



## Mémoire de Master

Présenté par :

- TAHROUR Mohand
- HAMDI Sofiane

*En vue de l'obtention du diplôme de Master en Chimie*

*Spécialité : Chimie analytique*

### ***Thème***

Etude comparative des processus de fabrication de la margarine et des graisses végétales.

Soutenu le : 02 Octobre 2021.

Devant le jury composé de :

Nom & Prénom	Département d'affiliation	Qualité
Bezzi Nacer	Chimie	Président
Ait Braham Laila	Chimie	Examinatrice
Barka-Bouaifel Fatiha	Chimie	Encadreur

# ***Remerciements***

En premier lieu, nous tenons à remercier le bon Dieu qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier vivement notre promotrice : M<sup>me</sup> BARKA, d'avoir accepté de nous encadrer. Nous la remercions aussi pour son aide, ces conseils, ses orientations et pour sa patience, sa disponibilité intellectuelle qui a contribué à améliorer notre réflexion.

Nos remerciements vont également au président de jury Mr Bezzi et à l'examinatrice Mme Ait Braham d'avoir accepté d'examiner notre 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 Mr ZEROUAL et tout le personnel de la margarinerie CEVITAL.

Nous remercions tous les membres de nos familles pour leurs soutiens et encouragements, en particulier nos parents. Dans le souci de n'oublier personne, nous remercions vivement tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de nos études.

*Mohand et Sofiane*

# *Dédicaces*

*Dieux merci pour tout le bien et les privilèges que tu m'as procurés toute ma vie qui m'ont permis d'atteindre ce savoir-faire.*

*A celui qui a toujours garni mes chemins avec force et lumière, celui qui a combattu toute sa vie pour me procurer ce dont j'avais besoin. Autant de phrases et d'expressions aussi éloquents soit-elles ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance envers toi mon cher père.*

*A ma tendre mère : Tu représentes pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.*

*Je Vous dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester Votre fierté et ne jamais Vous décevoir. Que Dieux le tout puissant Vous préserve, vous accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit Vous protège de tout mal.*

*A mes adorables sœurs et leurs familles pour leurs tendresses, leurs complicités et leurs présences.*

*A mon cher frère pour qui je souhaite tous le bonheur et la réussite dans sa vie.*

*Au sens de l'espoir et l'innocence mes très chers nièces et neveux « Elïne, Nélia, Amira et Racim ».*

*A la mémoire de ma grand -mère que dieu garde son âmes dans son vaste paradis*

*Que Dieu leurs apportent le bonheur, les aident à réaliser tous leurs vœux et leurs offre un avenir plein de succès.*

*A toute ma famille : Grand père, Oncles, Tantes, Cousins et Cousines.*

*A tous mes amis en particulier Biba, Adel, Nourdine, Fares, Ali, Massi, Feriel et Thiziri.*

*A mon cher binôme qui a rester à mes coté et qui a eu la patience de me supporter durant ce mémoire.*

*A tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin.*

*Tous les mots que je pourrais utiliser seraient insuffisants pour vous témoigner l'amour que je vous porte. J'espère être à la hauteur de votre attente. Que dieu vous préserve et vous prête longue vie pleine de joie.*

*Mohand*

# Dédicaces

*Dieux merci pour tout le bien et les privilèges que tu m'as procurés toute ma vie qui m'ont permis d'atteindre ce savoir-faire.*

## *A ma très chère mère*

*Quoi que je fasse ou que je dise, je ne serai point te remercier comme il se doit. Ton affection me couvre, ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.*

## *A mon très cher père*

*Tu as toujours été à mes côtés pour me soutenir et m'encourager. Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection*

*Je vous remercie pour les efforts que vous avez fournis à mon égard. Je ne vous remercierai jamais assez pour l'éducation que vous m'avez offerte. Je vous dois ce que je suis devenu aujourd'hui. Que dieux vous protège et garde à nous. Je vous souhaite une longue vie pleine de bonheur et que dieux vous préserve en bonne santé.*

*A mes très chers frères Nadjim, Yazid et sa femme à qui je souhaite une belle réussite et une vie pleine de joie et de bonheur.*

*A mes adorables sœurs et leurs familles pour leurs tendresses et leurs présences à mes côtés.*

*A toute ma famille : grand père et grande mère, Oncle, Tantes, Cousins et Cousines.*

*A tous mes amis en particulier Tina, Sofiane, M'henni, Juba, Anis, Massi, Ferial et Thiziri, à qui je souhaite la réussite et le bonheur dans leurs vies.*

*A mon très cher binôme qui m'a épaulé durant ce travail et à qui je souhaite succès, santé et joie dans sa vie.*

*A tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin.*

*Tous les mots que je pourrais utiliser seraient insuffisants pour vous témoigner l'amour que je vous porte. J'espère être à la hauteur de votre attente. Que dieu vous préserve et vous prête longue vie de joie.*

*Sofiane*

## ***Liste des abréviations***

**OMS** : Organisation mondiale de la santé.

**CQI** : Contrôle de qualité interne.

**CQ** : Contrôle de qualité.

**AG** : Acide gras.

**AGI** : Acides gras insaturés

**AGCC** : Acide gras à chaîne courte.

**AGCM** : Acides gras à chaîne moyenne.

**AGCL** : Acides gras à chaîne longue.

**AGTLC** : Acides gras à très longue chaîne.

**CIP** : Cleaning in place (nettoyage en place).

**MG** : Matières grasses.

**ISO** : Organisation internationale de normalisation.

**NE** : Norme d'entreprise.

**pH** : Potentiel d'hydrogène.

**RMN** : Résonance magnétique nucléaire.

**SFC** : Taux de solide (Solide Fat Content).

**TA** : Titre alcalimétrique.

**TAC** : Titre alcalimétrique complet.

**TH** : Titre hydrométrique.

**DLC** : Date limite de consommation.

**EDTA** : acide Ethylène diamine Tétra acétate.

***Liste des figures***

<b>Figure 1</b> : Principales classes des huiles et graisses alimentaires .....	8
<b>Figure 2</b> : Composition des corps gras.....	10
<b>Figure 3</b> : Réaction d'estérification.....	11
<b>Figure 4</b> : Structure d'un acide gras.....	11
<b>Figure 5</b> : Structure des acides gras.....	13
<b>Figure 6</b> : Nomenclature d'un acide gras.....	13
<b>Figure 7</b> : Réaction de saponification.....	14
<b>Figure 8</b> : La composition de la margarine.....	18
<b>Figure 9</b> : Classification des margarines disponibles sur le marché mondial.....	19
<b>Figure 10</b> : Diagramme de fabrication de la margarine.....	22
<b>Figure 11</b> : Diagramme de fabrication des graisses végétales (shortening et smen).....	26
<b>Figure 12</b> : Spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN).....	33
<b>Figure 13</b> : Pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes.....	34
<b>Figure 14</b> : Variation du taux de solides en fonction de la température des différentes huiles.....	43
<b>Figure 15</b> : Variation du taux de solide des produits finis "Fleurial et Medina" en fonction de la température.....	51

***Liste des tableaux***

**Tableau 1 :** Les différentes analyses à effectuer pour chaque échantillon prélevé..... 30

**Tableau 2 :** Résultats des analyses organoleptiques effectuées sur l’huile raffinée. .... 41

**Tableau 3 :** Résultats des différentes analyses effectuées sur l’huile raffinée. .... 41

**Tableau 4 :** Les résultats d’analyses physico-chimiques de l’eau de processus. .... 43

**Tableau 5 :** Les résultats d’analyses organoleptiques effectué sur le lait..... 45

**Tableau 6 :** Les résultats des analyses physicochimiques effectués sur le lait. .... 46

**Tableau 7 :** Résultats des analyses organoleptiques de l’émulsion et produit fini. .... 47

**Tableau 8 :** Résultats des analyses physicochimie de l’émulsion et produit fini..... 48

**Tableau 9 :** les résultats d’analyse du poids du produit fini. .... 50

# *Table des matières*

Liste des abréviations .....	
Liste des figures.....	
Liste des tableaux.....	
Table des matières.....	

Introduction .....	1
--------------------	---

## *Présentation de l'organisme d'accueil.*

I. Présentation de l'organisme d'accueil CEVITAL Agro-industrie SPA .....	3
<b><i>I.1 La margarinerie .....</i></b>	<b><i>3</i></b>
<b><i>I.2 La raffinerie d'huiles.....</i></b>	<b><i>3</i></b>
<b><i>I.3 Unité de sauces.....</i></b>	<b><i>3</i></b>
<b><i>I.4 La raffinerie de sucre .....</i></b>	<b><i>4</i></b>
<b><i>I.5 Unité de boissons .....</i></b>	<b><i>4</i></b>

## *Partie théorique*

### *Chapitre I : Les corps gras.*

I. Généralités sur les corps gras .....	7
<b><i>I.1 Définition.....</i></b>	<b><i>7</i></b>
<b><i>I.2 Origine.....</i></b>	<b><i>7</i></b>
<b><i>I.3 Classification .....</i></b>	<b><i>8</i></b>
<b><i>I.4 Composition.....</i></b>	<b><i>9</i></b>
I.4.1 Les triglycérides .....	10
I.4.2 Les acides gras .....	11
I.4.2.1 Les acides gras saturés .....	12

I.4.2.2	Les acides gras insaturés .....	12
I.4.3	La nomenclature .....	13
<b>I.5</b>	<b>Les propriétés physico-chimiques .....</b>	<b>13</b>
I.5.1	Les propriétés physiques .....	13
I.5.2	Les propriétés chimiques .....	14
I.5.2.1	L'hydrolyse et la saponification .....	14
I.5.2.2	L'hydrogénation.....	14
<b>II.</b>	<b>Raffinage des huiles .....</b>	<b>14</b>
<b>II.1</b>	<b>Traitement de l'huile raffinée.....</b>	<b>15</b>
II.1.1	L'hydrogénation .....	15
II.1.2	Le fractionnement.....	15
II.1.3	L'interestérification.....	15
<b>II.2</b>	<b>Les différentes huiles brutes raffinées au niveau de CEVITAL .....</b>	<b>15</b>
<b>III.</b>	<b>La margarine .....</b>	<b>17</b>
<b>III.1</b>	<b>Définition.....</b>	<b>17</b>
<b>III.2</b>	<b>Composition.....</b>	<b>17</b>
<b>III.3</b>	<b>Classification des margarines.....</b>	<b>18</b>
<b>III.4</b>	<b>Les procédés de fabrication .....</b>	<b>19</b>
III.4.1	La préparation de la phase grasse .....	19
III.4.2	La préparation de la phase aqueuse.....	20
III.4.3	La préparation de l'émulsion .....	21
III.4.4	La pasteurisation.....	21
III.4.5	Le refroidissement et la cristallisation .....	21
III.4.6	L'emballage et le conditionnement .....	21
<b>III.5</b>	<b>Les facteurs de détérioration de la margarine .....</b>	<b>23</b>

<b>IV. Graisses végétales .....</b>	<b>24</b>
<b>IV.1 Définition.....</b>	<b>24</b>
<b>IV.2 Composition.....</b>	<b>24</b>
<b>IV.3 Classification des graisses végétales .....</b>	<b>24</b>
<b>IV.4 Les procédés de fabrication .....</b>	<b>24</b>
IV.4.1 La préparation de la phase grasse .....	25
IV.4.2 L'addition des micro-ingrédients .....	25
IV.4.3 Mélange de matière grasse (Mixte) .....	25
IV.4.4 Le refroidissement et la cristallisation .....	25
IV.4.5 L'emballage et le conditionnement .....	25
<b>IV.5 Les facteurs de détérioration des graisses végétales .....</b>	<b>26</b>
<b>V. Conclusion .....</b>	<b>27</b>
<b>I. Matériels et méthodes.....</b>	<b>30</b>

## **Partie pratique**

### **Chapitre II: Matériels et méthodes.**

<b>I.1 Échantillonnage.....</b>	<b>30</b>
<b>I.2 Analyses des échantillons.....</b>	<b>31</b>
I.2.1 Analyse des huiles, des émulsions et des produits finis .....	31
I.2.1.1 Les analyses organoleptiques.....	31
I.2.1.2 Les analyses physico-chimiques .....	31
I.2.1.2.1 Vérification du poids.....	31
I.2.1.2.2 Détermination de la teneur en eau (humidité) .....	31
I.2.1.2.3 Détermination de la teneur en sel.....	32
I.2.1.2.4 Détermination du taux de solide par RMN.....	33
I.2.1.2.5 Détermination du point de fusion .....	34

1.2.1.2.6	Détermination de l'indice de peroxyde .....	34
1.2.1.2.7	Détermination de l'indice d'acidité .....	35
1.2.1.2.8	Le potentiel d'hydrogène.....	36
1.2.2	L'eau osmosée .....	36
1.2.2.1	Les analyses organoleptiques.....	36
1.2.2.2	Les analyses physico-chimiques .....	36
1.2.2.2.1	Détermination du titre hydrométrique (TH).....	36
1.2.2.2.2	Mesure du titre alcalimétrique (TA) .....	37
1.2.2.2.3	Détermination du titre alcalimétrique complet (TAC).....	37
1.2.2.2.4	Dosage des chlorures par la méthode de Mohr .....	37
1.2.2.2.5	Détermination du potentiel hydrogène (pH).....	38
1.2.3	Le lait.....	38
1.2.3.1	Les analyses organoleptiques.....	38
1.2.3.2	Les analyses physico-chimiques .....	38
1.2.3.2.1	Détermination du potentiel hydrogène.....	38
1.2.3.2.2	Détermination de l'indice d'acide.....	39

### ***Chapitre III: Résultats et discussions.***

I.	Résultats et discussions.....	41
<b><i>1.1</i></b>	<b><i>Matières premières .....</i></b>	<b><i>41</i></b>
<b><i>1.2</i></b>	<b><i>Eau de processus .....</i></b>	<b><i>43</i></b>
<b><i>1.3</i></b>	<b><i>Le lait .....</i></b>	<b><i>45</i></b>
<b><i>1.4</i></b>	<b><i>Emulsion et produit fini .....</i></b>	<b><i>46</i></b>
	Conclusion générale.....	54
	Références bibliographiques .....	55

***INTRODUCTION***  
***GÉNÉRALE***

## ***Introduction***

Depuis 1981, l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS) utilise le terme « Contrôle Qualité Interne » (CQI), qui décrit et définit « un ensemble de procédures pour évaluer de manière continue le travail du laboratoire et les résultats qui en sortent ».

Le contrôle des processus est un élément essentiel du système de gestion de la qualité. Il fait référence au contrôle des activités liées aux processus de manipulation et d'analyse des échantillons afin de produire des résultats justes et fiables.

Le contrôle de qualité concerne les activités liées à la phase analytique. Le but du contrôle de qualité est de détecter, d'évaluer et de corriger les erreurs dues à un défaut du système d'analyses, des conditions de l'environnement ou des conditions d'exécution de l'opérateur avant que les résultats d'analyse ne soient rendus.

Le contrôle est un acte technique permettant de déterminer la conformité d'un produit. Pour effectuer un contrôle sur un produit, il faut au préalable en déterminer les caractéristiques et choisir les limites (c'est à dire les tolérances) à l'intérieur desquelles le produit est conforme. Il faut que ces limites soient connues par le « contrôleur » qui effectuera le contrôle.

Il implique également qu'à l'issue de l'acte technique de contrôle, une décision soit prise en ce qui concerne la conformité :

- produit conforme.
- produit non conforme qui doit être rebuté.
- produit non conforme pouvant être retouché.
- produit non conforme pouvant être accepté en dérogation.

Le terme CQ sera utilisé dans notre étude pour signifier l'utilisation de matériel de contrôle pour contrôler la justesse et la précision de tous les processus de fabrication de la margarine et des graisses végétales associés à la phase analytique.

Notre étude est basée sur le suivi des étapes de fabrication de la margarine et des graisses végétales produites au niveau de l'entreprise CEVITAL, à partir de la matière première jusqu'au produit fini. Il concerne également les analyses organoleptiques et physico-chimiques effectuées afin d'évaluer la qualité du produit et assurer leur conformité aux normes.

Pour atteindre cet objectif, nous avons subdivisé cette étude en deux grandes parties :

- Une partie bibliographique qui aborde les généralités sur les corps gras, la margarine, les graisses végétales et leurs procédés de fabrications au sein de l'entreprise CEVITAL.
- Une partie pratique présentant les différentes analyses effectuées, les résultats obtenus et leurs interprétations ainsi que l'importance du contrôle de qualité chez une entreprise.

Nous achèverons notre travail par une conclusion générale.

***PRÉSENTATION DE L'ORGANISME  
D'ACCUEIL CEVITAL AGRO-INDUSTRIE  
SPA***

## ***I. Présentation de l'organisme d'accueil CEVITAL Agro-industrie SPA***

CEVITAL est un groupe familial de plusieurs sociétés, créé par des fonds privés en 1998 à Bejaia par l'homme d'affaires Isaad Rebrab. C'est le plus grand complexe industriel agroalimentaire privé en Algérie. Il joue un rôle important dans l'économie nationale et il vise à satisfaire le marché Algérien en offrant une large gamme de produits de qualité supérieure.

Implanté à l'extrême Est du port de Bejaia, le complexe CEVITAL est constitué de plusieurs unités de production, équipées de la dernière technologie et poursuit son développement par divers projets en cours de réalisation.

Le Complexe Agro-alimentaire est composé de plusieurs unités de production notamment : la margarinerie, la raffinerie d'huiles, unité de sauces, raffinerie de sucre et unité de boissons.

### ***1.1 La margarinerie***

CEVITAL produit une gamme variée de margarines et des graisses végétales enrichies en vitamines A, D, E. Certaines margarines sont destinées à la consommation directe telle que « Matina, Rania, le beurre gourmand et Fleurial ». D'autres sont spécialement produites pour les besoins de la pâtisserie moderne ou traditionnelle, à l'exemple de la « parisienne ». Et y'a aussi des graisses végétales qui sont destinées aux besoins de la pâtisserie moderne ou traditionnelle, comme « Smen ». Et y'a ceux qui sont destinées à l'industrie comme « Shortening ».

L'usine produit 600 tonnes/jour de ces produits et exporte une partie de cette production vers l'Europe, le Maghreb et le Moyen-Orient.

### ***1.2 La raffinerie d'huiles***

Elles sont issues essentiellement de la graine de Tournesol, de Soja et de Palme. Elles sont conditionnées dans des bouteilles de diverses contenances allant de (1 à 5 litres), après qu'elles aient subi plusieurs étapes de raffinage et d'analyse. Cevital produit en moyenne 2300 tonnes d'huile par jour. Une partie est destinée à l'exportation vers le Maghreb et le moyen orient. Les principales huiles produites sont :

- Fleurial plus : 100% tournesol sans cholestérol, riche en vitamine (A, D, E).
- Elio et Fridor: ce sont des huiles 100% végétales sans cholestérol, qui contiennent de la vitamine E.

### ***1.3 Unité de sauces***

Les types de sauces que Cevital fabrique sont :

- La mayonnaise Fleurial et Elio.
- Le Ketchup Fleurial.
- La moutarde Fleurial.
- La sauce barbecue.

- L'harissa Fleurial.
- La sauce vinaigrette Fleurial.

### ***1.4 La raffinerie de sucre***

Il est issu du raffinage du sucre roux de canne riche en saccharose. Le sucre raffiné est conditionné dans des sachets de 1 Kg, 5 Kg et 50 Kg et aussi commercialisé en morceau dans des boîtes de 1 Kg.

CEVITAL produit aussi du sucre liquide pour les besoins de l'industrie agroalimentaire et plus précisément pour les producteurs des boissons gazeuses. La production de sucre a été lancée en 2009 avec une capacité de production de 1600 tonnes/ jour. Avec les extensions, elle s'est élevée à 6500 tonnes/ jour et une exportation pour les plus grandes entreprises telle que Coca Cola et Ferrero Rocher.

### ***1.5 Unité de boissons***

Les différentes boissons que CEVITAL produit sont :

- L'eau minérale « Lalla Khedidja ».
- Les jus de fruits.
- Les sodas.

Le contrôle de qualité à CEVITAL se fait aux différents stades, de l'arrivée de la matière première jusqu'à la commercialisation du produit final.

Le complexe CEVITAL est doté de plusieurs laboratoires qui sont affiliés à chaque unité de production.

# ***PARTIE THÉORIQUE***

# ***CHAPITRE I***

## ***LES CORPS GRAS***

## ***Les corps gras***

Le travail présenté dans ce mémoire est effectué au niveau du complexe agro-alimentaire de CEVITAL. Il concerne le processus de fabrication des graisses végétales et de la margarine.

La première partie de notre manuscrit est consacrée à la présentation de l'organisme d'accueil ainsi qu'aux graisses végétales et margarines.

### ***I. Généralités sur les corps gras***

Les corps gras sont consommés par l'homme depuis les temps les plus anciens. Leurs utilisations ont évolué au cours des siècles.

A partir du 19<sup>ème</sup> siècle, les corps gras prennent de l'importance au fur et à mesure du développement de l'industrialisation, de l'augmentation de l'offre et de l'amélioration de la qualité des repas. En 1866, Napoléon III organise un concours original pour l'invention d'un corps gras « sain, économique et de bonne conservation » destiné aux classes laborieuses où le beurre est un luxe, ainsi qu'à la Marine et à l'Armée qui ne peuvent le conserver dans de bonnes conditions. Et c'est un chimiste et pharmacien français Hippolyte Mège-Mouriès qui est primé. En 1869, il dépose son brevet dans différents pays et donne le nom de margarine à la substance obtenue par son procédé.

Même si les propriétés des corps gras étaient connues depuis très longtemps, il a fallu attendre 1815 pour que Michel Eugène Chevreul (1786 - 1889) montre la nature chimique exacte d'un corps gras. Au cours des dernières années, les connaissances physiques, chimiques et biochimiques des corps gras ont fait un prodigieux bond en avant qui a permis :

- d'analyser la composition des corps gras.
- d'établir des normes pour chaque type de produit.
- d'améliorer la qualité, la pureté, la conservation et la stabilité des produits.
- d'adapter leur mode de stockage et de préserver leurs qualités nutritionnelles.

#### ***I.1 Définition***

D'un point de vue chimique, les corps gras sont composés de carbone, d'hydrogène et d'oxygène et appartiennent à la catégorie des esters, combinaison d'un alcool, le glycérol et d'acides organiques particuliers, les acides gras.

Les corps gras sont un des constituants de notre ration alimentaire quotidienne. On en parle souvent comme s'ils étaient tous semblables et équivalents. En fait, ils sont différents selon leur origine, leur consistance, leur composition, leur présentation et leur rôle dans l'organisme.

#### ***I.2 Origine***

Les corps gras peuvent avoir deux origines bien distinctes :

- une origine animale qui concerne le beurre, la crème, le saindoux, la graisse de bœuf ou d'oie...

La composition en acides gras, constituants fondamentaux des corps gras, varie selon les animaux (mammifères ou poissons...) et selon leur mode de vie (domestique ou sauvage...).

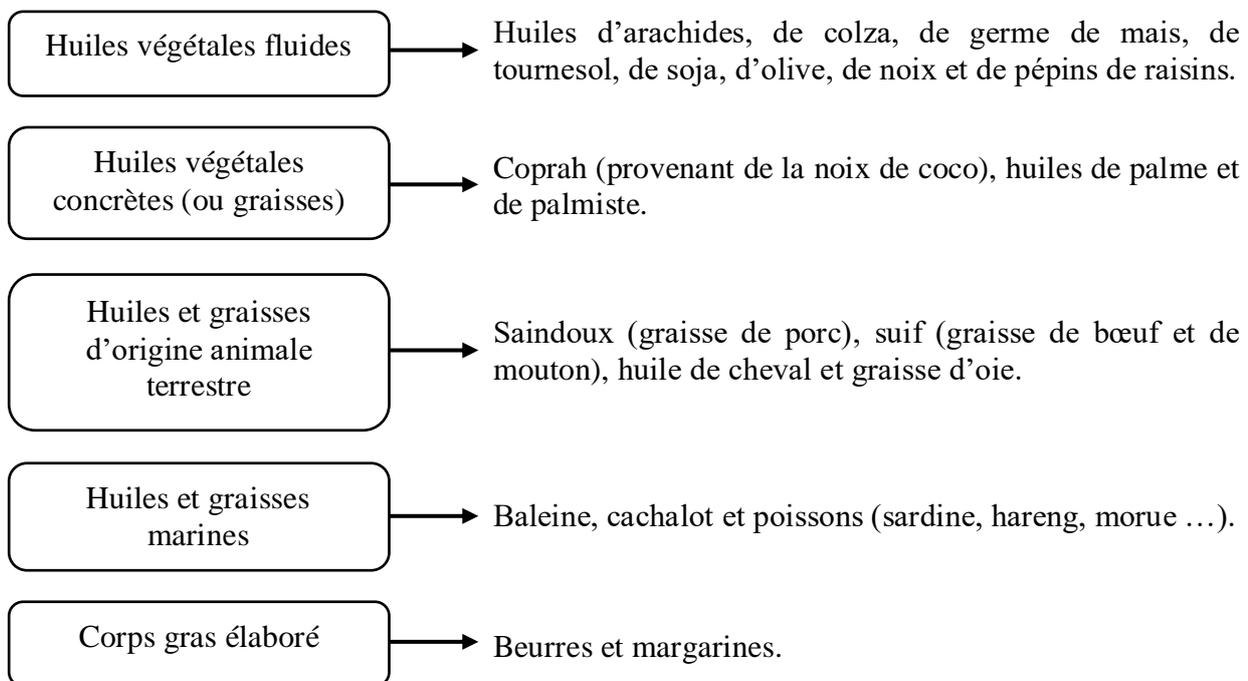
- une origine végétale qui concerne les huiles et les margarines.

D'autre part, les corps gras peuvent se présenter sous deux formes : huiles liquides et graisses solides. On différencie généralement les huiles des autres graisses par leur point de fusion. Les huiles sont des corps gras liquides à la température ambiante, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température.

### 1.3 Classification

On peut classer les corps gras selon deux paramètres essentiels qui sont leurs origines et leurs compositions.

Habituellement, les huiles et les graisses alimentaires sont classées selon les principales catégories résumées dans la figure 1 :



**Figure 1** : Principales classes des huiles et graisses alimentaires<sup>[1]</sup>.

On classe les corps gras comme suit :

- Huiles saturées se composent de 90% d'huile de coprah qui est riche en acides gras saturés.
- Huiles riches en acides gras saturés et en acide oléique : (huile d'arachide saturés – oléique et huile d'olive saturés – oléique).

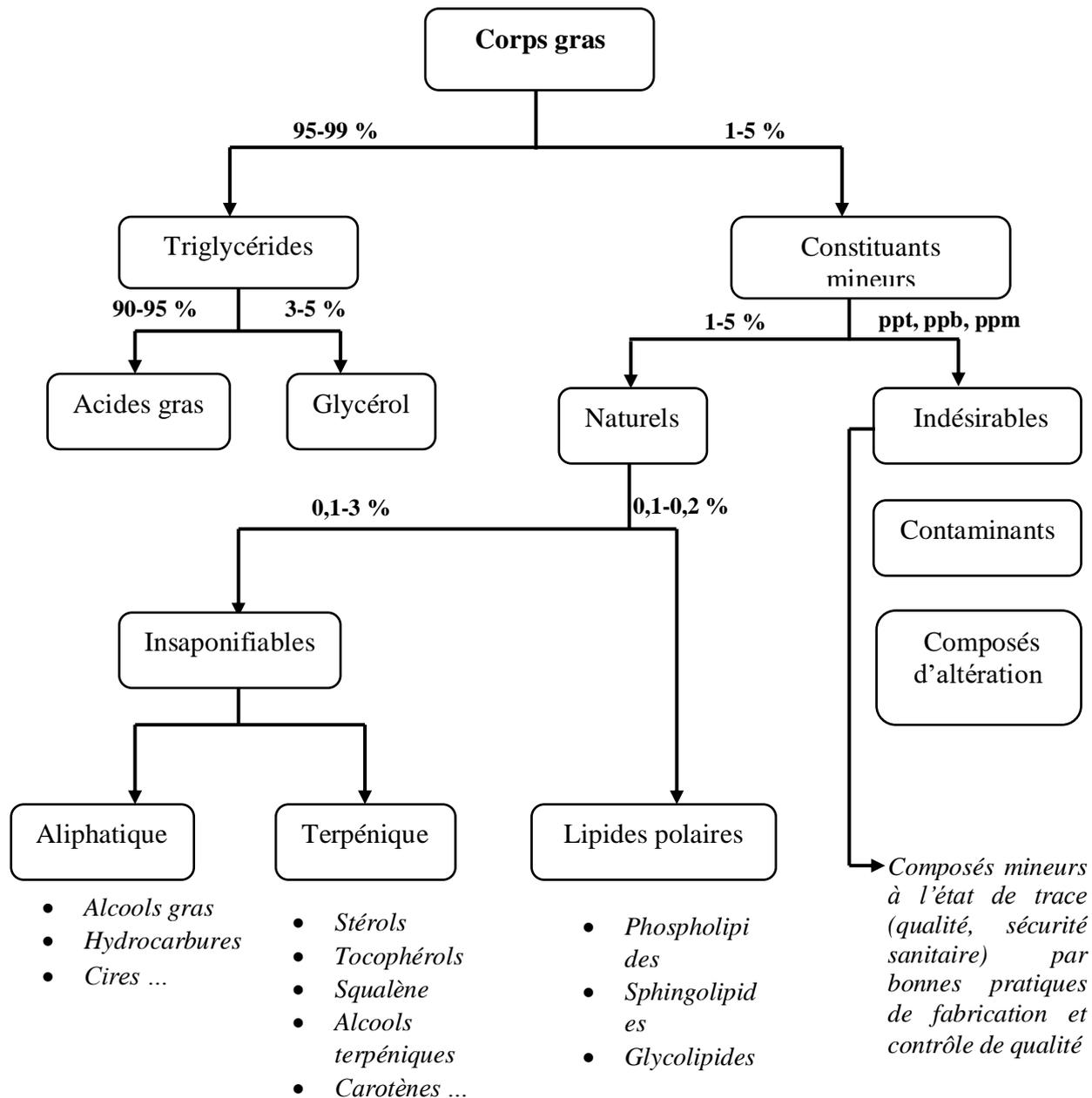
- Huiles riches en acides gras poly insaturés : (huile de carthame 75% (saturés 10%), huile de noix (saturés 10%), huile de pépins de raisin (saturés 13%), huile de tournesol (saturés 12%) huile de soja (saturés 13%)).
- Huiles intermédiaires nouvelle huile de colza (saturés 7%, oléique 60%, poly insaturés 29%) <sup>[2]</sup>.

## ***1.4 Composition***

Les corps gras sont majoritairement constitués de lipides. Ces derniers sont composés de :

- triglycérides à raison de 95 à 98 %
- constituants “mineurs” tels que : les acides gras libres, les mono et diglycérides, les phospholipides, les tocophérols, les stérols, des colorants naturels et des vitamines.

La figure 2 donne les différents constituants des corps gras et leurs compositions.



**Figure 2** : Composition des corps gras.

Les principaux constituants des corps gras sont les triglycérides et les acides gras.

### I.4.1 Les triglycérides

Les triglycérides sont les constituants principaux des graisses animales, de l'huile végétale et des produits laitiers. Ils sont les plus abondants des glycérides et se retrouvent dans différents êtres vivants. Ils résultent de l'estérification des trois fonctions alcool du glycérol par trois acides gras. Ils peuvent être homogènes lorsque les molécules d'acides gras qui estérifient le glycérol sont

identiques et hétérogènes ou mixte dans le cas contraire <sup>[3]</sup>. La figure 3 schématise le principe de la réaction d'estérification.

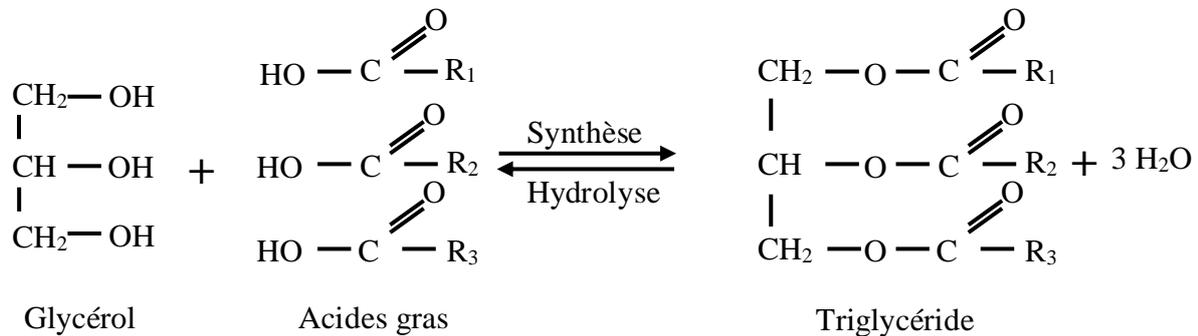


Figure 3 : Réaction d'estérification.

### I.4.2 Les acides gras

Les acides gras sont des molécules organiques constituées d'une chaîne carbonée portant un groupement carboxyle à l'une de ses extrémités. L'autre extrémité de la chaîne se termine par un groupe méthyl  $\text{CH}_3$  <sup>[4]</sup> tel qu'elle est représentée dans la figure 4.

La fonction acide carboxylique réagit avec les alcools et les amines pour former des esters et des amides ; c'est sous cette forme combinée qu'ils existent dans les aliments <sup>[5]</sup>.

Les acides gras sont classés selon le nombre d'atomes de carbone et des insaturations présents dans leur structure ; ce qui leur confèrent des propriétés différentes :

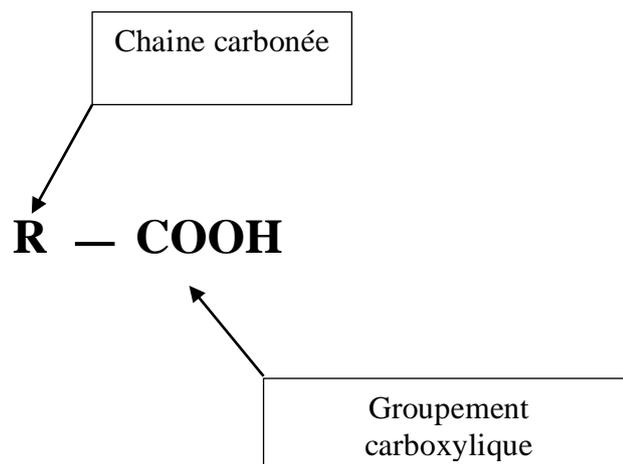
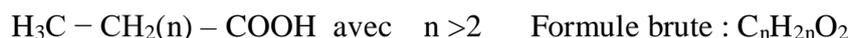


Figure 4 : Structure d'un acide gras.

- La longueur de la chaîne carbonée : on distingue 4 groupes d'acides gras (les acides gras à chaîne courte (AGCC) : 4 à 6 carbones – les acides gras à chaîne moyenne (AGCM) : 8 à 10 carbones, voire 8 à 14 carbones selon certains auteurs <sup>[4] [6] [7]</sup> – les acides gras à chaîne longue (AGCL) : 12 à 18 carbones – les acides gras à très longue chaîne (AGTLC) : plus de 20 carbones <sup>[8]</sup>.
  - Leur degré d'insaturation, c'est à dire le nombre de doubles liaisons carbone-carbone dans la molécule, généralement au nombre de 0 à 6 <sup>[9]</sup>.
  - La position des doubles liaisons (isomérisation de position).
  - La forme des doubles liaisons (isomérisation géométrique cis ou trans).
- Selon que la chaîne carbonée comporte une insaturation ou non, on distingue deux classes : les acides gras saturés et les acides gras insaturés (figure 5).

#### I.4.2.1 Les acides gras saturés

Ils ont une formule générale :



Dans les huiles, les acides gras les plus fréquemment rencontrés sont l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C18 :0). Les acides gras saturés ayant un nombre de carbone supérieur à 10 sont solides et assez stables à la température ambiante <sup>[10]</sup>.

La libre rotation autour de chacune des liaisons carbonées rend ces molécules extrêmement flexibles.

#### I.4.2.2 Les acides gras insaturés

De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons, ils sont dits insaturés. Au niveau d'une double liaison il manque deux atomes d'hydrogène du même côté de la molécule, l'espace ainsi libéré crée un point de faiblesse dans la chaîne qui entraîne une angulation <sup>[1]</sup>.

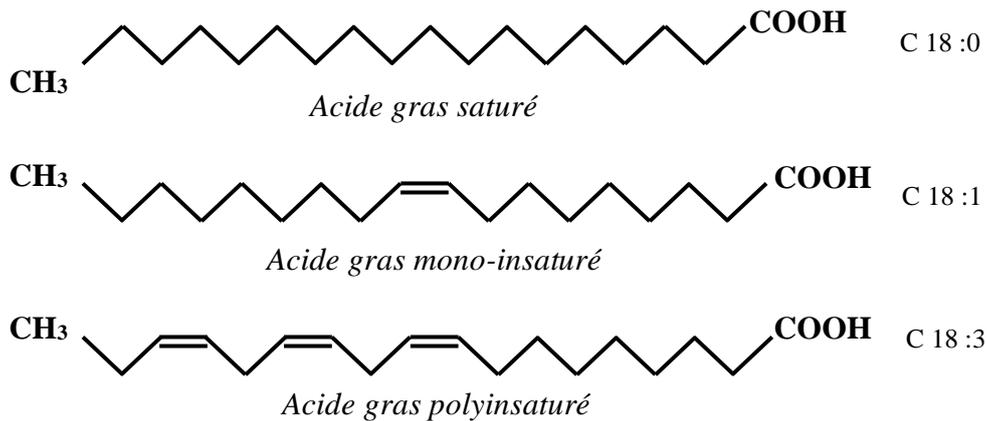


Figure 5 : Structure des acides gras.

### I.4.3 La nomenclature

La nomenclature des acides gras est complexe et n'est pas uniforme d'un auteur à l'autre. Elle devient d'autant plus complexe que l'on veut dans un seul nom ou un seul symbole indiquer les nombreuses caractéristiques de ces composés: la longueur de la chaîne carbonée, le degré de saturation ou d'insaturation, la position de la ou des double(s) liaison(s) sur la chaîne <sup>[11]</sup>. Comme il est indiqué dans la figure 6.

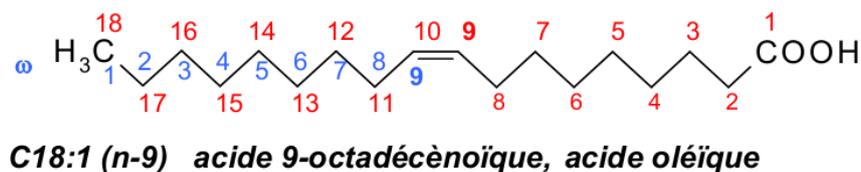


Figure 6: Nomenclature d'un acide gras.

## I.5 Les propriétés physico-chimiques

Les corps gras sont caractérisés par des propriétés physiques et des propriétés chimiques particulières.

### I.5.1 Les propriétés physiques

Les principales propriétés physiques des corps gras sont résumées ci-dessous :

- Etat naturel et aspect : selon leur composition chimique, les corps gras sont liquides ou solides à la température ambiante.
- Masse volumique : c'est la masse de l'unité de volume exprimée en grammes par cm<sup>3</sup> à une température T. La densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 et celle des corps gras animaux varie de 0,866 à 0,933.
- Température de fusion et température de solidification : ils permettent d'apprécier le degré de pureté d'un corps gras.

- Solubilité : tous les acides gras dont le nombre de carbone est supérieur à 8 sont insolubles dans l'eau et sont généralement solubles dans les solvants organiques tels que l'éther, le chloroforme et le benzène [12].
- Viscosité : la viscosité des acides gras et des triglycérides est liée à leurs structures, à la longueur de la chaîne et à leur saturation. Elle augmente avec le poids moléculaire et diminue avec l'augmentation de l'insaturation. La viscosité des huiles est relativement très élevée.

## I.5.2 Les propriétés chimiques

Les propriétés chimiques des glycérides dépendent essentiellement de celle des acides gras qui les constituent. Les réactions les plus importantes des acides gras sont l'hydrolyse, la saponification et l'hydrogénation.

### I.5.2.1 L'hydrolyse et la saponification

L'hydrolyse des triglycérides libère un ou plusieurs acides gras. La réaction peut se faire par l'acide sulfurique ou par voie enzymatique.

La saponification est une hydrolyse alcaline par la potasse (KOH) ou la soude (NaOH) selon la réaction suivante (figure 7) :

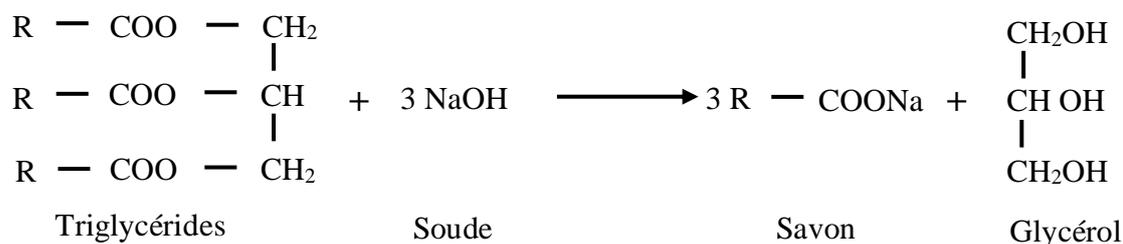


Figure 7 : Réaction de saponification.

### I.5.2.2 L'hydrogénation

En présence d'hydrogène et d'un catalyseur (nickel finement divisé), les doubles liaisons des AG insaturés des triacylglycérols sont saturées.

## II. Raffinage des huiles

Les huiles brutes importées renferment de nombreuses substances outre que les lipides, certaines apportent des propriétés intéressantes comme les vitamines ou les stérols, d'autres ont un effet négatif sur la qualité et la conservation des huiles. Ces molécules peuvent donner un mauvais goût, un aspect indésirable, une mauvaise odeur et perturbent les propriétés fonctionnelles [13] [14].

Toutes les huiles végétales destinées à l'industrie alimentaire subissent un processus de raffinage afin d'améliorer la saveur et la qualité physique de ses produits.

L'objectif principal du raffinage d'une huile est de réduire son contenu en phospholipides,

métaux, acides gras libres, savons, pigments...etc, qui ont un effet néfaste sur sa qualité en terme de stabilité oxydative. Il convient par ailleurs de conserver un maximum de constituants reconnus comme bénéfiques exemple des stérols <sup>[15]</sup>.

Pagès-Xatart-Parès subdivise les procédés de raffinage en deux: le raffinage chimique et le raffinage physique <sup>[16]</sup>.

Le choix entre raffinage physique et chimique se fait en fonction de la nature de l'huile, de sa qualité et des objectifs visés.

## ***II.1 Traitement de l'huile raffinée***

Les huiles et graisses présentent des caractéristiques de fusion spécifique, dont certaines huiles sont naturellement liquides à la température ambiante telle que les huiles de tournesol, colza, de soja, tandis que d'autres sont semi-solides comme l'huile de palme, et d'autres, sont totalement solides (huile de coprah) <sup>[11]</sup>.

Leur utilisation dans les produits alimentaires, peut nécessiter une adaptation de ces caractéristiques. Trois opérations réglementairement autorisées dans les domaines alimentaires, permettent à l'industriel de confectionner, par transformation des matières grasses. Ces opérations sont l'hydrogénation, le fractionnement et l'interestérisation.

### **II.1.1 L'hydrogénation**

Son objectif est de convertir les huiles liquides en corps gras semi-solides afin de pouvoir les transporter, les stocker et les cuisiner. En plus l'hydrogénation augmente la stabilité des corps gras à la chaleur et à l'oxygène (meilleure résistance à l'oxydation) <sup>[17] [18]</sup>.

### **II.1.2 Le fractionnement**

Le fractionnement est une opération industrielle qui a pour but de réaliser une séparation entre les constituants des huiles et des graisses à point de fusion élevé, souvent les glycérides riches en acides gras saturés, ou même ceux qui ont un point de fusion faible <sup>[19]</sup>.

### **II.1.3 L'interestérisation**

L'interestérisation est un procédé chimique ou enzymatique permettant de modifier la structure glycérique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras dans les triglycérides. Il est possible en interestérisant un pré-mélange de matières grasses d'obtenir de nouvelles matières premières ayant des propriétés intéressantes au niveau de leur vitesse de cristallisation influençant directement les caractéristiques organoleptiques du mélange <sup>[20]</sup>.

## ***II.2 Les différentes huiles brutes raffinées au niveau de CEVITAL***

Les différentes huiles brutes traitées par CEVITAL pour la fabrication de la margarine sont :

- Les huiles fluides : nécessitant un raffinage physique et chimique (soja, tournesol, colza et maïs).
- Les huiles hydrogénées : subissant uniquement un raffinage physique :
  - Equivalent de l'huile de soja hydrogénée, c'est une graisse interestérisées (E. HBO).
  - Equivalent de l'huile de palme hydrogénée, c'est une graisse interestérisées (E. HPO).
  - Graisse de COPRAH (CPO).
  - Oléine doublement fractionnée (ODF).
  - Stéarine de PALME : Graisse destinée à la margarine.

### III. *La margarine*

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 pour fournir la marine. Le concours fut remporté par le chimiste et pharmacien français Hippolyte Mège-Mouriès <sup>[21]</sup>.

Hippolyte Mège-Mouriès réalisa une émulsion blanche résultante de graisse de bœuf fractionnée, de lait et de l'eau. Le brevet est déposé en 1872 et la commercialisation de la margarine fut alors développée.

Aujourd'hui, la margarine est bien différente de celle produite en 1869, les progrès de la science au début du XXe siècle et notamment la découverte des procédés d'hydrogénation des huiles ont permis d'utiliser les huiles et graisses végétales dans la fabrication des margarines, pour pallier le manque de disponibilité de graisse de bœuf <sup>[22]</sup>.

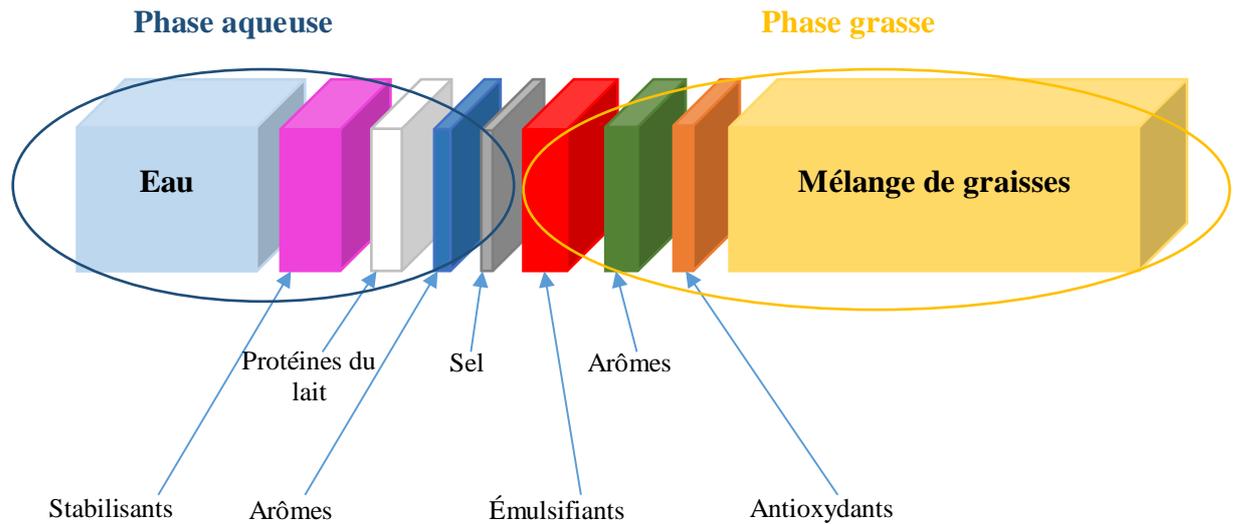
#### **III.1 Définition**

Selon Dupin et al, la margarine se définit comme étant une émulsion de type eau dans l'huile, qui comprend deux phases essentielles : une phase grasse (continue) et une phase aqueuse (dispersée). Elle contient aussi des additifs repartis dans les deux phases, une partie dans la phase grasse et une autre dans la phase aqueuse <sup>[23]</sup>.

#### **III.2 Composition**

Selon Karleskind et Wolff <sup>[24]</sup>, toutes les margarines ont en général une composition globale très proche. La composition globale de la margarine est résumée dans la figure 8. Elle renferme environ 80% de phase grasse, 16% d'eau et 2% d'additifs :

- 80% à 82% de phase continue, appelée phase grasse.
- 16% à 18% d'eau et/ou de lait, constituant la phase aqueuse.
- 2% d'additifs, obligatoires (antioxydants, sel,...etc.), ou facultatifs (amidons, sucres,...etc.)



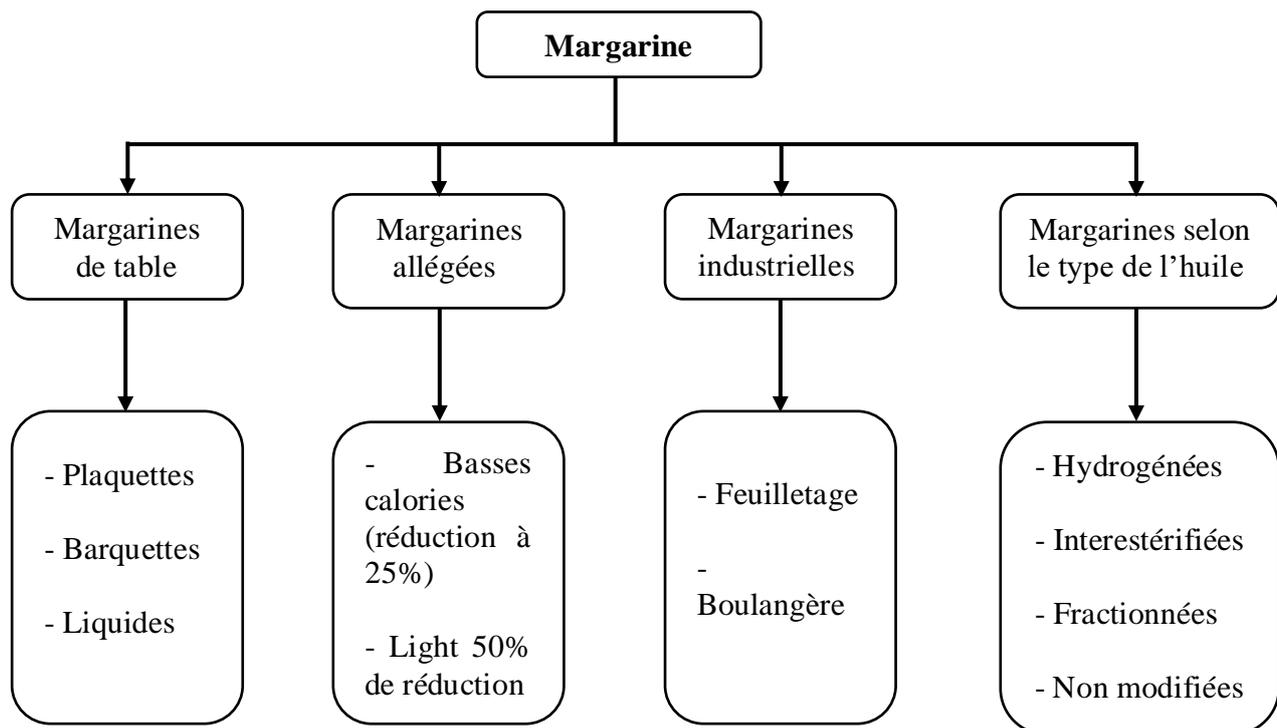
**Figure 8** : La composition de la margarine [25].

### III.3 Classification des margarines

Aujourd'hui, il existe un grand nombre de margarines qui se différencient par la composition des deux phases, leurs points de fusion et leurs usages.

D'après O'Brien [26], la classification des principales margarines retrouvées sur le marché mondial est donnée dans la figure 9 et se résume comme suit:

- Margarines de table : comprennent les margarines en plaquettes, barquettes et les margarines liquides.
- Margarines allégées : regroupent les margarines à basses calories (émulsion contenant entre 60% à 62% de matière grasse) et les margarines light (50% de réduction). Elles sont facilement tartinables à la température de réfrigération.
- Margarines industrielles : elles regroupent les margarines de feuilletage et les margarines boulangères.
- Margarines selon le type de l'huile : ce type regroupent les margarines fabriquées à base des huiles hydrogénées, inter estérifiées, fractionnées ou non modifiées.



**Figure 9** : Classification des margarines disponibles sur le marché mondial [26].

### III.4 Les procédés de fabrication

Le processus de fabrication de la margarine se compose de six étapes : la préparation de la phase huileuse (grasse) et de l'émulsifiant, la préparation de la phase aqueuse, la préparation de l'émulsion, la pasteurisation, la cristallisation, remplissage ou emballage et le stockage.

#### III.4.1 La préparation de la phase grasse

C'est un mélange de graisses et d'huiles raffinées en état et/ou modifiées par fractionnement, trans estérification ou hydrogénation [27]. La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion (80% à 82%), elle peut être d'origine végétale, animale, ou marine selon les performances souhaitées par la production [28].

Le choix des huiles de cette phase détermine en grande partie, les qualités du produit fini notamment : sa texture, sa consistance, son point de fusion, sa stabilité vis-à-vis de l'oxygène et sa valeur nutritive.

Mis à part le mélange d'huile, des ingrédients liposolubles mineurs sont additionnés à la phase grasse tels que : les émulsifiants, les colorants, les arômes, les vitamines et les antioxygènes.

- Les émulsifiants : un émulsifiant est un additif alimentaire indispensable qui contient un pôle hydrophobe et un autre pôle hydrophile qui lui permet de créer une émulsion homogène et stable. Les émulsifiants permettent aux mélanges de matières grasses et d'eau d'être miscibles entre eux.

On distingue des produits naturels (lécithine de soja et le jaune d'œuf) et des produits non

naturels tels que les mono-glycérides et diglycérides [15]. Ils représentent la gamme d'additifs la plus utilisée dans l'industrie alimentaire. Leur particularité est d'apporter à la margarine la stabilité et la texture [29].

- Les 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 ou le  $\beta$ -carotènes [30].
- Les arômes : les margarines sont aromatisées par des arômes de synthèse (par exemple, le diacétyl), ou par des préparations aromatiques plus complexes (cocktail d'arômes) conformes aux dispositions réglementaires [31].
- Les vitamines liposolubles : les vitamines liposolubles utilisées essentiellement sont les vitamines A et D pour des besoins nutritionnels du produit et la vitamine E comme un antioxydant [15].
- Les antioxygènes : ajoutés à la phase grasse pour la protéger de l'autoxydation chimique, responsable du rancissement. La réglementation française autorise l'addition des antioxygènes à raison de 100 ppm [32].

### III.4.2 La préparation de la phase aqueuse

La phase aqueuse représente environ 16% à 18% de la composition globale de la margarine, constituée généralement de l'eau, de lait ou bien d'un mélange de ces deux composés.

- L'eau : c'est le constituant le plus important de la phase aqueuse des margarines sans lait ; elle doit être pure, bactériologiquement saine et de bon goût [13].
- Le lait : additionné une fois modifié, pour servir d'apport d'arôme à la margarine (dans le cas où l'addition d'arômes est interdite) [13].

#### La préparation du lait

La préparation du lait se fait dans un bac, où on mélange la poudre du lait avec l'eau en prenant en considération le volume à appliquer pour avoir des concentrations bien définies.

Des additifs hydrosolubles sont ajoutés à la phase aqueuse tels que : les révélateurs, le sucre et le sel, les correcteurs de pH et les conservateurs.

- Les révélateurs : l'amidon est additionné comme révélateur, à une dose de 0,2% dans le but de distinguer la margarine du beurre [33].
- le sel et le sucre : ils sont additionnés afin de donner à la margarine son propre goût. Le sucre donne à la margarine une couleur brune au chauffage. Le sel est ajouté pour améliorer la sapidité de la margarine, comme il joue un rôle de conservateur (contribue à la protection du produit contre la dégradation microbologique) [24] [27].

## La préparation de la saumure

La saumure est une solution de sel qui est préparée dans un bac spécial. On la prépare en faisant dissoudre une quantité bien précise de sel dans un volume d'eau défini par rapport à la quantité de sel pour avoir une concentration bien définie.

- Les correcteurs de pH : l'acide citrique est un antioxydant synergiste (avec l'acide sorbique) qui permet le contrôle du pH de la phase aqueuse. Son utilisation est autorisée à des doses maximales de 0,1% [34].
- Les conservateurs : ils constituent une classe d'additifs indispensables car ils prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires. Parmi les composés les plus utilisés, on trouve l'acide sorbique [35].

### III.4.3 La préparation de l'émulsion

Une fois la préparation terminée, les deux phases doivent être envoyées alternativement vers un bac d'émulsion. D'après Faur, les émulsifiants se placent à l'interface eau/huile permettent leur union en présence des deux paramètres importants (agitation et chauffage) pour former une émulsion homogène [13].

On verse d'abord la phase grasse dans la cuve d'émulsion en présence de chauffage et l'agitation. Une fois atteint une température +10°C de son point de fusion, on ajoute la phase aqueuse. La durée d'agitation permet d'obtenir une phase dispersée composée de bulles de plus en plus fines. L'émulsion est stabilisée par les émulsifiants qui se placent à l'interface eau/huile, et maintiennent la structure grâce à leur caractère amphiphile (c'est-à-dire lipophile et lipophobe).

### III.4.4 La pasteurisation

Après que l'émulsion préparée soit stable, elle passe dans un pasteurisateur à plaque pour subir un traitement thermique de 82°C jusqu'à 85°C pendant 3 à 4 secondes. Ensuite, on procède à un refroidissement jusqu'à atteindre environ 5°C au-dessus du point de fusion afin d'assurer la destruction des germes tout en préservant les qualités organoleptiques [36].

### III.4.5 Le refroidissement et la cristallisation

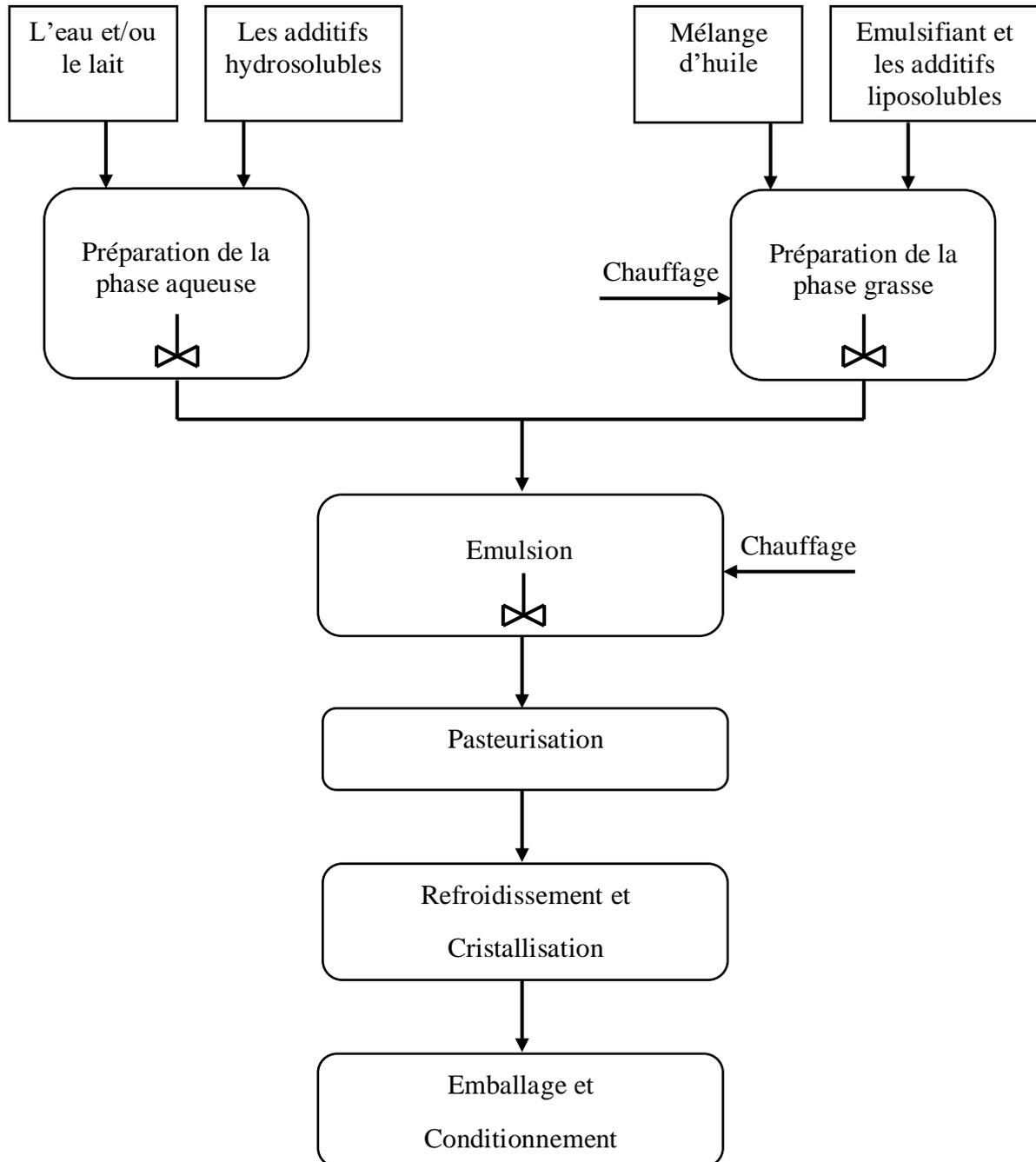
Pour maintenir de façon durable l'émulsion sortante du pasteurisateur et compléter ainsi l'action des émulsifiants, le mélange est refroidi (à l'azote liquide souvent par échangeur de chaleur) à très basse température, ce qui permet une cristallisation de la phase grasse. La formation des cristaux entraîne un meilleur maintien de la structure de la margarine [19].

### III.4.6 L'emballage et le conditionnement

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée, grâce à des pompes hautes pressions, puis conditionnée et mise en carton puis sur plaquettes et stockée selon le produit [19].

Ces deux étapes ont pour but de conserver les propriétés essentielles de la margarine en particulier : le goût, la fraîcheur et la couleur.

Le principe général de fabrication de la margarine au niveau de Cevital est illustré dans la figure 10 suivante:



**Figure 10** : Diagramme de fabrication de la margarine.

Le CIP (cleaning in place) est une étape très importante qui vient juste après la fin du procédé de fabrication de la margarine pour éliminer toutes traces des résidus et pour empêcher le développement de microorganismes liés à la présence de la phase aqueuse.

### ***III.5 Les facteurs de détérioration de la margarine***

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

- L'acidification résulte de l'hydrolyse de la liaison ester des triglycérides qui conduit à la formation d'acides gras libres préjudiciables à la qualité du corps gras (goût de savon).
- L'oxydation résulte de l'action de l'oxygène sur les doubles liaisons, cette réaction est auto catalytique et nécessite des quantités infimes d'oxygène pour se déclencher et se poursuivre. La réaction aboutie à la formation des molécules d'acides, aldéhydes, cétones et alcools à chaînes courtes volatils responsables de la flaveur rance des corps gras oxydés.
- La lumière : en particulier les rayons UV qui exercent une action catalytique.
- La température élevée et la durée de stockage.
- La présence des germes lipolytiques.

L'altération physique est due à la modification de la consistance de la margarine. Elle est due à son tour au phénomène de recristallisation. La formation de ces cristaux entraîne la réduction de la phase liquide par rapport à la phase solide et conduit en général à la perte de la texture, la saveur et l'apparence recherchée <sup>[37] [38]</sup>.

## **IV. Graisses végétales**

La graisse végétale a été développée au début des années 1900 comme alternative plus économique et nutritionnelle à la graisse animale. Une graisse végétale que les végétariens et les personnes ayant des restrictions alimentaires religieuses pouvaient utiliser dans la cuisine et la pâtisserie.

La graisse végétale est typiquement fabriquée à partir d'huiles végétales hydrogénées et partiellement hydrogénées, telles que le maïs, les graines de coton ou le soja. Elle a un point de fumée plus élevé que le beurre et la margarine et contient 100% de matières grasses (par rapport au beurre et à la margarine qui contiennent des solides du lait). Une cuillère à soupe de graisse végétale contient environ 113 calories, 13 grammes de graisse totale, 3 grammes de graisse saturée et 0 milligramme de cholestérol. Certaines matières grasses végétales contiennent 2 grammes de gras trans.

### **IV.1 Définition**

Les graisses végétales (MG) sont des matières grasses solides à 20°C. Elles se différencient des huiles végétales qui sont liquides à 20°C. Elles peuvent exister naturellement à l'état solide : c'est le cas des huiles de palme. On devrait dire « graisse de palmiste » (différente de l'huile de palme), de coprah ou de coco. Mais il existe un traitement industriel des corps gras, autorisé par la législation, qui permet de rendre des huiles plus solides et moins sensibles au rancissement : c'est l'hydrogénation. On obtient des margarines et autres corps gras solides.

### **IV.2 Composition**

Les graisses végétales sont composées de près de 100 % de lipides et contiennent en proportions variables des acides gras saturés, polyinsaturés et mono-insaturés, mais également des vitamines A et D.

### **IV.3 Classification des graisses végétales**

Il existe trois types de graisses végétales qui se différencient par la composition de l'huile ou du mélange des huiles, leurs points de fusion et leurs usages. On peut citer :

- la graisse végétale domestique : Smen.
- la graisse végétale industrielle : Shortening.
- la graisse végétale à la carte : Ce type de graisse est fait à la demande et avec des paramètres bien défini par le client.

### **IV.4 Les procédés de fabrication**

La fabrication des graisses végétales passe par les étapes qui sont la préparation de la phase grasse, l'addition des micro-ingrédients, l'émulsion, le refroidissement et la cristallisation et l'emballage et le conditionnement.

#### **IV.4.1 La préparation de la phase grasse**

C'est un mélange de graisse et d'huiles raffinées en état et/ou modifiées par fractionnement, trans estérification ou hydrogénation <sup>[27]</sup>. Elle peut être d'origine végétale, animale, ou marine selon les performances souhaitées par la production.

#### **IV.4.2 L'addition des micro-ingrédients**

Les vitamines liposolubles sont représentées par la vitamine A, D et E, la vitamine E substance qui prolonge la durée de conservation des denrées alimentaire, en les protégeant des altérations provoquées par oxydation, tel que le rancissement des matières grasse et la modification de la couleur.

#### **IV.4.3 Mélange de matière grasse (Mixte)**

Une fois la préparation terminée, on mélange la phase grasse et les micro-ingrédients dans un bac d'émulsion pour former le mixte en présence des deux paramètres important (agitation et chauffage).

#### **IV.4.4 Le refroidissement et la cristallisation**

Le refroidissement à basse température permet la cristallisation et le maintien de la structure de la matière grasse <sup>[19]</sup>.

La cristallisation est le passage d'un état désordonné liquide à un état ordonné solide. Les phénomènes de cristallisation jouent un rôle très important car ils vont permettre la création de la structure du produit et contribuer à sa stabilité. Ces deux étapes sont souvent couplées <sup>[13]</sup>.

#### **IV.4.5 L'emballage et le conditionnement**

Après refroidissement et cristallisation le produit est conditionné. A cette étape, les échantillons sont prélevés pour le contrôle de la qualité du produit fini, puis mis dans des emballages spéciaux <sup>[19]</sup>.

Le diagramme de la figure 11 résume les étapes de fabrication des graisses végétales au sein de l'entreprise CEVITAL.

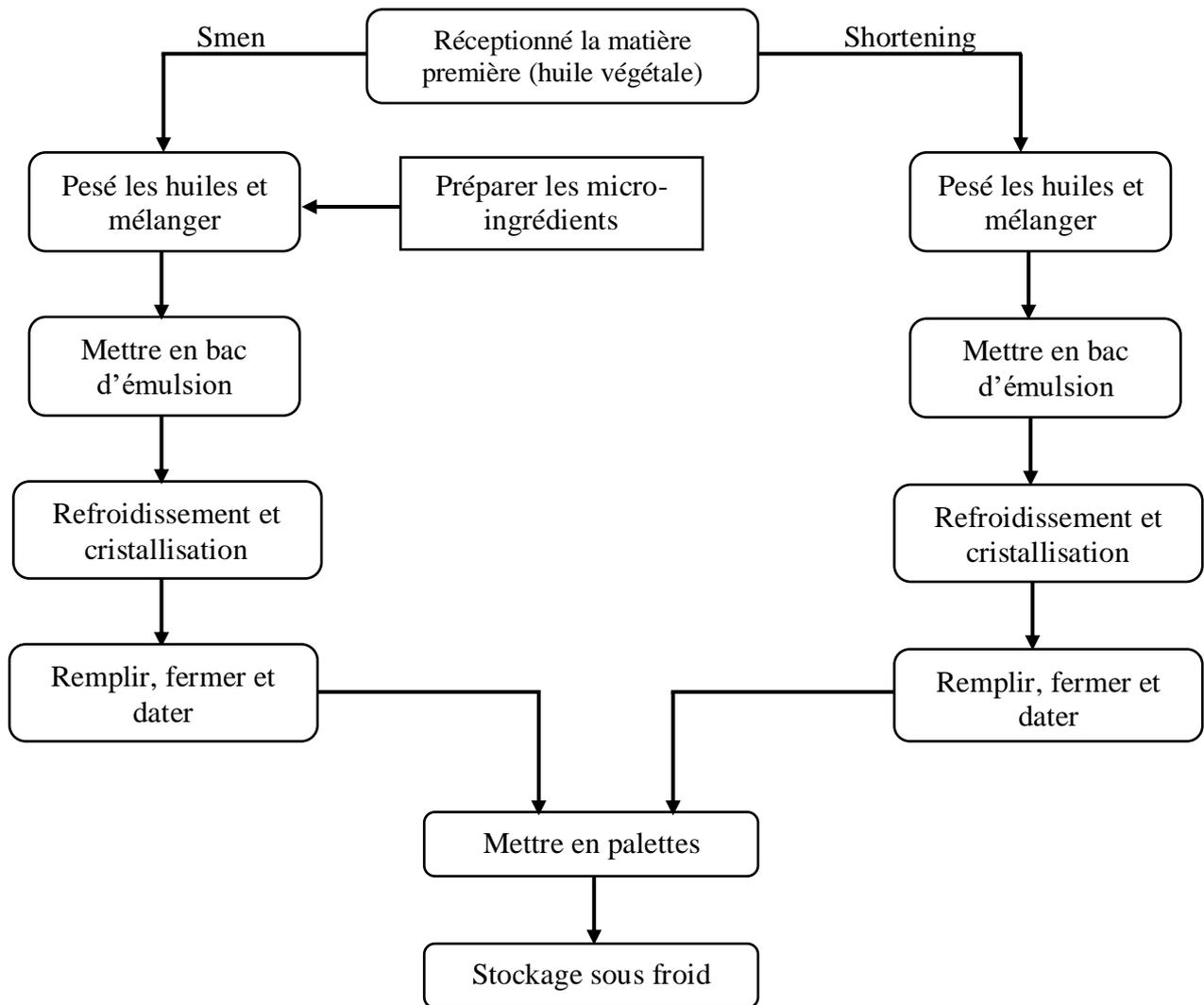


Figure 11 : Diagramme de fabrication des graisses végétales (shortening et smen).

#### IV.5 Les facteurs de détérioration des graisses végétales

Les facteurs d'altération de la graisse végétale peuvent être d'ordre physique et chimique. La graisse végétale, étant formée d'un pourcentage élevé de matières grasses, est sensiblement exposée à l'oxydation. Cette dernière est à l'origine de l'odeur rance liée à la lumière, à la chaleur et à l'humidité (des traces au niveau des graisses).

## ***V. Conclusion***

La composition de la margarine est différente de celle des graisses végétales. Les graisses végétales se composent totalement de la phase grasse et des additifs liposolubles, contrairement à la margarine qui est une émulsion d'eau dans huiles ce qui signifie qu'elle contient en plus une phase aqueuse et des additifs hydrosolubles.

Le processus de fabrication de la margarine est plus complexe que celui des graisses végétales. Leur processus n'inclut pas les étapes de pasteurisation et de CIP, cela est dû à l'absence de la phase aqueuse.

***PARTIE***  
***PRACTIQUE***

# ***CHAPITRE II***

## ***MATÉRIELS ET MÉTHODES.***

## *Analyse d'une margarine et d'une graisse végétale*

La partie pratique de notre travail nous sommes intéressés au contrôle de qualité de deux produits de CEVITAL. Il s'agit d'une margarine « Fleurial » et d'une graisse végétale « Smen ». Avant de procéder aux analyses des produits choisis, une étape d'échantillonnage est nécessaire.

### *I. Matériels et méthodes*

#### *I.1 Échantillonnage*

Le prélèvement d'un échantillon est une opération délicate à laquelle le plus grand soin doit être apporté. L'échantillon doit être homogène et représentatif et ne doit pas modifier les caractéristiques physico-chimiques du produit.

Dans notre étude au sein de CEVITAL, nous prenons des échantillons dès l'arrivée de la matière première jusqu'aux produits finis pour les analyser. La fréquence de prélèvement, les paramètres organoleptiques et les paramètres physico-chimiques diffèrent de la nature de l'échantillon à analyser. Le tableau 1 regroupe les différentes analyses à effectuer pour chaque échantillon.

**Tableau 1:** Les différentes analyses à effectuer pour chaque échantillon prélevé.

Échantillon	Fréquence de prélèvement / heures	Paramètres organoleptiques	Paramètres physico-chimiques
Matière premières (Huile raffinée)	240	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Goût.</li> <li>– Odeur.</li> <li>– Couleur</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Point de fusion.</li> <li>– Acidité.</li> <li>– Humidité.</li> <li>– Taux de solide.</li> </ul>
Eau	2	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Goût.</li> <li>– Odeur.</li> <li>– Couleur.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Titre alcalimétrique.</li> <li>– Titre alcalimétrique complet.</li> <li>– Titre hydrométrique.</li> <li>– pH.</li> <li>– Dosages de chlorure.</li> </ul>
Lait	2	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Goût.</li> <li>– Odeur.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Acidité.</li> <li>– pH.</li> </ul>
Emulsion	2	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Goût.</li> <li>– Odeur.</li> <li>– Couleur.</li> <li>– Texture.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– pH.</li> <li>– Point de fusion.</li> <li>– Acidité.</li> <li>– Humidité.</li> <li>– Taux de solide.</li> <li>– Indice de peroxyde.</li> <li>– Taux de sel.</li> </ul>
Produit fini	2	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Goût.</li> <li>– Odeur.</li> <li>– Couleur.</li> <li>– Texture.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Vérification du poids.</li> <li>– pH.</li> <li>– Point de fusion.</li> <li>– Acidité.</li> <li>– Humidité.</li> <li>– Taux de solide.</li> <li>– Taux de sel.</li> </ul>

			– Indice de peroxyde.
--	--	--	-----------------------

## **I.2 Analyses des échantillons**

Tous les échantillons sont soumis à des analyses physico-chimiques, organoleptiques et bactériologiques dans le but de vérifier leur qualité et leur pureté en les comparant aux valeurs citées dans la norme du Codex Alimentaires 1983.

Dans le cas de notre étude, nous n'avons pas réalisé les analyses bactériologiques. Elles sont effectuées par des biologistes.

Nous avons trois types d'échantillons à analyser : les huiles, les émulsions et les produits finis – l'eau osmosée – le lait.

### **I.2.1 Analyse des huiles, des émulsions et des produits finis**

Tous les échantillons d'huile, d'émulsion et des produits finis sont soumis aux mêmes analyses organoleptiques et physico-chimiques.

#### **I.2.1.1 Les analyses organoleptiques**

Différents paramètres organoleptiques doivent être satisfaits dans la fabrication d'un produit destiné au consommateur, notamment :

- la couleur : c'est un paramètre qui dépend du produit final voulu.
- la texture : c'est un paramètre essentiel dans le produit final. Il dépend et varie d'un produit à un autre selon l'usage désiré.
- le goût et l'odeur : ce sont des paramètres très importants pour un bon produit.

#### **I.2.1.2 Les analyses physico-chimiques**

Plusieurs tests sont effectués sur les différents échantillons dans le but de vérifier s'ils répondent aux normes Codex. Les tests pratiqués sur les différents échantillons sont : vérification du poids et la détermination de l'humidité, de la teneur en sel, du taux de solide par RMN, du point de fusion, de l'indice de peroxyde, de l'indice d'acidité et du pH.

##### **I.2.1.2.1 Vérification du poids**

Il est important de vérifier le poids du produit fini afin d'éviter la fraude et de réduire les pertes de produits.

##### **I.2.1.2.2 Détermination de la teneur en eau (humidité) <sup>[39]</sup>**

Elle consiste à l'élimination d'eau dans une étuve isothermique à une température de  $102 \pm 3^\circ\text{C}$  jusqu'à stabilité de poids. Une prise d'essai de 2 g de margarine est mise dans l'étuve à température voulue et des mesures de poids sont effectuées régulièrement jusqu'à poids constant. Le résultat est exprimé selon la formule suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{(M_1 - M_2)}{(M_1 - M_0)} * 100$$

$M_0$  : Poids du bécher vide.

$M_1$  : Poids du bécher et la prise d'essai avant chauffage.

$M_2$  : Poids du bécher et la prise d'essai après chauffage.

En pratique, une méthode plus rapide est généralement utiliser pour la détermination de l'humidité. On commence par déterminer le poids du bécher vide ( $P_0$ ) ainsi que celui de la prise d'essai ( $P_e$ ). Ensuite on dépose le produit sur une plaque chauffante en agitant soigneusement de temps à autre afin d'éviter la formation des gouttelettes d'eau sur les parois du bécher (générer ainsi le phénomène d'éclaboussures). On laisse ensuite refroidir dans un dessiccateur et enfin on pèse le bécher contenant l'échantillon, soit un poids final ( $P_f$ ). Les résultats sont obtenus selon la formule suivante:

$$\text{Humidité} = \frac{(P_0 + P_e) - P_f}{P_e * 100}$$

$P_0$  : Le poids du bécher.

$P_e$  : Le poids de la prise d'essai.

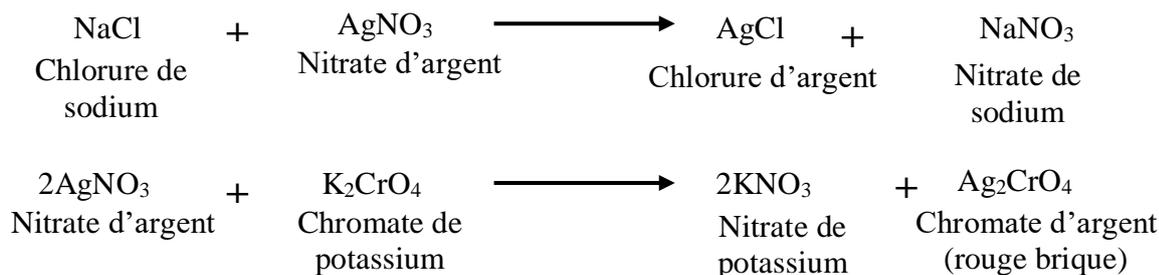
$P_f$  : Le poids du bécher + prise d'essai après chauffage.

### 1.2.1.2.3 Détermination de la teneur en sel <sup>[40]</sup>

C'est la quantité de sels présente dans l'échantillon de margarine (ou la phase aqueuse), sous forme de chlorure de sodium. Cette analyse est effectuée uniquement sur l'émulsion et le produit fini. On titre les chlorures avec du nitrate d'argent (0,1 N), en présence de chromate de potassium, comme indicateur coloré.

On pèse 5g de l'échantillon dans un erlenmeyer. On ajoute 100mL d'eau distillée. Puis, on chauffe sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution complète de l'échantillon (margarine) et on le laisse refroidir. Ensuite, on rajoute quelques gouttes de chromates de potassium. A la fin, on titre avec la solution de nitrate d'argent jusqu'à obtention d'une couleur rouge brique qui persiste pendant 30 secondes.

Les principales réactions mises en jeu sont les suivantes :



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

$$T_s(\%) = \frac{V_{\text{AgNO}_3} * N * 5,85}{P_e * 100} * 1000$$

#### I.2.1.2.4 Détermination du taux de solide par RMN <sup>[41]</sup>

La teneur en solide est la mesure de la quantité de graisse à l'état solide dans une graisse à une certaine température déterminée par spectrométrie de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution.

La méthode indirecte consiste à faire remplir à une hauteur d'environ de 3cm les tubes d'échantillons de margarine fondue qui seront par suite incubés pendant des durées variables à différentes températures (15 min à 100°C), (5 min à 60°C), (60 min à 0°C), (30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 °C) en faisant la lecture à chaque température. Les résultats sont donnés par le logiciel du spectromètre de résonance magnétique nucléaire représenté dans la figure 12 et exprimé en pourcentage de solides.



**Figure 12** : Spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN).

Un exemple d'une courbe obtenue par le spectromètre RMN est illustré dans la figure 13 et l'interprétation des différentes allures de la courbe se fait comme suit :

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

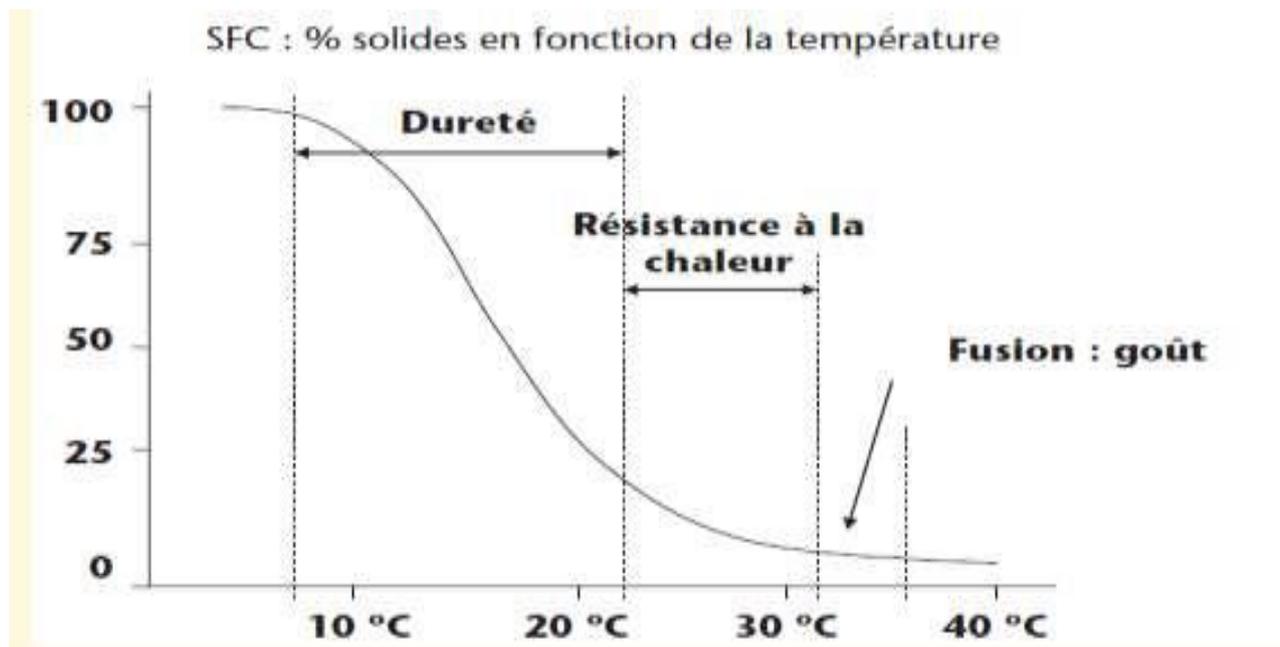


Figure 13 : Pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes [20].

#### I.2.1.2.5 Détermination du point de fusion [42]

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

On introduit la margarine dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 cm. On les refroidit au réfrigérateur pendant 20 min et on fixe les deux tubes à un thermomètre. Ensuite on immerge l'ensemble dans un bêcher qui contient de l'eau osmosée, chauffée lentement 0,5°C/min. A la fin, on observe attentivement et on note la température à laquelle les colonnes de margarine commencent à remonter dans les tubes.

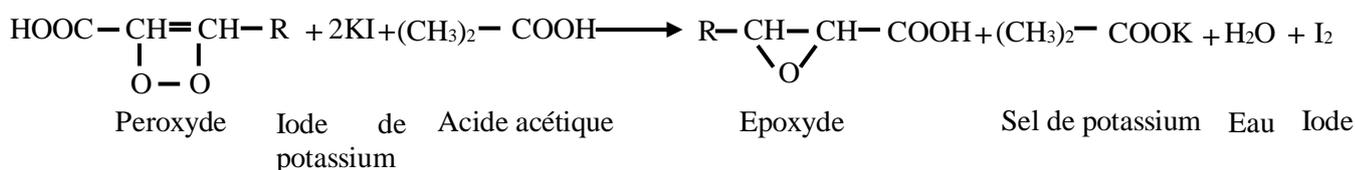
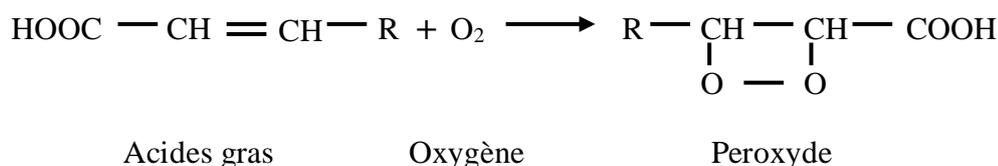
#### I.2.1.2.6 Détermination de l'indice de peroxyde [43]

C'est le traitement d'une prise d'essai dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). On procède ensuite au titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).

On pèse 5g d'huile à 0,01g près dans un erlenmeyer. On ajoute 12mL de chloroforme et 18ml d'acide acétique. Puis, incorpore à cette solution 1ml d'iodure de potassium (KI) et puis

l'agiter. Ensuite, on la mettre à l'abri de la lumière pendant une minute. Puis, on rajoute 75mL d'eau distillée et on agite vigoureusement en présence d'empois d'amidon. A la fin, on titre avec le thiosulfate de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ).

Les principales réactions mises en jeu sont les suivantes :



Les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$\text{IP} = V_{\text{chute}} * 2$$

### I.2.1.2.7 Détermination de l'indice d'acidité

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres exprimés selon la nature du corps gras, en acide oléique ou palmitique. Il nous renseigne sur le degré de fraîcheur du corps gras.

On prend 75 mL d'alcool on rajoute quelques gouttes de phénolphtaléine et on titre avec la solution de NaOH, jusqu'à obtention de la couleur rose, afin de neutraliser l'alcool pour ne pas influencer l'acidité de l'échantillon. Ensuite On pèse 10g de margarine dans l'alcool (préparation 1) et on pose la solution sur une plaque chauffante. A la fin, on titre avec NaOH selon la réaction suivante :



Les résultats sont exprimés selon l'équation suivante :

$$\text{Acidité} = \frac{V_{\text{NaOH}} * 0,1\text{N} * M}{P_e * 10}$$

M : Masse molaire de l'acide adapté (256 pour l'acide palmitique, 282 pour l'acide oléique).

P<sub>e</sub> : prise d'essai.

### **I.2.1.2.8 Le potentiel d'hydrogène**

C'est la mesure des doses d'acides citriques ajoutées au niveau de la phase aqueuse. On la mesure à l'aide d'un pH mètre. Pour une bonne mesure de pH, il faut agiter la solution avec un agitateur magnétique. On plonge la sonde dans la solution et on lit le pH (il faut veiller à ce que l'agitateur magnétique ne touche pas les électrodes).

## **I.2.2 L'eau osmosée**

Dans la fabrication de la margarine, l'eau osmosée est la plus utilisée. Cette eau est obtenue par un phénomène d'osmose inverse, qui produit une eau pure et stérile.

Cette eau subit différentes analyses: les analyses organoleptiques et les analyses physico-chimiques.

### **I.2.2.1 Les analyses organoleptiques**

Le goût et l'odeur sont deux paramètres à prendre en considération pour l'appréciation du produit. La couleur est un paramètre essentiel pour la qualité de l'eau. Toute impureté influe sur sa couleur qui doit être transparente. L'analyse de l'eau est effectuée par spectrophotométrie UV-visible.

### **I.2.2.2 Les analyses physico-chimiques**

La qualité de l'eau dépend de sa dureté, de son pH et de sa concentration en carbonates, en sulfates et autres.

Dans cette partie, nous procédons à la détermination du titre hydrométrique et du potentiel d'hydrogène, à la mesure du titre alcalimétrique, du titre alcalimétrique complet et au dosage des chlorures par la méthode de Mohr.

#### **I.2.2.2.1 Détermination du titre hydrométrique (TH)**

On effectue cette analyse afin de mesurer la charge de l'eau en éléments minéraux particulièrement le calcium et le magnésium. Jean Rodier décrit cette méthode qui consiste à ajouter au volume de 50 mL de l'échantillon à analyser, 4mL de solution de tampon et quelques gouttes d'une solution de noir érichrome <sup>[44]</sup>.

L'apparition d'une coloration bleue indique une valeur nulle (TH = 0). Si la coloration obtenue est violette, on poursuit le titrage avec une solution d'EDTA (0,01M) jusqu'au virage vers le bleu. Ainsi, la valeur de TH est déterminée par la formule suivante :

$$TH = V_{EDTA} \text{ (ajouté) } (^\circ F)$$

### I.2.2.2.2 Mesure du titre alcalimétrique (TA) <sup>[45]</sup>

Cette analyse nous permet de connaître la concentration de l'eau en bicarbonates. Pour cela on procède comme suit: on prélève 50 mL d'eau à analyser dans un Erlenmeyer de 250 mL, on lui rajoute 1 à 2 gouttes de phénophtaléine. Une coloration rose doit alors apparaître, dans le cas contraire le TA est nul, ce qui se produit en général pour les eaux naturelles dont le  $\text{pH} < 8,3$ . On verse ensuite doucement l'acide sulfurique dans la capsule à l'aide d'une burette, en agitant constamment et ceci jusqu'à décoloration complète de la solution. Ce qui indique que le pH est de 8,3.

Les réactions suivantes schématisent le titrage réalisé :



Soit  $V_1$  le nombre en mL d'acide utilisé ou chute de burette pour obtenir la décoloration. Les résultats sont exprimés en degré français (°F).

### I.2.2.2.3 Détermination du titre alcalimétrique complet (TAC) <sup>[45]</sup>

Sa détermination est faite afin de mesurer la concentration de l'eau en carbonates. Elle consiste à ajouter à l'échantillon dont on s'est servi pour la mesure de TA, quelques gouttes de méthyle orange qui donnera une coloration jaune foncée. L'ensemble est alors titré avec la solution HCl (0,1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur jaune orangée <sup>[44]</sup>.

Les réactions suivantes schématisent le titrage réalisé :



Le résultat est déterminé par la formule suivante :

$$\text{TAC} = (V_1 + V_2) \times 10 \text{ (°F)}$$

### I.2.2.2.4 Dosage des chlorures par la méthode de Mohr

L'analyse est réalisée afin de déterminer la concentration des ions  $\text{Cl}^-$  présents dans l'eau du processus. Cette analyse consiste à introduire 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer auquel sont ajoutés quelques gouttes de bichromate de potassium ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) à 10%. L'ensemble est alors

titré avec le nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) jusqu'au virage de la couleur au rouge brique.

Les ions chlorures réagissent avec les ions d'argent pour former du chlorure d'argent insoluble et qui précipite quantitativement selon la réaction suivante :



Quand tous les ions chlorures ont été précipités, le chromate d'argent précipite à son tour selon la réaction suivante :



Les résultats sont exprimés selon la relation :

$$V_{\text{AgNO}_3} \times 10 \times 3,55 \text{ mg/l de Cl}^-$$

#### I.2.2.2.5 Détermination du potentiel hydrogène (pH)

Le pH est la mesure de l'activité des ions d'hydrogènes dans une solution. Sa valeur traduit l'acidité ou l'alcalinité de la solution. Ce paramètre est déterminé selon la méthode décrite par (NE. 1. 2.430,1989). Il est affiché directement au pH-mètre, en plongeant l'électrode dans la solution de l'échantillon.

### I.2.3 Le lait

De même que pour la matière première et l'eau osmosée, le lait subit également des analyses organoleptiques et physico-chimiques.

#### I.2.3.1 Les analyses organoleptiques

Pour le lait on effectue en premier lieu des tests organoleptiques pour donner une appréciation sur l'odeur et le goût.

- Odeur : la présence de la matière grasse dans le lait lui confère une odeur caractéristique. Au cours de sa conservation, le lait est caractérisé par une odeur aigre due à l'acidification par l'acide lactique.
- Goût : Appréciation du goût du lait.

#### I.2.3.2 Les analyses physico-chimiques

La qualité du lait dépend de son pH et de son indice d'acide. Pour cela des analyses sur tous les échantillons du lait sont effectuées.

##### I.2.3.2.1 Détermination du potentiel hydrogène

La valeur est affichée directement au pH-mètre, en plongeant l'électrode dans la solution

de l'échantillon à analyser.

### **I.2.3.2.2 Détermination de l'indice d'acide**

On rajoute quelques gouttes de phénolphtaléine à un échantillon de 10 mL de lait puis on effectue le titrage avec une solution de NaOH (0,1N).

La réaction suivante résume le titrage acide du lait:



L'équation suivante permet de déterminer l'acidité de l'échantillon :

$$\text{Acidité} = V_{\text{NaOH}} * 10(\text{degré dorniques})$$

# ***CHAPITRE III***

## ***RÉSULTATS ET DISCUSSIONS.***

## I. Résultats et discussions

Les résultats de toutes les analyses effectuées sur les échantillons de matière première, d'eau osmosée, de lait, d'émulsion et de produit fini sont résumés et discutés dans cette partie de notre travail.

### I.1 Matières premières

Nous avons analysé cinq échantillons et les résultats des analyses organoleptiques effectuées pour l'huile raffinée sont résumés dans le tableau 2.

**Tableau 2** : Résultats des analyses organoleptiques effectuées sur l'huile raffinée.

Echantillons	Goût	Odeur	Couleur
1	Neutre	Sans	Caractéristique
2	Neutre	Sans	Caractéristique
3	Neutre	Sans	Caractéristique
4	Neutre	Sans	Caractéristique
5	Neutre	Sans	Caractéristique
Norme	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit

Les résultats des analyses effectuées montrent que les échantillons d'huiles utilisées sont conformes aux normes de l'entreprise qui associe à chaque huile des caractéristiques spéciales.

Nous avons également effectué des analyses physico-chimiques sur différents échantillons d'huile raffinée (HPO, CPO et la stéarine) et les résultats obtenus sont résumés dans le tableau 3.

**Tableau 3** : Résultats des différentes analyses effectuées sur l'huile raffinée.

Echantillons	Humidité (%)	Acidité (%)	Pt de fusion (°C)	Indice de peroxyde (meq d'O <sub>2</sub> /kg)
HPO	0	0,03	38,8	0,22
CPO	0	0,04	24,1	0,22
Stéarine	0	0,08	54,5	0,42
Norme	0	<0,12	/	<1

#### ➤ L'humidité

Dans le cas de l'humidité, les résultats obtenus montrent que ces huiles ne renferment pas d'humidité car à l'origine ces huiles ne contiennent pas d'eau dans leurs compositions. Mais des analyses sont effectuées pour vérifier s'il n'y a pas de défaillance dans le stockage.

➤ L'acidité

L'indice d'acide permet de vérifier la qualité et la dégradation de notre produit avec le temps durant le stockage. Lorsque l'indice d'acide est élevé, le pourcentage des acides gras libres est élevé, ce qui rend l'huile non conforme car son paramètre organoleptique qui est le goût et sa composition sont non conformes.

D'après les résultats des analyses effectuées sur la matière première qui sont résumés dans le tableau 3, nous constatons que l'acidité varie entre 0,03% et 0,08%. L'ensemble de ces valeurs ne dépassent pas 0,12 % qui représente la norme maximale admise par l'entreprise ; ce qui atteste de la conformité du produit.

➤ Point de fusion

Le point de fusion est en relation directe avec la composition en acides gras de l'huile. Plus l'huile est riche en acides gras saturés, plus le point de fusion est important. Il nous permet de sélectionner les huiles qu'on pourra utiliser pour la fabrication de la margarine et des graisses végétales. Le point de fusion est l'un des paramètres avec lesquels on peut identifier une huile quelconque.

Dans le tableau 3, on voit que le point de fusion de la stéarine qui est de 54,5°C est plus élevé que celui du HPO qui de 38,8°C qui est à son tour plus élevé que celui du CPO qui de 24,1°C. Ces valeurs de températures nous permettent de conclure que la stéarine contient plus d'acides gras saturés que le HPO qui à son tour en contient plus que le CPO.

Nous pouvons aboutir à une conclusion selon laquelle les huiles (HPO et CPO) peuvent être destinées à la fabrication de la margarine tandis que la stéarine elle est destinée à la fabrication des graisses végétales.

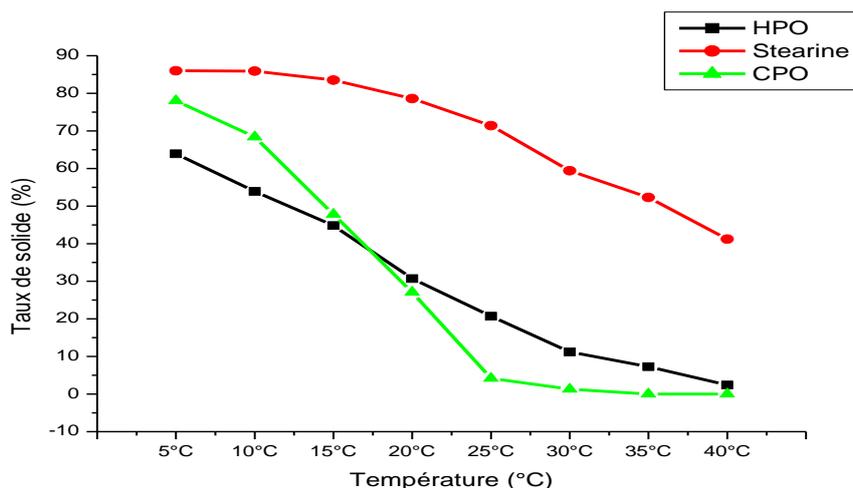
➤ Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde permet de prévoir le comportement d'une huile durant son stockage. Il est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative.

Le tableau 3 montre que les valeurs de l'indice de peroxyde ne dépassent pas 1 meq d'O<sub>2</sub>/Kg qui est considéré comme une norme maximale au sein de l'entreprise CEVITAL.

➤ Taux de solide (SFC)

Pour déterminer le taux de solides, l'unité de la margarinerie de CEVITAL utilise la technique de résonance magnétique nucléaire (RMN). Les résultats obtenus sont représentés dans la figure 14.



**Figure 14:** Variation du taux de solides en fonction de la température des différentes huiles.

D'après ces courbes, nous remarquons que le taux de solide diminue avec l'augmentation de la température. Pour ce qui concerne le CPO nous voyons bien que ce taux de solides atteint la valeur 0 % à la température 35 °C, contrairement au Stéarine qui contient une grande quantité de solides à 40°C. De plus, nous pouvons dire que ces deux huiles (HPO et CPO) sont destinées à la fabrication de la margarine, car leurs taux de solides est très faible à des températures élevées (35-40°C). Par contre, la stéarine a un taux de solide élevé à ces températures donc il est destiné à la fabrication des graisses végétales.

## 1.2 Eau de processus

Les différentes analyses effectuées pour l'eau du processus sont les suivant :

- Goût et odeur : nous avons mis en évidence l'odeur et la saveur par simple examen sensoriel. Lors du prélèvement, nous avons constaté que cette eau n'a ni odeur ni saveur.
- Couleur : nous avons déterminé que cette eau est incolore par une simple observation visuelle des échantillons.

Nous avons effectué des analyses physicochimiques (TH, TA, TAC et chlorures) ainsi que du pH sur cinq échantillons d'eau du processus afin d'éviter les risques de corrosion et d'entartrage des canalisations et une éventuelle contamination microbiologique. Les résultats de ces analyses sont illustrés dans le tableau 4.

**Tableau 4 :** Les résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de processus.

Échantillons	pH	TH	TA	TAC	Chlorure
1	6,1	0,4	0	2	14,2
2	6	0,2	0	2	14
3	6,2	0,2	0	2	14
4	6	0,3	0	2	14,2
5	6,1	0,4	0	2	14,2
Norme	5,5 – 7,8	<15	0	<20	500x

➤ La teneur en Chlorure

La teneur des eaux en chlorures est extrêmement variée, elle est liée à la nature des terrains qu'elles traversent. Elle nous indique sur la concentration de l'eau en ion ( $\text{Cl}^-$ ).

Après l'ajout de chromate de potassium ( $\text{K}_2\text{CrO}_4^-$ ) une couleur jaune pâle a été obtenue qui, avec l'ajout du nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3^-$ ), vire vers le rouge brun. La cause de changement de coloration est le début du dépôt du précipité rouge de chromate d'argent ( $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ) se produisant près du point équivalent, c'est à dire au moment où pratiquement tous les ions  $\text{Cl}^-$  sont précipités sous forme de chlorure d'argent  $\text{AgCl}$ .

Les résultats obtenus, montrent que les taux de chlorures obtenus sont en moyenne est de 14.2 mg/L. Toutefois, ce résultat reste largement inférieur à la valeur de la norme exigé par l'entreprise et celui rapporté par Rodier <sup>[46]</sup>, qui ne dépasse pas 250 mg/L. Une teneur élevée en chlorures ( $\geq 250$  mg/L) a un inconvénient majeur qui est la saveur désagréable.

➤ Le titre hydrométrique (TH)

La dureté totale renseigne sur la charge de l'eau en éléments minéraux particulièrement le calcium et le magnésium. Une valeur de TH comprise entre 0 et 10°F dénote que l'eau est très douce, une valeur comprise entre 10 et 20°F signifie que l'eau est douce et une valeur comprise entre 20 et 30°F signifie que l'eau est moyennement dure. Lorsque la valeur de TH de l'eau est comprise entre 30 et 40°F, on peut dire que l'eau est dure <sup>[46]</sup>.

Les résultats obtenus montrent que les valeurs obtenus au cours des analyses des 5 échantillons sont conformes à la norme ce qui reflète que l'eau analyser est très douce.

➤ Le titre alcalimétrique (TA) et le alcalimétrique complet (TAC)

Ces deux valeurs permettent de connaître les concentrations en bicarbonates et carbonates contenues dans l'eau.

En titrant l'eau à analyser avec un acide, on obtient un premier point d'équivalence qui est le TA (titre alcalimétrique) et qui correspond à  $\text{pH}=8,2$  (virage de la phénolphthaléine, ou encore du bleu de Thymol). À ce stade, on a neutralisé l'ensemble des hydroxydes et des carbonates.

En continuant le dosage, un deuxième point d'équivalence se produit à  $\text{pH}=4,4$  (virage de l'hélianthine). On aura alors dosé la totalité des hydroxydes, carbonates et bicarbonates présents initialement.

Les résultats obtenus montrent des teneurs très faibles en carbonates et bicarbonates, à l'ordre de 0°F et de 2°F respectivement, donc ils sont conformes aux exigences des normes de l'entreprise. Comparant nos résultats avec ceux donnés par Rodier <sup>[46]</sup>, nous pouvons conclure que nos résultats sont en accord avec ceux cités par ce dernier.

➤ Potentiel d'hydrogène (pH)

Le résultat d'une mesure de pH est défini par les quantités d'ions  $H^+$  et d'ions  $OH^-$  présentes dans la substance. Quand les quantités de ces deux ions sont égales, l'eau (ou la substance) est considérée comme neutre et le pH à une valeur aux alentours de 7 <sup>[46]</sup>.

Les valeurs de pH de l'eau osmosée montées dans le tableau 4 sont de l'ordre de 6. Ces résultats sont conformes à la norme exigée par l'entreprise CEVITAL qui se situe entre 5,5-7,8.

Le but de recherche de cette acidité est d'empêcher le développement de microorganismes ou les faire ralentir et sa détermination permet de prévoir le risque de contamination microbienne <sup>[47]</sup>.

Les résultats de la présente étude montrent que les valeurs de (pH) de l'eau osmosée sont très stables au cours du temps, ce qui confirme la maîtrise de la technologie utilisée.

Tous les résultats obtenus témoignent de l'efficacité des traitements appliqués pour avoir une bonne qualité physico-chimique de l'eau, servant à une bonne reconstitution et au rinçage des installations.

### 1.3 Le lait

➤ Le goût et l'odeur :

L'appréciation des qualités organoleptiques reste une opération subjective. Elle porte sur les caractères suivants : l'aspect et la couleur, la texture, la consistance et la saveur.

Le goût et l'odeur sont les deux principaux paramètres pris en considération au laboratoire physicochimique. Ils montrent une bonne qualité du produit. Si on compare ce lait aux normes et à celui des autres industries laitières analysés par Kabir <sup>[48]</sup>, on peut dire qu'ils sont conformes aux normes de l'entreprise telle qu'ils sont représentés dans le tableau 5.

Aucune altération n'a touché la qualité du lait utilisé, cela montre que les processus de préparation, de pasteurisation, de conditionnement et de stockage sont très bien respectés.

**Tableau 5 :** Les résultats d'analyses organoleptiques effectués sur le lait.

Echantillons	Goût	Odeur
1	Caractéristique	Caractéristique
2	Caractéristique	Caractéristique
3	Caractéristique	Caractéristique
4	Caractéristique	Caractéristique
5	Caractéristique	Caractéristique
Norme	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les cinq échantillons de lait sont résumés dans le tableau 6.

**Tableau 6** : Les résultats des analyses physicochimiques effectués sur le lait.

Echantillons	Acidité (%)	pH
1	14	6,5
2	14	6,7
3	14	6,7
4	14	6,5
5	14	6,7
Norme	18 max	6,5 – 6,9

➤ Potentiel d'hydrogène (pH)

Le pH est un indicateur de la fraîcheur du lait (pH d'un lait frais entre 6,5 et 6,9) <sup>[49]</sup>. Nos résultats confirment la fraîcheur du lait utilisé pour la fabrication de la margarine et cela en comparant les valeurs trouvées à l'intervalle des pH exigé par la norme. La moyenne de pH pour les cinq échantillons analysé est de 6.

La diminution du pH du lait par rapport aux valeurs normales peut être liée à un développement microbien.

➤ Acidité

L'acidité est le premier paramètre pris en compte pour accepter ou refuser le lait au niveau de l'unité margarinerie ; le lait présentant une acidité supérieure à 18°D est directement écarté, mais selon les exigences de l'entreprise le lait doit avoir une acidité de 14°D, valeur qu'on a trouvé pour chaque échantillon analysé. Donc il y a une conformité du produit par rapport à la norme de l'entreprise.

Cette légère acidité obtenue, de l'ordre de  $14 \pm 0,0$  °D peut être due à une minime dégradation protéique (caséines), ou substances minérales (phosphate, CO<sub>2</sub>), et acide organique (acide lactique) ou enzymatique de certains germes mésophiles du lait.

D'après ces résultats on peut dire que le lait utilisé pour la fabrication de la margarine au niveau de l'usine est d'une meilleure acidité que celui utilisé dans les industries laitières d'Algérie analysé par Kabir <sup>[48]</sup>. En effet, cet auteur donne des valeurs entre 12°D et 17°D.

#### 1.4 Emulsion et produit fini

Dans ce qui suit, nous représentons les résultats des différentes analyses effectuées pour l'émulsion et le produit fini de la margarine Fleurial et ceux de la graisse végétale Medina. Nous allons les nommer comme suite : margarine Fleurial (M.F) et smen Medina (S.M).

Les résultats des analyses organoleptiques sont portés dans le tableau 7.

**Tableau 7 :** Résultats des analyses organoleptiques de l'émulsion et produit fini.

Analyses Echantillons	Goût		Odeur		Couleur		Texture	
	M.F	S.M	M.F	S.M	M.F	S.M	M.F	S.M
1	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Bonne	Bonne	Bonne	/
2	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Bonne	Bonne	Bonne	/
3	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Bonne	Bonne	Bonne	/
4	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Bonne	Bonne	Bonne	/
5	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Caractéristique	Bonne	Bonne	Bonne	/
Norme	Caractéristique au produit		Caractéristique au produit		Jaunâtre	Jaune - Rouge	Caractéristique au produit	/

➤ Goût et odeur :

Les résultats obtenus, montrent que le goût et l'odeur de ces prélèvements est caractéristique d'une émulsion et du produit fini qui sont comparable à celui du beurre. Il y a absence d'odeur rance et aucune répulsion gustative.

➤ Couleur :

Les résultats de la détermination de la couleur indiquent que les cinq prélèvements présentent une couleur jaune qui correspond à la couleur caractéristique du beurre.

La couleur jaune est une couleur qui se rapproche de la couleur du beurre, celle-ci provient des colorants incorporés à la phase grasse de l'émulsion, soit par addition d'huile de palme rouge, soit par la  $\beta$ -carotène. Ils donnent une coloration rouge aux fortes concentrations et jaune à jaune orangé une fois dilués.

Les graisses végétales sont toujours colorées : leurs couleurs varient du jaune au rouge, selon la nature et la concentration des matières colorantes ( $\beta$ -carotène).

D'après ces résultats obtenus dans le tableau ci-dessus, nous remarquons qu'elles sont conformes aux normes fixées par l'entreprise.

➤ Texture :

La margarine est caractérisée par sa texture buccale et tactile qui est due à son état plastique et son état d'émulsion très fine (eau dans l'huile).

Les résultats obtenus présentent une bonne tartinabilité de la margarine qui reflète une bonne cristallisation et malaxage de l'émulsion.

Pour les graisses végétales, nous n'avons pas fait d'analyse de texture car elles sont destinées à la fabrication des gâteaux et pâtisseries.

Les résultats d'analyses physicochimiques de l'émulsion et du produit fini sont récapitulés respectivement dans le tableau suivant :

**Tableau 8 :** Résultats des analyses physicochimie de l'émulsion et produit fini.

Analyse	Échantillon	1	2	3	4	5	Norme
Humidité (%)	M.F	14,25	15,3	15,26	14,6	15,75	<16
	S.M	0	0	0	0	0	0
Acidité (%)	M.F	0,04	0,03	0,02	0,05	0,02	<0,12
	S.M	0,04	0,06	0,04	0,05	0,06	<0,12
Taux de sel (%)	M.F	0,25	0,27	0,2	0,22	0,23	<0,3
	S.M	/	/	/	/	/	/
Pt de fusion (°C)	M.F	35	36,22	35,9	34,88	34,2	33-37
	S.M	42,5	42	41,8	42	41,7	42
pH	M.F	4,6	5,1	3,9	4,8	5	3,5-5,5
	S.M	/	/	/	/	/	/
Indice de peroxyde (meq d'O <sub>2</sub> /kg)	M.F	0,26	0,36	0,48	0,35	0,28	<1
	S.M	0,3	0,4	0,6	0,3	0,5	<10

➤ Humidité :

La détermination du taux de l'humidité est un paramètre très important qui influence la qualité de la margarine. Un excès d'eau peut entraîner : une détérioration rapide du produit, une date limite de consommation (DLC) courte et la prolifération des microorganismes et ainsi nuire à la qualité hygiénique et sanitaire du produit fini.

Les résultats de la détermination de l'humidité pour l'émulsion et le produit fini sont présentés dans le tableau 8. On remarque que la teneur en eau (humidité) est quasi égale pour les cinq échantillons étudiés avec une moyenne de 15,03%. Ceci est compatible avec la formulation initiale de cette margarine qui contient 82 % de phase grasse et 16 % de phase aqueuse. Ce résultat indique la conformité à la norme exigée par l'entreprise qui est fixé à 16% maximum.

Concernant la graisse végétale smen, elle ne contient pas la phase aqueuse dans sa composition mais nous avons fait le test d'humidité juste pour confirmer qu'il n'y a pas de défaillance dans le stockage ou dans le processus de fabrication.

➤ Acidité

L'indice d'acide permet de vérifier la qualité de notre produit, notamment en ce qui concerne sa dégradation avec le temps durant le stockage.

La détermination de l'indice d'acide de produit revient à neutraliser les acides gras libres par l'hydroxyde de potassium. Lorsque le pourcentage de ces derniers est élevé un changement organoleptique est observé plus précisément dans l'arôme et le goût. Dans ce cas, l'émulsion ou le produit fini est recyclé par l'entreprise afin de la rendre comestible.

D'après le tableau 8 qui montrent les résultats des analyses effectuées pour la margarine, nous constatons que l'acidité varie entre 0,02% et 0,05%. L'ensemble de ces valeurs ne dépassent pas 0,12 % qui est considéré comme norme maximale dans l'entreprise ; Ce qui atteste de la conformité du produit.

Concernant le produit smen, d'après les résultats obtenus, nous constatons que les cinq échantillons prélevés présentent une faible acidité par référence à la norme fixée par l'entreprise qui est de 0,12%. Il est à noter qu'une acidité élevée est engendrée par une hydrolyse des triglycérides du produit lors du stockage de ce produit dans des conditions propices.

#### ➤ Taux de sel

Les teneurs en sel pour la margarine sont représentés dans le tableau 8. D'après Karleskind et Wolff, la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture. Elle est de l'ordre de 0,1 à 0,3 % pour les margarines tartinables <sup>[24]</sup>.

Les résultats des cinq échantillons analysés montrent que les valeurs du taux de sel de la margarine étudiée varient de 0,20 à 0,30%. Ces résultats sont conformes à la valeur fixée par l'entreprise Cevital qui se situe entre 0,1 et 0,3.

La détermination de taux de sel est importante, car en plus de son rôle dans l'amélioration de la sapidité (le goût et la saveur), le sel peut jouer un rôle protecteur (bactériostatique) <sup>[50]</sup>. Il agit également comme conservateur. Le sel possède aussi un rôle important dans la stabilisation de l'émulsion <sup>[51]</sup>.

Pour ce qui concerne smen, nous n'avons pas fait d'analyse du taux sel car le sel n'a pas été rajouté lors du processus de fabrication.

#### ➤ Point de fusion

Zhang <sup>[52]</sup> explique que l'estimation du point de fusion donne une idée sur le comportement rhéologique. Son intérêt principal est d'apprécier le fondu en bouche du mélange utilisé <sup>[20]</sup>. Le point de fusion est en relation directe avec la composition en acides gras de la margarine. Plus la margarine est riche en acides gras saturés, plus le point de fusion est important <sup>[15]</sup>.

Le résultat du point de fusion pour la margarine tartinable contrôlée est entre 34 et 36 °C. Les résultats sont conformes à la norme fixée par l'entreprise, il ne doit pas dépasser la valeur de 43°C pour une graisse alimentaire, car elle sera difficile à digérer par l'organisme.

Pour ce qui concerne smen (Medina), on remarque nettement que les valeurs du point de fusion obtenues sont plus élevées que celles des margarines et cela est dû à la présence des huiles concrètes dans smen. Ces résultats sont conformes à la norme fixée par l'entreprise qui est de 42°C.

#### ➤ Le potentiel d'hydrogène (pH)

Cette mesure a été effectuée sur la phase aqueuse de la margarine. Le pH est un paramètre très important à connaître car il permet de prévenir le risque de contamination microbienne. On favorise une valeur basse de ce dernier pour freiner la croissance de la majorité des microorganismes [13]. La valeur de pH est corrigée par addition d'un correcteur qui peut être le sel de l'acide citrique, l'acide lactique ainsi que le sel de sodium et de calcium.

On remarque que les valeurs du pH mesurées sont comprises dans l'intervalle de la norme ( $3,5 < \text{pH} < 5,5$ ) pour la margarine.

Comme les graisses végétales ne contiennent pas la phase aqueuse dans leurs compositions, alors nous ne pouvons pas leur faire le test de pH.

➤ Indice de peroxyde

Selon Delacharleri, l'indice de peroxyde permet essentiellement de prévoir le comportement futur d'une matière grasse, puisqu'il mesure la qualité des composés intermédiaires de la réaction d'oxydation dont les molécules volatiles responsables des odeurs indésirables [53]. Il est également, un critère très utile d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative [24].

Les résultats du test effectués sur les cinq échantillons sont illustrés dans le tableau 8. Ils montrent que les valeurs de l'indice de peroxyde sont inférieures à la norme fixée qui est de 1 Meq  $\text{O}_2/\text{Kg}$  pour Fleurial et 10 Meq  $\text{O}_2/\text{Kg}$  pour Medina. Ces valeurs concordent avec les résultats rapportés par Djouab [50], qui sont nettement inférieurs à la norme utilisée comme référence par l'auteur, qui est de 5 meq  $\text{O}_2/\text{Kg}$  d'échantillon.

➤ Vérification du poids

La précision du poids de la margarine est un paramètre très important dans l'intérêt d'éviter les fraudes. Toute erreur peut entraîner soit des pertes financières pour l'unité (excédent de poids), soit considérés comme une fraude au détriment du consommateur.

Les résultats obtenus sur les tests de poids sont démontrés dans le tableau 9.

**Tableau 9** : les résultats d'analyse du poids du produit fini.

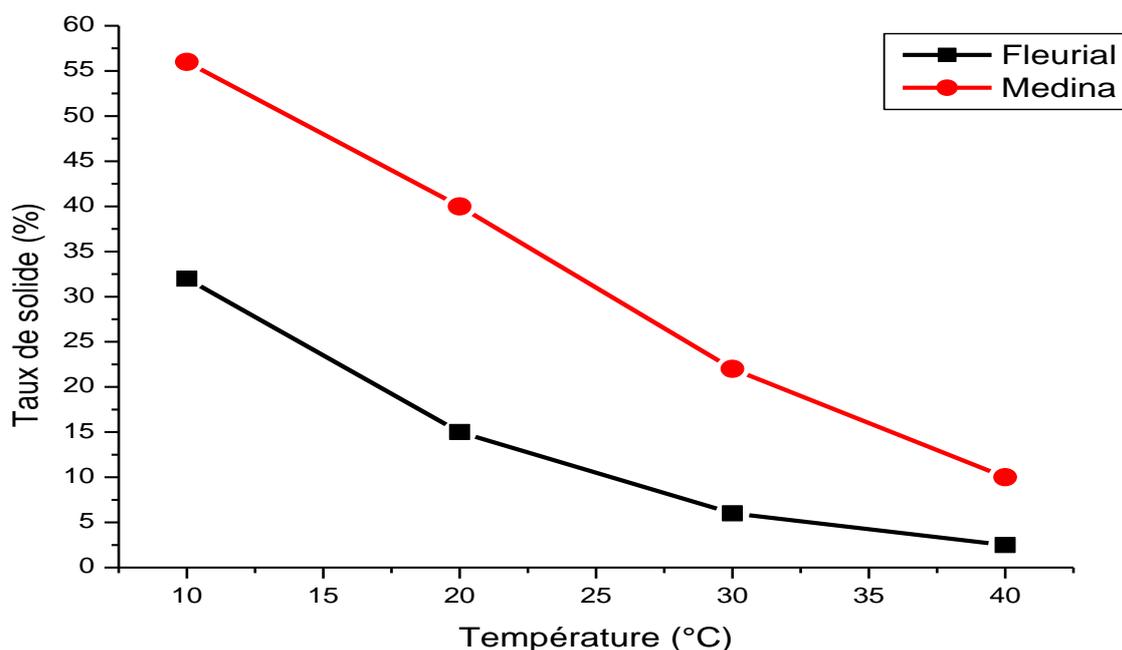
Analyse	Poids	
	M.F	S.M
Echantillons		
1	527	524
2	524	526
3	526	525
4	525	527
5	524	524
Norme	$525 \pm 2$	$525 \pm 2$

Les résultats obtenus pour les cinq échantillons sont conformes à la norme visée par l'entreprise ; ce qui confirme la bonne conduite des opérations de remplissage et d'emballage.

➤ Taux de solide (SFC)

Le SFC est un facteur essentiel à déterminer car il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général et ses propriétés organoleptiques. C'est aussi un paramètre très important, il est à la base des différentes recettes de la margarinerie.

Les résultats obtenus pour les deux échantillons analysés sont illustrés sur la figure 15.



**Figure 15:** Variation du taux de solide des produits finis "Fleurial et Medina" en fonction de la température.

D'après le graphe de la figure 15, on remarque que le taux de solide de « Medina » est plus élevé que celui de « Fleurial » et il diminue avec l'augmentation de la température. Le taux de solide de « Medina » reste élevé malgré la variation de la température et cela est dû aux huiles incluses dans leurs compositions.

## *Conclusion*

D'après les analyses faites sur ces deux produits, on remarque qu'on fait plus d'analyses à la margarine qu'aux graisses végétales et cela est dû à la présence de la phase aqueuse qui favorise le développement de microorganismes. La présence de la phase aqueuse nécessite son analyse en première étape.

La texture de la margarine diffère de celle des graisses végétales. Cette dernière est plus rigide que la margarine à la même température de stockage car elle contient plus de solide dans sa composition.

A la fin, on conclut que la margarine est plus légère que la graisse végétale car elle fond facilement dans la bouche. De plus, la margarine a un point de fusion bas qui est proche de la température ambiante donc elle est facile à digérer par l'organisme humain, contrairement à la graisse végétale qui est solide à la température ambiante donc elle est difficile à digérer par le corps humain.

# ***CONCLUSION GÉNÉRALE***

## *Conclusion générale*

La composition de la margarine est plus complexe que celle des graisses végétales car la margarine contient une phase aqueuse de plus dans sa composition contrairement aux graisses végétales qui se composent totalement de la phase grasse.

Le processus de fabrication de la margarine est plus complexe que celui des graisses végétales. Leur processus n'inclut pas les étapes de pasteurisation et de CIP, cela est dû à l'absence de la phase aqueuse.

D'après les analyses faites sur ces deux produits, on remarque qu'on fait plus d'analyses à la margarine qu'aux graisses végétales et cela est dû à la présence de la phase aqueuse qui favorise le développement de microorganismes. La présence de la phase aqueuse nécessite son analyse en première étape.

La texture de la margarine diffère de celle des graisses végétales. Cette dernière est plus rigide que la margarine à la même température de stockage car elle contient plus de solide dans sa composition.

La margarine est plus légère que la graisse végétale car elle fond facilement dans la bouche. De plus, la margarine a un point de fusion bas qui est proche de la température ambiante donc elle est facile à digérer par l'organisme humain, contrairement à la graisse végétale qui est solide à la température ambiante donc elle est difficile à digérer par le corps humain.

Après la réalisation de ce travail au complexe agroalimentaire de CEVITAL, nous confirmons que ce dernier donne un rôle très important au contrôle de qualité ; ce qui lui a permis d'être le leader du marché algérien dans l'industrie agro-alimentaire. Et pour cela il avait bien investi pour la satisfaction du système HACCP (système d'analyse des risques et de maîtrise des points critiques) et à la réalisation de plusieurs laboratoires de contrôle de la qualité. Ces laboratoires lui ont permis de réaliser les différentes analyses pour assurer:

- le contrôle des origines appelé la traçabilité.
- le contrôle de la composition : caractérisation de l'aliment local pour élaborer des normes.
- la détection des sources de contamination bactérienne et chimique due aux pesticides.
- le contrôle de la chaîne de fabrication ou de transformation (Procédés de fabrication de l'aliment

## ***Références bibliographiques***

- [1] Karleskind A 1992. Manuel des corps gras. Tome 1, Ed : Tec et Doc, Paris, pp.1579.
- [2] Alais C 2003. Bio chimie alimentaire. 5eme édition, Dunod. Paris, p : 250.
- [3] Michel O 2003. Analyse de corps gras. Technique et caractérisation. P : 3325.
- [4] Poisson et Narce 2003. Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In Lipides et corps gras alimentaires. Jean Graille. Collection sciences et techniques agroalimentaires. Edition Tec & Doc.
- [5] Frenot M et al 2003. Biochimie alimentaire. 5ème édition. Dunod. Paris. P. 250.
- [6] Naudet 1992. Principaux constituants des corps gras. In Manuel des Corps Gras, vol. 1, Karleskind A., Ed., Lavoisier Tec & Doc, pp 65 – 113.
- [7] Weil 1994. Structure et métabolisme des lipides. Biochimie générale. 7<sup>ème</sup> édition. Masson. pp 225-281.
- [8] Breton J-C, 1988. Acides gras, quelques éléments spécifiques. *IN* Biologie des lipides chez l'homme. De la physiologie à la pathologie. L. Douste-Blazy, F. Mendy. Editions médicales internationales. CNRS-CNERNA.
- [9] Al darwich 2009. Métabolisme lipidique et cryorésistance des embryons dans l'espèce bovine. Thèse de doctorat, pp 1-208.
- [10] Weil JH 1995. Biochimie générale. 7ème édition, p : 239.
- [11] Brisson 1982. Lipides et nutrition humaine : Analyse des données récentes sur les corps gras alimentaires. Presse université Laval. 192 pages.
- [12] Frenot M et al 2001. Biochimie des aliments diététique du sujet portant. Ed : Doin éditeurs, centre régionale de documentation pédagogique d'Aquitaine Boideaux.p : 297.
- [13] Faur 1992. Technologie des margarines In « Karleskind ». Manuel des corps gras (2). Edition Tech & Doc : lavoisier, Paris, pp 938-988.

- [14] Kartika 2005. Le tournesol pour la production d'huile: situation des connaissances. In «Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol». Thèse doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse. p 44.
- [15] François 1974. Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Tek & Doc-Lavoisier. Paris, pp 59-288.
- [16] Pagès-Xatart-Parès X 2008. Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. F 6 070. 19p. 18p.
- [17] Denise 1992. Raffinage des corps gras .In : « Manuel des corps gras ».Tome II. Ed : Tec et Doc-Lavoisier, paris, pp : 789-881.
- [18] Ucciani et Debal 1992. Propriétés chimiques des corps gras. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 1 : 330. P : 318-424.
- [19] Cossut et al, 2002. Les corps gras entre tradition et modernité. Projet DESS en gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaires. Institut agroalimentaires. Lille, pp 1-111.
- [20] Laventurier 2013. Impact des formulations de margarines sur le procès en boulangerie et pâtisserie artisanales et industrielles. Journal fonctionnalité des huiles.
- [21] Berthoud et Real 2008. Pourquoi se méfier des acides gras trans. Haute école de santé Genève, pp 1-6.
- [22] Boggio 2012. Les matières grasses alimentaires. Faculté de médecine. Université de bourgogne, pp 28-35.
- [23] Dupin et al 1992. Alimentation et nutrition humaines. Edition : ESF, Paris, p 1533.
- [24] Karleskind et Wolff 1992. Raffinage des corps gras ; in « Manuel des Corps Gras ». Tome 2, Ed : Techniques et Documentation. Londres, Paris, New York : 2-85206, 662-9.
- [25] Miroslav 2005. Ingredients for margarine and spreads. Application Specialist DANISCOA/S. <http://www.bing.com/search?FORM=SK2MDF&PC=SK2M&q=buchmet+M>.

- [26] O'Brien 2009. Fats and oils: formulating and processing for applications. Ed: CRC Press, Taylor et Francis Group, Boca Raton LondonNewYork.P744.
- [27] Kone Issa 2003. La margarine. Edition : BETJ. Micouleau couleau, volume, pp 8-22.
- [28] Morin 2005. Acides gras Trans : Récents développements. Oléagineux corps gras. Tome 2. Edition : Tec & Doc. Lavoisier. Paris, pp 1148-1419.
- [29] Moll et Moll 1998. Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques. 2<sup>ème</sup> Edition: DONOD. Paris, pp 89-96.
- [30] Luterotti et al 2006. New simple spectrophotometric assay of total carotene in margarines. Analytica chimica Acta, pp 466-473.
- [31] Jean-Louis 2002. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Edition Tech & Doc. Paris (3), pp 638-649.
- [32] Odier 1992. Rôle et intérêt des additifs alimentaires en technologie alimentaire. Office des publications universitaires, pp 25-85.
- [33] Cheftel et Cheftel, 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.
- [34] Alais et Linden 1997. Corps gras In : abrégé de biochimie alimentaire. Ed Masson, Paris, pp 231-241.
- [35] Becker et al, 2009. Les additifs alimentaires, pp 1-4.
- [36] Dia et al, 2001. Autres valorisations de la matière grasse laitière. In : valorisation de la matière grasse laitière. Université de Lille, pp 1-19.
- [37] McClement et al, 2000. Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. Journal of food science 65,1270-1282.
- [38] Genot et al, 2003. Lipid oxidation in emulsions. In Lipid Oxidation Pathways, Kamal-Eldin A. Edition: AOCS Press Pub. Champaign, IL, (USA); pp 190-244.

- [39] (NE 1. 2.47, 1985). Corps gras d'origines animal et végétale -Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.
- [40] (NE.1.2.429.1989). Margarine : détermination de la teneur chlorure de sodium.
- [41] (ISO: 8292 T60-250, 1995). Corps gras d'origines animal et végétale -Détermination de la teneur en corps gras solide- Méthode par résonance magnétique nucléaire pulsée.
- [42] (NE. 1. 2.91, 1988). Margarine : détermination du point de fusion (méthode au tube capillaire).
- [43] (NE. 1. 2.98, 1988). Margarine : détermination de l'indice de peroxyde.
- [44] Jean Rodier 2005. L'analyse de l'eau, 8eme édition DUNOD.
- [45] (NF 90-036). Margarine : détermination Titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet.
- [46] Rodier et al 2009. L'analyse de l'eau. 9ème édition. Ed.DUNOD. 1526p.
- [47] Guiraud et Galzy 1980. L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires, troisième partie, Analyse microbiologique des aliments, chap. V : Analyse du beurre et des matières grasses. Ed. USINE. La Chapelle-Montligeon. pp : 143-144.
- [48] Kabir A 2015. Contrainte de la production en Algérie et évolution de la qualité de lait dans l'industrie laitière (constats et perspectives). Thèse doctorat université d'Oran 1 Ahmed Ben Bella.
- [49] Amiot et al 2002. Composition, propriétés physicochimique valeur nutritive, qualité technologique et technique d'analyse du lait. Carole I, Vignola. Science et technologie du lait. Québec. pp: 1-30.
- [50] Djouab 2007. Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Université de M'hamed Bougara - Boumerdes. Algérie. Mémoire de Magister en Génie Alimentaire.
- [51] Frasc-Melnik et al 2010. Fat crystal- stabilised w/o emulsions for controlled 1 salt release. Journal of Food Engineering. pp: 1-14.

[52] Zhang 2005. Storage stability study of margarines produced from enzymatically interesterified fats compared to margarines produced by conventional methods. I. Physical properties. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 107 : 530-539.

[53] Delacharleri 2008. HACCP Organoleptique guide pratique. Passage des déportés-B-5030 Gembloux(Belgique). pp : 32-33.

## ***Résumé***

Ce présent travail a pour objectif de faire un suivie entre le processus de fabrication d'une margarine « Fleurial » et d'une graisse végétale « Medina » produite par le complexe agroalimentaire CEVITAL et d'évoluer la qualité de ces deux produits donc on a basé sur le côté analytique.

La composition de la margarine est différente de celle des graisses végétales. Les graisses végétales se composent totalement de la phase grasse et des additifs liposolubles, contrairement à la margarine qui est une émulsion d'eau dans huiles ce qui signifie qu'elle contient en plus une phase aqueuse et des additifs hydrosolubles. Le processus de fabrication de la margarine est plus complexe que celui des graisses végétales. Leur processus n'inclut pas les étapes de pasteurisation et de CIP, cela est dû à l'absence de la phase aqueuse.

Les analyses organoleptiques et physico-chimiques ont été faite durant tout le processus de fabrication. En commençant par la matière première, ensuite l'eau du processus ainsi que le lait et on termine par l'émulsion et le produit final. Les résultats obtenus ont démontré que ces produits sont stables et répondent aux exigences de la réglementation et une conformité de ces produits aux normes.

## ***Abstract***

This present work aims to follow up between the manufacturing process of a "Fleurial" margarine and a "Medina" vegetable fat produced by the CEVITAL food complex and to improve the quality of these two products so we have based on the analytical side.

The composition of margarine is different from that of vegetable fats. Vegetable fats consist entirely of the fatty phase and fat-soluble additives, unlike margarine which is a water-in-oil emulsion which means that it additionally contains an aqueous phase and water-soluble additives. The process of making margarine is more complex than that of vegetable fats. Their process does not include the pasteurization and CIP steps, this is due to the absence of the aqueous phase.

Organoleptic and physicochemical analyzes were carried out throughout the manufacturing process. Starting with the raw material, then the process water and milk and ending with the emulsion and the final product. The results obtained have shown that these products are stable and meet regulatory requirements and that these products comply with standards.