras:……...…..….3

I-2- Transformations alimentaires des huiles et des graisses:…… 4

I-2-1- Raffinage:……..…....4

I-2-2- Traitements de modification des huiles:…….……..6

I-3- Problématique des acides gras trans:……. … 8

I-3-1- Origine:…..……..……...8

I-3-2- Effet ou impact nutritionnel et sanitaire des AGT:…….. 9

I-3-3- Solutions possibles pour réduire ou remplacer les AGT:…….…. 9

I-3-3-1- Modification du processus d'hydrogénation:…….…...10

I-3-3-2-Interéstérification:…….……. 10

I-3-3-3- Fractionnement:…….……...….10

I-3-3-4- Combinaison des technologies de modification:…….....11

I-3-3-5- Utilisation d'huiles améliorées:…….…..12

I-3-3-6- Substitution de la matière grasse:.…….……..12

Chapitre II: Elaboration de la margarine

II-1- Historique:……..……..14

II-2- Définition:

……..……..**Erreur ! Signet non défini.**

II-3- Classification des margarines:

……**Erreur ! Signet non défini.**

II-4- Processus de fabrication de la margarine:……..……15
II-4-1- Préparation de la charge:……..…….……..……15
II-4-1-1- Préparation de la phase grasse (continue):…….……..15
II-4-1-2- Préparation de la phase aqueuse (dispersée):…….…..16
II-4-2- Fabrication de la margarine :……..….17
II-4-2-1- L'émulsificassion:……..…...17
II-4-2-2- Pasteurisation :…….…….....17
II-4-2-3- Refroidissement, cristallisation et malaxage :…….….18
II-4-2-4- conditionnement :…….….18
II-5- Allégations nutritionnelles et de santé des margarines : ……20

Partie experimentale

Chapitre I : Matériel et méthodes

I-1- Objectif de l'étude : ..... **Erreur ! Signet non défini.**
I-2-Echantillonnage: ..... **Erreur ! Signet non défini.**
I-3- Analyses physico-chimiques et organoleptiques:..... **Erreur ! Signet non défini.**
I-3-1- Tests organoleptiques:……..……..22
I-3-2- Analyses physico-chimiques:……..…23
I-3-2-1- Test de poids:……..……..……..23
I-3-2-2- Détermination du pH de la phase aqueuse:…….…...…....23
I-3-2-3- Détermination du point de fusion:……..…....23
I-3-2-4- Détermination de la teneur en eau (humidité):……...24
I-3-2-5- Détermination de la teneur en sel:…….....25
I-3-2-6- Détermination de l'indice de peroxyde:…….....26
I-3-2-7- Taux de solide par RMN (Résonnance Magnétique Nucléaire):……...……26
I-3-2-8- Composition en acides gras par la CPG:……..…..27

Chapitre II : Résultat et discussion

II-1-Caractéristiques organoleptiques des margarines:…….....29
II-2- Caractéristiques physico-chimiques des margarines: …….30
II-2-1- Poids:…...……...……...……..30
II-2-2- pH de la phase aqueuse:……..…….30

II-2-3- Point de fusion:……...…….....31
II-2-4- Teneur en eau (humidité):……....……33
II-2-5- Teneur en sel:……...…….34
II-2-6- Indice de peroxyde:…….…...…….35
II-2-7- Taux de solide (SFC):……..37
II-2-8- La composition en acides gras:…….....40
Conclusion 43
Références bibliographiques
Annexes
Résumé

Liste des Tableaux

Tableau I : Rôle des lipides dans l'alimentation ……....4

Tableau II : Différents traitements de modification des huiles……..7

Tableau III : Additifs liposolubles ……..16

Tableau IV : Additifs hydrosolubles ……...17

Tableau V : Dates de fabrication et de péremption des différentes margarines étudiées……...21

Tableau VI : Description des échantillons de margarines……..……..21

Tableau VII : Analyses effectuées sur les margarines…….……22

Tableau VIII : Caractéristiques organoleptiques des margarines A, B et C…....29

Tableau IX : Poids des différents échantillons de margarine……..….30

Tableau X : Composition en acide gras des trois margarines étudiées.....….40

Liste des figures

Figure 01: Origine et classification des corps gras ……3

Figure 02 : Etapes du raffinage des huiles …….5

Figure 03: Configuration cis et trans sur une chaine carbonée d'acides gras 8

Figure 04 : Procédé de fractionnement de l'huile de palme ……....…11

Figure 05 : Combinaison des technologies de traitements des huiles .....…...12

Figure 06: Classification des margarines disponibles sur le marché mondial……...15

Figure 07 : Principales étapes de la production de la margarine ……...19

Figure 08 : pH de la phase aqueuse des trois margarines étudiées……..……31

Figure 09 : Points de fusion des trois margarines étudiées……..…32

Figure 10 : Taux d'humidité des trois margarines étudiées…….....33

Figure 11 : Teneurs en sel des trois margarines étudiées…….34

Figure 12: Indices de peroxydes des différentes margarines étudiées……..…..…..36

Figure 13 : SFC : pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes.....…36

Figure 14 : Taux de solide ou SFC des trois margarines étudiées…….……..38

Figure 15 : Organigramme de l'entreprise Cevital SPA……..Annexe N°1

Figure 16 : Etapes du processus de l'hydrogénation des huiles……...……Annexe N°2

Figure 17 : Schéma de processus de l'interesterification des huiles destinées à la margarinerie au niveau de Cevital…….…….Annexe N°3

AET : Apport **E**nergétiques **T**otaux

AFSSA : Agence **f**rançaise de la **s**écurité **s**anitaire des **a**liments.

AG : Acide **g**ras

AGMI : Acide **G**ras **M**ono-**I**nsaturé

ANSSES : Agence **N**ational de la **S**ecurité **S**anitaire des aliment, de l'envirenment et du travail.

AGPI : Acide **G**ras **P**oly-**i**nsaturé

AGS : Acide **G**ras **S**aturé

AGT : **A**cide **G**ras **T**rans

AGTn : Acide **G**ras **T**rans **n**aturel

EFSA : European **F**ood **S**afety **A**utority.

AL : Acide **L**inoléique

BPF : Bonne **P**ratique de **F**abrication

BHP : Béton à **h**aute **p**erformance

BHA : **H**ydroxy**a**nisol **b**utylé

CBG : Cacao **B**utter équivalent

CBS : Cacao **B**utter **S**ubstitue

CPG : Chromatographie **P**hase **G**azeuse

DHA : **A**cide Docosa**h**éxaéoique

DHA : **A**cide **D**ocosa**h**éxaéoique

DHA : **A**cide **D**ocosa**h**éxaéoique

EFSA : Europoean **F**ood **S**afty **A**utority

FID : Détecteur à **I**onisation de **F**lamme

HDL-C: Low –**D**ensity-**L**ipoprotein **C**holesterol

HPHV : l**'h**ydrogénation catalytique **p**artielle des **h**uiles **v**égétales .

Ip : Indice de **p**eroxyde

LDL-C: Low- **D**ensity-**L**ipoprotein **C**holesterol

LDL : Low- **D**ensity- **L**ipoprotein

MCV: Maladies **C**ardio-**V**asculaires

MG : Matière **G**rasse

MG : Matière **G**rasse

PVC : Poly**v**inyle de **C**hlorure

Pf : **P**oint de fusion

P : Poids

PVC : **P**oly**v**inyle de **C**hlorure.

PE: Prise d'**E**ssai.

RMN : Résonance **M**agnétique **N**ucléaire

SFC : Solid **F**at **C**ontent (Teneur en Solides).

Ts : **T**aux de **s**olide

UICPA : International **U**nion of **P**ure and **A**pplied **C**hemistry,

Introduction

Les huiles et les graisses constituent la principale source d'énergie de l'organisme. Ce sont ces éléments qui véhiculent les saveurs et les vitamines liposolubles, et ils contribuent aux sensations tactiles buccales des aliments **(Stewart et *al.*, 2005).** Elles jouent plusieurs rôles majeurs dans notre alimentation ; qui sont consommées directement sous forme d'huiles raffinées ou vierges, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agro-alimentaire, comme la margarine **(Xavier, 2008).**

L'industrie de la margarine a connu un essor important à l'heure actuelle. De nouvelles et meilleures méthodes de production ont été introduites et ne cessent de faire croître leur intérêt et leur efficacité. Son procès met en jeu des entrées (graisses et huiles, eau, lait, additifs divers) et une sortie qui est le produit avec les propriétés recherchées. **(Conway, 1954 et Foster et *al*, 2009).**

Le consommateur que nous sommes se montre de plus en plus exigeant en termes de qualité et sécurité alimentaire et les aspects nutritionnels sont au centre des pré- occupations sociétales actuelles **(Xavier, 2008).** L'industrie agroalimentaire a connus une grande évolution ces dernières années. Cette évolution favorable cherche depuis toujours un produit sain de qualité adaptée aux besoins fondamentaux et à la protection de l'organisme. Aujourd'hui pour mieux maitriser le procédé de fabrication des margarines et pallier aux inconvénients de l'hydrogénation partielle, l'industrie a suivi une nouvelle technologie de traitement qui est l'interestérification pour réduire les acides gras trans dans le but d'obtenir une denrée saine et sur **(Gélinas, 2006).**

C'est dans cette problématique que s'inscrit notre travail effectué au sein de l'unité de margarinerie CEVITAL dont l' objectif est d'identifier l'effet de la substitution des huiles hydrogénées par les huiles interesterifiées sur la qualité de la margarines et de projeter la lumière sur la teneur en AGT.

Pour répondre à la problématique posée, nous avons choisis trois marques de margarines les plus connus et les plus consommées à travers le territoire national : une est fabriquée par le procédé de l'interéstérification enzymatique et les deux autres par hydrogénation.

Notre étude est organisée en deux parties : la première est une synthèse bibliographique, portant des généralités sur les margarines et la transformation alimentaire des huiles et des graisses. La deuxième partie est expérimentale, consacrée à la présentation du matériel et

méthodes d'analyse puis la discussion des résultats obtenus sur les caractéristiques physico-chimiques des trois margarines étudiées ainsi que leurs compositions en acides gras trans.

Synthèse bibliographique

Chapitre I : transformation alimentaire des huiles et des graisses

I-1- Généralités sur les corps gras :

Les corps gras appelés également matières grasses, appartiennent à un ensemble complexe de composés organiques naturels:≪les lipides≫ **(Cheftel et Cheftel, 1986).** Les matières grasses, ou lipides, sont définies comme une famille de biomolécules qui sont insolubles dans l'eau et solubles dans des solvants organiques comme l'alcool. Les graisses et les huiles sont des esters de glycérol et d'acides gras. Trois acides gras peuvent se greffer aux trois groupes hydroxyles de la molécule de glycérol pour former des triglycérides **(Gélinas, 2006).**

Les huiles et les graisses alimentaires sont subdivisées en fonction de leurs origine en trois grandes classes : les corps gras d'origine végétale, d'origine animale et les corps gras élaborée (figure 1). Ces corps gras ont une gamme de fonctions très étendue, aussi bien nutritionnel que non nutritionnel (Tableau I). Les huiles et les graisses constituent la principale source d'énergie de l'organisme. Ce sont ces éléments qui véhiculent les saveurs et les vitamines, et ils contribuent aux sensations tactiles buccales des aliments. Dans la fabrication des aliments, les graisses servent d'agent de transfert de chaleur, de lubrifiant, d'agent de démoulage et de texturant. Ces propriétés organoleptiques, fonctionnelles et nutritionnelles des huiles et des graisses sont déterminées par leurs teneurs en acides palmitique (C16:0) et stéarique (C18:0), des acides gras saturés ; en acide oléique (C18:1), en acides gras monoinsaturés (AGMI) ; en acides gras polyinsaturés (ACPI) et en acides gras trans (**Graille, 2003 et Campbell, 2005).**

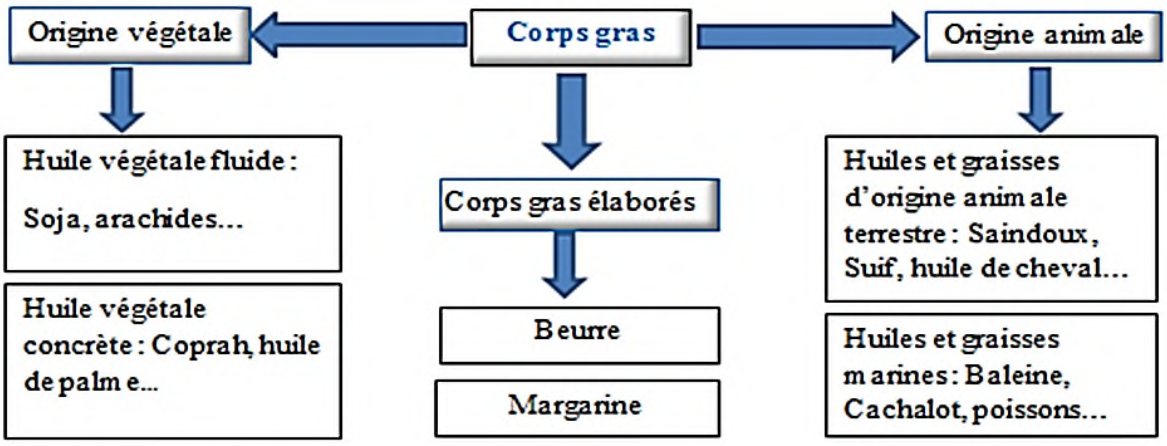


Figure 01: Origine et classification des corps gras **(Graille, 2003).**

Tableau I : Rôle des lipides dans l'alimentation **(Graille, 2003).**

Nutritionnel	Fournisseurs de calorie (37-38kj/g).
	Véhicules pour vitamines liposolubles (A, B, E et K).
	Source d'acides gras essentiels.
Sensoriel	Véhicules pour aromes liposolubles.
	Texture en bouche (mouthfeel) et texture.
	Lubrifiants.
	Brillant.
	Tendreté.
Technologique	Moyen de transfert de la chaleur pendant la friture.
	Lubrifiants
	Modification et contrôle de la viscosité.
	Barrières contre l'humidité, l'oxygène et les microbes.
	Agents structurants des aliments riches en graisse, comme la mayonnaise et le beurre.

I-2- Transformations alimentaires des huiles et des graisses :

Les huiles et les graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire **(Pagés-xatart-parés, 2008).**

Les corps gras n'ont pas toujours les propriétés exigées pour une utilisation donnée ; s'il existe, il risque d'être trop rare ou trop chère pour une utilisation commerciale et commodité. Une gamme de techniques de modification est heureusement disponible pour apporter les propriétés souhaitées **(Graille, 2003).**

I-2-1- Raffinage :

Les huiles peuvent avoir une destination alimentaire ou industrielle, dans les deux cas elles doivent être traitées tant pour leur donner la qualité correspondante au but poursuivi que pour faciliter leur conservation.

Les huiles commestibles subissent un raffinage plus complet que les autres dans le but d'éliminer les produits indésirables pour avoir un produit d'un bon niveau de pureté et de stabilité **(François, 1974)**. Les différentes étapes de raffinage sont représentées dans la figure suivante :

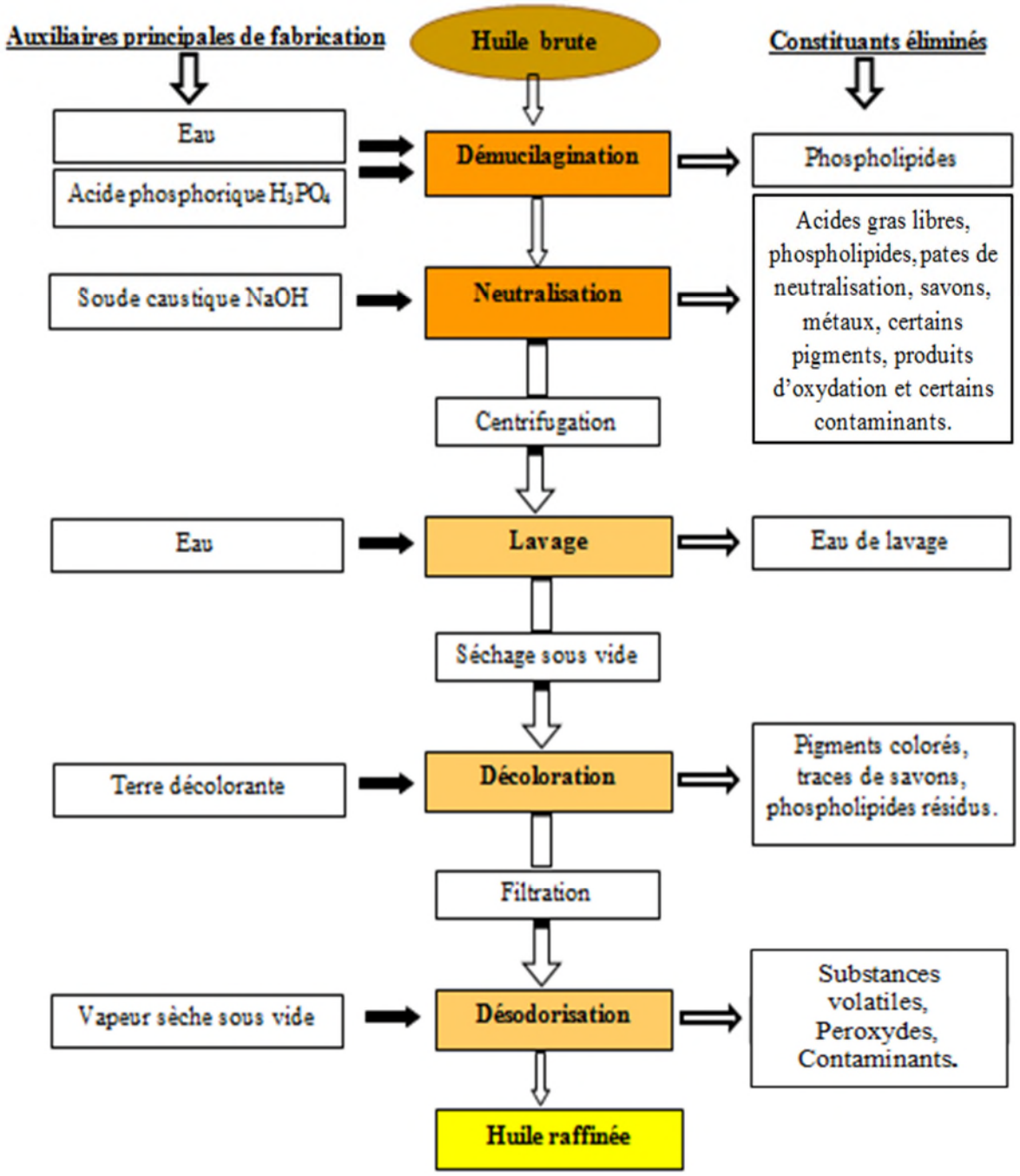


Figure 02 : Etapes du raffinage des huiles **(Francois, 1974).**

I-2-2- Traitements de modification des huiles :

Du fait de leur structure glycéridique, les huiles et les graisses présentent des caractéristiques de fusion spécifiques ; dont certaines huiles sont naturellement liquides à la température ambiante telles que les huiles de tournesol, de colza, de soja..., d'autres semi-solides comme l'huile de palme, et d'autres enfin sont totalement solides comme l'huile de coprah.

Leur utilisation dans des produits alimentaires (margarines, pâtes à tartiner, plats cuisinés, produits divers), peut nécessiter une «adaptation» de ces caractéristiques rhéologiques. Trois opérations, réglementairement autorisées dans le domaine alimentaire, permettent à l'industriel de confectionner, par transformation, des matières grasses définies pouvant entrer dans la formulation de ces produits **(Pagés-xatart-parés, 2008).**

Ces transformations sont résumées dans le tableau ci-dessous :

Tableau II : Différents traitements de modification des huiles **(Karleskind, 1992 ; Van Duijn, 2000 ; Adhikari et *al.*, 2010 et Morin et Pagés-Xatart-Parés, 2012).**

Traitements de modification	Caractéristiques
Hydrogénation	Cette opération permet de durcir une huile végétale dont le but est de fixer de l'hydrogène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés en présence d'un catalyseur (nickel). Outre des caractéristiques de fusion modifiées, les corps gras hydrogénés présentent une meilleure résistance à l'oxydation. Ce procédé génère un problème nutritionnel majeur qui est l'apparition d'acides gras «trans» et de composés intermédiaires. Cela peut être causé par la présence des poisons de catalyseurs qui sont des produits susceptibles de réduire l'activité du catalyseur voir même de l'inactiver.
Interestérification	C'est un procédé physico-chimique qui correspond à la modification de la structure glycéridiques des corps gras par réarrangement moléculaire des AG sur le glycérol soit chimique ou enzymatique. Il a pour but de modifier le comportement à la fusion d'une huile ou d'une graisse sans modifier la composition des AG. Les réactions d'interesterification se déroulent en trois principales étapes : L'activation catalytique ; le clivage des liaisons esters et l'interéchange des AG.
Fractionnement	Cette technique consiste à refroidir l'huile, suivant un barème établi, afin de permettre et contrôler la cristallisation d'une partie solide (concret ou stéarine) constituée des triglycérides les plus saturés. Le fractionnement a pour but de réaliser une séparation entre les constituants des huiles et des graisses qui ont un point de fusion élevé et ceux qui ont un point de fusion faible.

I-3- Problématique des acides gras trans:

I-3-1- Origine :

Dans la nature, la majorité des acides gras insaturés sont de configuration cis qui génère une courbure dans la structure spatiale de la molécule (figure 03), Dans l'alimentation cependant, on trouve des acides gras de configuration trans (AGT) **(Attia-Skhiri et *al.*, 2009**).

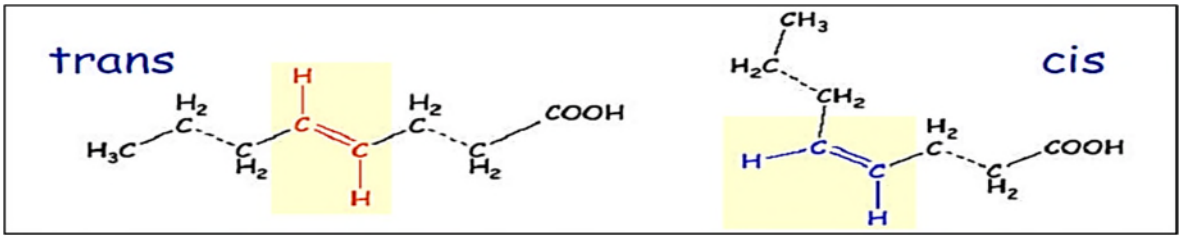


Figure 03: Configuration cis et trans sur une chaine carbonée d'acides gras **(Chardigny et Malpuech-Brugere, 2007).**

Les AGT peuvent avoir plusieurs origines, on distingue :

- **Les AGT naturels :** Ils sont produits naturellement dans l'estomac des ruminants (vache, mouton, chèvre), par l'activité de certains microorganismes résidant dans le rumen de ces animaux **(Chardigny et Malpuech-Brugere, 2007).**
- **Les AGT industriels** : Résultent de l'hydrogénation partielle des huiles végétales (HPHV). Pendant ce traitement, des acides gras trans sont formés lors d'isomérisation inhérentes aux procédés industriels puisque les graines oléagineuses et les huiles vierges contiennent peu d'AGT à l'origine **(Perkins et Smick, 1987 et Brühl, 1995).** Les AGT sont également générés au cours du chauffage et la friture au-dessus de 180°C, ainsi que durant l'étape de désodorisation des huiles au cours de raffinage physique à une température au-dessus de 200°C **(Bansal et *al.*, 2009)**.

Selon **Ackman et Mag (1998),** le taux d'AGT et la distribution des différents isomères dépendent de plusieurs paramètres tels que :

- La nature et la composition des AG insaturés.
- La nature du catalyseur.

- Les conditions d'hydrogénation (température, pression, agitation).

I-3-2- Effet ou impact nutritionnel et sanitaire des AGT :

Les conséquences délétères des acides gras trans sur la santé sont nombreuses. Surpoids, obésité, syndrome métabolique, diabète de type 2 et maladies cardiovasculaires arrivent en tête. Les résultats sont moins clairs pour les pathologies immunitaires et les cancers. Il semble schématiquement exister un risque coronarien de 28%suite à un apport journalier au-delà de 2% des AET (apports énergétiques totaux) sous forme d'AG.

Peu d'études ont investigué les effets des AGT naturels sur la santé chez l'humain. Des études épidémiologique ont généralement rapporté aucun effet des AGTn sur les risques des Maladies cardio-vasculaires, avec des apports habituels (**Oomen et *al.*, 2001).**

Mensink et Katan (1990) ont rapporté en leur première étude des effets délétères de la consommation d'AGT d'origine industrielle. Avec un apport équivalent à 11 % de l'AET, il a été démontré que les AGT induisent une augmentation du LDL-C comme avec les AGS, mais aussi une diminution du HDL-C.

Plusieurs études métaboliques ont montré un effet défavorable des AGT sur les lipides plasmatiques : augmentation du cholestérol- LDL et des triglycérides ; baisse du cholestérol-HDL **(Ouellet, 2005 ; Bernies, 2007 et Adhikari et *al.*, 2010)**, d'autres montre que le risque de cancer est associé à une haute teneur en AGT **(Ansses, 2011)**.

Une étude aux Etats-Unis montre une association positive de la consommation d'AGT avec le risque de cancer de colon augmenté chez les femmes consommant le plus d'AGT totaux, non significative chez les hommes (**Slattery et *al.*, 2001)**. D'après **Norris (2007),** une consommation importante en AGT par la mère présente un impact sur la croissance et le développement du fœtus et celui du jeune enfant. Ainsi que, pour le développement de la vue et du système central nerveux.

I-3-3- Solutions possibles pour réduire ou remplacer les AGT :

Actuellement, les fabricants de produits d'alimentation utilisent ou sont en train de développer des technologies qui pourraient permettre de réduire ou de supprimer les graisses trans dans leurs produits alimentaires, à savoir :

I-3-3-1- Modification du processus d'hydrogénation :

Certains produits alimentaires particuliers nécessitent l'utilisation d'huiles qui ont des quantités de solides particulières, à des températures différentes, pour obtenir les fonctionnalités désirées. C'est notamment le cas des tartinades, des margarines et des shortenings qui sont obtenues généralement par hydrogénation. Il est possible d'augmenter le degré d'hydrogénation et modifier la pression, la température et/ou le catalyseur.

Ces modifications influes sur la composition des AG de l'huile ainsi obtenues, notamment la quantité de graisse trans formée, le point de fusion et la teneur en solide dans l'huile.

Plus l'hydrogénation est poussée plus la proportion des graisses trans est faible et plus la proportion des graisse saturées est élevée **(Gélinas, 2006).**

I-3-3-2-Interéstérification :

L'interestérification permettant une meilleure maitrise de la qualité à la fois fonctionnelle et nutritionnelle des matières grasses, est de nouveau utilisée pour des applications alimentaires à la place de l'hydrogénation partielle **(Adhikari et *al.*, 2010).**

Elle a pour but de modifier le comportement à la fusion d'une huile ou d'une graisse sans modifier la composition des acides gras. Donc avoir un produit pauvre en AGT et avec un point de fusion élevé comme dans le cas de la margarine qui se voit d'une structure plus stable et fine **(Werner et *al.*, 2010).**

I-3-3-3- Fractionnement :

Ce procédé est notamment appliqué à l'huile de palme, qui présente naturellement un état semi-solide: par simple fractionnement de celle-ci, il est possible d'obtenir 70 % d'une fraction fluide (oléine de palme) commercialisée en qualité d'huile de table dans les pays tropicaux, et 30 % d'une fraction solide (concret de palme ou stéarine) trouvant ses principaux usages en margarinerie ou en savonnerie. Elles ne sont pas nouvelles dans l'industrie de l'alimentation et elles ont été utilisées avec succès soit en fractions simples, soit en combinaison pour répondre à des besoins précis **(Gélinas, 2006).**

Il existe principalement trois catégories de procédés de fractionnement selon **Bosque (2010)** :

- Le fractionnement à sec qui est de loin le plus utilisé, en raison de sa simplicité.
- Le fractionnement en phase solvant (hexane, acétone) qui est réservé à des applications « pointues » telles que la confection de graisses très particulières comme les CBE (Cacao Butter Equivalent) et les CBS (Cacao Butter Substitute).
- Le Fractionnement à l'aide de tensioactifs (avec l'emploi autorisé de laurylsulfate de sodium.

La figure 03 présente un exemple de fractionnement de l'huile de palme :

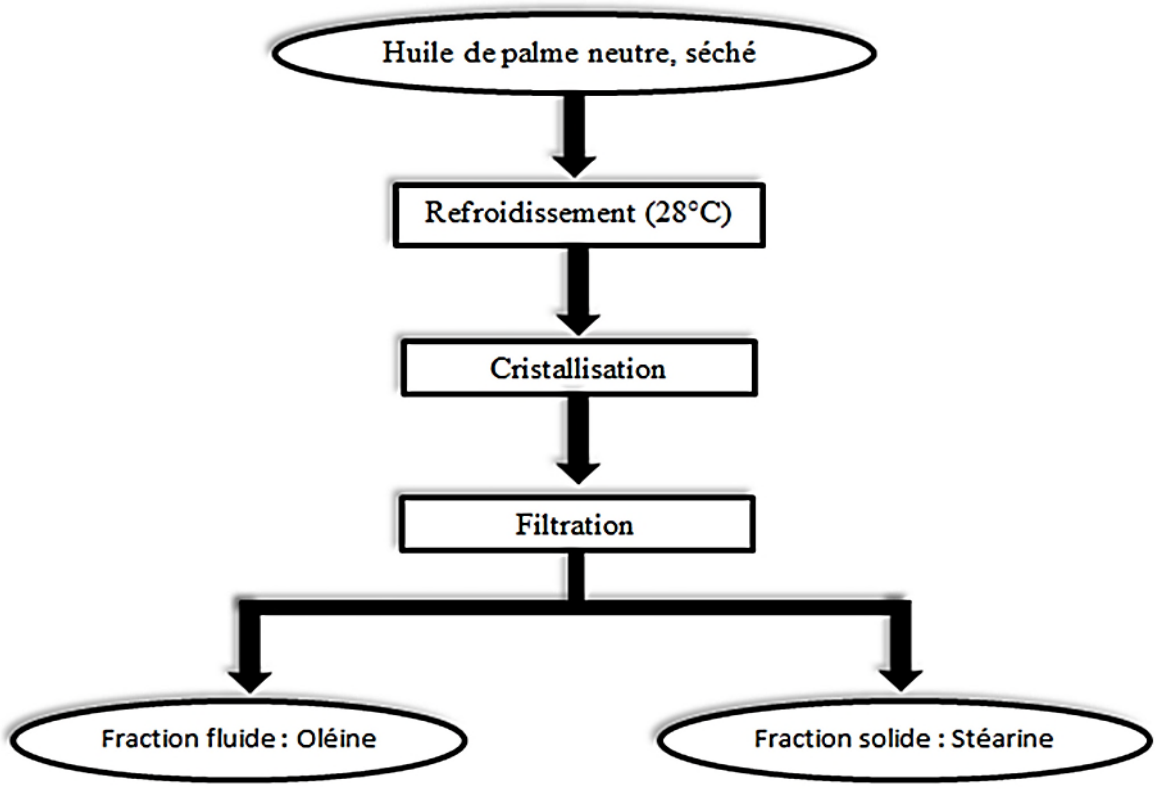


Figure 04 : Procédé de fractionnement de l'huile de palme **(Karleskind et Wolff, 1992).**

I-3-3-4- Combinaison des technologies de modification :

La combinaison entre les traitements de modification des huiles tels que l'hydrogénation, l'interéstérification et le fractionnement avec le choix de la matière première générant peu ou pas d'AGT **(Morin, 2008)**, comme le montre la figure 05 :

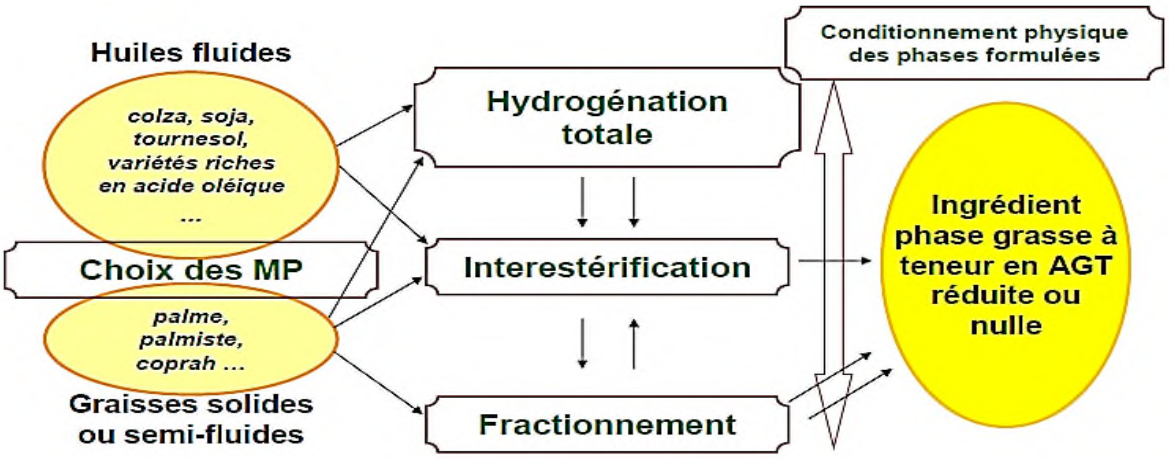


Figure 05 : Combinaison des technologies de traitements des huiles **(Morin, 2008).**

I-3-3-5- Utilisation d'huiles améliorées :

Une des possibilités pour éliminer les graisses trans consiste à sélectionner des oléagineux en utilisant des procédures de sélection des semences traditionnelles ou des méthodes d'amélioration génétique modernes, de manière à obtenir une amélioration des caractéristiques correspondant à l'une des trois catégories suivantes:

- Huiles à forte teneur en acide oléique (huiles de tournesol et de canola).
- Huiles à teneur moyenne en acides oléiques (huiles de tournesol et de soja).
- Huiles à faible teneur en acide linoléique (huiles de canola et de soja).

Les huiles à haute et à moyenne teneurs en acide oléique ont une meilleure résistance à l'oxydation que les huiles traditionnelles qui ont une forte teneur en acide linoléique comme les huiles de soja, de maïs et de tournesol. Les huiles faibles en acide linoléique ont des teneurs nettement réduites en acides a-linoléniques très sensibles à l'oxydation. Ces trois huiles aux caractéristiques améliorées conviennent à la friture, à la pulvérisation et à certaines applications de boulangerie **(Gélinas, 2006).**

I-3-3-6- Substitution de la matière grasse :

Une autre solution à retenir lors de la reformulation des produits consiste à réduire ou à remplacer les matières grasses. La substitution aux matières grasses se fait à base de glucides ou de protéines, mais les produits qui résultent peuvent avoir des contenus énergétiques moindres. On cite notamment :

- Les produits de remplacement des matières grasses à base de glucides imitent les graisses en retenant l'eau, en lubrifiant et en procurant une consistance et un goût en bouche agréables. Parmi ces produits, on trouve notamment : l'amidon modifié, La cellulose raffinée, les fibres…
- Les protéines peuvent agir comme substituts aux matières grasses ou être modifiées pour reproduire les attributs de texture des graisses. Différents processus peuvent donner aux produits de remplacement à base de protéines des propriétés texturales, comme une sensation en bouche moelleuse lorsqu'ils sont mélangés à chaud et à haute vitesse. Les produits de substitution à base de protéines Tels que peuvent en outre conférer des avantages sanitaires et nutritionnels aux aliments.:
  La gélatine, le blanc d'œuf,le petit-lait… **(Gélinas, 2006).**

Chapitre II : Elaboration de la margarine

II-1- Historique :

La margarine a vu le jour en 1869 suite au concours lancé par Napoléon III dans le but de trouver une alternative au beurre. En effet, le beurre était cher, se conservait mal et trop vite périssable **(Berthoud et Real, 2008).** Le mot margarine vient du grec «margaron» signifiant «comme la perle» c'est l'inventeur du produit, le chimiste Hippolyte Mége-Mouriés, qui l'aurait ainsi nommé, s'inspirant de sa couleur. A base de graisse de bœuf, la margarine fut commercialisée à partir de 1872.

La margarine fut d'abord faite avec du suif raffiné, puis en se servis d'huiles végétales après la découverte du procédé d'hydrogénation utilisée dès le début du XX siècle se qui contribuant à l'essor des margarines **(Tem ey, 2001).**

II-2- Définition :

La margarine est un aliment qui se présente sous la forme d'une émulsion solide ou liquide et malléable principalement du type eau dans l'huile, produit essentiellement à partir de graisses et d'huile comestible d'origine non exclusivement laitière **(CODEX STAN 32-1981 rev. 1-1989).** Selon **karleskind (1992) et Saillard (2010),** cette émulsion comprend deux phases essentielles :

- 80 à 82% de phase continue : la phase grasse.
- 16 à 18% de phase dispersée : la phase aqueuse.

II-3- Classification des margarines :

Suivant la composition de la matière grasse (choix du mélange de corps gras, caractère hydrogéné, fractionné, ou interestérifié de tout ou partie des matières premières), il est possible de formuler une large gamme de margarines à usages spécifiques (par exemple margarine frigo-tartinable, margarine pour pâtisserie...) **(Pagès-Xatart-Parès, 2008).**

La figure 06 présente la classification des principales margarines retrouvées sur le marché :

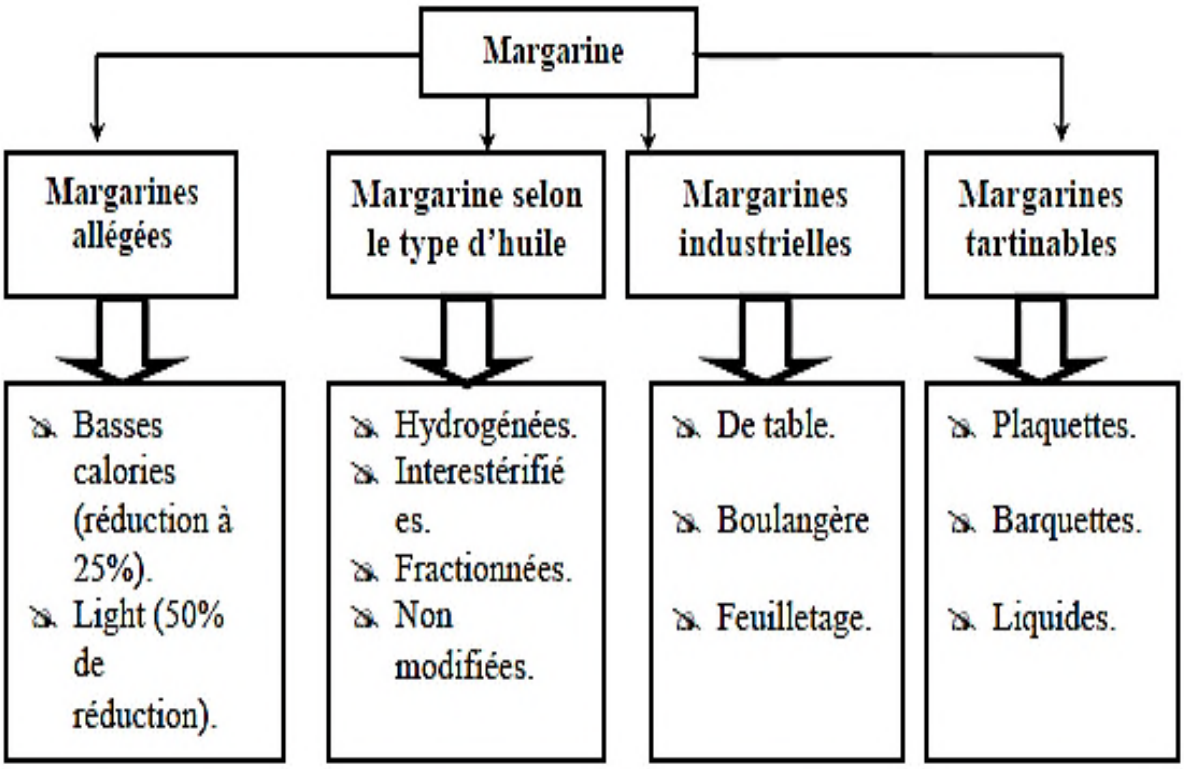


Figure 06: Classification des margarines disponibles sur le marché mondial **(O'Brien, 2009).**

II-4- Processus de fabrication de la margarine :

La fabrication des margarines comprend plusieurs étapes :

II-4-1- Préparation de la charge :

II-4-1-1- Préparation de la phase grasse (continue) :

Huiles et graisse telles quelles raffinées et/ou modifiées par hydrogénation, interéstérification, fractionnement **(Walff, 1968).** La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion (80à82%), elle peut être d'origine végétale, animale ou marine **(Morin, 2005).**

Des ingrédients liposolubles mineurs sont additionnés à la phase grasse tels que :

- **Emulsifiants :** On distingue la lécithine et les mono et diglycérides**,** Leurs particularité est d'apporter à la margarine la stabilité et la texture **(François, 1974 et Moll et Moll, 1998).**

- **Agents colorants :** La couleur de la margarine doit être voisine de celle du beurre, elle est obtenue soit par addition de l'huile de palme rouge riche en caroténoïdes, soit de B-carotène **(Luterotti et *al.*, 2006).**
- **Aromes:** Les margarines sont aromatisées par des arômes de synthèse ou par des préparations aromatiques plus complexes conformes aux dispositions réglementaires **(Jean-Louis, 2002).**
- **Vitamines liposolubles :** Les vitamines utilisées sont A et D pour des besoins nutritionnels du produit et la vitamine E comme un antioxydant **(François, 1974).**

Les différents additifs ajoutés à la margarine sont présentés dans le tableau III :

Tableau III : Additifs liposolubles **(Karleskind, 1992).**

Additifs	**Rôle**	**Norme**
Monoglycérides et diglycérides	Emulsifiants	Max : 10g/kg
Lécithine	Emulsifiant	Max : 5g/kg
B-carotène	Colorant	Max : 25mg/kg
Vitamine A	Vitamine	15,000 UI
Vitamine D	Vitamine	Min : 1,500 UI
Diacétyle	Arome	0.1mg/100g

II-4-1-2- Préparation de la phase aqueuse (dispersée) :

La phase aqueuse représente environ 16 à 18% de la composition globale de la margarine elle contient les éléments suivants :

- **Eau :** elle doit être pure, bactériologiquement saine et de bon gout **(Faur, 1992).**
- **Lait :** la poudre du lait à 0% de matière grasse est additionnée et mélangée avec de l'eau **(Faur, 1992).**
- **Additifs hydrosolubles :**
  - Les révélateurs comme l'amidon dans le but de distinguer la margarine du beurre **(Cheftel et Cheftel, 1986).**
  - Le sel qui est additionné afin de donner à la margarine son propre gout **(Karleskind et Wolff, 1992 et Kone Issa, 2003).**

- Les correcteurs du pH comme l'acide citrique (avec l'acide sorbique) à 0.1% qui permet de contrôler le pH de la phase aqueuse **(Alais et Linden, 1997).**
- Les antioxygénes ajoutés à la phase grasse pour protéger de l'autoxydation chimique (100 p.p.m)
- Les conservateurs qui prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires (comme l'acide sorbique) **(Besker et *al.*, 2009).**

Le tableau IV représente les différents additifs hydrosolubles :

Tableau IV : Additifs hydrosolubles **(Karleskind, 1992).**

Additifs	**Rôles**	**Normes**
NaCl	Bactériostatique, exhausteur du gout	BPF (0.2à 2%)
Acide sorbique et ses sels de Na+, K+,Ca+	Conservateur	100mg/kg
Acide citrique, lactique, citrate et lactate.	Correcteur du pH	≤1g/kg
Tocophérol	Antioxygéne	≤500mg/kg
BHP + BHA	Antioxygéne	200mg/kg
Amidon de mais	Révélateur	0.2%

II-4-2- Fabrication de la margarine :

II-4-2-1- Emulsificassion:

Quand tous les ingrédients de la phase grasse sont correctement mélangés, on ajoute la phase aqueuse et on mélange intensément et de manière contrôlée pour créer l'émulsion. Cela se fait à l'aide d'une pompe proportionnelle et agitation pour disperser finement la phase aqueuse dans la phase grasse **(Graille et *al.*, 2003 et Vaclavik, 2008).**

II-4-2-2- Pasteurisation :

Après la stabilité de l'émulsion, elle passe dans un pasteurisateur à plaque pour subir un traitement thermique de 82°Cà 85°C/3à4 secondes puis refroidissement jusqu'à 5°C au-dessus du point de fusion afin d'assurer la destruction des germes tout en préservant les qualités organoleptiques **(Dia et *al.*, 2001).**

II-4-2-3- Refroidissement, cristallisation et malaxage :

Il faut maintenir l'émulsion de façon durable et compléter ainsi l'action des émulsifiants, pour cela, l'émulsion est refroidie à très basse température par passage dans un tube refroidisseur, ensuite le produit est acheminé vers un tube cristallisateur et c'est là ou l'émulsion prend la forme cristalline. La formation des cristaux entraine un meilleur maintien de la structure de la margarine. Le tube cristallisateur est doté de fourches servant à malaxer le mélange en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité **(Cossut et *al.*, 2002).**

II-4-2-4- conditionnement :

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée par des pompes hautes pressions, débitée, pesée en pain et en portion puis conditionnée en emballage spécial anti-graisse ou en plaquette et en barquette, empaquetée dans des emballages en PVC ou bien en papier Aluminium. Ces deux étapes ont pour but de conserver les propriétés essentielles de la margarine : le gout, la fraicheur et la couleur **(Cossut et *al.*, 2002).**

La Figure 07 représente le processus de fabrication de la margarine :

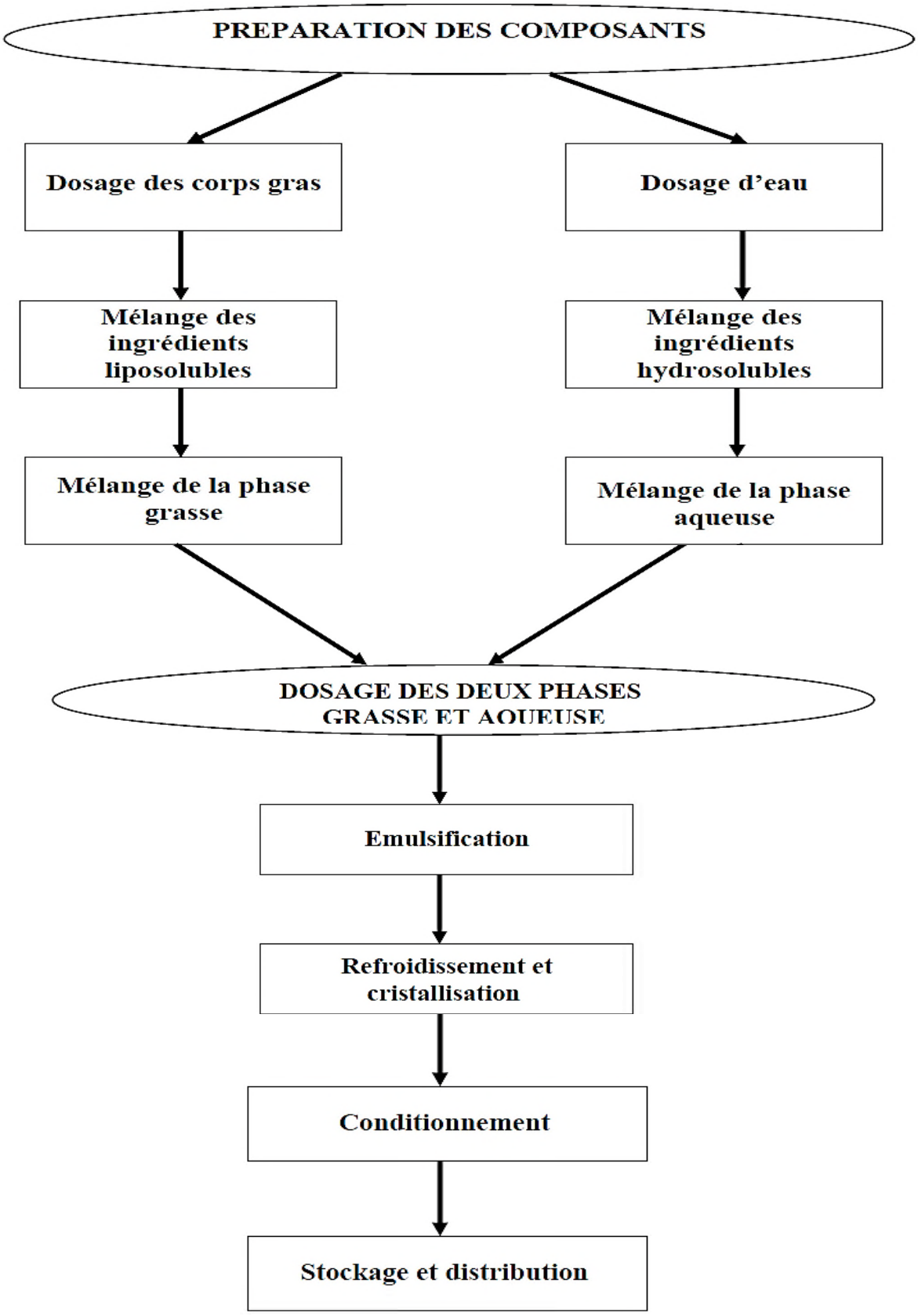


Figure 07 : Principales étapes de la production de la margarine **(Karleskind, 1992).**

II-5- Allégations nutritionnelles et de santé des margarines :

Une allégation est un message figurant sur certains emballages alimentaires, qui fait état des propriétés nutritionnelles et/ou de bienfaits pour la santé des aliments ou de leurs composants.

Dans l'alimentation humaine, les margarines d'aujourd'hui peuvent jouer le rôle de vecteur d'acides gras essentiels, acides gras indispensables, mais aussi apporter des compléments en vitamines (A, D) ou en antioxydants. Les margarines d'aujourd'hui tendent à limiter leur utilisation dans les formules actuelles privilégiant l'utilisation d'huiles plus riches en AG de la série oméga 3 pour essayer de rétablir le ratio oméga 3/oméga 6. L'importance de certains AGP de la série oméga 3 comme l'acide alpha-linolénique (acide gras essentiel devant être apporté par l'alimentation) ou l'acide docosahexaénoïque (DHA ; acide gras indispensable), reconnus par les instances internationales (EFSA, ANSSES) peuvent être présents actuellement dans certaines formulations de margarines **(Médart, 2009 et Ansses, 2011).**

Certaines margarines sont enrichies en phytostérols et en phytostanols en raison de leurs effets notables sur la réduction du cholestérol sanguin **(Rudzinska et *al.*, 2014)**.

Il est important de noter que l'utilisation des acides gras trans dans les margarines a bien évolué ces dernières années avec une volonté d'éliminer totalement ces AG. En effet, ces AGT responsables d'augmenter la circulation des lipoprotéines de basse densité (LDL) et donc d'accroitre le risque d'apparition de maladies cardiovasculaires, ont incité les autorités de nombreux pays à réduire voire interdire la présence de ces composés dans les aliments **(DeAnn et *al.*, 2016).** Ces acides gras trans ne sont plus présents dans les margarines d'aujourd'hui, si ce n'est à moins de 1 % contrairement à une trentaine d'années où ils étaient présents en grande proportion (10 - 20 %) dans les margarines hydrogénées, largement répandues pour des motifs économiques et industriels **(Morin, 2007).**

Certaines études tendent à réduire la teneur en sel présent dans les margarines par l'addition d'épices apportant par la même occasion une protection contre les réactions d'oxydation. En effet, une consommation importante de sel contribue au développement de l'hypertension et des maladies cardiovasculaires **(Oliveira Lopes et *al.*, 2014)**.

Partie Experimentale

Matériel et Méthodes

I-1- Objectif de l'étude :

L'objectif de cette étude est d'analyser une sélection de margarines de table tartinables (barquettes 250g) présentes sur le marché algérien. Notre choix s'est basé sur le mode de traitement de modification des huiles utilisées dans la fabrication de ces dernières. L'évaluation de la qualité de ces margarines est focalisée sur le suivi des paramètres de qualité au niveau de l'unité de margarinerie du complexe agroalimentaire Cevital pendant 15 jours, dont une attention particulière a été portée à leurs compostions en acides gras trans.

I-2-Echantillonnage :

Les échantillons de margarines ont été prélevés au niveau de l'usine « Cevital » ou dans différents points de vente de la ville de Bejaïa, selon qu'il s'agissait de leur propre marque ou de son équivalente sur le marché. Ces derniers ont été achetés en mois d'avril 2018. Tous les échantillons ont été conservés comme recommandé sur leur emballage jusqu'à leur préparation à l'analyse. Les dates de fabrication et de péremption des différentes margarines étudiées sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau V : Dates de fabrication et de péremption des différentes margarines étudiées.

Margarines	**A**	**B**	**C**
Dates de fabrication	15/02/2018	26/02/2018	17/12/2017
Dates de préemption	14/02/2019	25/02/2019	16/12/2018

Nous avons opté pour 3 marques de margarines pour différentes orientations (tartine, cuisine et gâteaux) (tableau VI) :

Tableau VI : Description des échantillons de margarines

Type	**Code**	**Mention des MG dans la liste des ingrédients**
Margarines en barquette de 250g.	A	Huiles végétales raffinées et non hydrogénées.
	B	Huiles fluides et hydrogénées.
	C	Huiles végétales raffinées et partiellement hydrogénées.

I-3- Analyses physico-chimiques et organoleptiques :

Pour contrôler la conformité et d'assurer la qualité de la margarine, des analyses physico-chimiques et organoleptiques ont été effectuées sur les différents échantillons. Ces derniers sont résumés sur le tableau ci-après :

Tableau VII : Analyses effectuées sur les margarines.

	Type d'analyse	Paramètres
Produit fini	Analyses physicochimiques	Taux d'humidité, pH, Taux de sel, Point de fusion, Indice de peroxyde, Taux de solide et Composition en AG par CPG.
	Analyses organoleptiques	Gustative (gout), Visuelle (couleur), Olfactive (odeur), Texture et impuretés.

I-3-1- Tests organoleptiques :

Le produit fini a été analysé par des tests sur le goût, la texture, la couleur, l'odeur et l'absence des impuretés. Ce sont des techniques de choix pour étudier les propriétés organoleptiques des denrées alimentaires afin de valider les analyses instrumentales.

Odeur : Appréciation de l'odeur dégagé par la margarine.

Couleur : Appréciation visuelle de la couleur sur toute la surface de la margarine à la lumière du jour.

Aspect : Appréciation visuelle de l'homogénéité et appréciation pratique de la consistance, en pressant l'index sur la margarine, et en la palpant entre l'index et le pouce pour mettre en évidence la présence d'éventuels grumeaux.

Tartinabilité : A l'aide d'un couteau, on étale la margarine sur des tranches de pains grillés pour évaluer son aptitude à l'étalement.

Goût: Appréciation du goût de la margarine sur les tartines obtenues.

I-3-2- Analyses physico-chimiques :

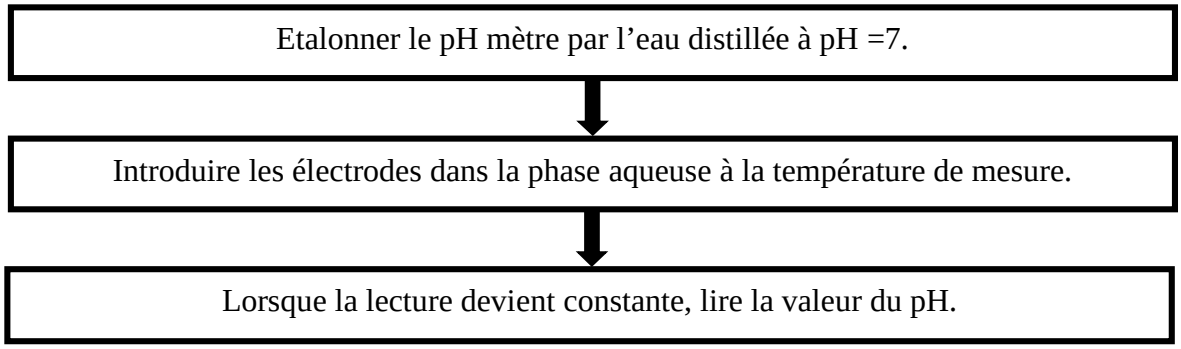
I-3-2-1- Test de poids :

Il est très important de peser le produit fini pour éviter la fraude. La pesée est réalisée par une balance analytique.

II-3-2-2- Détermination du pH de la phase aqueuse :

C'est la 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. Cette méthode est réalisée selon la **NE.1.2.430/1989.**

- **Mode opératoire :**



- **Expression des résultats :**

La valeur du pH est indiqué par le pH mètre à unités de pH prés sur l'échelle de l'instrument.

I-3-2-3- Détermination du point de fusion :

La méthode de réalisation du point de fusion est décrite par la norme **ISO 63 21.2OO2**. Elle est basée 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 :**

Faire fondre une quantité de margarine et filtrer le blend obtenu.

↓

Introduire dans la margarine deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 cm et refroidir au réfrigérateur (8 à 10 min).

↓

Fixer les deux capillaires à une pince en bois et immerger dans le bécher contenant l'eau osmosée dont le milieu est chauffé lentement à 0.5°C/min.

- **Expression des résultats :**

Le point de fusion exprimé en °C est la température à laquelle les colonnes d'huile commencent à remonter dans les tubes.

I-3-2-4- Détermination de la teneur en eau (humidité):

L'humidité est réalisée par la méthode décrite par la norme **NE.1.2- 47 -1985.** Elle est basée sur l'évaporation de l'eau ainsi que les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur.

- **Mode opératoire :**

Peser le bécher vide (p1) et le poids de la prise d'essai (p2) ; déposer sur une plaque chauffante en agitant soigneusement de temps à autres.

↓

Laisser refroidir dans un dessiccateur puis peser le bécher contenant l'échantillon ; soit un poids (p).

- **Expression des résultats :**

La teneur en eau exprimé en pourcentage est calculée par la formule suivante :

$$\mathbf{H} = \frac{(\mathbf{p1} + \mathbf{p2}) - \mathbf{p} \,.\, \mathbf{100}}{\mathbf{p2}}$$

Où :

p1 : poids du bécher vide en (g) ;

p2 : poids de la prise d'essai en (g) ;

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

I-3-2-5- Détermination de la teneur en sel :

D'après la norme **NE.1.2.429/1989**, la détermination de la teneur en sel consiste à titrer les chlorures contenus dans la prise d'essai, par une solution de nitrates d'argent ($AgNO_3$) et en présence d'indicateur coloré (chromate de potassium).

- **Mode opératoire :**

Peser 5g de l'échantillon dans un Erlenmeyer et ajouter 100ml d'eau distillé préalablement chauffée.

↓

Agiter le mélange; laisser refroidir puis ajouter quelques gouttes de chromates de potassium.

↓

Titrer avec la solution de nitrates d'argent jusqu'au virage de la couleur (obtention d'une couleur rouge brique).

- **Expression des résultats :**

Le taux de sel exprimé en pourcentage est déterminé par l'équation suivante :

$$T_S = \frac{\mathbf{Eq\ g\ (NaCl)\ .\ V\ .\ N}}{\mathbf{P}}$$

Où :

N : Normalité d'$AgNO_3$ (0.1N) ;

V (ml) : Volume en ml d'$AgNO_3$ utilisé pour le titrage ;

Eq g (NaCl) : Equivalent grammes d'NaCl égal à 58.5 ;

P:poids de la prise d'essai en g.

I-3-2-6- Détermination de l'indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde est réalisé par la méthode décrite par la norme **(ISO 3960 4eme Edition 2007-07-15).** C'est le traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et de chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI) puis titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

- **Mode opératoire :**

A l'abri du contact avec l'air ; peser 5g de l'échantillon à analyser dans un ballon ; ajouter un mélange de chloroforme à 12ml et d'acide acétique à 18ml.

↓

Ajouter un mélange d'iodure de potassium (KI) et d'eau distillée à(0.5g/1g) respectivement en assurant une bonne agitation.

↓

Boucher le ballon et bien agiter, mettre à l'abri de la lumière pendant une minute.

↓

Ajouter 75ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

↓

Titrer avec du thiosulfate de sodium à 0.01N et lire sur la burette la chute de niveau correspondante.

- **Expression des résultats :**

L'indice de peroxyde exprimé en méq.g d'O_2/kg MG est calculé comme suit :

$$\mathbf{I_{per} = Chute \times 2}$$

Chute: volume de la chute de burette en (ml).

I-3-2-7- Taux de solide par RMN (Résonnance Magnétique Nucléaire) :

La détermination de la teneur en corps gras solides est effectuée selon la méthode décrite par la norme **ISO 8292 T60-250, 1995.** Elle se réalise à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée basse résolution, de type minispecmq 20, Germany. 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 **(Ollé, 2002).**

- **Mode opératoire :**

La détermination de la teneur en corps gras solide est réalisée par la méthode standard.

Après avoir faire fondre la margarine ; bien mélanger ; préparer des tubes ; remplir à hauteur de3cm ; ensuite essuyer.

↓

Procéder 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.

- **Expression des résultats :**

Le taux de solide exprimé en pourcentage est donné par le logiciel du spectromètre.

II-3-2-8- Composition en acides gras par la CPG:

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou de composés qui peuvent être volatiles sans être décomposés. Le principe de base décrit par la norme **(ISO 5508,2000),** repose sur l'équilibre de concentration des composés présents entre deux phases non miscibles dont l'une dite stationnaire emprisonnée dans une colonne et l'autre dite mobile se déplaçant au contact de la première. L'entrainement à des vitesses différentes des composés présents par la phase mobile conduit à leur séparation **(Tranchant, 1996).**

- **Mode opératoire**

- Préparation des esters méthyliques d'acides gras **UICPA n˚2.301.1979:**

Introduire 4g de la margarine fondue dans une fiole conique ; ajouter 40 ml de méthanol et 0,5ml de solution KOH (solution éthanolique à 1N).

↓

Homogénéiser bien le mélange ; porter le mélange à l'ébullition pendant 5 à 10min puis refroidir sous un courant d'eau froid.

↓

Transférer le contenu de la fiole dans une ampoule à décanter ; rincer avec 20 ml d'heptane ; agiter et laisser décanter.

↓

Laver deux fois les esters extraits avec 20 ml d'eau. Après décantation ; sécher avec de sodium anhydre.

- **Caractéristiques de la CPG (Chrompack CP 9002):**

Colonne capillaire : DB- 23 ; (50% Cyanopropyl).

30 m de longueur, 0,32 mm de diamètre interne et 0,25 µm d'épaisseur.

Gaz vecteur : Azote (N2).

Injecteur : SPLIT1/1100 (250˚C).

Quantité injectée : 0,1µl.

La température de four : 150˚C (+3˚C/min).

Détecteur : FID (Détecteur à Ionisation de Flamme), température 250˚C.

- **Expression des résultats :**

La teneur des constituants exprimé en pourcentage de masse des esters méthyliques est donnée par la somme des aires des pics.

Résultats et Discussion

II-1-Caractéristiques organoleptiques des margarines :

Les résultats de l'appréciation organoléptiue sont représentés sur le tableau ci-après :

Tableau VIII : Caractéristiques organoleptiques des margarines A, B et C.

Caractéristiques	Margarine A	Margarine B	Margarine C
Odeur	dégage une odeur fraîche et douce.	Caractéristiques au produit.	Odeur rance.
Couleur	Couleur jaune pâle sur toute la surface de la margarine.	Crème jaunâtre.	Jaune orangé.
Aspect	Lisse, brillante et homogène.	Lisse sans grumeaux.	Dure, cassante et non homogène.
Gout	Gout du beurre.	Caractéristiques au produit.	Mauvaise sensation à la bouche.
Tartinabilité	bonne aptitude à l'étalement.	Facile à tartiner.	Mauvaise répartition.

D'après les résultats du tableau VIII, la texture des deux margarines A et B est bonne, fondante et tartinable résultant d'une bonne cristallisation et au bon procédé de fabrication; ceci explique leurs valeurs les plus faibles en SFC. En revanche, la margarine C présente une texture dure et cassante, due probablement à sa teneur élevée en eau (25,25%).

La margarine A et B ont un goût et odeur probablement caractéristique du produit, par contre la margarine C présente un mauvaise gout et odeur, ce qui dû à l'oxydation de notre échantillon et libération des composé volatiles responsable de rancissement.

Chaque margarine présente une couleur qui la caractérise, cela est probablement dû à l'utilisation de quantités adéquates de β-carotène pour la margarine A et B ; par rapport à la margarine C qui a une couleur jaune orangé qui indique l'ajout d'une dose plus élevée de β-carotène.

D'après **Cansell (2005),** la qualité organoleptique de la margarine peut s'influencer par plusieurs paramètre tels que le taux de l'émulsifiant utilisée, le mode de cristallisation de la margarine, le type d'huile ou graisse utilisée ; ainsi que la température de conditionnement.

II-2- Caractéristiques physico-chimiques des margarines :

II-2-1- Poids :

Le poids mesuré de chaque échantillon de margarine est résumé dans le tableau suivant :

Tableau IX : Poids des différents échantillons de margarine.

Produits	Poids nette	Poids de l'emballage + opercule	Poids totale
A	250g	25g	274.96 ± 1.37g
B	250g	25g	271.03 ± 0.55g
C	250g	25g	273.60 ± 1.21g

L'intérêt de peser la margarine est d'éviter les fraudes car le manque ou l'excès d'un ou quelques grammes s'expriment par une perte ou gain d'argent.

II-2-2- pH de la phase aqueuse :

Le pH se classe parmi les indicateurs de qualité de la margarine, il est contrôlé à différentes étapes de la préparation et de transformation pour garantir la sécurité, améliorer la production et augmenter la qualité.

Le pH est l'un des principaux obstacles que la flore microbienne doit franchir pour assurer sa multiplication. D'après **Faur (1992) et Karleskind et Wolff (1992),** il est conseillé de contrôler le pH de la phase aqueuse. Une valeur basse de ce dernier retarde généralement la croissance des microorganismes de contamination et limite les phénomènes d'hydrolyse. Tandis qu'une faible valeur de pH, conduit à une sensation acide. Cette dernière peut être refusée par les consommateurs.

Les résultats de la mesure de pH de la phase aqueuse des margarines étudiées sont présentés sur la figure 08 :

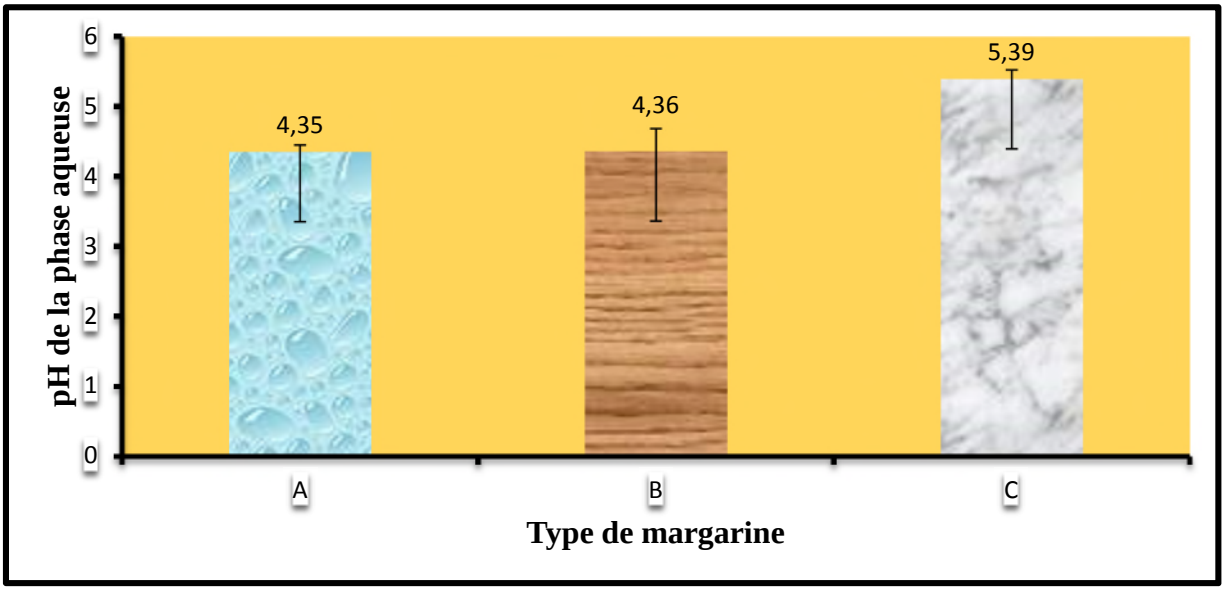


Figure 08 : pH de la phase aqueuse des trois margarines étudiées.

La figure 08 montre que le pH de la phase aqueuse des margarines A et B sont proche et sont de l'ordre de 4.35±0.09 et 4.36±0.32 respectivement alors que la margarine C présente le pH le plus élevé (5.39±0.12). Cependant, les valeurs de pH des trois margarines sont conformes aux valeurs préconisées par la norme **NE.1.2.430/89** (4 et 5.5).

La conformité des résultats est liée au bon suivi de pH lors de la production, la qualité d'eau, des conservateurs et des correcteurs de pH, ainsi qu'à la maitrise des quantités ajoutées.

II-2-3- Point de fusion :

Selon **Laventurier (2013),** la notion de point de fusion fournit une indication plus restrictive, ne donnant que l'information de la température de fusion totale des triglycérides : son intérêt principal sera d'apprécier le fondu en bouche du mélange utilisé, donc le point de fusion de la margarine doit être fixé de manière à ce qu'elle soit facilement fondante dans la bouche mais aussi plastique à température ambiante pour supporter le travail mécanique lors de la tartinabilité.

Les points de fusion pour les trois margarines A, B et C sont représentés par l'histogramme de la figure 09 :

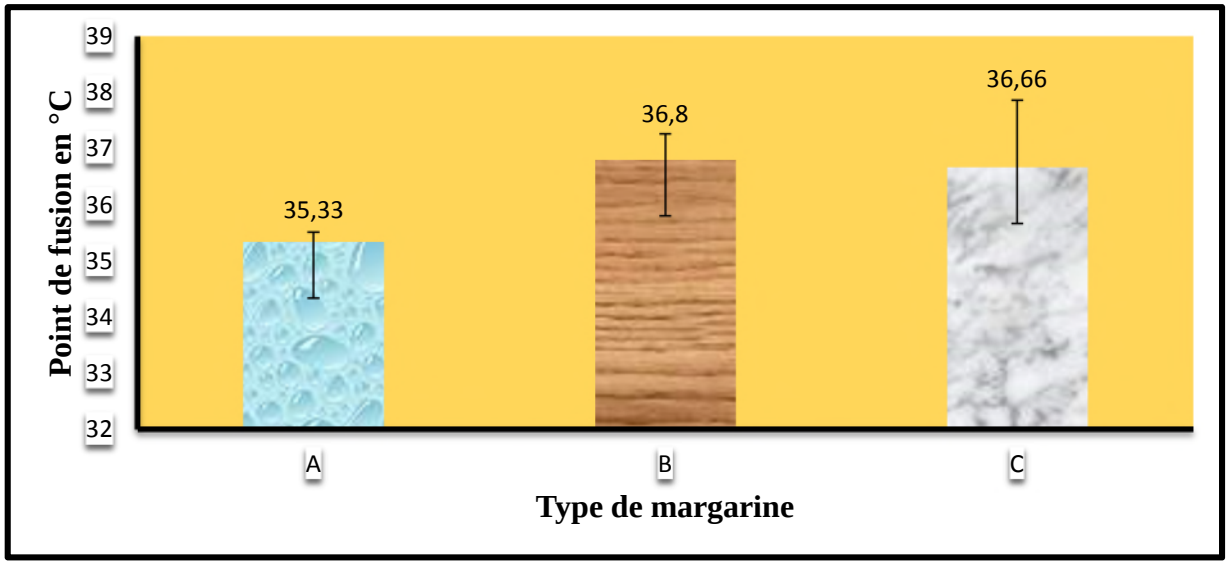


Figure 09 : Points de fusion des trois margarines étudiées.

La margarine A montre le point de fusion le plus faible (34-36°C) alors que les margarines B et C présentes des valeurs de l'ordre de 36.8±0.45 et 36.66±1.19°C respectivement. Ces résultats concordent avec ceux enregistrées par **Karabulut et *al*., (2006)** sur 15 margarines de la Turquie [33,0 -36,9°C] et sont conformes aux normes préconisées par la norme **NE.1.2.429/89 (**33-37°C).

Cette différence de point de fusion utilisée entre les trois échantillons est due notamment à la nature des huiles dans leur formulation (hydrogénées, interestérifiées ou fractionnées). D'après **Hininger-Favier (2011),** plus la margarine est riche en acides gras saturés, plus le point de fusion sera important, ce qui donne une texture plus dure avec moins de plasticité et donc la tartinabilité sera plus difficile à température ambiante et sa texture en bouche sera moins fondante ; c'est le cas de la margarine C.

D'après **Ghotra et *al*., *(*2002); Norris (2007) et Morin (2008)** le point de fusion dépend de plusieurs paramètres attribués à la structure des triglycérides :

- le point de fusion croit avec la longueur de chaine carbonée.
- Nombre de doubles liaisons : les AG saturés ont un point de fusion élevé que les AG insaturés dont la chaine carbonée est de même longueur.
- Forme géométrique: le point de fusion des formes cis est plus bas que celui des formes trans.

II-2-4- Teneur en eau (humidité) :

Les résultats de la teneur en eau des différentes margarines étudiées sont présentés dans l'histogramme de la figure 10 :

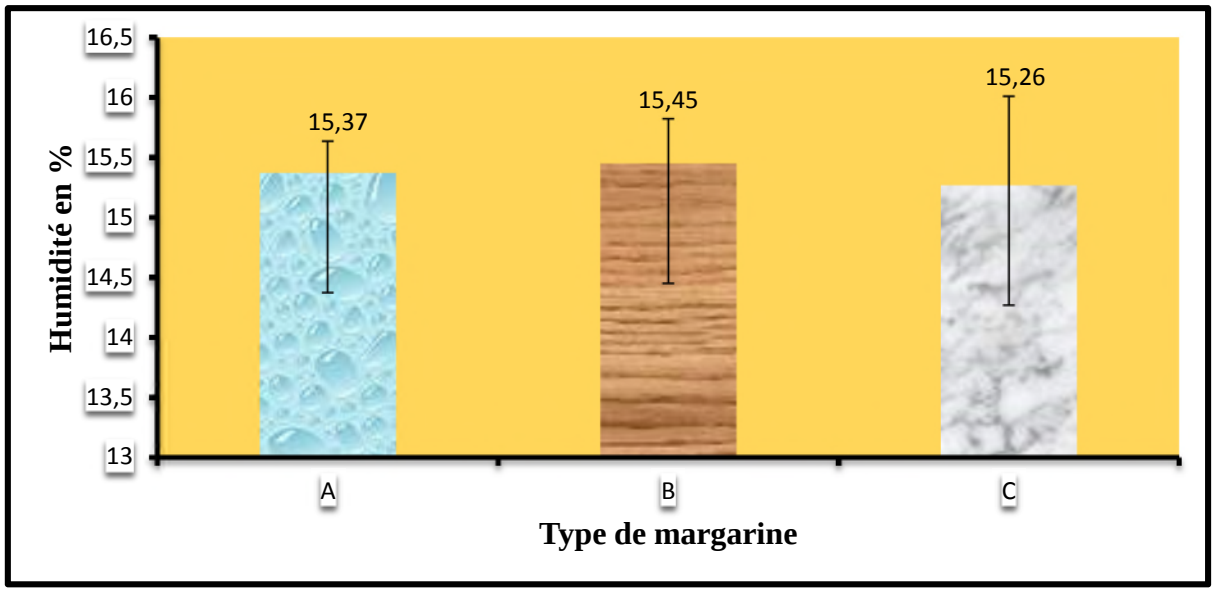


Figure 10 : Taux d'humidité des trois margarines étudiées.

Les résultats de l'humidité est de 15,37±026% pour la margarine A, 15.45±0.37% pour B et 15.26±0.74% pour la margarine C. Ces valeurs sont conformes à la norme et compatibles avec leurs formulations initiales qui sont 82 % de la phase grasse et 16% de la phase aqueuse contenant les composés hydrosolubles.

La teneur en humidité varie selon les conditions et la période de stockage **(Naud et André, 1995)**. L'augmentation de la teneur en eau favorise le développement de certains microorganismes notamment les Clostridium, streptocoques…, ainsi que l'hydrolyse

enzymatique et l'oxydation de la margarine, mais également affecterait les qualités organoleptiques et la consistance du produit. La diminution de la teneur en eau influe sur l'homogénéité de la margarine c'est à dire la bonne dispersion de l'eau dans la phase grasse **(Galzy, 1980 ; Ming et *al.*, 1999 et Chougui et *al*, 2015).**

II-2-5- Teneur en sel :

le sel est ajouté à la margarine afin de relever le goût, faire ressentir la saveur, améliorer la sapidité et la stabilité de l'émulsion et prolonger la durée de conservation (bactériostatique) **Frasch-Melnik et *al*., (2010)**.

Les résultats de la teneur en sel obtenus sont illustrés dans l'histogramme de la figure 11:

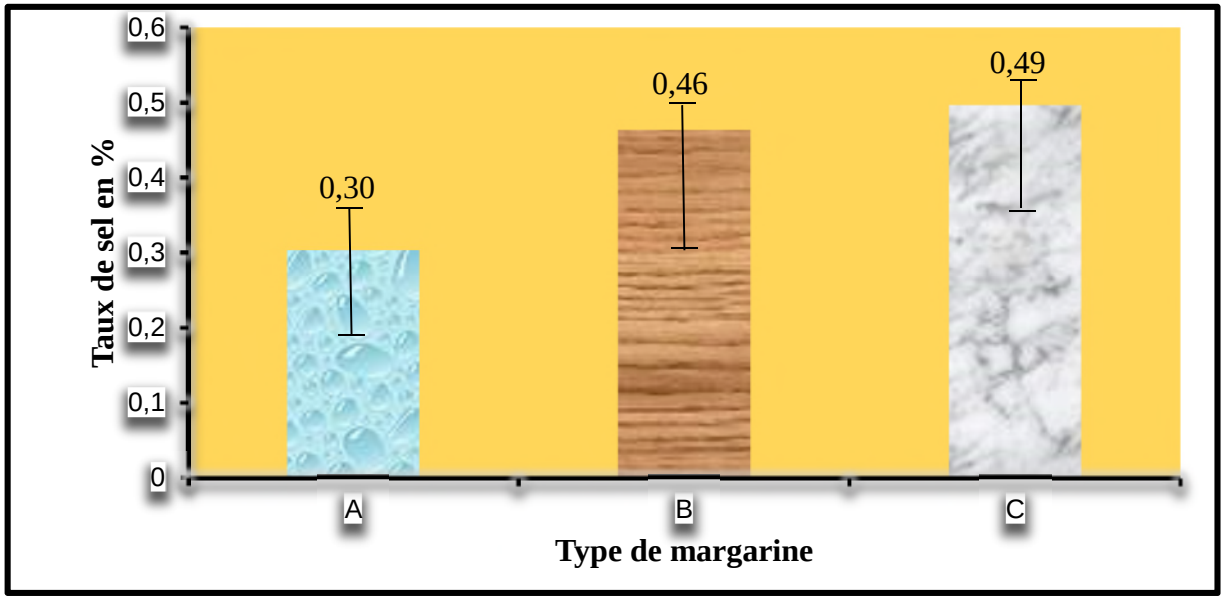


Figure 11 : Teneurs en sel des trois margarines étudiées.

La teneur en sel enregistrée pour la margarine A (0.30±0.025%) est conforme à la norme du **Codex Alimentarius** (0,1% à 0,4%). Cependant, les margarines B et C présentes des taux respectifs de (0,46±0.065%) et (0.49±0.025%) légèrement supérieurs à la norme, ce qui est probablement dû à un matériel de dosage industriel défaillant, ou à un mauvais dosage du sel dans la phase aqueuse.

La quantité de sel à ajouter n'est pas limitée mais dépend des habitudes culinaires et de la catégorie du consommateur visé. D'après **Faur (1992) et Karleskind et Wolff (1992),** la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture :

- 0,11à 0,3%pour les margarines en pots (tartinables) ;
- 0,4 à 0,8% pour les margarines enveloppées (cuisine) ;
- 0,8 à 2% pour les margarines utilise en pâtisserie.

A forte dose la margarine devient trop salée, sa consommation à cet état provoque l'hypertension et les maladies cardiovasculaires, première cause de mortalité dans le monde En revanche, à faible dose, le gout devient déplaisant, et la margarine devient désagréable à la consommation **(Sebedio, 2007)**.

II-2-6 Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde (IP) est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative **(Karleskind et Wolff, 1992).** L'oxydation est stimulée par l'intervention de l'oxygène qui attaque les doubles liaisons d'acides gras, pour donner des composés instables (peroxydes et hydro-peroxydes) dont la structure va dépendre de la nature des acides gras attaqués (acides mono-, di-, tri-ou polyinsaturé). Ces derniers évoluent vers des structures plus stables, produits volatiles et non volatiles **(Rahmani, 2007).**

L'oxydation est un mécanisme lent mais inéluctable. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant ce processus (température élevée, eau, enzyme, trace de métaux Cu, Fe…) **(Tanouti et *al.*, 2011).**

Les résultats d'analyse de l'indice de peroxyde (IP) des margarines étudiées sont illustrés dans l'histogramme ci-dessous :

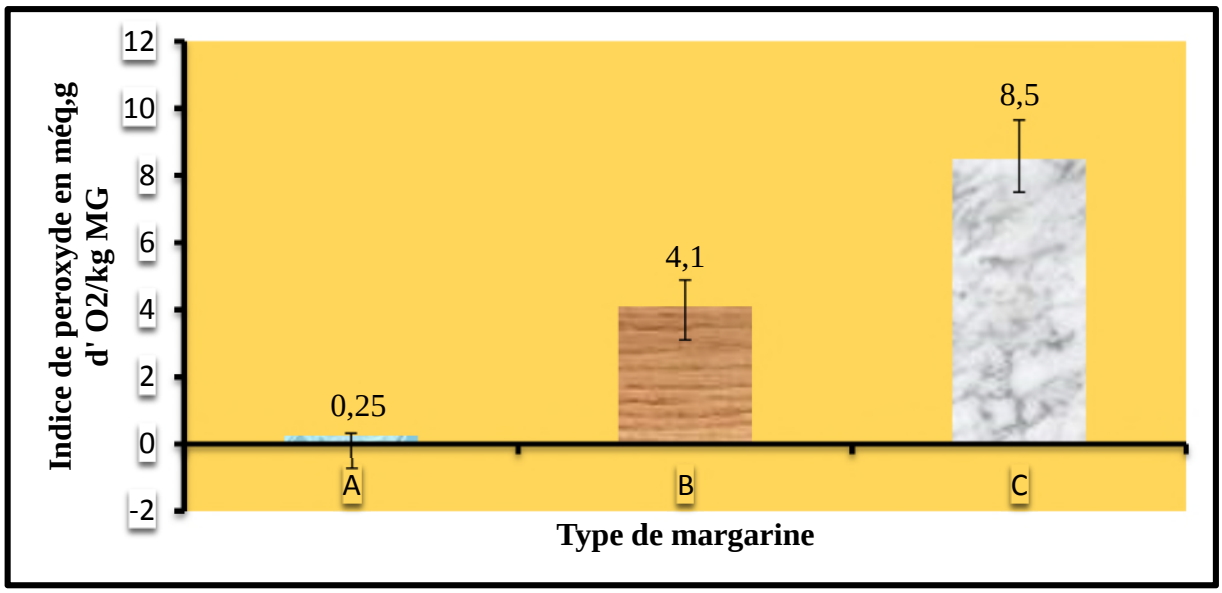


Figure 12: Indices de peroxydes des différentes margarines étudiées.

D'après la figure, nous remarquons que les trois valeurs d'IP sont nettement inférieurs au seuil supérieur de la norme **NE.1.2.98/88,** qui est fixé à IP<10 méq.g d'O2/kg.

La margarine A présente l'indice de peroxyde le plus faible (0.25±0.06 méq.g d'O2/kg), suivi de la margarine B (4.1±0.78 méq.g d'O2/kg) puis la margarine C qui enregistre la valeur la plus élevée (8.5±1.15 méq.g d'O_2 /Kg). Ceci peut être expliqué par sa teneur en acide gras libres insaturé qui s'oxydent au contact de l'oxygène et de la température, suite à une mauvaise conservation du produit comme il à été rapporté par **(Elmarakchi et *al*., 1986)**.

A l'issu de ces résultats, la margarine A ne présente aucune détérioration oxydative et cela est probablement dû à la qualité des huiles utilisées et à la nature des antioxydants additionnés à la margarine mais aussi à la norme interne maximal fixée par l'entreprise qui ne doit pas dépasser 1 méq.g d'O2/kg.

Nous remarquons que l'indice de peroxyde de la margarine A et B n'atteint pas son seuil limite d'altération, du fait du respect des bonnes pratiques de fabrication et des bonnes conditions de conservation (frais, type d'emballage).

II-2-7 Taux de solide (SFC) :

Le SFC est un facteur essentiel pour les margarines, car il est responsable de plusieurs caractéristiques du produits, y compris son aspect organoleptique (**Noor et *al.*, 2002)**. Selon les protocoles définis par **IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry)**, SFC est le pourcentage de triglycérides solidifiés dans une huile à une température donnée, il peut être utilisé en tant que mesure de degré de cristallisation des graisses, il peut servir pour la description de la cristallisation et du comportement des mélanges de matières grasses pendant le traitement. La cristallisation présentant les propriétés plastiques, sera recherchée pour les margarines et les matières grasses pour la boulangerie et pâtisserie.

La figure 13 représente les pourcentages de matières grasse solide à des températures différentes:

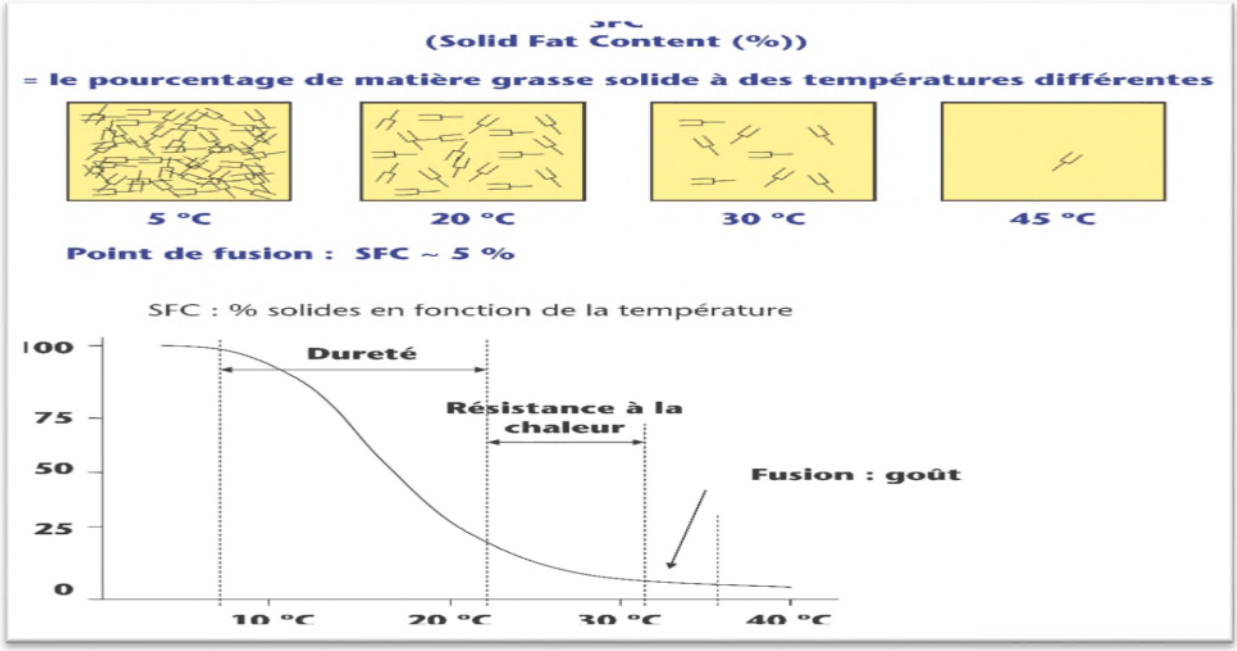


Figure13 : SFC : pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes **(Laventurier, 2013)**

Les courbes de solide des margarines A, B et C sont représentés dans la figure 14 :

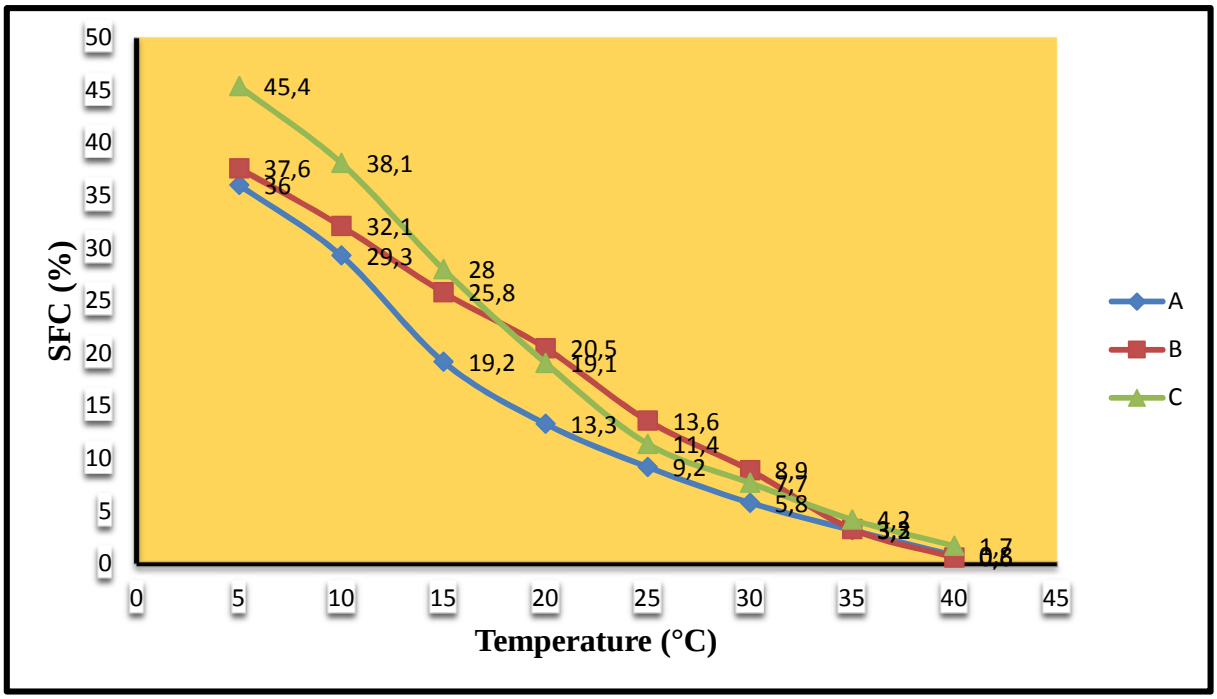


Figure 14 : Taux de solide ou SFC des trois margarines étudiées.

D'après l'allure des courbes, on remarque une diminution du taux de solide qui est proportionnelle à l'augmentation de la température de 5°C à 40°C tendant même à zéro dans le cas de la margarine A et B

- La margarine A montre les valeurs les plus faible en SFC, ceci explique que cette margarine présente une excellente texture fondante dans la bouche et une meilleure facilité à tartiner.

D'après **Idris et Dian (2005),** l'interesterification est une méthode efficace pour augmenter les SFC des blends à base d'huile de palme et d'améliorer les propriétés fonctionnelles et de texture par la formation de cristaux de type β'. Ces résultats sont également en accord avec les préconisations de **Ribeiro et *al.*, *(2009)*,** dont les SFC des margarines à 10°C ne doit pas dépasser 32% pour que la tartinabilité soit garantie aux températures de réfrigération.

- Les valeurs élevées en SFC qui caractérise la margarine C, expliquent sa texture dure et cassante ; reflétant ainsi la nature partiellement hydrogénée des huiles destinées à la fabrication de cette margarine et sa richesse en acides gras insaturés.

- Le SFC de la margarine B est moins élevée que celui de la margarine C ; Ceci s'explique par le fait que la margarine B contient moins d'acides gras insaturés et aussi la nature hydrogénée des huiles incorporées.

Enfin, les courbes de solides se rapprochent toutes à 40°C, température à laquelle la teneur en solide est presque nulle, avec le classement suivant : SFC C > SFC B >SFC A.
Ces valeurs se rapprochent aux SFC des 15 margarines à tartiner turque mesurées par **Karabulut et Turan (2006),** qui s'annulent à la même température (40°C).

Le SFC influe grandement sur l'adéquation des huiles et graisses pour une application particulière. Généralement il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit fini : son aspect général, sa facilité d'emballage, sa tartinabilité, son exsudation d'huile et ces propriétés organoleptiques **(Noor et *al*., 2002).** Les résultats obtenus confirmes la facilité de tartinabilité ainsi que la plasticité des deux margarines A et B par rapport à la margarine C.

En effet chaque valeur de SFC nous renseigne sur la qualité du produit :

- L'intervalle allant de 0,5 à 10°C nous renseigne sur la facilité de la tartinabilité du produit à des températures basses comme celles du réfrigérateur.
- L'intervalle allant de 15 à 20°C nous donne des informations sur la dureté de la margarine ainsi son exsudation huileuse.
- L'intervalle allant de 20 à 25°C a une grande relation avec la stabilité de la margarine (Stabilité oxydative).
- L'intervalle allant de 30 à 35°C a une relation avec la texture lors de certaines utilisations lors de la dégustation par exemple et la libération de la flaveur 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 de bonnes indications du comportement général du corps gras, information utilisée avant tout pour la formulation et le développement de nouveaux produits **(Karleskind et Wolff, 1992 et Ribeiro et *al*., 2009).**

II-2-8- Composition en acides gras :

Les acides gras sont identifiés, par CPG par comparaison de leurs temps de rétentions par rapport à un chromatogramme de référence d'un mélange standard d'esters méthyliques de composition et de concentration connues **(Ruiz-Gutiérrez et Barron, 1995).**

Les résultats de la composition en acides gras des trois margarines étudiées sont résumés sur le Tableau X :

Tableau X : Composition en acide gras des trois margarines étudiées**.**

Acides gras	Dénominations	Pourcentages en acide gras des différentes margarines (%)		
		A	B	C
Acide butyrique	C4 :0	0	0	0
Acide carproïque	C6 :0	3.07	2.58	1.37
Acide caprilique	C8 :0	1.29	0	0
Acide caprique	C10 :0	1.03	0	0
Acide caproléique	C10 :1	-	-	-
Acide laurique	C12 :0	8.13	0	0
Acide myristique	C14 :0	3.59	2.67	1.93
Acide palmitique	C16 :0	21.53	17.85	15.67
Acide stéarique	C18 :0	3.76	7.51	6.83
Acide oléique	**C18 :1 trans**	**0.1**	**4.92**	**6.75**
Acide oléique	C18 :1	21.61	24.53	25.71
Acide linoléique	**C18 :2 trans**	**0.53**	**2.25**	**2.66**
Acide linoleique	C18 :2	31.65	34.63	34.92
Acide linolenique	C18 :3	3.14	2.28	3.13
Acide arachidique	C20 :0	0.45	0.23	0.43
Acide eicosenoate	C20 :1	0.12	0.55	0.6
Acide behinique	C22 :0	0.34	0	0
Acide ciserucique	C22 :1	0.11	0	0
Total AGS (%)		**42.74**	**30.84**	**26.23**
Total AGI (%)		**57.26**	**69.16**	**73.77**
Total AGT (%)		**0.63**	**7.17**	**9.41**
W6/W3		**10.07**	**15.18**	**11.15**
AGS/AGI		**0.75**	**0.44**	**0.35**

* Couleur bleu : Les acides gras les plus abondants.

* (-) : Absence de l'AG.

D'après le tableau X, Le profil en AG des différentes margarines est très varié. Toutefois, on note la teneur faible en AGS (C4 :0, C6 :0, C8 :0, C10 :0, C12 :0, C14 :0, C15 :0, C20 :0) par apport aux AGI (C16 :1, C18 :1, C18 :2, C18 :3) avec des pourcentages élevés, ceci est lié aux caractéristiques de plasticité et de texture recherchées pour chaque type de margarine **(Laventurier, 2013).**

On remarque que la plupart des acides gras identifiés sont à longue chaine (palmitique, stéarique, linoléique et linolénique) qu'on retrouve dans les huiles végétales, la présence d'acides gras à courtes chaines (AGCC) et à moyenne chaine (AGMC) dans les trois margarines peut être reliée à l'origine de la matière première utilisée dans la fabrication de ces margarines : coprah, palme, soja, tournesol **(Ferland, 2003 et Lecerf, 2008).**

Les AGS à longue chaîne sont les plus abondants dans les trois margarines. Ce sont les acides myristique (C14:0), palmitique (C16:0) et stéarique (C18:0).
On remarque que les acides palmitiques C16 :0, Oléique C18 :1 et linoléique C18 :2 constituants les plus grands pourcentages de la composition en acide gras dans différentes types de margarines. les margarines A, B et C contiennent une forte teneur en acide linoléique. Cette teneur élevée est du à l'utilisation d'huiles de tournesol et de soja connus par leurs forte proportion en C18 :2.

La teneur en acide linoléique (AL) dans les margarines est un paramètre de classification **(Ovesenet et *al.*, 1998)** rapportent que les margarines peuvent être classées en trois catégories en fonction de leur teneur en AL :

- Les margarines hard (dures) contenant moins de 20% d'Al.
- Les margarines semi soft (demi molles), contenant 20 à 40% d'AL.
- Les margarines soft (molles) contenant plus de 40% d'AL.

Les AGT sont de plus en plus indésirables dans les produits alimentaires, surtout dans les produits de grande consommation comme les margarines **(Brisson, 1982)**.
Les trois types de margarines contiennent des AGT, principalement **l'acide élaidique** (C18:1 trans), **l'acide Méthyl linoelaidate** (C18:2 trans) dans les margarines B et C et sous forme de trace dans la margarine A.

La teneur en AGT des margarines B et C sont 7.17% et 9.41% respectivement, dont l'acide éliadique est majoritaires dans les deux. Alors que la margarine A ne présente que des traces en AGT (0,63%). Ces deux valeurs relevées pour les margarines B et C peuvent s'expliquer par l'utilisation des huiles végétales partiellement hydrogénées qui renferment des taux d'AGT relativement élevée.

La faible teneur en AGT dans la margarine A montre que cette dernière ne comporte pas de matières grasses hydrogénées, ce qui peut confirmer l'utilisation de procédé industrielle moderne qui est l'interestérification pour la fabrication de cette margarine tartinable.

Conclusion

La constance du goût, la fraîcheur et l'aspect des produits sont essentiels à la satisfaction du client. Afin de donner plus de consistance aux huiles insaturées et pour en prolonger la conservation, les industries alimentaires ont inventé l'hydrogénation, un procédé qui modifie la configuration des molécules d'acides gras insaturés mais comme inconvénient ce procédé génère un problème nutritionnel majeur qui est l'apparition d'acides gras «trans».

Dans le but de satisfaire les exigences du consommateur qui ne cessent d'augmenter, il est devenu primordiale à toute industrie agroalimentaire ayant comme objectif de conquérir le marché et de fidéliser le consommateur à ces produits, de chercher de nouveaux procédés (interestérification) et améliorer leur qualité.

Le contrôle et l'analyse de tous les paramètres de qualité sont fondamentaux dans la mesure où ils permettent de réagir immédiatement en cas d'écart. La précision et le respect du processus de fabrication et du système de contrôle permettent d'éviter les mauvais résultats.

Notre travail a pour objectif de comparer les caractéristiques physicochimiques, organoleptiques et surtout de quantifier les acides gras trans susceptibles d'être présents dans trois margarines de table en barquettes (codée A, B, C) les plus consommées localement pour voire l'effet de la substitution des huiles hydrogénées par les huiles interestérifiées sur la qualité des margarines.

L'étude a révélé que:

- La margarine A et B ont un goût, odeur, aspect, couleur et tartinabilité caractéristiques au produit, par contre la margarine C présente un mauvais gout et odeur, texture dure et cassante.
- Le pH, le point de fusion et l'humidité des trois margarines étudiées sont conformes aux normes.
- La margarine A présente un taux de sel et un indice de peroxyde qui sont conformes aux normes. En revanche les margarines B et C montrent des taux de sel légèrement supérieurs à la norme et des indices de peroxyde qui restent inférieur à la norme.

L'analyse Chromatographique par CPG nous a permis de mettre en évidence la richesse des margarines B et C en AGI et une teneur considérable en AGS dans la margarine A.

Les résultats révèlent la présence d'acides gras trans au niveau des margarines B et C et sous forme de traces dans la margarine A. Ces valeurs confirment que les margarines B et C sont fabriquées à base d'huiles hydrogénées. A l'inverse la margarine A est produite à base d'huiles interestérifiées.

A la lueur des résultats obtenus, on peut dire que la margarine A révèle une conformité par rapport aux normes fixées par le Codex alimentairius. Cette conformité témoigne le bon choix de la matière première, de la maitrise du processus de fabrication et les contrôles réguliers au cours de la fabrication.

Dans la perspective de poursuivre et d'approfondir ce travail, il serait intéressant :

- De formuler deux margarines ayant la même composition en huile tandis que le traitement de modification est diffèrent pour que la comparaison de la qualité soit plus représentative ;
- De réaliser des tests rhéologiques par texturométrie et rhéométrie nécessaires pour l'appréciation de la texture ;
- D'évaluer sa résistance à l'oxydation par le test d'oxydation accéléré « Rancimat » ;
- De poursuivre l'étude durant la durée de DLC (6 mois) pour confirmer la stabilité de la margarine lors de sa conservation à température ambiante ;
- D'élargir l'étude pour d'autres margarines les plus consommées au niveau national.

Références Bibliographiques

A

Ackman R.G et Mag T.K. (1998). Trans fatty acids and the potential for less in technical products. In Trans fatty acids in human nutrition, Sebedio J.-L., Christie W.W., eds., The Oily Press, Dundee, pages 35-58.

Adhikari P., Zhu X-M., Gautam A., Shin J-A., Hu J-N., Lee J-H., Akoh C-C. et Lee K-T. (2010). Scaled-up production of zero Trans margarine fat using pine nut oil and palm stearin. Food Chemistry 119, 1332-1338.

AFSSA (Agence Française De Sécurité Sanitaire Des Aliments). (2005). Risques et bénéfiques pour la santé des acides gras trans apportés par les aliments, pp 15-119.

Alais C et Linden G. (1997). Les lipides. In « Abrégé de biochimie alimentaire ». Ed. 4. Masson, Paris, pp 55- 69

Ansses (Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail). (2011). Actualisation des Apports nutritionnels Conseillés pour les acides gras : Rapport d'expertise collective, pp 16-43.

Attia-Skhiri N., Fournier N et Pourci M-L Paul J-L. (2009). Acides gras trans : effets sur le métabolisme des lipoprotéines et le risque cardiovasculaire. Annale de biologie Clinique 67(5): 517-23.

B

Bansal G., Zhou W., Tan T-W., Neo F-L. et Lo H-L. (2009). Analysis of trans fatty acids in depp frying oils by three different approaches. Food Chemistry, 116:535-541.

Becker L, Bendouma M, Bonnart A, Bousquiére M, Maison M, Mathieu R, Napoltano L, Obaadia E, Pelermo A et Thollet M. (2009). Les additifs alimentaires. Le meilleure et le pire, 1-4.

Berneis K. 2007. Les acides gras trans un risque évitable pour la santé. Forum Med Suisse.7: 101-104.

Berthoud L et Real M. (2008). Pourquoi se méfier des acides gras trans ? Haut école de santé. Genéve, pp 1-6.

Bosque F. (2010). Huiles végétales : Guide d'aide à l'application des meilleures technologies disponibles (mtd). éco-conception et valorisation. ITERG, Institut des corps gras. 11, rue Gaspard-Monge. Parc industriel Bersol 2. 33600 Pessac.

Brisson G. (1982). In « Lipides et nutrition humaine » Ed. Les presses de l'université

Brühl L. (1995). Determination of trans fatty acids in cold pressed oils. Eur. J. Med. Res., 1, 89 – 93.

C

Campbell S-J. (2005). Méthodes et moyens pour réduire ou éliminer les gras trans dans les aliments Agriculture et Agroalimentaire CANADA : p 45.

Cansell M. (2005). Impact de la cristallisation des corps gras sur les propriétés de produits finis. Oléagineux Corps gras Lipides-OCL, 12(5-6) :427-431.

Chaftel J-C et Chaftel H. (1986). Graisses et huiles In : « introduction à la biochimie et à la technologie des aliments ». Tome 1 .Edition, Tek & Doc., Lavoisier, Paris, pp 243-265.

Chardigny J-M et Malpuech-Brugere C. (2007). Acides gras trans et conjugués: origine et effets nutritionnels. Nutrition clinique et métabolisme 21. pp 46-51.

Chougui N., Djerroud N., Naraoui F., Hadjal S., Aliane K., Zeroual B et Larbat R. (2015). Physicochemical propreties and storage stability of margarine cantaning *opuntiaficus-indica* peel chemistry, Volume.173, p.382-390.

Conway L.F. (1954). A Brief History of Production Methods Used in the Margarine Industry. The Journal of the American Oil Chemists' Society. 31: 30-33.

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Roelstraete L., Vanuxeem M. et Vidal D. (2002). Les corps gras entre tradition et modernité. Gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaire. pp1-140.

Cristiane de Oliveira Lopes., Maria de Fátima Píccolo Barcelos., Nayane Aparecida Araujo Dias., João de Deus Souza Carneiro et Wilson César de Abreu. (2014). Effect of the addition of spices on reducing the sodium content and increasing the antioxidant activity of margarine. LWT - Food Science and Technology. pp. 15-20. (Revision 2011).

D

DeAnn J. Liska., Chad M., Cook., Ding Ding Wang, P., Courtney Gaine David J. et Bauer. (2016). Trans fatty acids and cholesterol levels: An evidence map of the available science. Food and Chemical Toxicology 98, 269-281.

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, pp : 19-22.

E

El Marrakchi A., Berrada M., Chahboun M et Benbouhou M. (1986). Etude chimique du smen marocain. Tec et Doc Lavoisier, Londres – Paris – New York.

$\mathcal{F}$

Faur L. (1992). Technologie des margarines In <<Karleskind<<.Manuel des corps gras. 2eme Edition Tec & Doc : Lavoisier, Paris, pp 938-988.

Ferland G. (2003). Les macronutriments. In « Alimentation et vieillissement ». Les presses de L'université de Montréal, Canada. 2-7606-1851-X.) finis. OCL 2005 ; 12 : 427-31.

Foster R., Williamson C.S. et Lunn J. (2009). Culinary oils and their health effects. British Nutrition Foundation, Nutrition Bulletin. 34: 4-47.

François R. (1974). Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Tec et Doc-Lavoisier. Paris, pp 59-288.

Fresch- Melink S., Norton I. et Spyroulos T. 2010. Fat cristalstabilised w/o emulsions for controlled salt release. Journal of Food Engineering. 98 (4) 437-442.

$\mathcal{G}$

Galzy P. (1980). L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. ISBN: 2.000.2.00112.0, p.43, p.89.

Gélinas P. (2006). Reformulation des Produits pour Réduire ou Eliminer les Gras trans : un guide pour l'industrie alimentaire. Conseil de la transformation agroalimentaire et des produits alimentaires, pp 1-26.

Ghotra B.S., Dyal S.D. et Narine S.S. (2002). Lipid shortenings: à review. Food Research International. 35: 1015-1048.

Graille J. (2003). Lipides et corps gras alimentaires .Tec et Doc, Lavoisier, Paris. ISSN : 0243- 5624. ISBN : 2-7430-0594-7. p1-183.

Guaraldo Gonçalves L.A. (2009). Influence of chemical interestérification on thermal behavior, microstructure, polymorphism and crystallization properties of canola oil and fully hydrogenated cottonseed oil blends. Food Research International. 42: 1153-1162.

H

Hininger-Favier I. (2011). Les lipids et dérivés. Partie 1: les acides gras. Université Joseph Fourier de Grenoble. pp72.

I

Idris N.A et Dian N.L.H.M. (2005). Interesterified palm products as alternatives to hydrogenation. *Asia Pac J Clin Nutr.*14 (4): 396-401.

ISO 6321. 2002. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert (Ed : 2). International Standard Organisation.

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 5508:2000 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – determination de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse. Ed : 2.

ISO Norme Internationale. (2007). Méthode ISO 3690 :2007. Corps gras d'origine animale et végétale – Détermination de l'indice de peroxyde – Détermination avec point d'arrêt iodométrique, pp 1-10.

J

Jean-Louis M. (2002). Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Ed. Tec et Doc. Paris (3). Pp 638-649.

K

Karabulut I et Turan S. (2006). Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. Journal of Food Composition and Analysis. 19 : 55-58.

Karleskind A. (1992). Transformation des corps gras à des fins alimentaires .manuel des - corps gras, pp : 212-232.

Karleskind A et wolff J-P. (1992). Manuel des corps gras Tome 1. Ed. Tech & Doc, Paris. **(08)**: 1579p.886p

Kone Issa B. (2003). La margarine. Edition: BETG. Micouleau Couleau, Volume, pp 8-22. Laval. Masson, canada. Pp : 10-12

L

Laventurier M. (2013). Impact des formulations de margarines sur le process en boulangerie et pâtisserie artisanales et industrielles, Vol. 20, n°3, p.160-164. Disponible sur: http://www.ocl-journal.org ou http://dx.doi.org /10.1051/ocl.2013.0504. (Consulté le 20/04/2018).

Lecerf J-M. (2008). Acides gras et maladies cardiovasculaire : de l'épidémiologie à la

Lutirotti S., Bicanic D. et Pojzgaj R. (2006). New simple spectrophotometric assay of total Carotene in margarines. Analytica Chimica Acta, pp 466-473.

M

Médart J. (2009). Manuel pratique de nutrition : L'alimentation préventive curative. De boeck superieur s.a. 2éme édition. 3éme tirage 2014. Imprimé en Belgique.

Mensink R et Katan MB. (1990). Effect of dietary trans fatty acids on high-density and lowdensity lipoprotein cholesterol levels in healthy subjects. N Engl J Med 1990; 323:439–45.

Michels K. et Sacks F. (1995). Trans fatty acids in European margarines. The New England Journal Of Medcine. 332(8) : 541-542.

Ming L-O., Ghazali H-M. et Let C-C.(1999). Use of enzymatic transesterified plam stearin sunflower oil blends in the preparation of table formulation. Food chemistry. pp. 83-88.

Moll M et Moll N. (1998). Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques. 2éme Edition: DONOD. Paris, pp 89-96.

Morin O et Pagés-Xatart-Parés X. (2012). Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL VOL. 19(2) : 63-75. doi : 10.1684/ocl.2012.0446.

Morin O. (2005). Acides Gras Trans: Récents développements. Oléagineux Corps gras Lipides (OCL). Communication scientifique et Technique. Direction développement Iterg, pp 414-421.

Morin O. (2008). Groupe PNNS Lipides : Direction Générale de l'Alimentation. Acides gras trans – Secteur corps gras végétaux, Solutions technologiques de leur réduction. Paris

Morin O. (2007). HUILES VÉGÉTALES ET MARGARINES : ÉVOLUTION DE LA QUALITÉ Les solutions technologiques à la réduction des acides gras trans*. Cah. Nutr. Diét., 42, 5.

N

Naud C et André B. (1995). Conservation préventive dans les musées. Manuel d'accompagnement. pp. 15-20. (Revision 2011).

NE.1.2.429/1989. Margarine : détermination de la teneur en chlorure de sodium.

NE.1.2.430/1989. Margarine: détermination du pH de la phase aqueuse (Méthode Potentiométrique).

NE.1.47/1985. Corps gras d'origine animal et végétale –Détermination de la teneur en eau

Noor Lida H.M.D., Sundram K., Siew W.L., Aminah A. et Mamot S. (2002). TAG composition and solid fat content of palm oil, sunflower oil, and palm kernel olein blends before and after chemical interesterification. *Journal of the American. Oil Chemist's Society,* (79) pp: 1137-1144.

Norris S. (2007). Les acides gras trans : Le Fardeau Pour La Santé. Service d'information et de recherche parlementaires Canadien, pp1-10.

O

O'Brien R.D. (2009). Fats and oils: formulating and processing for applications. Ed: CRC Press, CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton London New York.744p.

Oliveira Lopes C., Fatima Piccolo Barcelos M., Aparecida Araujo Dias N., Deus Souza C. et Abreu W-C. (2014). Effect of the addition of spices on reducing the sodium content and increasing the sodium content and increasing the antioxidant activity of margarine. LMT-Food Science and Technology 58, 63-70.

Ollé M. (2002). Analyse des corps gras : Techniques de l'ingénieur : traité de Génie des procédés, Réf : P3325 v1.

Oomen CM., Ocke MC. et Feskens EJ. (2001). Association between trans fatty acid intake and 10-year risk of coronary heart disease in the ZutphenElderly Study: a prospective populationbased study. Lancet ; 357: 746–51.

Ouellet A-M. (2005). Qu'est-ce que les acides linol'niques conjugés (ALC) et comment peuton augmenter leur contenu dans la viande de boeuf .Ministére de l'Agriculture, des Pécheries et de l'Alimentation : 46-47.

Ovesen L., Torben L. et Hansen K. (1998). Fatty acide composition and contents of trans monounsaturated fatty acids in frying fats, and in margarines and shortening marketed in Denmark. JAOCS, vol.75, n 9, pp 1079-1083.

P

Perkins A.G et Smick C. (1987). Octadecatrienoic fatty acid isomers of partially hydrogenated soybean oil. J. Am. Oil Chem. Soc., 64, 1150-1155.

Pagés-Xatart-Parés X. (2012). Huiles et graisses végétales in «Technologies des corps gras». Éditions techniques de l'Ingénieure, Paris- France, pp 1-19.

R

Rahmani M. (2007). Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. LES Research International. 35 : 1015-1048.

Ribeiro A.P.B., Basso R.C., Grimaldi R., Gioielli L.A., dos Santos A.O., Cardoso L.P et Guaraldo Gonçalves L.A. (2009). Influence of chemical interesterification on thermal behavior, microstructure, polymorphism and crystallization properties of canola oil and fully hydrogenated cottonseed oil blends. Food Research International. 42: 1153-1162.

Rudzinska M., Przybylski R., Wasowicz E. (2014). Degradation of phytosterols during storage of enriched margarines. Food Chemistry. 142, 294–298.

Ruiz-Gutiérrez V et Barron L.J.R. (1995). Methods for the analysis of triacylglycérols. Journal of Chromatography B. 671 : 133-168.

S

Saillard, M. (2010). Margarines et matières grasses tartinables. Cahiers de nutrition et de diététique 45, 274-280.

Sebedio Jean-Louis, (2007). Acides gras trans: nture, origine et impact sur la santé. Cah. Nutr. Diét., 42, 5.

Slattery M-L, Benson J., M-K-N., Schaffer D et Potter J-D. (2001). Trans fatty acide and colon Cancer. Nutrition Cancer39, pp170-175.

Stewart J-C, Cochrane A et Toronto O. (2005). Méthodes et moyens pour réduire ou éliminer les gras trans dans les aliments. Rapport préparé pour : Direction générale des services à l'industrie et aux marchés (Agriculture et Agroalimentaire Canada).pp 1-45. et en matières volatiles.

$\mathcal{T}$

Tanouti K., Serghini-Caid H., Chaieb E Benali A., Harkous M. et Elamrani. (2011). Technologies DE LABORATOIRE. 2 : 18-21.

Tem ey. (2001). Margarine. In invention Europe. N°00033165, 6p.

Tranchant J. (1996). Chromatographie en phase gazeuse. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. PE 1 485. 27p.

$\mathcal{V}$

Vaclavik V. (2008). Essentials of Food Science, chap. 1 Essential of Food Quality, 3ème éd, Springer, New York, p. 4-5.

Van Duijn G. (2000). Technical aspects of trans reduction in margarines. Oléagineux, Corps gras Lipides (Oléagineux Corps gras Lipides), 7(1), 95-98.

$\mathcal{W}$

Wolff J.P. (1968). Manuel d'analyse des corps gras. Ed: Azoulay, Paris, France. 524p.

Werner J., Bauer., Raphael Badoud., Jurg Loliger. et Alain Etournaud. (2010). Sciences et technologie des aliments. Principesvde chimie des constituants et de technologie des procedes. Premiere edition. Presses polytichniques et universitaires romandes. Pp 105-216.

Annexes

Annexe N°1

I- Présentation de l'entreprise :

CEVITAL SPA est un complexe agroalimentaire algérien, connue et reconnue au niveau national et international, ce complexe est implanté à proximité du port de Bejaïa, ce dernier est le plus grand complexe agroalimentaire privé en Algérie.

Aujourd'hui, Cevital Spa offre des produits de qualité supérieure à des prix compétitifs, grâce à son savoir –faire, ces unités de production ultramodernes, son contrôle strict de qualité et son réseau de distribution performant. Crée en Mai 1998 d'un capital totalement privées et s'étend sur une superficie de 45000 m2, constituée des différentes directions et services qui sont présentées par l'organigramme ci-dessous:

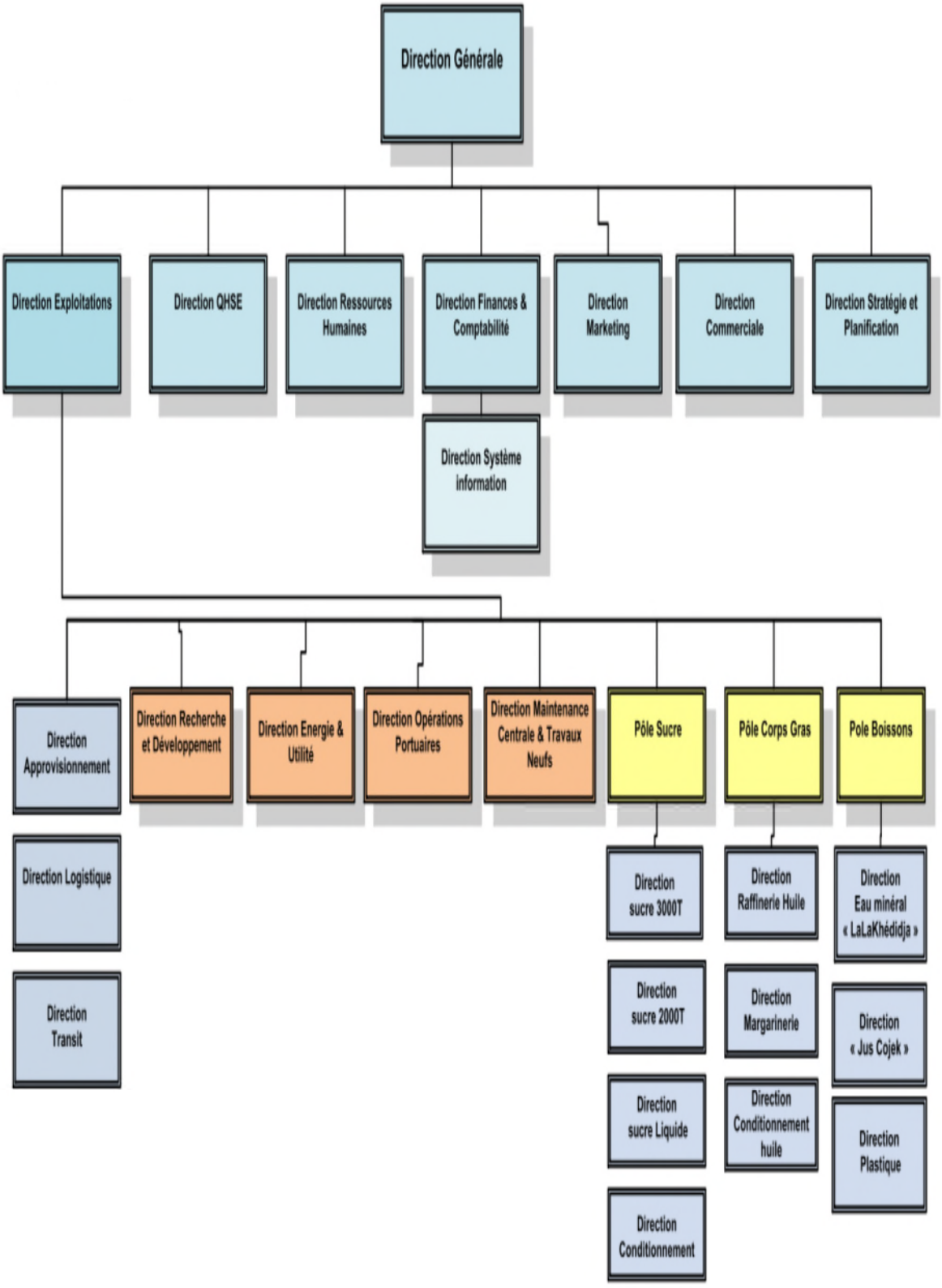


Figure 15 : Organigramme de l'entreprise Cevital SPA.

Le complexe Cevital a pour objectif l'enrichissement du marché national en huile, margarine, et en sucre dont le but est de satisfaire la demande national, grâce à ces divers projets réalisés qui se présentent comme suit :

- Raffinerie d'huile d'une capacité de produire 1800 tonne/ jour.
- Raffinerie de sucre d'une capacité de produire 1600 tonne/ jour.
- Margarinerie et l'huile végétale d'une capacité de 1600 tonne/ jour.
- Conditionnement et fabrication de l'emballage en P.E.T. (poly Ethylène téréphtalate)
- Epuration des eaux usées.
- Traitement des pâtes de neutralisation.

I-1- Produits de CEVITAL SPA :

Les produits fabriqués par le complexe **CEVITAL SPA** sont :

- Margarine : - Matina : mélange de beurre et margarine.
  -La parisiénne : margarine de feuilltage.
  - Fleurial : margarine de table.
- Beurre.
- Shortening.
- Smen.
- Huile.
- Sucre.
- Eau minéral.
- Jus et confiture.

I-2- Réseau de distribution de CEVITAL SPA :

CEVITAL SPA est le leader en Afrique et dans le bassin méditerranéen dans l'industrie du sucre et l'huile végétale. Elle possède un réseau de distribution très développé, elle exporte ses produits dans plusieurs pays, notamment en Europe, Maghreb, au Moyen Orient et en Afrique de l'Ouest. Parmi ses clients de grandes marques mondiales d'agro-business, on peut citer Coca Cola, Kraft Food, Danone.

II- Présentation de l'unité margarinerie :

Cevital produit une gamme variée de margarine dont certaines sont destinées à la consommation directe telle que Matina et **Fleurial,** d'autres sont spécialement produites pour les besoins de la pâtisserie moderne ou traditionnelle comme la parisienne et MEDINA **«** SMEN **»** en plus de shourtning pour les professionnels et industriels.

La margarinerie de *Cevital spa* est équipée de cinq lignes de production, afin de produire une gamme de produit très variables et de satisfaire la demande du consommateur:

- Les lignes (1, 2, 3) sont réservées pour la production des différents types de margarines *Matina et **Fleurial,*** margarine de feuilletage, beurre gourmand;
- Les linges (4 et 5) sont réservés pour la production de graisses végétales, SMEN el Medina,

L'unité est dotée de deux laboratoires d'analyses, pour assurer le bon déroulement des étapes de la fabrication et d'aboutir à la bonne qualité des produits finis; l'un destiné aux analyses physico-chimiques contribuant ainsi au suivi du la formulation des produits, et l'autre spécialisé dans les analyses microbiologiques afin d'assurer une bonne qualité hygiénique et sanitaire des produits. Ces différentes analyses sont portées sur les matières premières ainsi que l'eau du procès et de la formulation, les produits de différents étapes de procès et sur les produits finis.

Annexe N°2

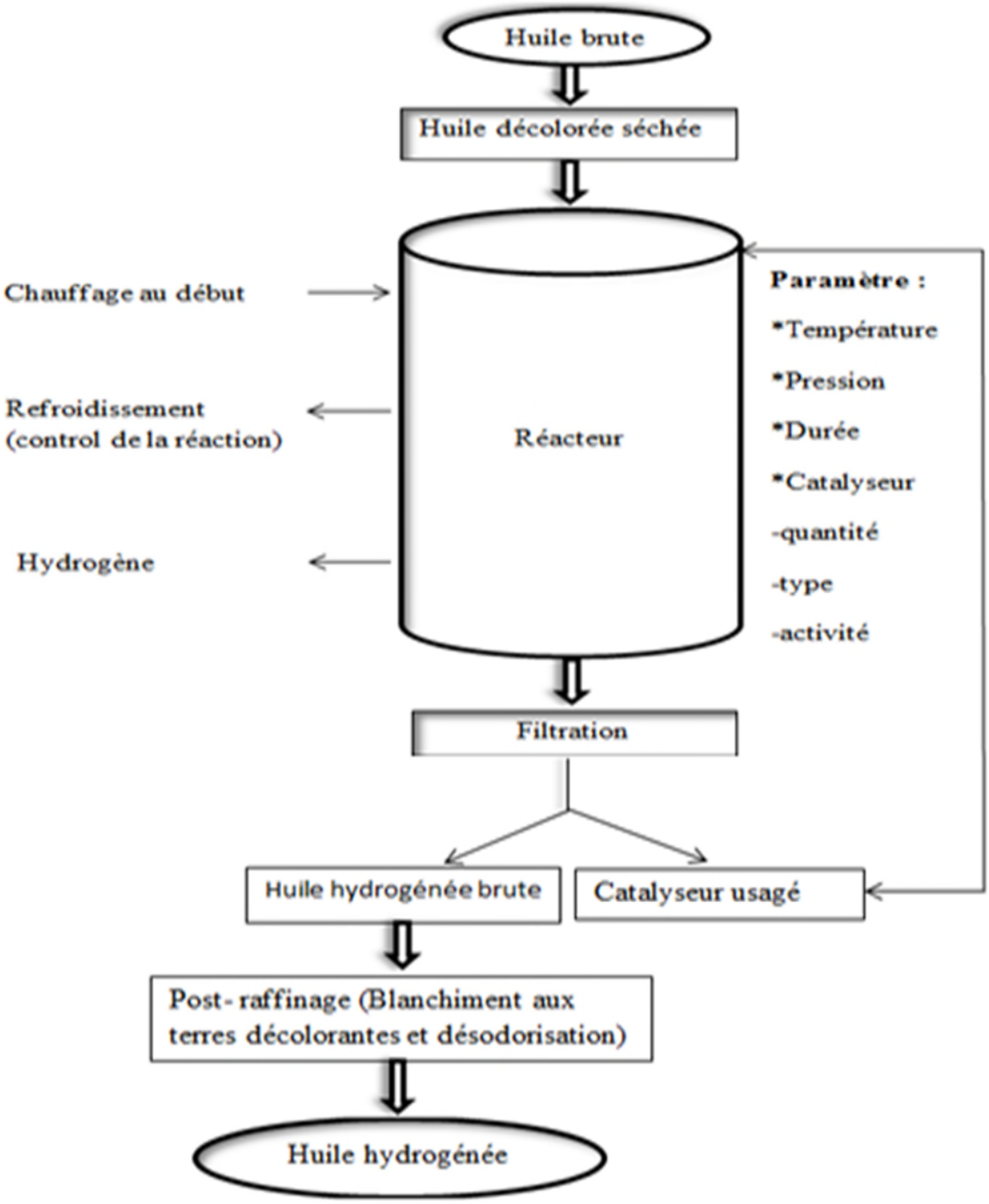


Figure 16 : Etapes du processus de l'hydrogénation des huiles.

Annexe N°3

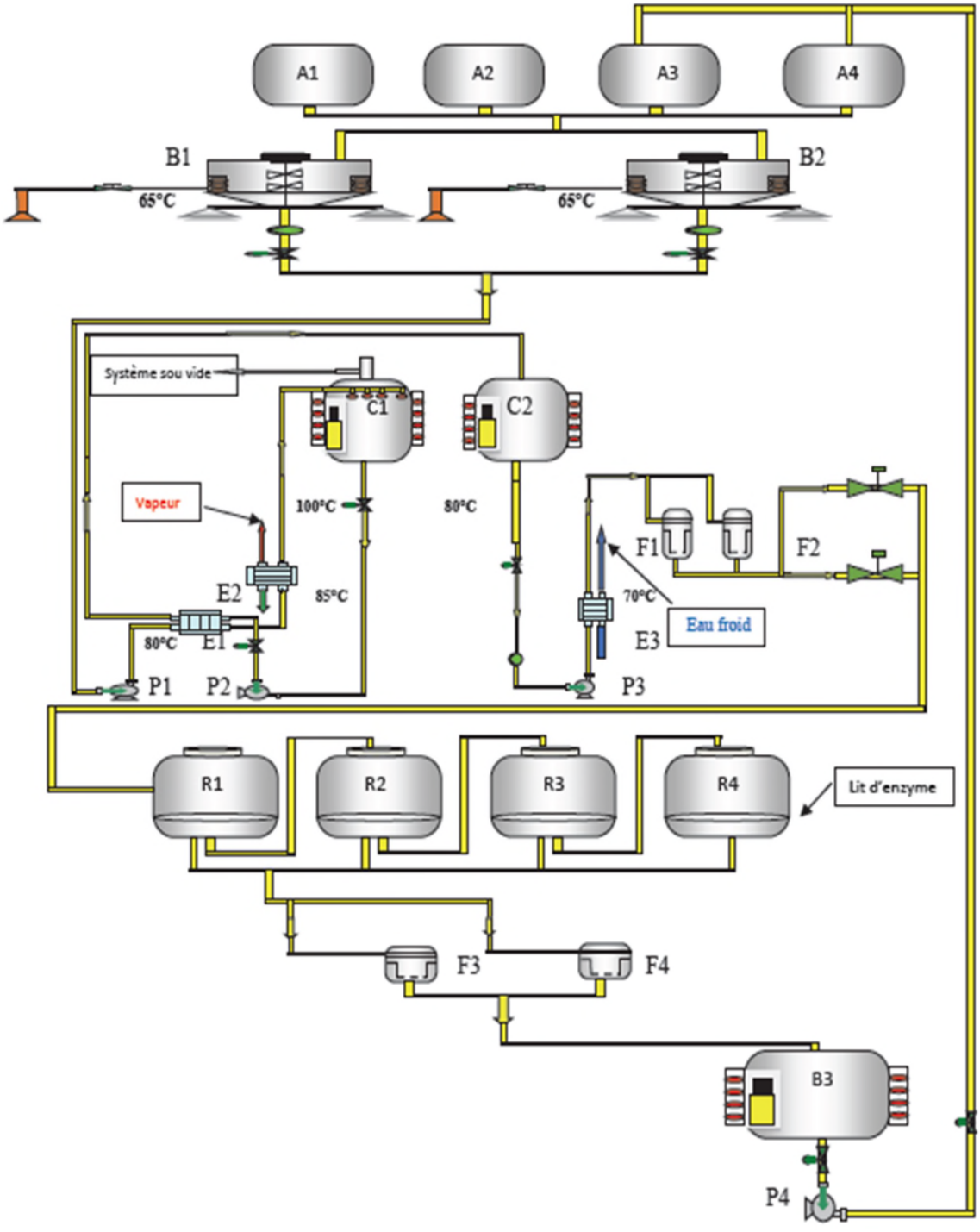


Figure 17: Schéma du processus de l'intéresterification des huiles destinées à la margarinerie au niveau de Cevital SPA.

RESUME

La margarine est un aliment qui se présente sous la forme d'une émulsion solide ou liquide et malléable principalement du type eau dans l'huile.

Notre travail a pour but d'étudier l'effet de la substitution des huiles hydrogénées par les huiles interesterifiées sur la qualité des margarines d'une fabrication locales.

Les résultats obtenus montrent que les caractéristiques physicochimiques des trois margarines étudiées varient d'un échantillon à l'autre. Cependant, ils restent comparables avec les données bibliographiques et conformes aux normes. Les résultats organoleptiques différents d'une margarine à une autre en donnant à chacune sa propre caractéristique.

Parmi les trois margarines analysées, celles produites par les huiles hydrogénées présentent des teneurs en AGT élevées et qui dépassent largement le seuil de concentration limite recommandée par la réglementation en vigueur (2%).

Mots clés : Margarine, Huiles hydrogénées, Huiles interesterifiées, Qualité, Caractéristiques physicochimiques, AG trans,

ABSTRACT

Margarine is a food that comes in the form of a solid emulsion or liquid and malleable mainly of the water-in-oil type.

Our work aims to study the effect of the substitution of hydrogenated oils by interesterified oils on the quality of margarines of a local manufacture.

The results obtained show that the physicochemical characteristics of the three margarines studied vary from sample to sample. However, they remain comparable with bibliographic and standards compliant data. Organoleptic results different from one margarine to another by giving each one its own characteristic.

Of the three margarines analyzed, those produced by hydrogenated oils show high TFA levels well above the limit concentration limit recommended by the regulations in force (2%).

Key words: Margarine, Hydrogenated oils, Interesterified oils, Quality, Characteristics physicochemical, Trans AG.