



Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie
Département de Biologie Physico-Chimique
Option : Biochimie Appliquée

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du Diplôme

MASTER

THEME

Suivi de la fabrication d'un produit fini ; cas de la margarine Fleurial

Présenté par :

ABID Celina & AHFIR Laldja

Soutenu le : 19/06/2023

Devant le jury composé de :

- Mme BEDJOU F.
- Mr AMIROUCHE A.
- Mr HAMITRI M.
- Mr OUCHEMOUKH S.

Présidente
Encadrant
Co-encadrant
Examineur

Année Universitaire : 2022/2023

Remerciements

Nous sommes reconnaissantes envers Dieu Tout-Puissant d'avoir bénéficié de la force et de la patience indispensables pour accomplir ce travail modeste avec succès.

*Nous tenons à remercier **Mr Adel Amirouche** pour avoir accepté de nous encadrer et pour son précieux accompagnement tout au long de notre travail.*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury : **Mme BEDJOU F & Mr Ouchemoukh.S** qui nous ont fait l'honneur d'examiner et d'évaluer notre travail. Et les années passées à nous enseigner.*

*Nous tenons aussi à exprimer notre profonde gratitude à notre co-encadrant, **Mr Hemitri Mourad**, pour son accueil et sa mise à disposition de toutes les conditions nécessaires à la réalisation de ce travail, ainsi qu'à toute l'équipe de laboratoire physicochimique particulièrement : **Mme Boualit.S** chef de laboratoire, **Mr Boukhima.H**, **Mr Yessad.K**, **Mr Foughali.F**, et **Mr Letrache.A***

Un grand merci pour tous nos enseignants sans exception et à toutes les personnes, qui nous aidés lors de notre parcours.

Dédicaces

J'ai le grand honneur de dédier ce travail :

A mes chers parents : Atika & Boubekeur, je souhaite exprimer mes sentiments sincères envers leur patience infinie, mon amour profond pour leurs sacrifices et leur amour, ainsi que pour leur soutien constant.

A mes sœurs : Dehbia, Katia, Wissam et Sarah,

A mes frères : Namer, Juba et Massi,

A mes beaux-frères : Halim, Djallal, Hani et Farhat,

A ma copine et binôme Cylia,

A mes amis, la famille Abid et tous ceux qui m'ont soutenu et encouragé.

ABID Celina

Dédicaces

Je dédie ce travail à mes chers parents, en priant Dieu de les préserver près de moi.

À ma chère maman, qui a travaillé jour et nuit pour ma réussite, je suis fière d'être ta fille. Je te promets de te soutenir à mon tour, d'être là pour toi, comme tu l'as toujours été pour moi.

À mon merveilleux père, qui est toujours prêt à tout pour mon bonheur, je suis profondément reconnaissante pour les valeurs, l'éducation et le soutien que tu m'as offerts. Je ferai tout ce qui est en mon pouvoir pour te rendre fier et te maintenir la tête haute.

À ma sœur Anaïs et mon frère Adam, qui sont les piliers de ma vie et mes plus grands complices.

À ma précieuse binôme et amie, Celina, je suis fière de toi et de notre travail accompli ensemble. Peu importe où l'avenir nous mènera, les moments précieux que nous avons partagés resteront à jamais gravés dans ma mémoire.

À tous mes proches de la famille Ahfir et Kentouri sans exception

AHFIR Laldja

Sommaire

Introduction	1
Chapitre I : Généralités sur les corps gras	
1. Définition et origine du corps gras	5
2. Composition et constituants des corps gras	6
2.1. Fractions saponifiables (98%)	6
3. Fractions insaponifiables (2%)	7
4. Propriétés physiques des corps gras	9
5. Propriétés chimiques des corps gras	9
5.1. Hydrogenation	10
5.2. Hydrolyse	10
5.3. Saponification	10
Chapitre II : Étude de la matière première	
1. Huiles végétales	13
2. Huiles Utilisées	14
3. Raffinage	15
4. Huiles Hydrogénées	16
4.2. Interestérisation enzymatique	17
4.2.2. Processus de Fabrication	19
Chapitre III : Margarine	
1. Définition	22
2. Composition	22
3. Type	23
4. Caractéristiques	24
5. Différents produits de la margarine (Cevital)	26
6. Margarine Fleurial	26
6.1. Processus de fabrication de la margarine Fleurial	26

6.1.1. Préparation de la phase aqueuse	26
6.1.2. Préparation de la phase grasse	26
6.1.3. Préparation de l'émulsion.....	27
6.1.4. Pasteurisation.....	27
6.1.5. Refroidissements, cristallisation et malaxage	27
6.1.6. Conditionnement et stockage	27

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

1. Matériels	31
2. Réactifs	32
3. Huile	32
3.1. Analyse Qualitative	32
3.1.1. Introduction	32
3.1.2. Principe physico-chimique	32
3.3. Chromatographe	34
3.4. Logiciel	34
4. Margarine Fleurial	36
4.1. Échantillonnage	36
4.2. Analyses physico-chimiques effectuées	38
4.2.1. Teneur en eau (Humidité)	38
4.2.2. Teneur en sel.....	38
4.2.3. Indice de Peroxyde.....	39
4.2.4. Point de Fusion	40
4.2.5. Taux en Solide (SFC).....	41
5. Analyse Statistique	43

Chapitre V : Résultat et discussion

1. Huile	45
----------------	----

1.1. Tournesol.....	45
1.2. Normal Stéarine	46
2. Margarine Fleurial	47
2.1. Humidité.....	47
2.2. Point de fusion.....	48
2.3. Indice de Peroxyde	49
2.4. Teneur en sel	50
2.5. SFC (Taux en solide)	51
Conclusion	56

Références bibliographiques

Résumé

LISTE DES FIGURES

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Moléculaire et point de fusion des principaux acides gras	6
Figure 2	Réaction chimique de la formation d'un triglycéride (Tristéarine)	7
Figure 3	Structure d'un phospholipide	7
Figure 4	Structure du β -sitostérol et du Stigmastérol	8
Figure 5	Les quatre familles de vitamines liposolubles	9
Figure 6	Structure du β -Carotène	9
Figure 7	Schéma réactionnel simplifiée de l'hydrogénation des huiles végétales	10

Figure 8	Exemple de réaction de Saponification	11
Figure 9	Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés	16
Figure 10	Exemple d'acides en configuration cis et trans.	17
Figure 11	Structure d'une molécule de triacylglycérol après interestérisation	18
Figure 12	Schéma du procédé d'interestérisation	19
Figure 13	Schéma générale de la composition de la margarine	23
Figure 14	Différents types de margarine	24
Figure 15	Produits de margarine fabriquée par Cevital	26
Figure 16	Schéma générale de la fabrication de la margarine	28
Figure 17	Spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution	31
Figure 18	Chromatographe en phase gazeuse	31
Figure 19	Structure de Polydimethylsiloxane	33
Figure 20	Figure d'un Chromatographe	34
Figure 21	Les étapes de la préparation d'échantillon optimale pour la chromatographie	35
Figure 22	Chromatogramme des différents acides gras présents dans les huiles végétales analysés par CPG-FID en fonction du temps de rétention	36
Figure 23	Les étapes du processus de la détermination de la teneur en humidité	38
Figure 24	Les étapes du processus de la détermination de la quantité des sels	39
Figure 25	Les étapes du processus de la détermination de la quantité la quantité d'oxygène actif exprimé en milli équivalent contenu dans 1kg de corps gras	40
Figure 26	Les étapes du processus de la détermination du point de Fusion	41
Figure 27	Interférogramme du Signal de précision libre (FID) en fonction de temps	42

Figure 28	La teneur en solide d'une phase grasse constitue un élément important pour la connaissance des propriétés rhéologiques d'une graisse	42
Figure 29	Chromatogramme des acides gras de tournesol analysé par CPG-FID en fonction du temps de rétention	45
Figure 30	Chromatogramme des Acides gras de la Normal Stéarine Analysée par CPG-FID en fonction du temps de rétention	46
Figure 31	La teneur moyenne en eau (%) de la margarine Fleurial (16%).	48
Figure 32	Point de fusion moyen (°C) de la margarine Fleurial (35.5°C).	49
Figure 33	Indice de peroxyde moyen (meq/mg) de la Margarine Fleurial (1 meq/mg).	50
Figure 34	Teneur en sel moyenne (%) de la margarine Fleurial (0.4%).	51
Figure 35	Le taux de solide moyen à 20°C de la margarine Fleurial (10%).	52

LISTE DES TABLEAUX

Numéro	Titre	Page
Table1	Les huiles végétales : composition et caractéristiques	14
Table 2	Les résultats des Analyses physico-chimiques effectuées sur la margarine Fleurial	37

LISTE DES ABREVIATIONS

AG: Acide Gras

AGs: Acides Gras

AGS: Acide Gras Saturés

AGI: Acides Gras Insaturés

AGPI: Acides Gras Polyinsaturés

ALA: Alphalinolenic Acid

CG: Corps Gras

CPG: Chromatographie en Phase Gazeuse

FID: Flame Ionization Detector

GMS: Glycerol Mono-Stearate

HBO: Hydrogen Bean Oil

HDL: High Density Lipoprotein

HPO: Hydrogen Palm Oil

ISO: International Standarization Organisation

Kda: Kilo Dalton

LA: Linoleic Acid

LDL: Low Density Lipoprotein

Meq/mg: Milliéquivalent / milligrammes

MS: Masse Spectroscopy

NE: Normes Européennes

NF: Norme Française

pA: Picoampère

PDMS: PolyDimethylSiloxane

PGPR: PolyGlycerol Poly-Ricinoleate

PKL: Palm Kernel Laurein

PKO: Palm Kernel Olein

PS: Palm Stearin

PVC: Polyvénylchroline

RMN: Résonance Magnétique Nucléaire

SE: Standard d'Erreur

SFC: Solid Fat Content

TCD: Thermal Conductivity Detector

TL IM: Theromyces Lanuginosus IM

UV: Ultra-Violet

Introduction

Depuis les temps les plus reculés, l'homme a consommé tout naturellement des lipides avec ses aliments, sous forme de plantes, gibiers et poissons. Les perfectionnements progressifs de l'analyse chimique ont permis une connaissance plus rationnelle des principaux composants de la nourriture, ceci conduisant à une prise de conscience de l'importance des lipides dans l'alimentation humaine. **(Leray, 2013)**. L'aspect purement calorigénique des lipides (chaleur et combustion) a été établi en 1866 par le chimiste anglais Edward Frankland, qui démontra que les lipides étaient environ de deux fois plus riches en énergie que les glucides **(Leray, 2013)**.

Au XX^e siècle les cliniciens et les chercheurs ont remarqué que la nutrition et plus précisément les lipides sont l'un des facteurs majeurs contribuant à la survenue de diverses pathologies qui découlent directement non seulement de leur importance dans la constitution des membranes cellulaires, dans le stockage de l'énergie et le transport du cholestérol et des vitamines liposolubles, mais aussi dans l'activation de certaines protéines essentielles pour la régulation et la signalisation cellulaire **(Leray, 2013)**. Les huiles végétales et les graisses animales ont servi des aliments depuis les temps préhistoriques jusqu'aux temps modernes où elles sont devenues aussi une matière première industrielle ainsi qu'une source d'énergie **(Leray, 2013)**.

Parmi les transformations industrielles des huiles, on a les margarines qui ont été réalisées pour la première fois à partir d'une émulsion de graisse de bœuf (phase grasse) et de lait (phase aqueuse). Ce processus consiste essentiellement à faire réagir les huiles avec de l'hydrogène en présence de catalyseur (nickel, palladium) dans des conditions physiques strictement contrôlées. Il en résulte une transformation des acides gras par disparition des doubles liaisons, ce qui contribue à élever le point de fusion du produit et donc à le durcir **(Leray, 2013)**. La majorité des margarines actuellement dans le commerce provient d'huiles végétales (principalement de l'huile de palme, de soja, de tournesol...etc.), mais cette dernière décennie la composition a changé d'une façon significative afin de diminuer les risques cardiovasculaires liées à l'hydrogénation de ces huiles qui par conséquent conduit à la production des acides gras insaturés *trans* qui causent l'augmentation des niveaux de LDL, et diminution des niveaux de HDL **(Katan, 1994)**.

Ces risques peuvent être diminués par une modification de comportement à la fusion de l'huile sans modifier la composition des acides gras via le processus d'inter-estérification qui consiste

à effectuer une hydrolyse et à reformer ensuite les liaisons ester entre les acides gras et les molécules de glycérol des graisses (**Arrago-Trani, 2006**).

Dans ce mémoire, notre objectif est d'étudier le suivi de la fabrication de la margarine Fleurial au sein de l'organisme de CEVITAL. Nous aborderons différentes étapes, en commençant par une analyse approfondie de la matière première utilisée, qui se compose d'huiles végétales fluides et interestérifiées. Ensuite, nous examinerons le processus de production, suivi des analyses physico-chimiques du produit fini. Une étude statistique sera également menée pour évaluer la conformité de la margarine Fleurial. Les résultats obtenus seront ensuite interprétés et discutés, et enfin, nous conclurons notre mémoire en résumant les principales conclusions de notre étude.

Partie
théorique

Chapitre I :

Généralités sur les

corps gras

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

Ce chapitre porte sur les généralités concernant les corps gras. Il explique que les huiles et les graisses se différencient par leur état physique à température ambiante, les huiles étant liquides et les graisses solides à 15°C. Ces corps gras sont classés en fonction de leur origine animale ou végétale et sont consommés sous forme d'huiles ou de graisses dans l'alimentation. Ils sont une source d'énergie importante mais une consommation excessive peut causer des problèmes de santé. Le chapitre présente également la composition des corps gras, comprenant les acides gras, les triglycérides, les phospholipides, les stérols, les cires, les vitamines liposolubles et les pigments. Les propriétés physiques et chimiques des corps gras, telles que le point de fusion, la viscosité, la solubilité, la densité, l'hydrogénation, l'hydrolyse et la saponification, sont également abordées.

1. Définition et origine du corps gras :

Les corps gras sont des composés organiques qui possèdent des propriétés hydrophobes. Ils existent naturellement sous forme solide (graisses) ou liquide (huiles). La différence entre les huiles et les graisses réside dans leur point de fusion : à une température de 15°C, les huiles sont des corps gras liquides tandis que les graisses peuvent être plus ou moins solides (**Percheron, 1981 ; Graille, 2003**).

Les corps gras peuvent être classés en fonction de leur origine :

- D'origine végétale, tels que les huiles végétales provenant de céréales comme l'arachide, le tournesol, le colza (**Scriban, 1988**).
- D'origine animale sont principalement extraites des réserves du tissu adipeux (**Cheftel, 1977**) et comprennent des huiles de bœuf, de mouton, des suifs tels que ceux provenant de pieds de bœuf, du beurre obtenu à partir du lait de ruminants, des graisses de cheval et de porc (saindoux), des huiles de poisson entier, de foie de poisson.
- Ils peuvent également être classés selon leur consistance (**Graille, 2003**), tels que l'état fluide (huile), solide (graisses) ou cireux (cires).

2. Composition et constituants des corps gras :

2.1. Fractions saponifiables (98%) :

2.1.1. Acides gras :

Les acides gras sont des acides carboxyliques qui possèdent une chaîne aliphatique hydrophobe saturée ou insaturée. Ils sont les composants principaux des glycérides en termes de poids. Il existe une grande variété d'acides gras, en particulier dans le règne végétal (**Linden et Lorient, 1994**).

	Acide gras saturé	Masse moléculaire (Kda)	Point de fusion (°C)
C4 : 0	butyrique	88.10	-7.9
C6 : 0	caproïque	116.16	-3.4
C8 : 0	caprylique	144.21	16.7
C10 : 0	caprique	172.26	31.6
C12 : 0	laurique	200.31	44.2
C14 : 0	myristique	228.36	54.4
C16 : 0	palmitique	256.42	62.9
C18 : 0	stéarique	284.47	69.6
C20 : 0	arachidique	312.52	75.4
C22 : 0	béhénique	340.57	80.0
C24 : 0	lignocérique	368.62	84.2
	insaturé		
C12 : 1	lauroléique	198.29	- (1)
C14 : 1	myristoléique	226.34	- (1)
C16 : 1	palmitoléique	254.39	- (1)
C18 : 1	oléique	282.44	- (1)
C20 : 1	gadoléique	310.50	- (1)
C22 : 1	érucique	338.55	- (1)
C24 : 1	sélacholéique	366.60	- (1)
C18 : 2	linoléique	280.43	- (1)
C18 : 3	α -linoléique	278.41	- (1)
C20 : 4	arachidonique	304.45	- (1)

(1) Le point de fusion des acides gras insaturés varie de -50 à 30 °C

Figure 1: Masse moléculaire et point de fusion des principaux acides gras (**Formo, 1979 ; Sonntag, 1979a ; 1979b**)

2.1.2. Triglycérides :

Les triglycérides sont les principaux composants des lipides simples apolaires, représentant entre 90% et 99% de ces derniers. Ils sont composés de trois acides gras et de glycérol (**Cuvelier, 2004**).

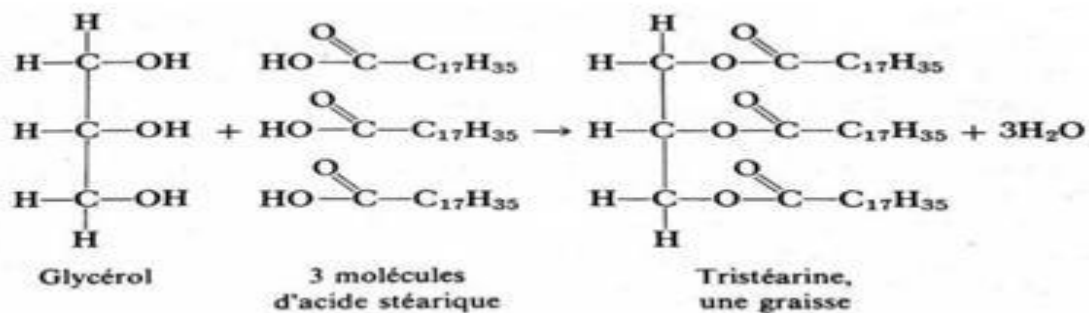


Figure 2 : Réaction chimique de la formation d'un triglycéride (Tristéarine) (Routh, 1978).

2.1.3. Phospholipides :

Les phospholipides existent dans toutes les cellules animales et végétales. Ils se composent de glycérol, d'acides gras, d'acide phosphorique et d'un composé azoté. Plus spécifiquement, ce sont des esters d'acide phosphatidique avec la choline, l'éthanolamine, la serine ou l'inositol (Routh, 1978).

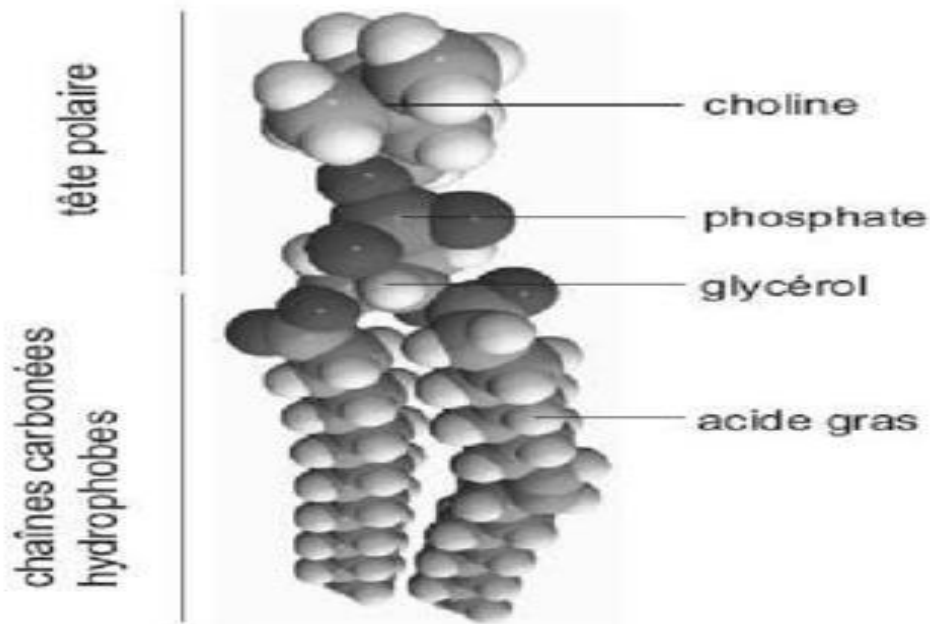


Figure 3 : Structure amphiphile des phospholipides (Delatour, 2007).

3. Fractions insaponifiables (2%) :

3.2.1 Stérols :

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

Les stérols font partie des constituants mineurs des corps gras, ce sont des composés tétracycliques comportant 27 à 29 atomes de carbone (**Soulier et Farines, 1992**), proviennent de la saponification d'esters d'acides gras. Dans le règne végétal, les stérols les plus abondants sont le β - Sitostérol, suivi du Campestérol et du Stigmastérol (**Poisson et Narce, 2003**). Le cholestérol est présent à des faibles quantités.

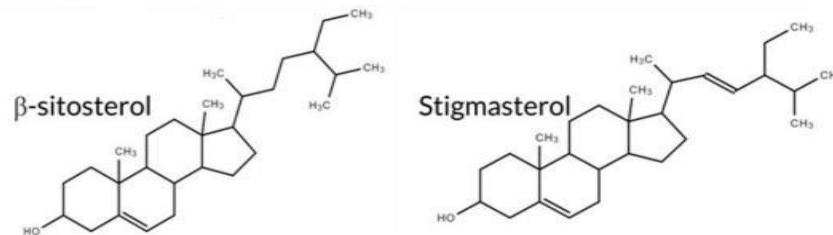


Figure 4 : Structure du β -sitostérol et du Stigmastérol (**Martin, 2020**).

3.2.2 Cires :

Une cire s'agit d'un mélange de lipides apolaires a longues chaines . À l'exception de quelques cas particuliers, les cires végétales sont produites et localisées à la surface des parties aériennes des plantes, au niveau de leur cuticule. Elles sont constituées principalement d'esters, d'acides et d'alcools (**Lecomte, 2009**).

3.2.3 Vitamines liposolubles :

Les vitamines liposolubles font référence à un groupe de vitamines qui se dissolvent dans les graisses et les huiles, ils ont la particularité de se dissoudre et de se stocker dans les tissus adipeux de l'organisme, ce qui leur confère une capacité de réserve.Ce groupe comprend les vitamines A, D, E et K.

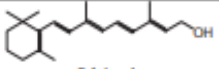
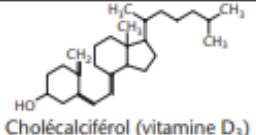
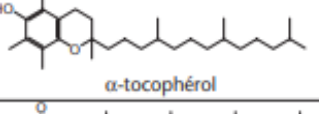
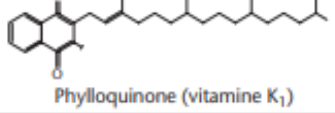
Micronutriments	Forme active principale	Autres formes courantes	Sources alimentaires principales	Fonctions principales
Vitamine A	 Rétinol	Rétinyl palmitate	Foie, poissons gras, beurre, œufs, lait entier	Vision, régulation de gènes
Vitamine D	 Cholécalfiférol (vitamine D ₃)	Ergocalciférol (vitamine D ₂)	Poissons gras et produits laitiers enrichis	Minéralisation et homéostasie calcique, reproduction, immunité, régulation de gènes
Vitamine E	 α-tocophérol	γ-tocophérol	Germes de graines et huiles végétales	Activité antioxydante, régulation de gènes
Vitamine K	 Phylloquinone (vitamine K ₁)	Ménaquinone-4 (vitamine K ₂)	Légumes verts à feuilles, fromages	Activité antihémorragique, métabolisme du calcium

Figure 5 : Les quatre familles de vitamines liposolubles (Martin, 2001).

3.2.4 Pigments :

Les pigments retrouvés dans les huiles sont les Caroténoïdes, les Chlorophylles et les Flavonoïdes.

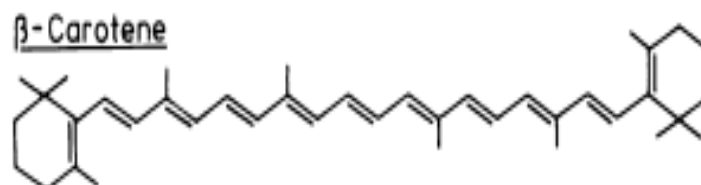


Figure 6 : Structure du β-Carotène (Sies et Stahl, 1995).

4. Propriétés physiques des corps gras :

Les corps gras, présentent plusieurs propriétés physiques qui les distinguent des autres composés. Voici quelques-unes des principales propriétés physiques des corps gras :

- Point de fusion : Augmente avec la longueur de la chaîne carbonée.
- Viscosité : Proportionnelle au degré de saturation et longueur de la chaîne de corps gras (Cheftel, 1986).
- Point d'ébullition : Augmente avec la longueur de la chaîne, les doubles liaisons ont une petite influence.

Chapitre I : Généralités sur les corps gras

- Solubilité : les huiles sont insolubles dans les solvants polaires et solubles dans les solvants organiques (**Mohtadji, 1989**).
- Densité : la densité des huiles végétales varie de 0,915 à 0,964 (**François, 1974**).

5. Propriétés chimiques des corps gras :

5.1 Hydrogenation :

C'est une réaction catalytique tri-phasique qui fait réagir l'huile avec l'hydrogène en présence d'un catalyseur, ce qui permet l'addition d'hydrogène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés et par conséquent : durcissement des huiles végétales, augmentation de point de fusion et amélioration de leur stabilité à l'oxydation (**H. Tahakashi, 1996**).

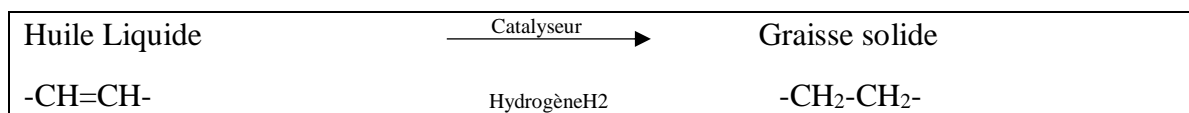
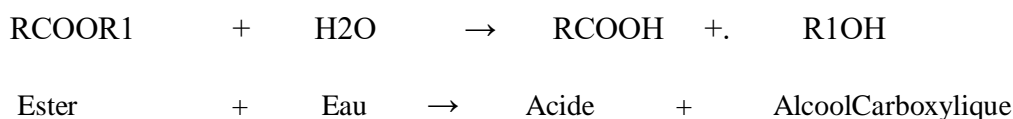


Figure 7 : Schéma réactionnel simplifiée de l'hydrogénation des huiles végétales (**H. Tahakashi, 1996**).

5.2. Hydrolyse :

L'hydrolyse est la coupure des liaisons esters obtenue soit par voie chimique ou enzymatique. Elle conduit à libérer un ou plusieurs alcools et acides carboxyliques constitutifs d'un corps gras, la réaction se fait comme suit (**Goudet et Yindoula, 2008**) :



5.3. Saponification :

C'est une hydrolyse par un alcalise, qui fournit du glycerol et des sels d'acides gras ou savons. La saponification d'une graisse peut-être représentée ainsi (**Routh, 1978**) :

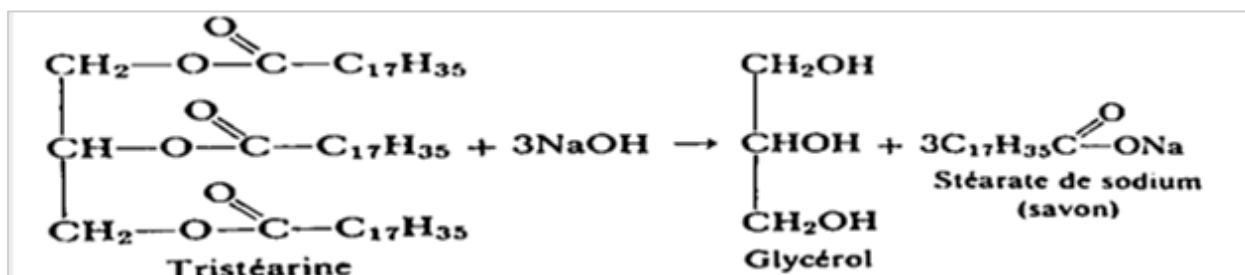


Figure 8 : Exemple de réaction de Saponification (Routh, 1978).

Chapitre II :
Étude de la matière
première

Dans ce chapitre, nous avons étudié les différentes huiles végétales utilisées dans l'industrie, classées en deux catégories : les huiles fluides et les huiles concrètes. Chaque huile présente des caractéristiques physico-chimiques spécifiques : l'aspect, composition, point de fusion. Nous avons également abordé le processus de raffinage qui est une étape de purification ; vise à éliminer les composés indésirables et à assurer la stabilité des corps gras. Ensuite, nous avons étudié les huiles hydrogénées, obtenues par hydrogénation qui sert à durcir et à augmenter leurs durées de conservation. Cependant, l'hydrogénation peut entraîner la formation d'acides gras trans non naturels, ce qui présente un risque pour la santé. Enfin, l'interestérisation enzymatique, un processus qui redistribue au hasard les acides gras des matières grasses pour augmenter leur point de fusion sans produire d'acides gras trans. On a également décrit le processus de fabrication de l'interestérisation, cela comprend la préparation du mélange, le chauffage, la filtration et l'application d'une enzyme spécifique.

1. Huiles végétales :

1.1. Définition :

Les huiles végétales brutes, appelées « huiles de pression » ou « huiles d'extraction » selon la technique employée en huilerie, présentent des caractéristiques chimiques différentes qui singularisent leur goût, leur aspect et leur fonction. On distingue couramment deux grandes familles de produits :

- Les huiles fluides, principalement soja, colza, tournesol, arachide, olive (Point de fusion bas)
- Les huiles concrètes (coprah, palme et palmiste) : solides sous les climats tempérés (Point de Fusion élevé) (ARGENSON, 2007).

Chapitre II : Étude de la matière première

1.2. Huiles Utilisées :

L'utilisation d'huiles joue un rôle essentiel dans la fabrication de différents produits. Voici un aperçu des huiles utilisées, mettant en évidence leurs aspects, compositions et points de fusion :

Huiles	Aspect	Composition			Point de fusion
		AGS %	AGI%	Autres	
Palme (Palmier)	Rouge	45.8 – 65.5 (41.1– 59.3Acide palmitique C16:0)	32– 64.9 (27.6 – 53.3 Acide oléique C18:1)	Vitamine E (0,8 g/kg) Stérols (2,5 g/kg) Carotène (0,8 g/kg)	35—42°C
Palmiste (amande du fruit de palmier)	Rouge/o range	74.6 – 97.2 (45 – 52 Acide laurique C12:0)	13.1– 22.5 (11.1– 17.1 Acide oléique C18:1)	Vitamine E (< 30mg/kg) Stérols (1,1 g /kg)	23—30°C
Soja	Jaune doré/ orangé	11– 21 (8– 13 Acide palmitique C16:0)	71– 99 (54– 72 Acide linoléique C18:2)	Vitamine E (1,4 g/kg) Stérols (3 g/kg) Lécithine (22 g/kg)	-15°C
Tournesol	Jaune doré	10– 16 (5– 8 Acide palmitique C16:0)	77– 96 (62– 70Acide linoléique C18:2)	Vitamine E (0,8 g/kg) Stérols (2,4-5 g/kg)	-15°C
Colza (Graines d'une crucifère ; Canola)	Jaune vive	6 – 8 (4 – 5 Acide palmitique C16:0)	83 – 97 (55 – 62 Acide oléique C18:1)	Vitamine E (80 mg/kg) Stérols (8 g/kg)	<2°C
Coprah (Coco)	Blanche	76.1 – 98 (44.1– 51.5 Acide laurique C12:0)	6 – 11.2 (5– 8.2 Acide oléique C18:1)	Vitamine E (<50 mg/kg) Stérols (0,4-1,2 g/kg)	23—25°C

*AGS : Acides gras saturés /AGI : Acides gras insaturés

Table 1 : Les huiles végétales : composition et caractéristiques (Leray, 2013) et (ARGENSON, 2007).

1.3. Raffinage :

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières, tout en maîtrisant la formation de nouveaux composés indésirables par hydrolyse, oxydation ou isomérisation (**Birot, 2010**).

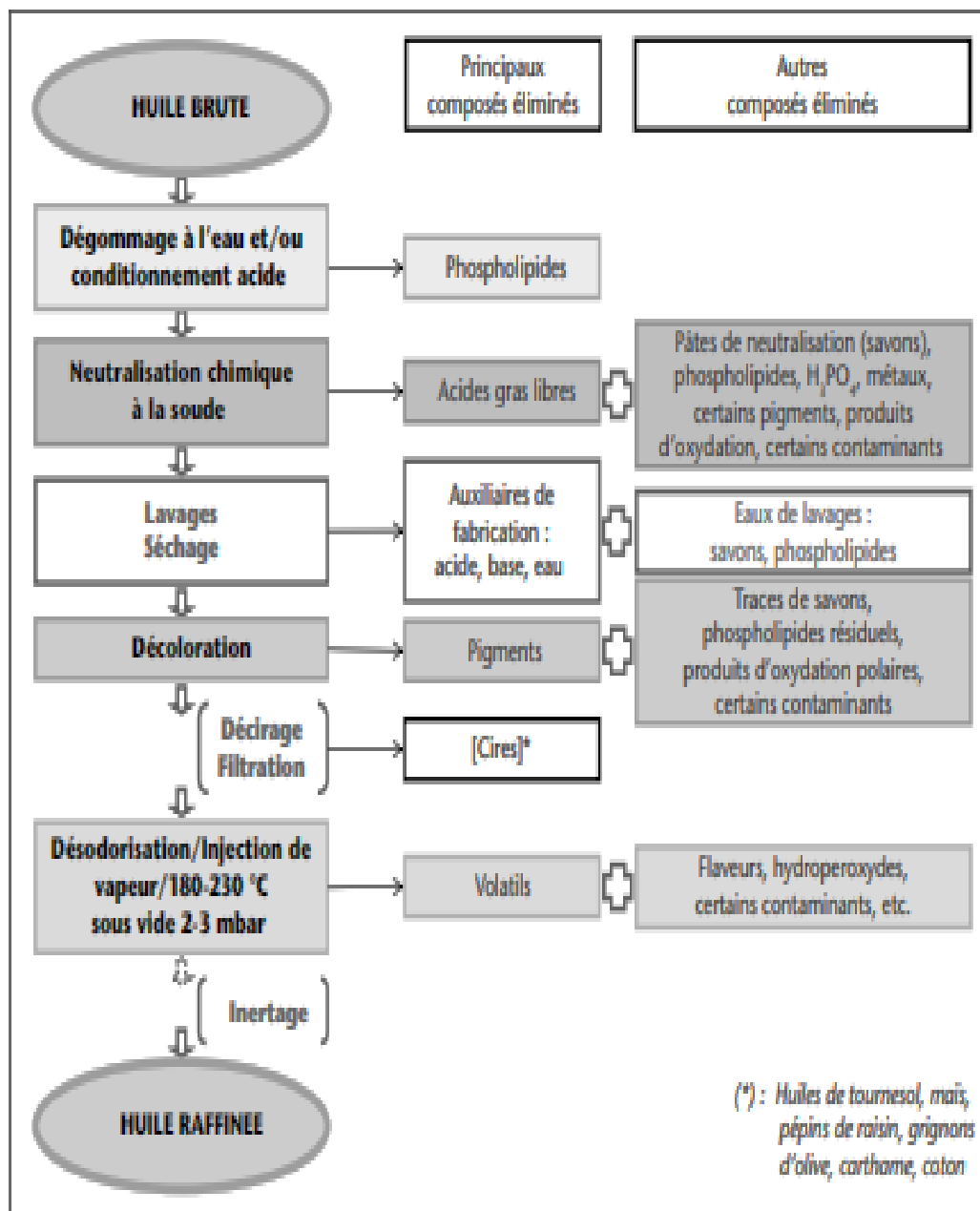


Figure 9 : Raffinage par distillation neutralisante (raffinage « physique ») : étapes et composés éliminés (Biot, 2010).

2. Huiles Hydrogénées :

Les huiles hydrogénées sont des huiles contenant des acides gras saturés obtenues par le processus d'hydrogénation qui a pour but de stabiliser les huiles en les rendant plus solides, ce qui leur confère une grande résistance à la chaleur, la lumière et à l'action d'oxygène, et donc plus de temps de conservation.

2.1. Types utilisés :

Parmi les huiles hydrogénées utilisées au sein de Cevital :

- PS : La Stéarine (extraite à partir du palme ou palmiste)
- PKO : Huile de palmiste oléique
- PKL : Huile de palmiste Laurique
- HPO : Huile de palme hydrogénée
- HBO : Huile de Soja Hydrogénée

L'hydrogénation des huiles est un procédé principal dans la fabrication des margarines, mais elle présente un inconvénient d'aboutir systématiquement à des formes acides *trans* non-naturelles qui résultent d'un changement de la configuration spatiale des AG *cis* déjà présents dans les graisses végétales, dont la nocivité pour l'organisme est l'objet.

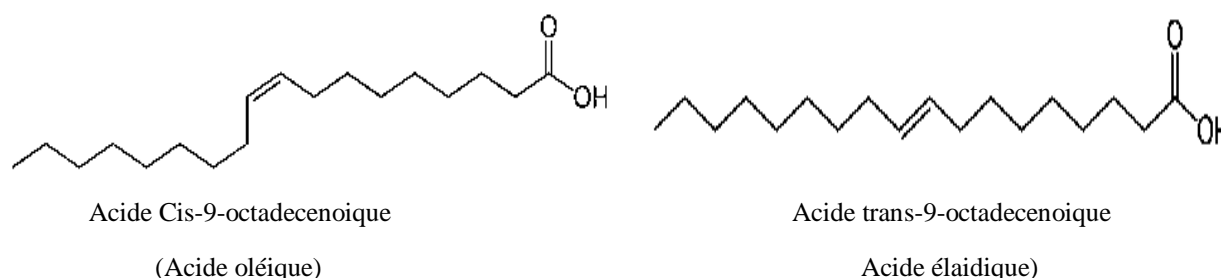


Figure 10 : Exemple d'acides en configuration cis et trans.

2.2. Interestérisation enzymatique :

2.2.1. Définition :

Appelée aussi transestérification ou « randomisation », consiste à redistribuer au hasard sur les trois positions stéréospécifiques du glycérol les acides gras des matières grasses. Ce traitement a pour conséquence l'augmentation du point de fusion des lipides sans danger de générer des acides gras *trans*.

L'interestérisation va changer la nature des acides gras localisés naturellement en position *sn-2*, mais la composition globale des acides gras reste inchangée.

La figure 9 décrit l'interestérisation de molécule de triacylglycerol (POS) avec acide palmitique (P) en *sn-1*, oléique (O) en *sn-2* et stéarique(S) en *sn-3*. Après traitement, ces acides gras se redistribuent pour donner six nouvelles espèces moléculaires, chacun des acides gras pouvant être acylé en *sn-2*(Leray, 2013).

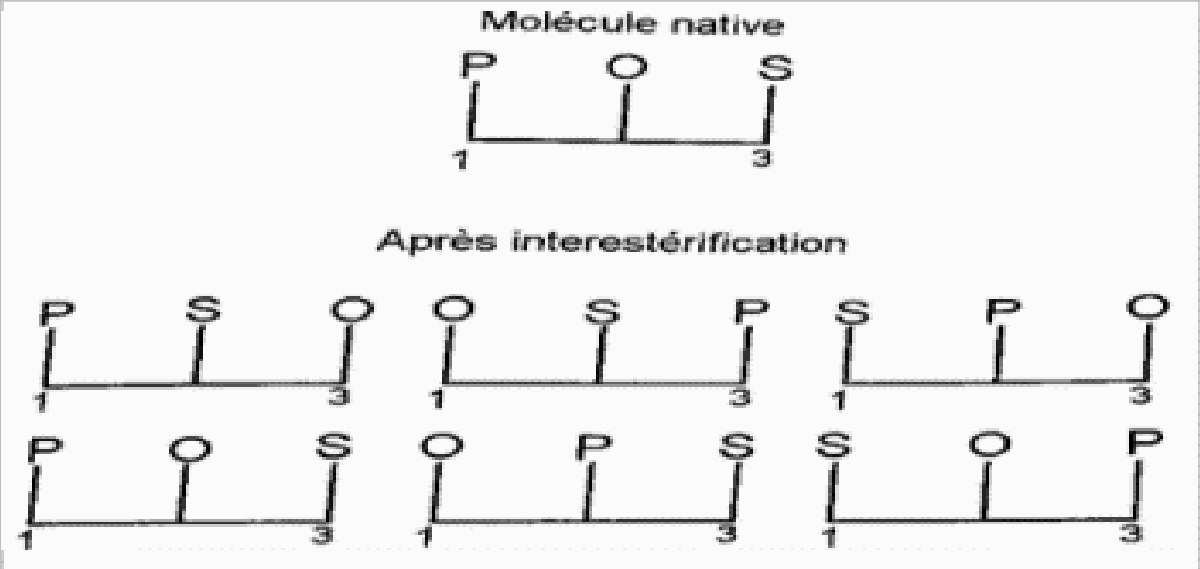


Figure 11 : Structure d'une molécule de triacylgcérolaprès interestérisation (Leray, 2013).

2.2.2. Processus de Fabrication :

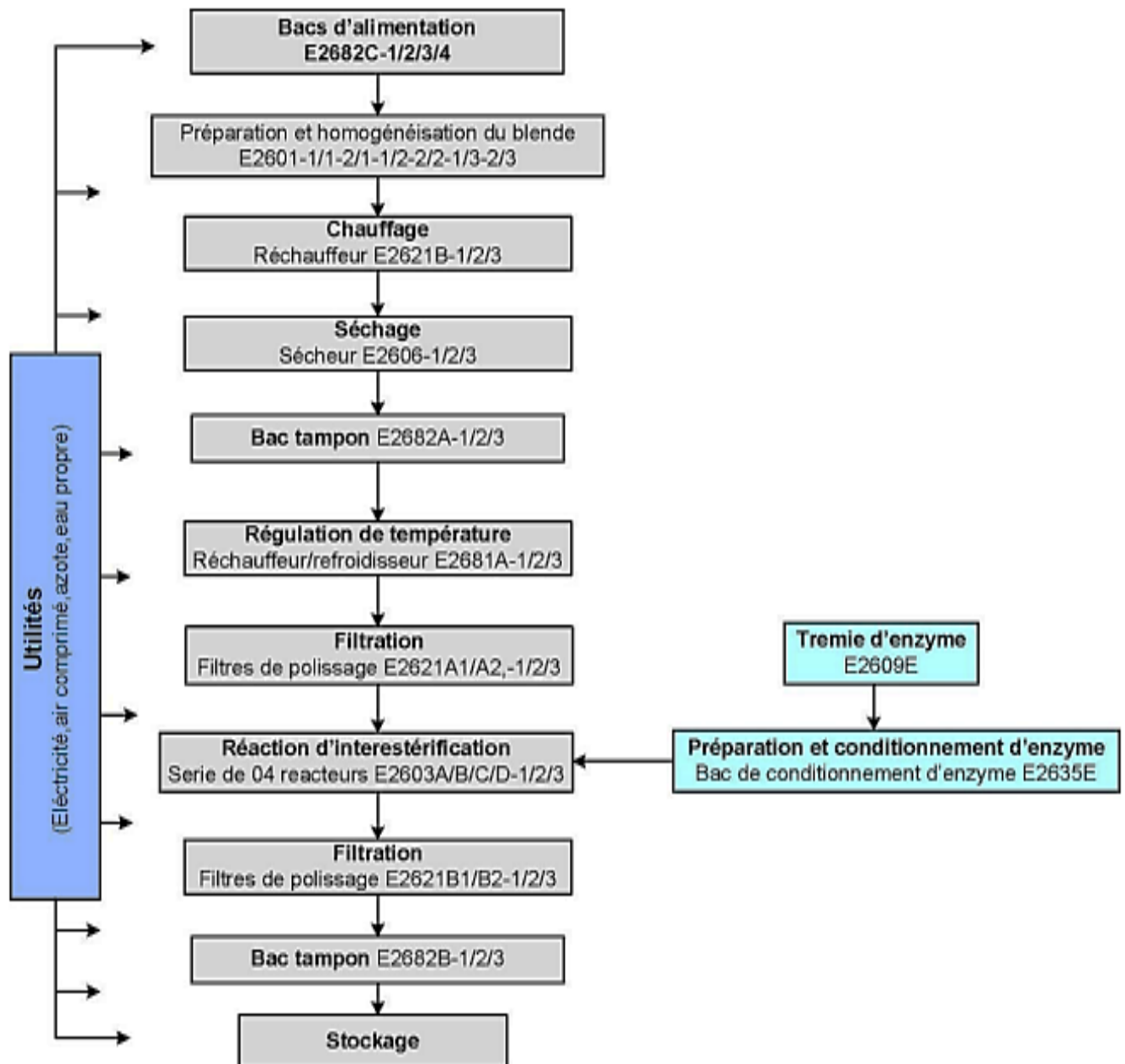


Figure 12 : Schéma du procédé d'interestérisation (François, 1974).

- ❖ Préparation du blende : exemple de recettes utilisées dans Cevital
 - Pour fabriquer l'équivalent HPO : 97% hard stéarine + 3% pkl
 - Pour fabriquer l'équivalent HBO : 70% Soft stéarine + 30% pkl
- ❖ Chauffage et séchage sous vide : 100°C, 30 mbar, humidité ≤ 0.02
- ❖ Filtration : par des filtres à poche pour éliminer les impuretés.
- ❖ Une phase d'inertage par l'azote est primordiale pour inhiber l'oxydation d'huile.

Chapitre II : Étude de la matière première

- ❖ Pour l'étape de la réaction enzymatique, quatre bioréacteurs en séries ont été utilisés et rechargés avec le mélange d'huiles à l'ordre de réacteur qui contient l'enzyme la plus vieille vers la plus frais, afin de minimiser la perte en cas d'incidents.
- ❖ L'enzyme utilisée dans la réaction s'agit d'une lipozyme TL IM ; une lipase immobilisée sur la silice granulée et issue de *Theromyces Lanuginosus*.

Chapitre III : Margarine

Chapitre III : Margarine

Ce chapitre examine les divers aspects de la margarine, une émulsion de type eau et gras qui est largement utilisée comme alternative au beurre dans diverses applications culinaires. La margarine est composée de deux phases fondamentales, à savoir la phase grasse et la phase aqueuse, auxquelles sont ajoutés des additifs et auxiliaires de fabrication. Ces ingrédients confèrent à la margarine ses caractéristiques physiques et chimiques particulières. De plus, la margarine se décline en différents types, adaptés à des utilisations spécifiques. Ce chapitre examine également les caractéristiques nutritionnelles de la margarine ainsi que les divers produits proposés par Cevital. Finalement, le focus est mis sur la margarine Fleurial, une margarine végétale qui combine différentes huiles et graisses végétales et qui est produite selon un processus spécifique. Ce processus comprend des étapes telles que la préparation de la phase aqueuse, la préparation de la phase grasse, la formation de l'émulsion, la pasteurisation, le refroidissement, la cristallisation et le conditionnement. L'objectif de ce chapitre est d'offrir une vue d'ensemble complète de la margarine, de sa composition à sa fabrication, en mettant en évidence ses différentes caractéristiques et utilisations.

1. Définition :

La margarine est une émulsion de type eau et gras contenant 80% de matières grasses. Elle est produite en mélangeant des matières grasses et des huiles sélectionnées avec d'autres ingrédients, elle est enrichie en vitamine A pour produire une graisse de table, de cuisson ou de pâtisserie qui remplit les mêmes fonctions que le beurre, mais dont la composition diffère et qui peut être adaptée à différentes utilisations (**O'brien, 2004**).

2. Composition :

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, constituée de deux phases principales, à savoir la phase grasse et la phase aqueuse. En plus de ces phases, on trouve également les additifs et auxiliaires de fabrication, qui représentent environ 2% du produit total et sont répartis dans les deux phases (**Karleskind et Wolff, 1992**).

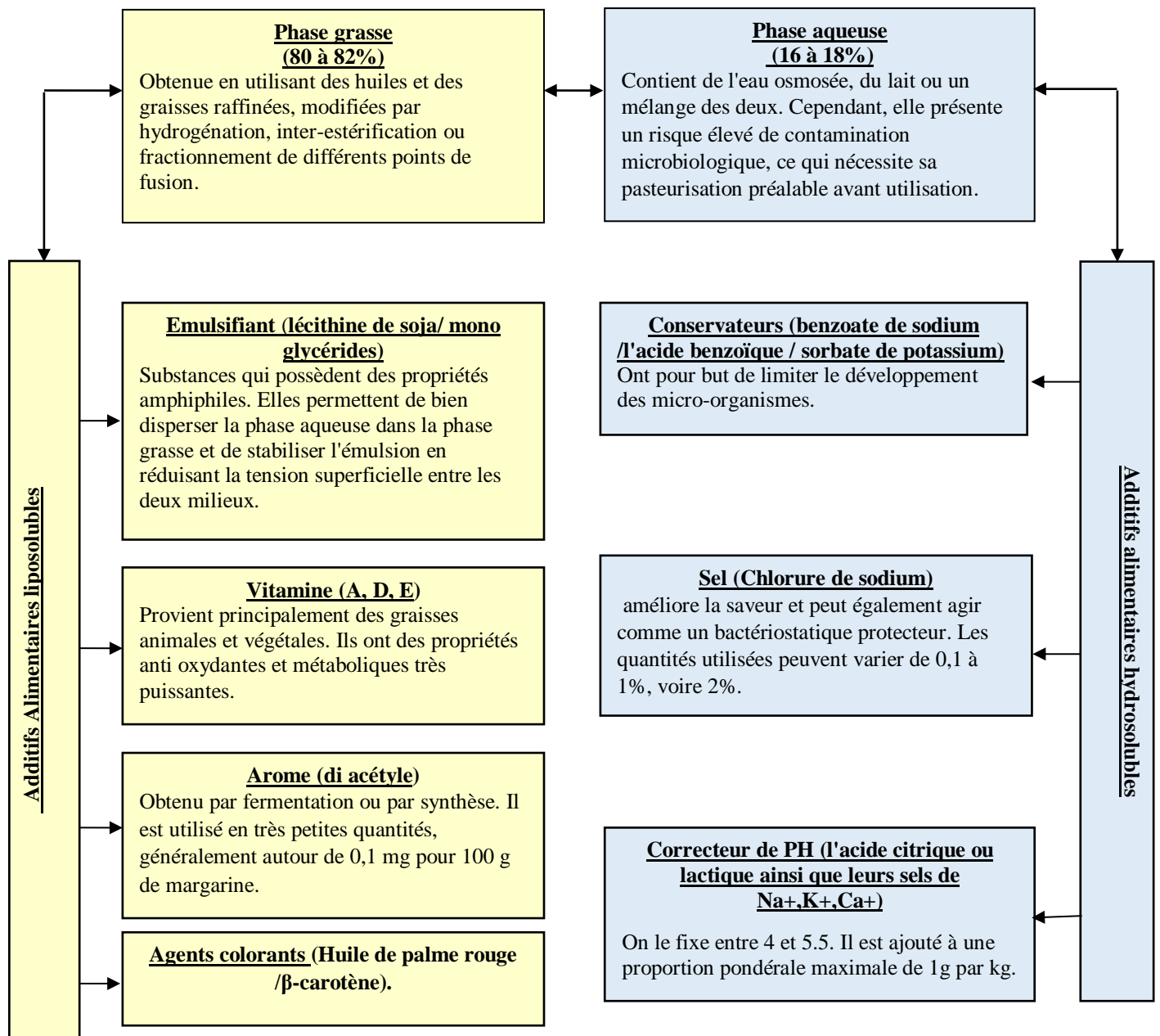


Figure 13 : schéma générale de la composition de la margarine (Djouab, 2007 ; Dickinson, 1996 ; Alaise et Linden, 1997 ; Faur, 1996).

3. Type :

En raison des variations possibles dans les utilisations, les saisons et les régions, il est ardu de fournir une composition standard pour les margarines. Cependant, du point de vue commercial, il existe plusieurs types de margarine qui varient en fonction des utilisations prévues (Djouab, 2007).

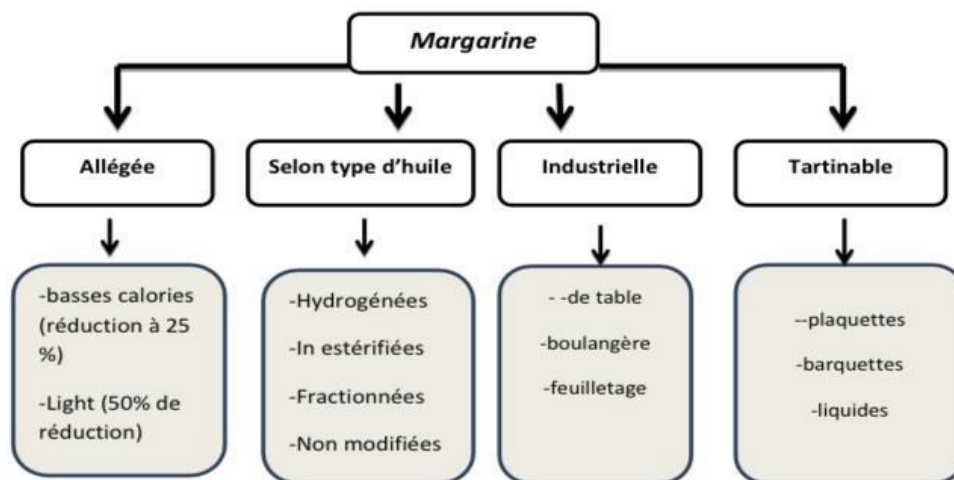


Figure 14 : Différents types de margarine (O'brien, 2004).

4. Caractéristiques :

Pour déterminer les caractéristiques de la margarine, plusieurs facteurs sont pris en compte, notamment le choix des matières grasses utilisées et les conditions de fabrication. Ces éléments jouent un rôle crucial dans la composition et les caractéristiques finales du produit. (Naudet , 1992) les plus importantes sont :

4.1. Caractéristiques physiques :

La margarine se caractérise par sa texture plastique et son état d'émulsion qui se situe entre la forme solide et la forme liquide (Champtier, 1956).

4.2. Caractéristiques chimiques :

1. La composition en acides gras (AG) de la phase grasse, et en particulier, la teneur en acides gras essentiels.
2. La nature et la teneur des différents éléments non-glycérides de la phase grasse, comme les vitamines et stérol.
3. Les indicateurs du niveau de fraîcheur, tels que l'acidité et l'indice de peroxyde, coefficients d'absorption spécifique dans l'UV (François, 1974).

4.3. Caractéristiques nutritionnelles :

- Les margarines constituent une énergie métabolisable d'environ 7500 cal/kg.

Chapitre III : Margarine

- Margarine à base de triglycérides à chaîne moyenne pour régime intervenant contre les troubles de la digestion.
- La margarine contenant une forte proportion de linoléique est préconisée pour prévenir les maladies cardiovasculaires. (**Champtier, 1956**).

5. Différents produits de la margarine (Cevital) : Cevital offre une vaste gamme de produits qui répondent aux exigences des consommateurs. Parmi les articles fabriqués, on peut trouver :



Figure 15 : Produits de margarine fabriquée par Cevital

6. Margarine Fleurial :

Margarine végétale 100% combinant différentes huiles et graisses végétales, avec 84% de matières grasses et 16% d'eau ou de lait. Riche en vitamines A, D, E et en acides gras oméga 6, elle est saine et nutritive. Polyvalente pour cuisson, tartines et gâteaux, elle se conserve jusqu'à un an.

6.1. Processus de fabrication de la margarine Fleurial :

6.1.1. Préparation de la phase aqueuse :

- **La préparation du lait :** on utilise un bac pour préparer le lait en mélangeant la poudre avec de l'eau afin d'obtenir des concentrations précises, en prenant en compte le volume à utiliser. Ensuite, on incorpore à cette phase aqueuse les additifs hydrosolubles.
- **La préparation de la saumure :** la saumure est préparée dans un bac dédié en dissolvant une quantité précise de sel dans un volume d'eau spécifié, ce qui permet d'obtenir un mélange avec une concentration désirée.

6.1.2. Préparation de la phase grasse :

Les huiles raffinées et/ou inter-estérifiées, mélangées avec des additifs liposolubles, sont placées dans des bacs chauffés à 45°C afin de maintenir leur consistance liquide.

6.1.3. Préparation de l'émulsion :

Le processus de formation de l'émulsion implique la combinaison de la phase aqueuse, de la phase grasse et de l'émulsifiant, qui sont mélangés dans un bac d'émulsion à l'aide d'une pompe. Après pasteurisation et envoi dans un combineur, l'émulsion est formée en deux étapes : une pré-émulsion suivie d'un malaxage vigoureux pour réduire la taille des gouttelettes d'émulsion (Aboiron et Hameury, 2004).

6.1.4. Pasteurisation :

Pasteuriser à une température de 73°C pendant 16 secondes afin d'éliminer toute présence éventuelle de bactéries pathogènes (Ahmed et Clyde ; 2002).

6.1.5. Refroidissements, cristallisation et malaxage :

L'émulsion est refroidie dans un combineur à l'aide de l'ammoniac NH₃ (-12°C) comme liquide réfrigérant, ce qui permet sa solidification et cristallisation. Ensuite, un travail mécanique est effectué pour éliminer les grumeaux formés par le choc thermique, assurant ainsi une consistance, une souplesse et une homogénéité au mélange final (Saillard, 2010).

6.1.6. Conditionnement et stockage :

Les mélanges passent d'abord par le tube de repos avant d'être conditionnés afin d'éliminer les vides, puis passage vers la conditionneuse.

- Pour la margarine de 500g (Palette /papier aluminium) : la matière est présentée sous forme carrée, séparée par un fil en fonction de son poids, puis recouverte par un couvercle.
- Pour la margarine de 250g (Barquette PVC) : Remplissage par pression piston directement sur l'emballage.

Les étapes restantes sont les mêmes pour les deux poids : cartonnage, datage, mise en palette plastifiée, puis acheminement vers la chambre froide. Cette dernière étape est considérée comme la fin de la fabrication de la margarine (Aboiron et Hameury, 2004).

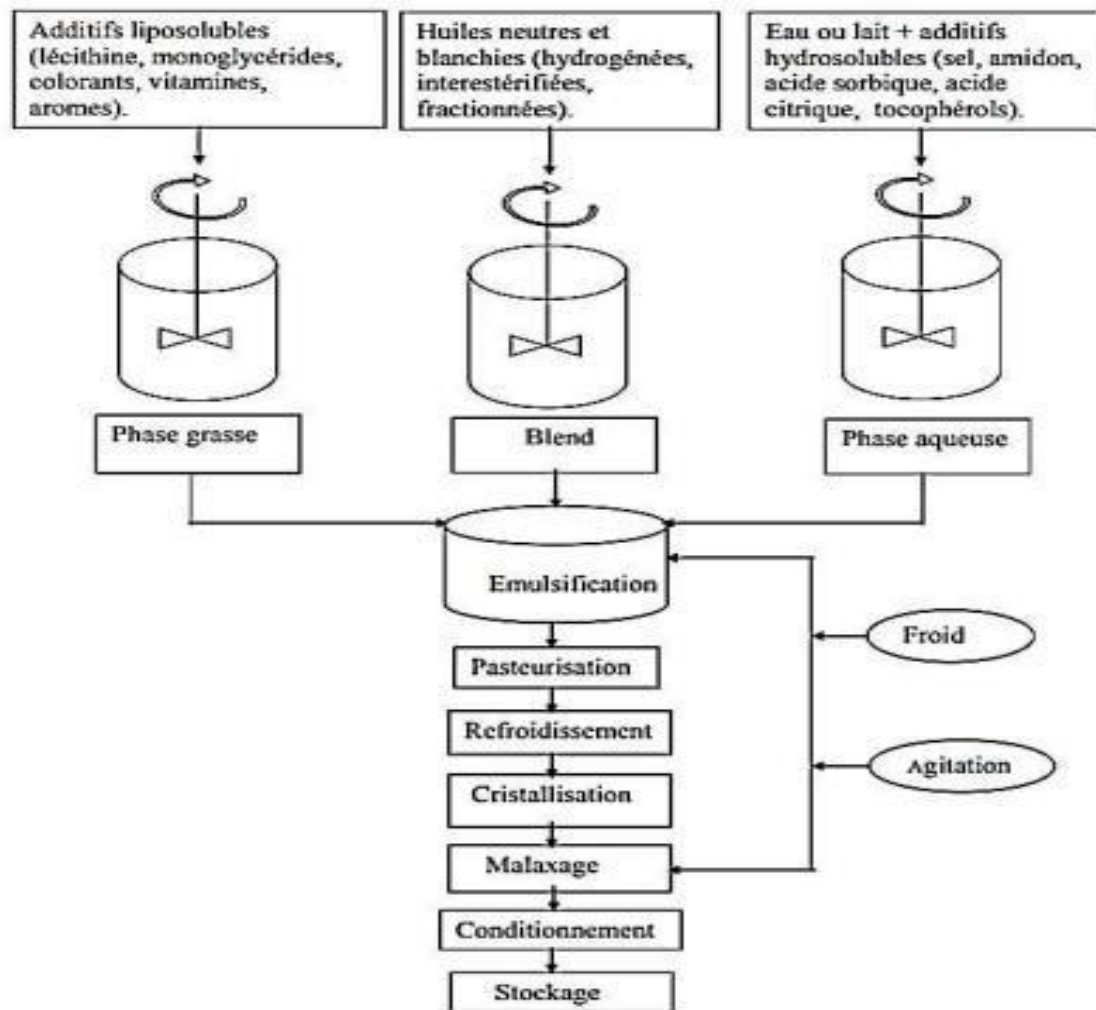


Figure 16 : Schéma générale de la fabrication de la margarine (Cossut, 2002).

Partie
expérimentale

Chapitre IV : Matériel et méthodes

1. Matériels :

- Chromatographe (Série 0510615050)
- Bêchers 250 ml, 100 ml (VA2 1000)
- Balance de précision 0.001±g (Série 5133220V 50-60HZ)
- Dessiccateur (Série DWA215/245/246)
- Erlenmeyer 250ml (VA5 100)
- Plaque chauffante (Série EW-04805)
- 2 Burettes de 25ml (VA11 25)
- Ballon sec et inerte (VA1 100)
- 3 tubes capillaires (713444)
- Agitateur (LA112-2)
- Thermomètre (PH524)
- Barreau magnétique (LA123)
- RMN (minispec mq 20, Germany)
- Bain mari (LA113)
- Etuve (MEMMERT UN30)
- Congélateur (ZLN85)
- Tubes (713458)
- Entonnoir (VA20 75)



Figure 18 : Chromatographe en phase gazeuse Agilent 6890 N.



Figure 17 : Spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution (minispecmq 20, Germany).

2. Réactifs :

- n-Hexane (C₆H₁₄)
- KOH-methanol
- Nitrate d'argent AgNO₃ (0.1 N)
- Chromate de potassium K₂CrO₄
- Thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃
- Chloroforme CHCl₃
- Acide acétique CH₃COOH
- Solution KI
- Solution thiosulfate de sodium (0.01N)
- Solution d'amidon (1%)

La Margarine Fleurial fait l'objet de multiples contrôles tout au long de son processus de fabrication. Ces contrôles comprennent la vérification de la composition des matières premières, généralement effectuée par chromatographie en phase gazeuse (CPG), afin de s'assurer de leur conformité aux spécifications de commande. De plus, des analyses physico-chimiques sont effectuées sur les matières premières ainsi que sur les produits finis. Les résultats de ces analyses sont ensuite utilisés pour réaliser une étude statistique quantitative sur la Margarine Fleurial.

3. Huile :

3.1. Analyse Qualitative:

3.1.1. Introduction :

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode d'analyse par séparation qui s'applique aux composés gazeux ou susceptibles d'être vaporisés par chauffage sans décomposition, elle sert à vérifier la composition d'un mélange, par l'individualisation des constituants à partir d'échantillons de l'ordre milligramme voire du microgramme. Elle permet donc d'analyser des mélanges complexes tant sur le plan qualitatif que quantitatif.

3.1.2. Principe physico-chimique :

La CPG repose sur le partage particulier entre les composés et les deux phases :

- **Phase mobile** : Solvant Organique (n-Hexane) + gaz inerte (azote).

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

Les molécules vont être séparées sous l'effet de la chaleur et transportées à l'aide d'un gaz inerte (gaz vecteur, ex : l'azote) à travers la colonne d'introduction d'échantillons.

- **Phase Stationnaire (fixe) :**

La phase stationnaire est un support composé d'un liquide visqueux en suspension sur une fine matrice solide, telle que la silice. Parmi les supports les plus efficaces pour la séparation des acides gras, on trouve le polydiméthylsiloxane (PDMS), qui est une phase apolaire. Les acides gras non polaires ont tendance à être plus retardés que les acides gras polaires sur la phase stationnaire apolaire PDMS

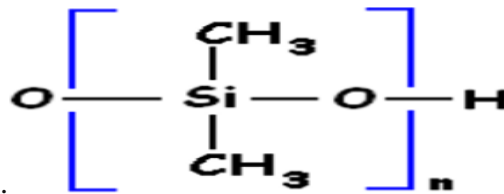


Figure 19 : Structure de Polydiméthylsiloxane

Le gaz et les molécules séparées sont poussés à travers une longue et fine colonne capillaire où elles sont éluées selon l'ordre de rétention.

- Plus la molécule a d'affinité pour la phase stationnaire, moins elle est entraînée par le gaz vecteur et donc elle est retenue sur la colonne, Cela signifie qu'ils traversent la colonne à des vitesses différentes. Une fois les composants séparés, ils sortent de la colonne et passent devant un détecteur, qui produit un signal proportionnel à la quantité de composant présent.

Le signal obtenu est utilisé pour générer un chromatogramme, qui se compose d'une série de pics qui fournissent des informations sur le temps de rétention et l'abondance relative de chaque composant.

3.1.3. Chromatographe :

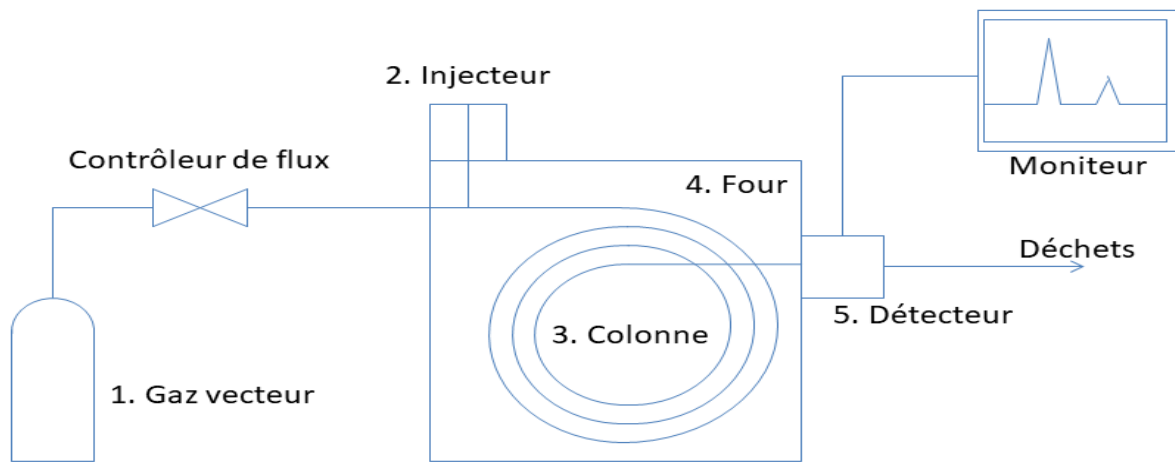


Figure 20 : Figure d'un Chromatographe.1 : Conteneur de gaz vecteur (azote). 2 : Injecteur (microseringue) environ 1 μ l.3 : Colonne Capillaire (diamètre de 0.2 à 0.5 mm avec une longueur de 10 à 100 m et une efficacité 1000 pt /min).4 : Four : Chaleur tournante, avec température ajustable (entre 20°C et 350°C), ça dépend de domaine de stabilité de la colonne et les composés analysés.5 : Détecteur : couplé à un enregistreur numérique (FID, TCD ou MS).

3.1.4. Logiciel :

Pour l'analyse des échantillons, il consiste deux parties :

- **Online :**
 - **1^{er} étape** : Choix de méthodes, séquences...Puis insertion des échantillons (jusqu'à 8 CG maximum).
→ Choisir nombre et volume d'injections
 - **2^{ème} étape** : Cliquer sur séquence → Paramètres → enregistrer la séquence.
 - **3^{ème} étape** : Préparation de l'échantillon

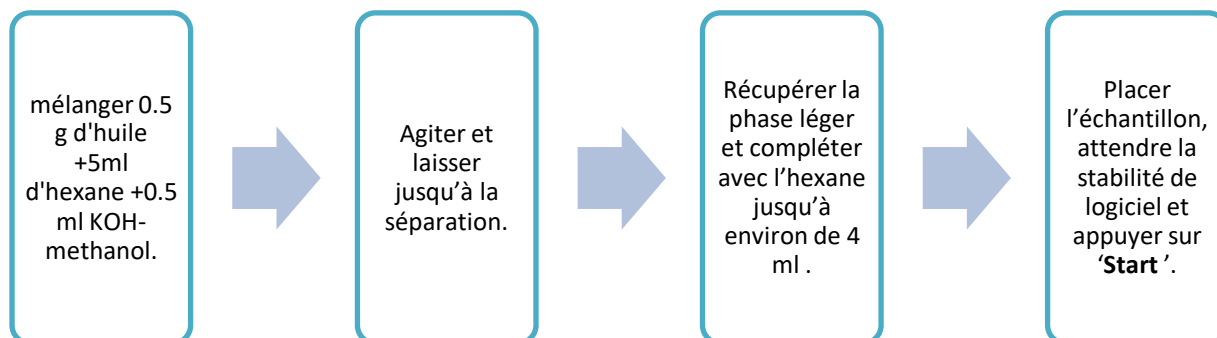


Figure 21 : Les étapes de la préparation d'échantillon optimale pour la chromatographie.

- **Offline** : Dossiers, chromatogrammes, résultats ...
 - Area : Pourcentage d'AGs.
 - Ret time : temps de migration.
 - pA : intensité signal du détecteur en picoampère.

La figure présentée ci-dessus illustre un chromatogramme des différents acides gras présents dans les huiles végétales analysées par chromatographie en phase gazeuse avec détection par flamme (CPG-FID), en fonction du temps de rétention. Ce chromatogramme permet de visualiser et d'identifier les différents acides gras présents dans les échantillons d'huiles végétales. Le temps de rétention est utilisé comme indicateur pour caractériser et distinguer les différents acides gras en fonction de leur mobilité dans la colonne de chromatographie.

L'organisme de CEVITAL utilise fréquemment cette méthode d'analyse pour évaluer la composition en acides gras des huiles végétales utilisées dans la fabrication de leurs produits.

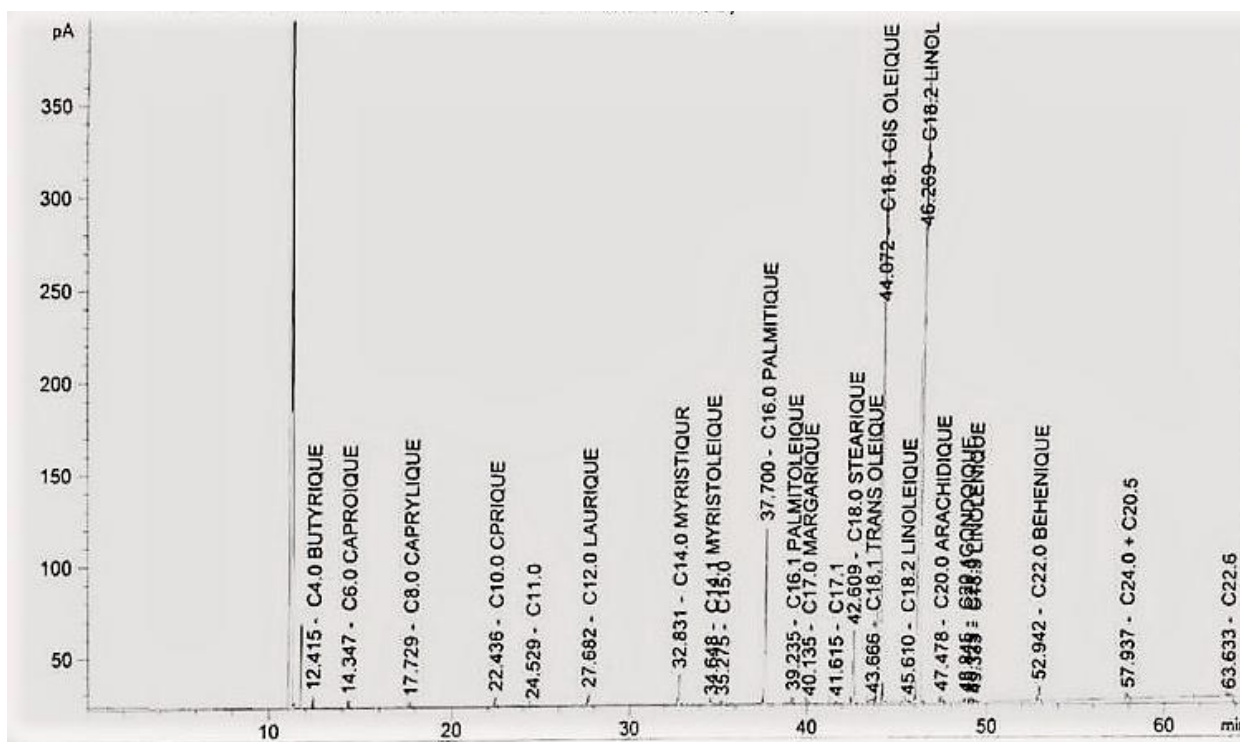


Figure 22 : Chromatogramme des différents Acides gras présents dans les huiles végétales analysés par CPG-FID en fonction du temps de rétention.

4. Margarine Fleurial :

4.1. Échantillonnage :

L'échantillonnage est une méthode cruciale pour collecter une quantité suffisante de produits représentatifs du lot afin de contrôler la conformité dans lot à partir des résultats obtenus sur un échantillon. Cette technique est un outil indispensable pour les services de contrôle, car elle permet d'assurer la sécurité des consommateurs, l'environnement et de promouvoir des pratiques commerciales justes et honnêtes. Dans le cadre des analyses physico-chimiques, des échantillons de margarine Fleurial ont été prélevés selon les normes ISO 5555 :2001. Cette dernière décrit des méthodes d'échantillonnage des corps gras bruts ou transformés d'origines animale et végétale.

Cinq analyses de différents lots de margarine Fleurial fini ont été réalisées au Laboratoire de Physico-Chimie de Cevital au cours du mois de février 2023, où chacun des 31 échantillons a été prélevé de façon systématique ou au hasard, en différents endroits de la chaîne.

Les résultats sont présentés dans la table 2 en indiquant leurs intervalles de confiance :

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

Date	Humidité (%)	Point de fusion (°c)	Indice de Peroxyde (meq/mg)	Teneur en sel (%)	SFC (%)à 20°c
01/02/2023	15.42	34.4	0.24	0.36	9.0
02/02/2023	15.83	34.3	0.34	0.34	9.3
03/02/2023	15.56	34.6	0.30	0.41	9.5
04/02/2023	15.45	34.9	0.42	0.30	9.0
05/02/2023	15.23	34.5	0.28	0.38	9.1
06/02/2023	15.34	35.2	0.27	0.33	9.8
07/02/2023	15.42	34.7	0.29	0.29	9.6
08/02/2023	16.12	35.3	0.37	0.42	10
09/02/2023	16.01	34.8	0.39	0.36	9,0
10/02/2023	15.85	34.5	0.25	0.32	9.7
11/02/2023	15.36	35.2	0.39	0.36	9.9
12/02/2023	15.21	35.9	0.45	0.33	9.9
13/02/2023	15.38	35.3	0.46	0.41	9.2
14/02/2023	16.03	34.8	0.47	0.40	9.0
15/02/2023	15.89	35.1	0.28	0.37	9.7
16/02/2023	16.24	35.3	0.36	0.39	9.8
17/02/2023	15.96	35.5	0.38	0.44	9.9
18/02/2023	16.02	35.2	0.34	0.39	9.7
19/02/2023	15.93	35.1	0.32	0.40	9.9
20/02/2023	15.57	35.3	0.47	0.35	9.7
21/02/2023	15.77	35.4	0.29	0.37	9.9
22/02/2023	15.64	36.2	0.32	0.41	10.1
23/02/2023	15.56	34.9	0.36	0.33	9.5
24/02/2023	15.34	34.6	0.27	0.25	9.5
25/02/2023	15.42	35.3	0.26	0.39	9.7
26/02/2023	15.64	35.1	0.29	0.37	9.7
27/02/2023	15.56	35.5	0.28	0.44	9.9
28/02/2023	15.95	36.0	0.32	0.41	10.3
29/02/2023	15.46	34.9	0.31	0.39	9.7
30/02/2023	15.67	34.7	0.35	0.40	9.6
31/02/2023	15.58	35.0	0.37	0.43	9.8

Table 2: Les resultats des Analyses physico-chimiques effectuees sur la margarine Fleurial

Avec les intervalles de confiance :

- Humidité (%) : [15-16]
- Teneur en sel (%) : [0.2-0.44]
- SFC (%) à 20°C : [9-10]
- Point de fusion (°C) : [33-37]
- Indice de peroxyde (meq/mg) : [0-1]

4.2. Analyses physico-chimiques effectuées :

4.2.1. Teneur en eau (Humidité) :

Principe : La teneur en humidité est généralement déterminée selon une approche thermogravimétrique, c'est-à-dire par perte à la dessiccation. C'est la perte en masse subie par le produit chauffé à $100 \pm 2^\circ\text{C}$ dans des conditions définies. En chauffant la margarine jusqu'à son point d'ébullition, l'eau ainsi que les composés volatils qu'elle contient s'évaporent.

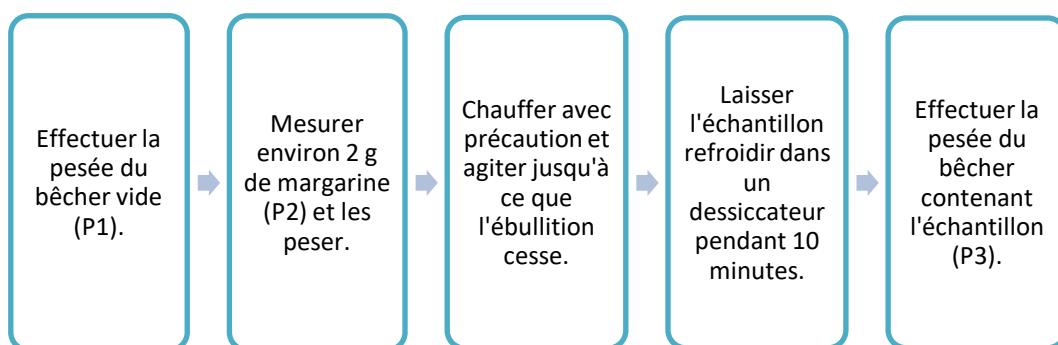


Figure 23 : Les étapes du processus de la détermination de la teneur en humidité. L'échantillon est chauffé et la perte de poids due à l'évaporation de l'humidité est enregistrée.

La formule ci-dessous est utilisée pour déterminer la teneur en eau :

$$H (\%) = ([P1+P2]- P3) * 100$$

H (%) = 16% taux maximal pour la margarine Fleurial.

4.2.2. Teneur en sel :

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

Principe : C'est la quantité totale des sels (sous forme NaCl) présente dans la phase aqueuse de la margarine. Titration de l'échantillon avec nitrate d'argent AgNO_3 (0.1N) en présence du chromate de potassium K_2CrO_4 comme indicateur coloré. Lorsque la quantité d'ions argent versée est égale à la quantité d'ions chlorure présents dans la prise d'essai, l'équivalence est atteinte. Les ions argent Ag^+ versés en excès réagissent avec les ions chromate CrO_4^{2-} pour former le précipité rouge de chromate d'argent Ag_2CrO_4 . La mesure fait intervenir deux réactions distinctes :

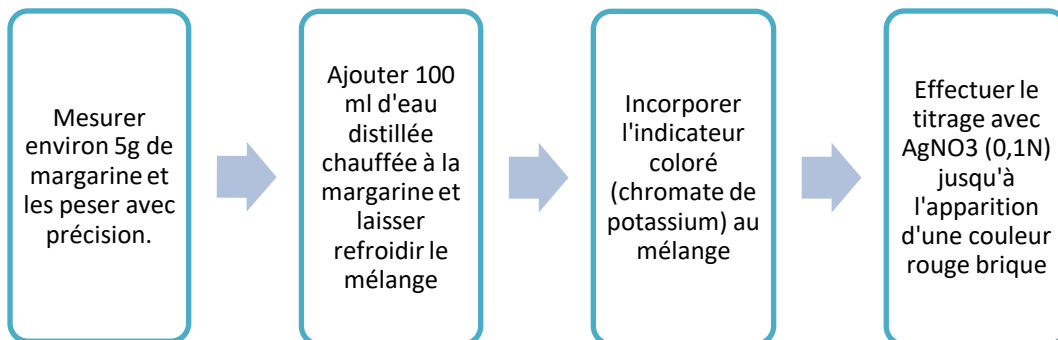
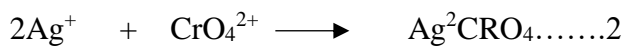


Figure 24 : Les étapes du processus de la détermination de la quantité des sels NaCl.

La formule ci-dessous est utilisée pour déterminer la teneur en Sels NaCl :

$$T_s(\%) = (M \cdot N \cdot V / P \cdot 10) \cdot 100$$

M : Masse molaire de NaCl (58.5g/mol)

N : Normalité d' AgNO_3 (0.1N)

V : Volume de la chute de la burette

P : Poids de la prise d'essai en grammes

$T_s(\%) = 0.4\%$ taux maximal pour la margarine Fleurial.

4.2.3. Indice de Peroxyde :

Chapitre IV : Matériels et Méthodes

Principe : C'est la quantité d'oxygène actif exprimé en milli équivalent contenu dans 1kg de corps gras Le traitement de l'échantillon consiste à le dissoudre dans une solution contenant de l'acide acétique et du chloroforme, puis à l'exposer à une solution d'iodure de potassium pour libérer de l'iode. Ce dernier est ensuite titré en utilisant une solution de thiosulfate de sodium.

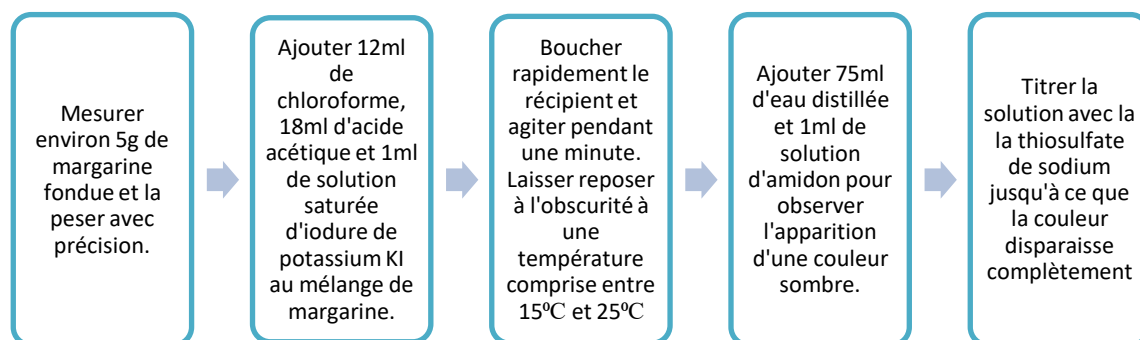


Figure 25 : Les étapes du processus de la détermination de la quantité la quantité d'oxygène actif exprimé en milli équivalent contenu dans 1kg de corps gras.

La formule ci-dessous est utilisée pour déterminer la quantité la quantité d'oxygène actif :

$$I_p = \text{volume de de la burette} * 2 \text{ (meq/mg)}.$$

La norme mondiale : ≤ 10 meq/mg. La norme selon Cevital : ≤ 1 meq/mg.

4.2.4. Point de Fusion :

Principe : La température à laquelle un corps gras passe de l'état solide à l'état liquide. La transition de la matière grasse passe de l'état solide à l'état liquide en étant chauffée dans un tube capillaire en présence d'un thermomètre pour contrôler la température.

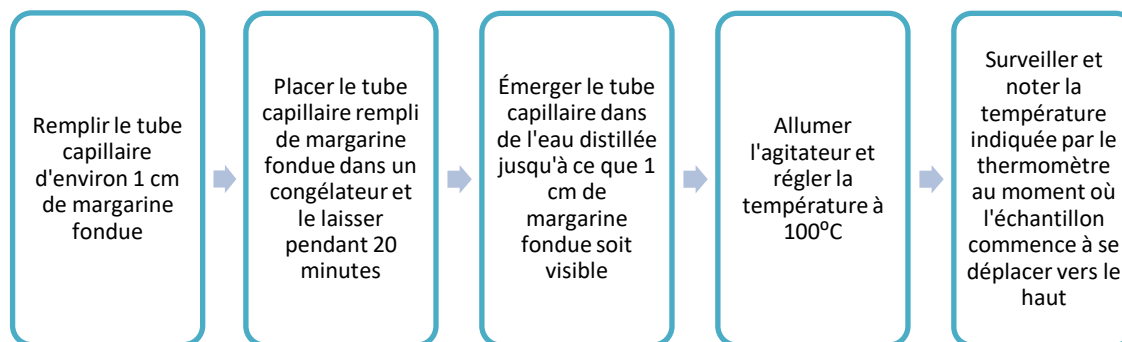


Figure 26 : Les étapes du processus de la détermination du point de Fusion. Il consiste à mesurer la température à laquelle une colonne de corps gras, dans un tube capillaire immergé dans l'eau, commence à se déplacer lorsque l'on augmente la température.

La formule ci-dessous est utilisée pour déterminer le point de fusion :

Température de point d'entrée d'eau = Température de Point de fusion. La norme = 35°C

4.2.5. Taux en Solide (SFC) :

Principe : La teneur en lipides solides est mesurée en utilisant la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) du proton conformément à la norme NF ISO 8292. Cette méthode consiste à observer les changements de volume résultant de la fusion ou de la cristallisation des lipides solides. Le résultat est exprimé en pourcentage de protons présents dans la phase solide par rapport au nombre total de protons dans les phases solide et liquide à une température donnée.

Introduction d'un échantillon de lipides dans un champ magnétique à intensité proportionnelle à la quantité de noyaux d'hydrogène qu'il contient. Après une impulsion de radiofréquence de basculement transversal de l'échantillon, la magnétisation des noyaux revient à l'équilibre par relaxation i.e. en échangeant de l'énergie avec les particules environnantes, ce qui permet de différencier le signal de relaxation très rapide des noyaux d'hydrogène contenus dans la matière grasse solide, du signal de relaxation beaucoup plus lents des noyaux d'hydrogène des phases amorphe ou liquide par détermination du temps de relaxation transversale T2.

La largeur de raie à mi-hauteur $\Delta\nu_{1/2}$ est inversement proportionnelle à T_2 .

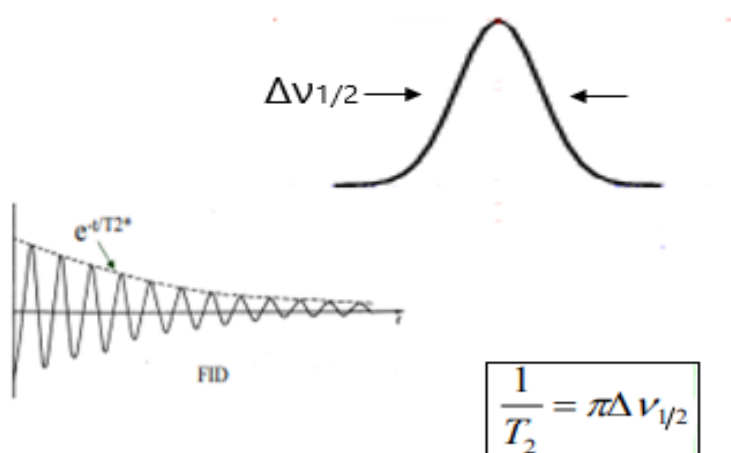
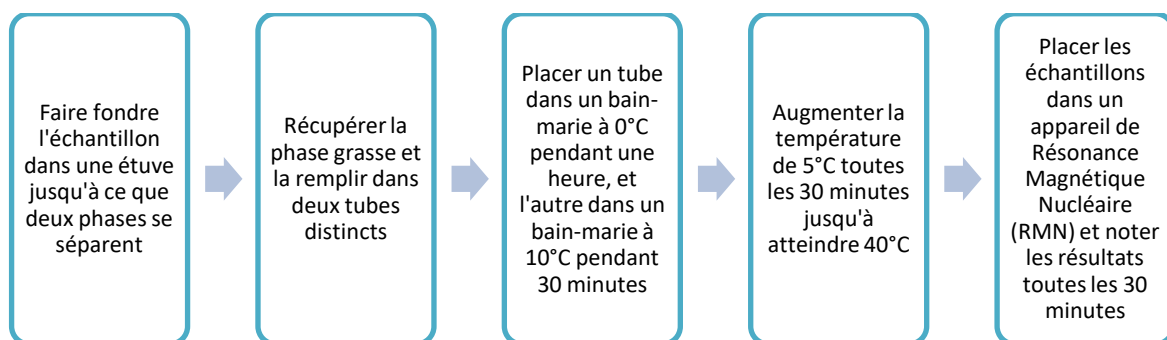


Figure 27 : Interférogramme du Signal de précision libre (FID) en fonction de temps.

Intérêt de RMN :

Présenter un produit de qualité aux consommateurs, en détectant des erreurs dans les recettes selon les valeurs SFC usuelles du produit fini en question, ce qui contribue aussi dans l'économie de la matière première.

A)



B)

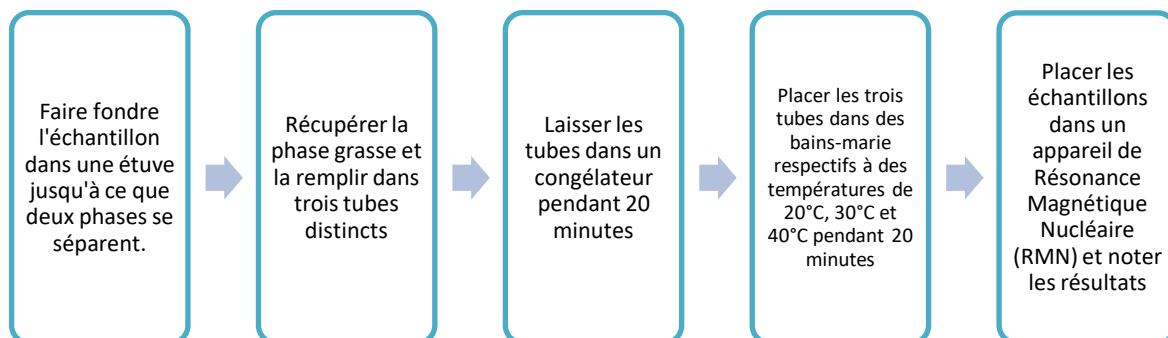


Figure 28 : La teneur en solide d'une phase grasse constitue un élément important pour la connaissance des propriétés rhéologiques d'une graisse. La teneur en lipides solides est mesurée en utilisant la Résonance Magnétique Nucléaire (RMN) du proton conformément à la norme NF ISO 8292. La teneur en corps gras solide est calculée en référence à un échantillon étalon constitué uniquement de corps gras liquides. A. Méthode standard. B. Méthode rapide. SFC de la margarine Fleurial à 20°C = 9 à 10%, à 40°C ≤ 2%.

4.3. Analyse Statistique :

Les résultats sont présentés sous forme de moyennes \pm SE. Un Test Z pour comparer une moyenne observée à une moyenne théorique était réalisée pour chacun des 5 analyses physico-chimiques d'une façon indépendante effectuées sur la Margarine Fleurial afin de tester la conformité de produit fini. Les significativités de différences étaient ensuite localisées à l'aide d'un test-Z. En utilisant Logiciel STATISTICA 10.0.

Chapitre V : Résultat et discussion

1. Huile:

Une CPG a été réalisée sur deux types d'huiles utilisées dans la fabrication de notre produit, une huile fluide (Tournesol) et une huile concrète (Normal Stéarine : Huile destinée à la production de la margarine, provenant du fractionnement de l'huile de palme et l'un des composants des mélanges interestérifiées HPO). Cette analyse avait pour objectif d'interpréter et d'expliquer les caractéristiques de la margarine Fleurial, telles que le point de fusion, le SFC, la texture et la tartinabilité. Ces caractéristiques sont principalement influencées par la quantité et la nature des AG présents dans ces huiles.

1.1. Tournesol :

Le chromatogramme révèle que l'huile de tournesol est riche en acides gras insaturés (AGI), avec environ 57% d'acide Linoléique (C18 :2, $\Delta^9, 12$) et 31% d'acide Oléique (C18: Δ^9). En revanche, la quantité d'acides gras saturés (AGS) est faible, principalement l'acide Palmitique (C16:0) à 7% et l'acide Stéarique (C18:0) à 4%. On observe également de très petites quantités d'acide Arachidique (C20:0) et d'acide Béhénique (C22:0), estimées à environ 1% (**Figure 29**).

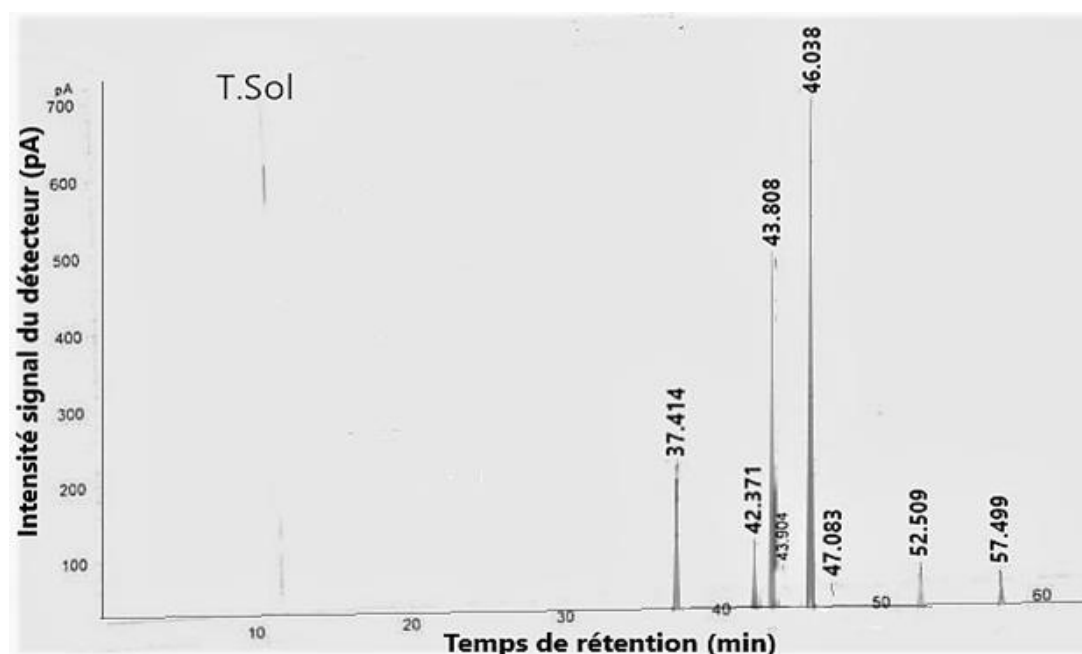


Figure 29 : Chromatogramme des acides gras de l'huile de Tournesol Analyisée par CPG-FID en fonction du temps de rétention.

1.2. Normal Stéarine :

Pour la Normal Stéarine, contrairement au Tournesol, il est riche en acides gras saturés (AGS), avec 65% d'acide Palmitique (C16 :0) et environ de 7% entre l'acide Myristique (C14 :0) et l'acide Stéarique (C18 :0). La quantité en acides gras insaturés (AGI) présente environ de 23% d'acide Oléique (C18 :1) et 5% d'acide Linoléique (C18 :2) (**Figure 30**).

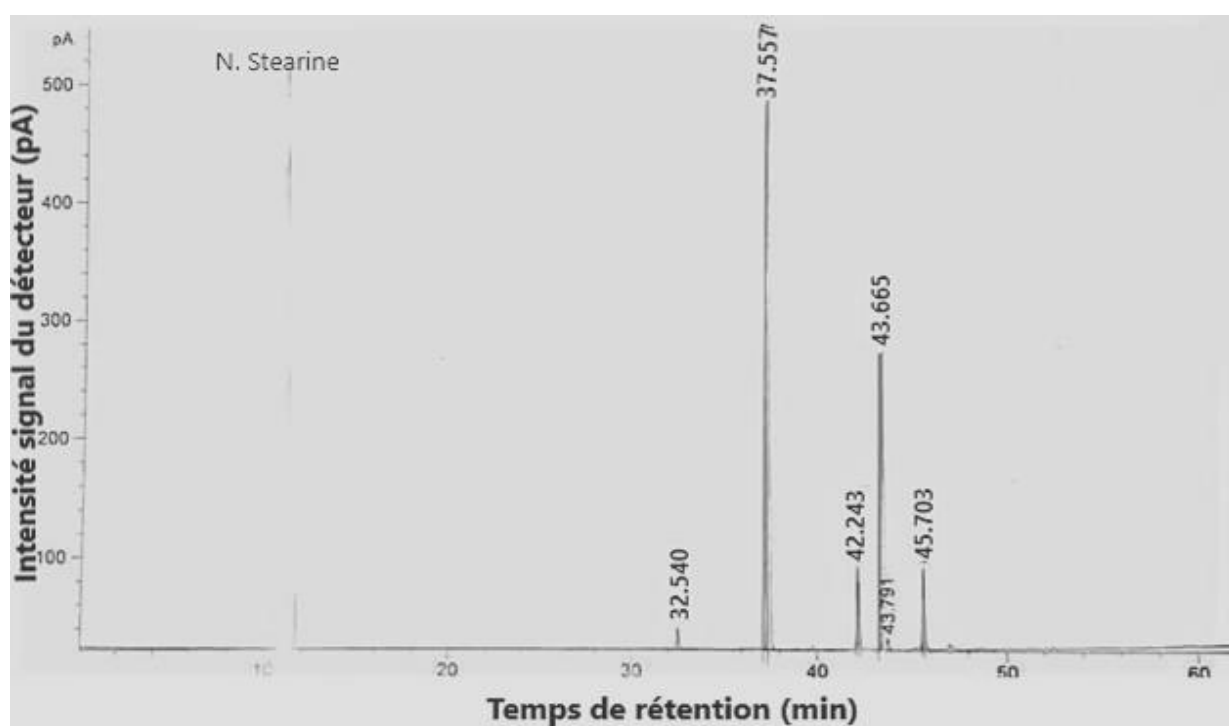


Figure 30 : Chromatogramme des acides gras de la Normal Stéarine Analysée par CPG-FID en fonction du temps de rétention.

Les échantillons d'huiles ont été soumis à une analyse par CPG afin de déterminer leur composition en acides gras. Les résultats obtenus fournissent la composition en pourcentage des acides gras totaux présents dans les échantillons d'huiles analysés. À partir de ces résultats, il a été observé que les huiles utilisées dans la fabrication de notre produit contiennent au moins huit acides gras différents. En général, les acides gras prédominants sont l'acide palmitique, l'acide oléique et l'acide linoléique (**Delplanque, 2000 ; Lecerf, 2010**). La margarine Fleurial est constituée en utilisant une recette spécifique qui comprend moitié d'huile de tournesol fluide et moitié d'un mélange des huiles concrètes et interestérifiées dont HPO et HBO.

Chapitre V : Résultat et discussion

Dès les années 50, les chercheurs démontrent une relation directe entre les habitudes alimentaires notamment la consommation des acides gras saturés d'origines animales et l'apparition des maladies cardiovasculaires (**U.S. Senate Select Committee on Nutrition and Human Needs, 1977**). La plupart des experts en nutrition s'accordent maintenant pour diminuer la consommation de graisses saturées d'origines animales et à les remplacer par des graisses d'origine végétale (**Ludwig, 2018**). Correspond parfaitement aux recommandations nutritionnelles, l'huile de tournesol est dominée par des acides gras insaturés, ce qui en fait un choix potentiellement bénéfique pour une alimentation équilibrée. En effet, L'huile de tournesol est riche en acides gras polyinsaturés, et notamment en acide linoléique, elle apporte ainsi à l'organisme un acide gras essentiel à la vie. En revanche, la Normal Stéarine est caractérisée par une plus grande proportion d'acides gras saturés, ce qui peut avoir un impact sur les propriétés physiques et nutritionnelles du produit final. La présence des AGS en quantités adéquates confère aux huiles donc à notre produit une meilleure résistance à l'oxydation (**Brevedan, 1999**) et une forme plus au moins solide à des températures ambiantes. Dans cette étude, il a été montré que le taux d'oxydation dépend fortement de la concentration d'oxygène et de la température (**Brevedan, 1999**).

L'acide linoléique (LA) et l'acide alphalinoléique (ALA), précurseurs respectivement des acides gras oméga-6 et oméga-3, sont dits essentiels, car les besoins physiologiques sont couverts exclusivement par l'alimentation (**Dallongeville, 2010**). Ils peuvent aider à réduire le cholestérol LDL et à augmenter le cholestérol HDL, ce qui peut contribuer à la santé cardiovasculaire (**Wilkinson, 2005**). De plus, l'acide linoléique est lui-même un acide gras essentiel nécessaire au bon fonctionnement de l'organisme (**Cossut, 2002**).

2. Margarine Fleurial :

2.1. Humidité :

La teneur en eau est déterminée en chauffant l'échantillon à une température de $100 \pm 2^\circ\text{C}$ et en mesurant la perte de masse due à la dessiccation au fil du temps. La moyenne observée (M) des 31 échantillons est de $15.65 \pm 0.28\%$, tandis que la moyenne théorique (μ) est de 16%. La valeur de (Z) est de -6.75, avec une valeur de $P < 0.001$. L'écart type de la population est de 0.05% (**Figure 31**).

Chapitre V : Résultat et discussion

La comparaison entre les valeurs (M) et (μ) est effectuée par un test Z de la loi normale. Ce dernier montre que $M < \mu$ avec un seuil de signification $\alpha < 0.001$, ce qui signifie que la différence entre les deux moyennes est très hautement significative dans le seuil inférieure. Par conséquent, notre produit se conforme rigoureusement aux directives de production de la Margarine Fleurial en termes d'humidité, démontrant ainsi sa conformité absolue à ces normes de fabrication spécifiques.

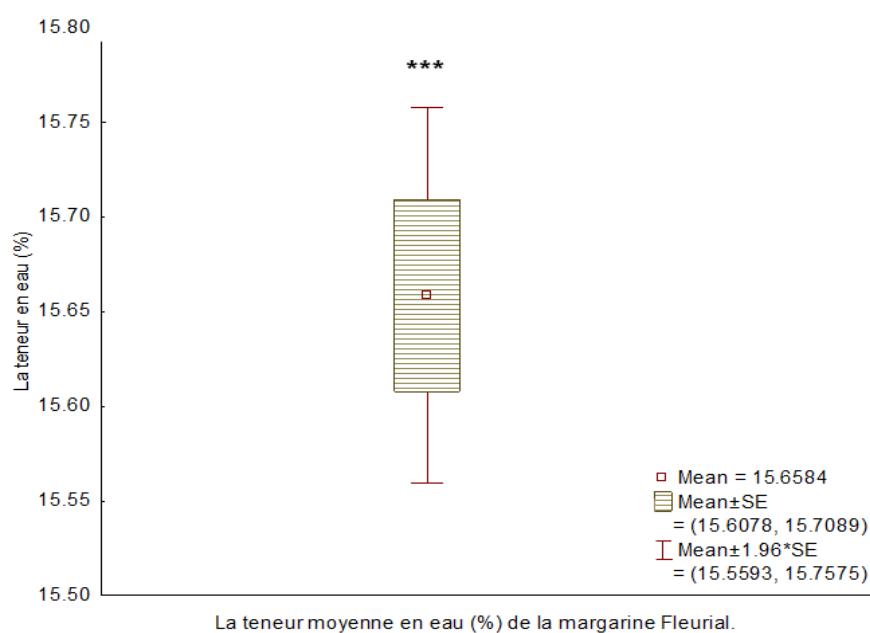


Figure 31 : La teneur moyenne en eau (%) de la margarine Fleurial (16%).

2.2. Point de fusion :

C'est la température de transition d'un corps gras de l'état solide à l'état liquide, elle est déterminée en chauffant la matière grasse congelée dans un tube capillaire en présence d'un thermomètre. La moyenne observée (M) des 31 échantillons est de $35.08 \pm 0.46^{\circ}\text{C}$ tandis que la moyenne théorique (μ) est de 35.5°C . La valeur de (Z) est de -5.10 , avec une valeur de $P < 0.001$. L'écart type de la population est de 0.082°C (**Figure 32**).

La comparaison entre les valeurs (M) et (μ) est effectuée par un test Z de la loi normale. Ce dernier montre que $M < \mu$ avec un seuil de signification $\alpha < 0.001$, ce qui signifie que la différence entre les deux moyennes est très hautement significative dans le seuil inférieure.

Chapitre V : Résultat et discussion

Ainsi, notre produit satisfait aux normes de point de fusion établies par les protocoles de fabrication de la Margarine Fleurial, confirmant ainsi sa conformité aux critères de production spécifiques requis.

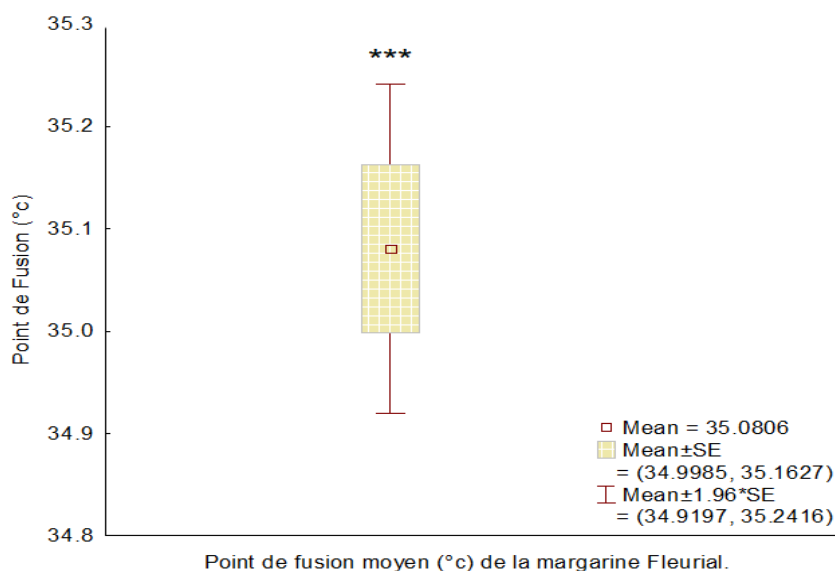


Figure 32 : Point de fusion moyen (°C) de la margarine Fleurial (35.5°C).

2.3. Indice de Peroxyde :

La détermination de l'indice d'iode dans 1kg de corps gras implique la dissolution de l'échantillon, l'oxydation de l'iode libéré et la titration pour mesurer la quantité d'oxygène actif présente en milli équivalent (meq). La moyenne observée (M) est de $0.34 \pm 0.066 \text{ meq/mg}$, tandis que la moyenne théorique (μ) est de 1meq/mg. La valeur de Z obtenue est de -55.48, avec une valeur de $P < 0.001$. L'écart-type de la population est de 0.011meq/mg (**Figure 33**).

Une comparaison entre ces valeurs a été réalisée à l'aide d'un test Z loi normale. Les résultats de ce test indiquent que $M < \mu$, avec un seuil de signification de $\alpha < 0.001$. Cela implique que la différence entre les deux moyennes est très hautement significative (inférieure à la valeur du seuil maximal 1meq/mg). Ainsi, notre produit satisfait aux normes de fabrication de la Margarine Fleurial en ce qui concerne l'indice de peroxyde, démontrant ainsi son adhésion aux critères spécifiques définis.

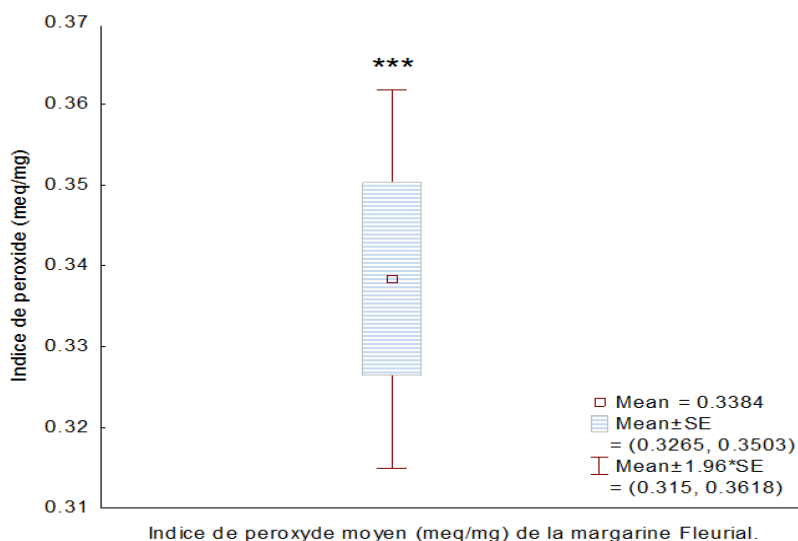


Figure 33 : Indice de peroxyde moyen (meq/mg) de la Margarine Fleurial (1meq/mg).

2.4. Teneur en sel :

Le principe de dosage des sels implique un titrage des chlorures en utilisant des nitrates d'argent comme réactif et chlorure de chromate de potassium comme indicateur coloré. La moyenne observée (M) est de $0.37 \pm 0.0045\%$ tandis que la moyenne théorique (μ) est de 0.4%. Un test Z de la loi normale a été utilisé pour comparer ces valeurs. Le résultat du test a donné une valeur de (Z) de -3.42, avec une valeur de $P = 0.0018$. L'écart-type de la population est de 0.0081% (**Figure 34**).

Les résultats de ce test indiquent que la moyenne observée (M) est significativement inférieure à la moyenne théorique (μ), avec un seuil de signification de $\alpha = 0.01$. Cela signifie que la différence entre les deux moyennes est très hautement significative et inférieure à la valeur du seuil maximal de 0.4%. Par conséquent, selon ces résultats, notre produit est conforme aux normes de fabrication de la margarine Fleurial en termes teneur en sel.

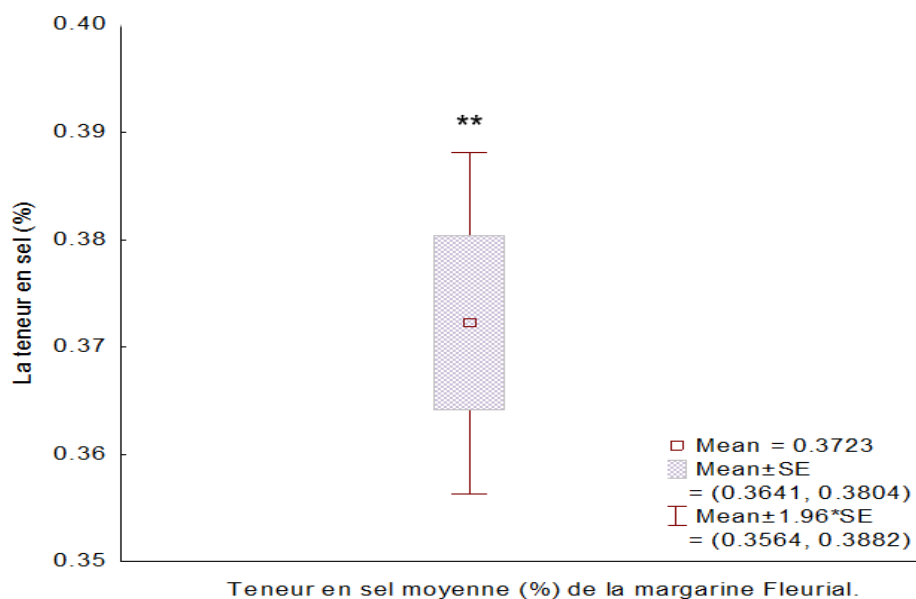


Figure 34 : Teneur en sel moyenne (%) de la margarine Fleurial (0.4%).

2.5. SFC (Taux en solide) :

Le taux en matière grasse est mesuré par RMN et exprimé en pourcentage de protons présents dans la phase solide par rapport au nombre total de protons dans les phases solide et liquide à une température donnée. La moyenne observée (M) des échantillons est de $9.62 \pm 0.34\%$ tandis que la moyenne théorique (μ) est de 10% à 20°C. La valeur de (Z) est de -6.03, avec une valeur de $P < 0.001$. L'écart-type de la population est de 0.062% (**Figure 35**).

La comparaison entre les valeurs (M) et (μ) est effectuée par un test Z loi normale. Ce dernier montre que $M < \mu$ avec un seuil de signification $\alpha = 0.001$, ce qui signifie que la différence entre les deux moyennes est très hautement significative dans le seuil inférieure. Ainsi, notre produit se conforme aux règles de fabrication de la Margarine Fleurial en termes de taux en solide, démontrant sa conformité à ces normes de production spécifique.

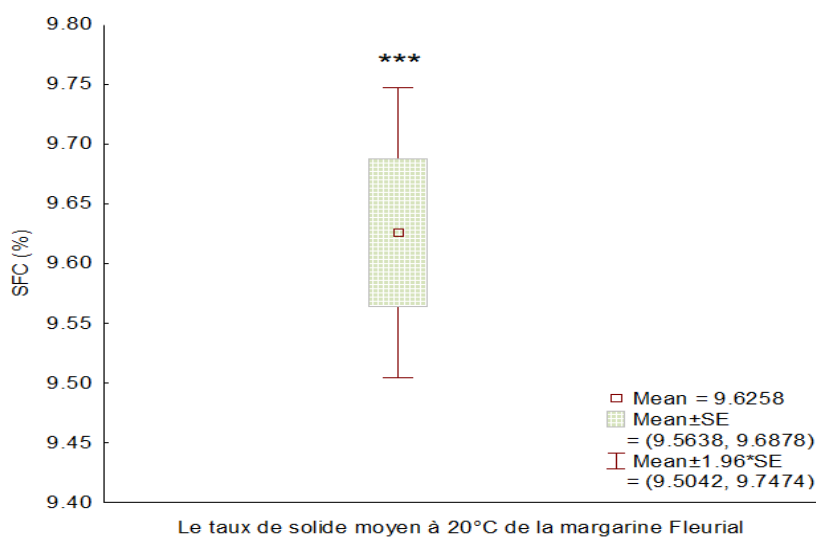


Figure 35 : Le taux de solide moyen à 20°C de la margarine Fleurial (10%).

Lors de stockage et conditionnement de la matière première et les produits, il est essentiel de minimiser au maximum l'oxydation. Cela peut être réalisé en utilisant des techniques d'inertage à chaque étape du processus et en surveillant l'indice de peroxyde, qui est une mesure de la quantité d'oxygène chimiquement lié à une huile ou un corps gras sous forme de peroxydes, en particulier d'hydroperoxydes (**ISO 3960 :2017**). Car l'oxydation des lipides a pour effet de réduire la durée de conservation du produit, ce qui entraîne une diminution de son attrait, de sa fonctionnalité et de sa valeur nutritionnelle (**Hidalgo, 2006**). Cette étude met en évidence que les viandes sont des exemples de systèmes alimentaires où les phospholipides sont vulnérables à l'oxydation des lipides. En raison de leur exposition à l'oxygène, de la présence d'acides gras insaturés, ainsi que de métaux pro-oxydants, d'enzymes et d'espèces réactives de l'oxygène, les aliments sont particulièrement sensibles à ce processus d'oxydation (**Hidalgo, 2006**). Cette dernière est la cause principale de leur détérioration des lipides. Elle conduit à la formation d'hydroperoxydes, qui sont les premiers produits de cette réaction. Bien que ces produits n'aient ni goût ni odeur, ils se décomposent rapidement en aldéhydes qui, quant à eux, ont un goût et une odeur très désagréable (**Karleskind et Wolff, 1992**). L'indice de peroxyde, exprimé généralement en tant qu'évaluation de la concentration de peroxyde, permet de mesurer le niveau d'oxydation précoce ou de rancissement. Lorsque la concentration de peroxyde dépasse les limites établies par le Codex Alimentarius, qui est de ≤ 1 meq/mg (**NE.1.2.98, 1988**), pour notre échantillon, cela signifie que les lipides ont subi une détérioration avancée. Cette

Chapitre V : Résultat et discussion

détérioration peut avoir des conséquences néfastes sur l'appétence, la fonctionnalité et la qualité nutritionnelle des produits alimentaires selon **O'Brien**, qui a évalué la qualité de l'huile de soja en utilisant l'indice peroxyde, où des valeurs plus élevées indiquent une oxydation plus importante et une mauvaise saveur. Cependant, bien qu'il existe une corrélation entre l'indice peroxyde et la saveur au début de l'oxydation, cette mesure seule ne permet pas d'évaluer de manière fiable la saveur, car l'indice peroxyde atteint un maximum puis diminue avec le temps de stockage (**2004**). Du point de vue nutritionnel, l'oxydation des lipides dans les aliments entraîne aussi une diminution des acides gras polyinsaturés (AGPI) et des vitamines. De plus, les métabolites produits lors de ce processus, tels que les aldéhydes et les produits d'oxydation du cholestérol, peuvent être toxiques pour les consommateurs et ont été associés à l'initiation de l'athérosclérose dans des études sur des modèles animaux. (**Draper, 1986**).

L'oxydation peut être exacerbée également par la présence d'acides gras libres qui sont libérés par l'hydrolyse enzymatique des triglycérides d'après (**Cheftel, 1986**) par des lipases qui peuvent être présentes naturellement dans la margarine ou peuvent être introduites intentionnellement pour faciliter la dégradation des triglycérides. Cette hydrolyse est favorisée par une teneur élevée en humidité supérieure à 16% (**NE 1.2- 47, 1985**), qui conduit à la formation d'une interface entre l'eau et l'huile. Cette interface accélère la vitesse de lipolyse de manière significative, selon les travaux de (**Verger, 1973**). Par conséquent, comme le mentionnent **Karleskind et Wolff en 1992**, le produit se détériore rapidement et peut même favoriser la croissance microbienne. Cette dernière est généralement induite par les micro-organismes déjà présents en petites quantités dans la margarine, conformément aux limites permises définies par la norme **ISO 4833 :2003**, tels que les lactobacilles et les *Pseudomonas*. Ces micro-organismes prolifèrent en raison de l'humidité présente, ce qui entraîne successivement l'altération de l'odeur, de la couleur, du goût et de l'aspect du produit (**Saulnier et Micard, 2012**). Ce type d'altération peut inclure : l'oxydation des lipides ; brunissement enzymatique, non enzymatique et dégradation des vitamines... (**Joffin, 2003**). Cependant, un manque d'eau au contraire résulte en un produit trop sec et donc moins apprécié du consommateur (**Blanc, 1992**).

De manière similaire, la teneur en sel affecte la qualité et les propriétés de la margarine. L'ajout de grandes quantités de sel (> 0,44% selon la norme **NE 1.2.429 / 1989**) perturbe l'équilibre de l'émulsion de la margarine en modifiant la tension superficielle entre l'huile et l'eau. Les

Chapitre V : Résultat et discussion

variations de la quantité de sel ont un effet significatif sur la qualité globale de la margarine en perturbant cet équilibre d'émulsion. En effet, le sel joue un rôle crucial dans la stabilisation des émulsions eau-dans-huile en formant une enveloppe protectrice autour des gouttelettes d'eau (**Melnik, 2010**). Cette étude a développé des émulsions eau-dans-huile stabilisées par des cristaux pour la libération contrôlée de sel. Les résultats ont montré que l'émulsion avec du monostéarate de glycérol (GMS) avait la meilleure efficacité d'encapsulation, formant une coque de Pickering autour des gouttelettes d'eau pour empêcher le transport du sel, tandis que les émulsions à base de polyricinoléate de polyglycérol (PGPR) montraient une libération rapide du sel lors de la fusion de la matière grasse solide environnante. Par contre la diminution en taux de sel affecte la saveur et la tartinabilité mais pas d'une façon significative grâce à la présence de la lécithine de soja E322 comme émulsifiant principal. D'autres molécules, telles que la gomme de xanthane (E415), peuvent également agir de manière similaire en ce qui concerne la teneur en sel (**Lemieux, 2009**). D'après cette étude, la gomme de Xanthane E415 est capable de maintenir la viscosité et la texture des aliments, améliorant ainsi leur tartinabilité (**Lemieux, 2009**).

Ce qui affecte également sur les autres paramètres tels que le taux de solide, ce rapport solide/liquide obtenu par RMN est désigné sous le nom de SFC et est exprimé en pourcentage. Dans cette mesure, 0 % correspond à un échantillon totalement liquide, tandis que 100 % correspond à un échantillon totalement solide, selon les informations présentées dans le livre de **Timms** qui aborde la production et les propriétés des matières grasses utilisées dans les confiseries, y compris la matière grasse laitière, l'huile de palme, l'huile laurique, etc (**2003**). Selon **Martini**, la valeur de SFC max peut diminuer ou augmenter avec l'interestérisation en fonction des matières premières utilisées (**2002**). L'interestérisation avec les huiles fluides permet d'obtenir une graisse plastique à 20°C. Dans le cas de la margarine au tournesol, elle est composée d'une base grasse enrichie en acides gras polyinsaturés, ce qui lui confère ses propriétés rhéologiques telles qu'une bonne tartinabilité, une fusion complète en bouche et une résistance à l'oxydation (**Muderhwa, 1989**). D'après **Karleskind et Wolff**, la composition chimique qualitative et quantitative de la phase grasse influence en effet prioritairement à toute température sur le rapport solide/liquide (**1992**). Le taux de solide s'agit également d'un paramètre fondamental dans l'élaboration des recettes utilisées dans la margarinerie. Il est nécessaire d'établir une proportion adéquate entre les deux phases de manière à ce que les particules solides ne s'opposent pas à l'écoulement de masse sans former une structure

Chapitre V : Résultat et discussion

cristalline rigide. Les taux de solides à différentes températures sont utiles pour évaluer le comportement global des corps gras. Ils fournissent également des informations essentielles pour formuler et développer de nouveaux produits. Selon l'étude comparative sur les rhéologies des margarines à huiles essentielles réalisée par Himed et *coll.*, le SFC (Solid Fat Content) de la margarine Fleurial, une margarine à tartiner, ne doit pas dépasser 40 % à 5 °C et 6 % à 37 °C (**Himed et Barkat, 2014**). De manière similaire, le SFC à 20 °C ne doit pas dépasser 10 %. Notre échantillon présente un taux de solide moyen de 9,62 %, ce qui est conforme aux recettes établies et aux normes du Codex Alimentarius (**NF EN ISO 8292T60-250 ,1995**).

À 20°C le SFC est un facteur important pour le procédé, la stabilité et la dureté du produit final (**Linden et Lorient, 1994**). Cela explique aussi la valeur optimale du point de fusion moyen de la margarine Fleurial à 35 °C (**NE .1.2.91 ,1988**) vue qu'elle est élaborée en combinant à parts égales de l'huile de tournesol et des huiles concrètes et interestérifiées pour former la phase grasse, en plus d'une phase liquide. Dans une autre étude sur la stabilité des margarines contenant 50 % d'huile de tournesol en plus d'huiles enzymatiquement interestérifiées, ainsi que sur l'analyse des variations des propriétés physiques telles que la dureté, le point de fusion, la forme cristalline et l'évaluation sensorielle, il a été constaté que l'estimation du point de fusion donne une indication du comportement rhéologique qui peut être influencé par les additifs, mais dépend fortement de la composition en acides gras et en triglycérides de la matière grasse (**Zhang, 2005**).

Les travaux de **List**, ont montré d'un autre part que les huiles végétales présentent des points de fusion élevés après interestérification, la différence observée peut être attribuée en partie à la répartition spécifique des acides gras au sein des triglycérides (**1997**). Dans le cas des huiles végétales utilisées dans la fabrication de la margarine Fleurial (Tournesol, HPO, HBO...), les acides palmitique et stéarique sont principalement présents aux positions sn-1 et -3, qui, selon (**Formo, 1979**), présentent des points de fusion d'environ 63°C et 70°C respectivement. Ces valeurs confèrent au produit une texture fondante en bouche, tout en étant plastique à température ambiante pour faciliter la tartinabilité.

Conclusion

Ce travail vise à approfondir l'étude du suivi de la fabrication de la margarine Fleurial au sein de l'organisme de CEVITAL, dans le but de comprendre et d'améliorer le processus de fabrication. Il comprend une analyse détaillée des huiles végétales fluides et interestérifiées utilisées comme matière première, afin d'évaluer leur impact sur la qualité et les propriétés de la margarine finale. De plus, une attention particulière est portée à l'examen du processus de production lui-même, en vue d'identifier les facteurs influençant la qualité du produit.

Grace à l'analyse qualitative par chromatographie en phase gazeuse (CPG) des échantillons d'huiles, il a été possible de déterminer la composition de la margarine Fleurial, mettant ainsi en évidence l'importance de sa teneur en acides gras. Ces résultats revêtent une grande importance tant sur le plan nutritionnel que sur celui de la stabilité et de la résistance à l'oxydation.

En parallèle, les analyses physico-chimiques, telles que la teneur en eau, en sel, l'indice de peroxyde, le point de fusion et le taux en solide (SFC), permettent de caractériser la qualité, la texture et l'adéquation de l'emballage de la margarine. Elles jouent un rôle essentiel dans la garantie de la conformité du produit, la sécurité des consommateurs et la promotion de pratiques commerciales équitables.

Les résultats obtenus confirment la stricte conformité de la margarine Fleurial aux normes de fabrication établies par le Codex Alimentarius, attestant ainsi de sa qualité et de son respect des critères spécifiques définis. En combinant les données de l'analyse qualitative avec les résultats des analyses physico-chimiques, une image exhaustive de la margarine Fleurial est établie, offrant ainsi une base solide pour évaluer sa qualité et ses caractéristiques. Ces contrôles rigoureux garantissent que le produit répond aux exigences et aux attentes des consommateurs en termes de composition et de qualité. Par conséquent, elle peut être considérée comme un produit fiable et digne de confiance, bénéficiant du soutien des analyses réalisées et de la solide réputation de CEVITAL dans le secteur des produits alimentaires.

En outre, cette étude contribue à l'amélioration des techniques de production et à l'exploration de nouvelles méthodes de traitement afin d'améliorer la qualité des produits. Par exemple, l'utilisation des techniques telles que les catalyseurs spécifiques pour la randomisation des acides gras, ce qui améliore la sélectivité de la réaction et réduit les sous-produits indésirables.

Ces approches favorisent l'optimisation de la production de la margarine Fleurial et assurent une meilleure qualité du produit fini. Par conséquent, cette étude de compréhension des processus de fabrication, identifie les meilleures pratiques et ouvre la voie à des innovations futures et à une amélioration continue de la qualité des produits alimentaires.

Références bibliographiques

1. Aboiron J. et Hameury E. Additifs alimentaires : les lécithines. Institut universitaire professionnel. Salon International de l'agroalimentaire, paris, 2004;27.
2. Ahmad M. et Clyde S. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. Edition : ASA American Soybean Association, 2002;60.
3. Alais C. et Linden G. Corps gras. In : Abrégé de biochimie alimentaire. Edition Masson. Paris, France. PP, 1997;119-123.
4. ARGENSON CH, EVRARD J, MORIN O, PAGES-XATART-PARES X.. Procédé d'obtention et composition nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cah. Nutr. Diét, 2007;42 (1):13-23.
5. Arrago-Trani, L.E. Lemar M.T., K.M. Phillipis, J.M. Holden. New and existing oils and fats used in products with reduced trans-fatty acid content. Journal of the American Dietetic Association, 2006;106-6: 867-880.
6. Blanc M. Analyse des tourteaux oléagineux. In « Karleskind ». Manuel des corps gras Tome 2. Ed. Tec et doc. Lavoisier, paris. Pp, 1992;1332-1341.
7. Birot C, Gaud M, Gouband M. Pages X, Morin O, Fazeuilh S. Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants, 2010;OCL 17: 86-99.
8. Champrier, G. Les industries des corps gras. Édition Tec et Doc Lavoisier, Paris, 1956;283-288p.
9. Cheftel, J. C., Cheftel, H., & Besançon, P. Introduction à la biochimie et de la technologie des aliments: volume 2. Technique et Documentation-Lavoisier.1986.
10. Cheftel J. C. et Cheftel H. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition Tec &Doc, Lavoisier, Paris, France, 1977; P247.
12. Cossut, M. E. ; Cumini, M. A. ; Pagani, J. L. ; Wawrzekiewicz, M. ; Allocati, P. A. ; Danelon, J. L. ; Aguilar, L. Substitution of wheat for corn in rabbit diets. Effects on productivity and meat quality. Rev. Arg. Prod. Anim., 2002;22 (3-4): 153-161.
13. Crapiste GH, Bredvan MIV, et Carelli AA. Oxidation of Sunflower Oil During Storage. JAOCS. 1999;76:1437-43.

14. Cuvelier C, Cabaraux J-F, Dufrasne I, Hornick J-L et Istasse L. Acides gras Nomenclature et sources alimentaires. Nutrition, Département des Productions Animales, Faculté de Médecine Vétérinaire, Université de Liège B43, Sart-Tilman, 4000 Liège, Belgique, 2004;pp 133-140.
15. Cuvelier ME, Maillard MN. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage
16. Oilseeds and fats crops and lipids OCL 2004;19(2), 125-132.

17. Dallongeville J, Marecaux N, Amouyel P. Acides gras oméga-3 et risque cardiovasculaire. OCL 2010;17:232–5. <https://doi.org/10.1051/ocl.2010.0317>.

18. Delatour V. Propulsion de liposomes géants par polymérisation d'actine: un modèle pour l'interaction dynamique cytosquelette-membrane dans la motilité 2007.

19. Delplanque B. Intérêt nutritionnel des huiles de tournesols : tournesol linoléique et tournesol à haute teneur en oléique. OCL 2000;7:467–72. <https://doi.org/10.1051/ocl.2000.0467>.
20. Dickinson E. Les colloïdes alimentaires. Edition Masson, Paris, France, 1996;216P
21. Djouab A. 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. Édition : Paris Dunod, 2007;243. ISBN : 2-10-003827-3.
22. Draper, H. H., McGirr, L. G., & Hadley, M. The metabolism of malondialdehyde. Lipids, 1986;21(4), 305-307.
23. Faur L. Transformation des corps gras à des fins alimentaires. In : Manuel des corps gras. Edition Tec et Doc. Lavoisier. Paris, France, 1992;PP. 938-984
24. Faur L. Margarine technology oil and fats Manuel. Edition Lavoisier publishing. Paris, France, 1996;PP. 938-989.
25. FORMO M.W. Physical properties of fats and fatty acids. In : Swern D. (Ed.), Bailey's industrial oil and fat products, volume 1. Fourth edition. Wiley-Interscience : New-York, 1979, 177-232.
26. François, R. Les industries des corps gras: biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Edition Tec et Doc –Lavoisier, Paris, 1974;283-291p.

27. Frey, P., Bach, E. Transformation des corps gras à des fins alimentaires. « Manuel des corps gras ». Techniques et documentation –Lavoisier, Paris, 1992;938-984p.
28. Graille J. Lipides et corps gras alimentaire. Tec et Doc .Paris, 2003;pp.132- 269.
29. Hidalgo, F.J, Leon, M.M, Zamora, R. Antioxidative Activity of Amino hydrogenated soybean , rapeseed and sunflower oils. Food chemistry, 2006;102: 827-833p.
30. Himed, L et Barkat, M. Élaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de Citrus limon. OCL: Oilseeds& fats Corps and Lipids 21(1), 2014;102.
31. ISO 3960 :Corps gras d'origines animale et végétale — Détermination de l'indice de peroxyde — Détermination avec point d'arrêt iodométrique,2017.
32. ISO Norme Internationale. Méthode ISO 8292:1995 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée, 1995.
33. ISO Norme Internationale. 4833 :2003 Microbiologie des aliments Méthode horizontale pour le dénombrement des microorganismes, 2003.
34. J.P. Poisson, M. Narce, Lipides et corps gras alimentaires, Paris (France): Sciences et Techniques agroalimentaires ,2003.
35. Jean Claude Cheftel,. Nutritional effects of extrusion-cooking. Food Chemistry, vol. 20, 1986, p. 263–83.
36. Joffin.J.C. Microbiologie alimentaire. Edition Dunod, Paris, 2003.
37. Karleskind A., Wolff J.P. Manuel des corps gras. Ed : Tech et Doc, 1992;1579p.
38. Katan MB, Zock PL, Mensink RP. Effects of fats and fatty acids on blood lipids in humans: an overview. Am J Clin Nutr, 1994; 60: 1017S-1022S.
39. Lecerf J-M. L'huile de palme : aspects nutritionnels et métaboliques. Rôle sur le risque cardiovasculaire. OCL 2013;20:147–59. <https://doi.org/10.1051/ocl.2013.0507>.
40. Lecomte, J.. Les cires végétales: sources et applications. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 16(4-5-6), 2009: 262-266.
41. Leray C. Les lipides « Nutrition et santé », Lavoisier, Paris : TEC&DOC, 2013: 3-117
42. Linden, G ., Lorient. Biochimie agro-industrielle. Éditeur : issy-les-Moulineaux (haute de seine) : Masson, 1994.

43. List G.R., Mounts T.L., Orthoefer F. et Neff W.E. Effect of Interesterification on the Structure and Physical Properties of High-Stearic Acid Soybean Oils (Short Communication). *JAOCS*, 1997;74 (3): 327-329.
44. Lemieux M, Gosselin P, Mateescu MA. Carboxymethyl high amylose starch as excipient for controlled drug release: mechanistic study and the influence of degree of substitution. *International Journal of Pharmaceutics* 2009;382 1-2:172–82.
45. Ludwig DS, Willett WC, Volek JS, Neuhouser ML. Dietary fat: From foe to friend? *Science*. 2018 Nov 16;362(6416):764-770. doi: 10.1126/science.aau2096. PMID: 30442800.
46. Martin A. Apports nutritionnels conseillés pour la population française, Paris : Tec & Doc Lavoisier 3e Ed, 2001.
47. Martin M.E., Grao-Cruces E., Millan-Linares M.C. and Montserrat-de la Paz S. Grape (Vitis vinifera L.) Seed Oil: A Functional Food from the Winemaking Industry. *Foods*, Basel (Switzerland), 9(10) ; 2020:1360.
48. Martini, S., Herrera, M. L., & Hartel, R. W. Effect of cooling rate on crystallization behavior of milk fat fraction/sunflower oil blends. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 2002;79(11), 1055-1062.
49. Mohtadji Lamballais. Les aliments. Paris: Ed: Masson, ISBN: 2224018894, 1989:95-96. (Martini, 2002).
50. Muderhwa, J. M., Pina, M., Montet, D., Feuillard, P., & Graille, J. Interestérification enzymatique régiosélective 1-3 en milieu fondu et en réacteur continu: valorisation de l'huile de palme, 1989;p 41-42.
51. NE 1.2- 47 Margarine : Détermination de l'humidité, 1985.
52. NE.1.2.429. Margarine : détermination de la teneur en chlorure de sodium, 1989.
53. NE.1.2.91. Margarine : détermination du point de fusion (méthode au tube capillaire), 1988.
54. NE.1.2.98. Margarine : détermination de l'indice de peroxyde, 1988.

55. O'Brien.D. Fats and oils : formulating and processing for applications.Edition: CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton London New York, 2004;744p.
56. O'brien R.D. Fats and oils: formulating and processing for applications, 2004;ISBN-13: 978-1-4200-6166-6.
57. Pierre Goudet et, Philippe-José Yindoula « Matière et énergie dans les systèmes : manuel de chimie –Biochimie alimentaire », 2008 :109.
58. Percheron F., Perles R., Foglietti M.J. et Masson. Abrégé de biochimie générale : Chromoprotéines-glucides-glycoprotéines-lipides-oxydations biologiques. Interrelations métaboliques. Tome 2.éd. Lavoisier, Paris, 1981;141p.
59. Percheron, R. OCL - Oilseeds and fats, Crops and Lipids,1981;12(4), 259-265.
60. Routh, J.I. INTRODUCTION TO BIOCHEMISTRY. Philadelphia, pa .19105: Saunders, 1978:89-91-93.
- 61.Saillard M. Margarine et matières grasses tartinables. Cahier de Nutrition et de Diététique. Cahiers de Nutrition et de Diététique, 2010;Volume : 45 (5). p : 274-280
62. Saulnier, L., and Micard, V. Impact de la structure de l'aliment sur les propriétés nutritionnelles et l'acceptabilité du pain et des pâtes. Innovations Agronomiques, 2012;19, 63-74

63. Scriban R. Les industries agricoles et alimentaires, progrès des sciences et technique Ed tec et doc : Lavoisier , 1988.

64. Sies, H., & Stahl, W. Vitamins E and C, beta-carotene, and other carotenoids as antioxydants. *The American journal of clinical nutrition* 1995; 62(6): 1315S-1321S.
65. SONNTAG N.O.V. Reactions of fats and fatty acids. In: Swern D. (Ed.), Bailey's industrial oil and fat products, volume 1. Fourth edition. Wiley-Interscience : NewYork, 1979b, 99-175.
66. SONNTAG N.O.V. Structure and composition of fats and oils. In : Swern D. (Ed.), Bailey's industrial oil and fat products, volume 1. Fourth edition. Wiley-Interscience : New-York, 1979a, 1-98.

67. Takahashi, H., Nishiguchi, A., Nagata, H., Kataoka, H., & Fujishima, M. Structural relaxation and stress reduction in hydrogenated silicon oxide films. *Journal of applied physics*, 1996;79(5), 2787-2789.
68. Timms RE. Confectionery Fats Handbook: Properties, Production and Application. Confectionery Fats Handbook: Properties, Production and Application 2003:1–441.
69. U. S. Senate Select Committee on Nutrition and Human Needs, Dietary Goals for the United States, Second Edition (U.S. Government Printing Office, 1977).
70. Verger R. & de Haas G.H. Enzyme reactions in a membrane model. 1. A new technique to study enzyme reactions in monolayers. *Chem. Phys. Lipids*, 1973;10, 127- 136.
71. Wilkinson P, Leach C, Ah-Sing EE, Hussain N, Miller GJ, Millward DJ, Griffin BA. Influence of alpha-linolenic acid and fish-oil on markers of cardiovascular risk in subjects with an atherogenic lipoprotein phenotype. *Atherosclerosis*. 2005 Jul;181(1):115-24. doi: 10.1016/j.atherosclerosis.2004.12.029. PMID: 15939062.
72. Zhang H., Jacobsen C. et Adler-Nisen J. 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*, 2005;107 : 530-539.

Agzul ⚡⚡⚡ :

Amesyaṛu n takatut agi d aḍfaṛ n ayaṛaf n margarin Fleurial, i g llan d avdey amguran n tifekkiwin n tassemt n imyan idigren akala n a hydrugini ayen i-h-n isqarayen . Dacu kan, ilaq anwali d akken tatiknit agi tezmer adessufey imuyas n tassemt *trans* , ayen igellan d ussin f akken dirihen i tazmert. Akken anekkes ayagi ,aselkem s uvraz-yaṛ-n-esteren s inzyemen i tiyla n imyan (talya n tassemt) n arway.

Tisleḍin n tayāra (krumatugrafi n l gaz) akk d tisleḍin tasmekta (tisleḍin n fizik d cimi) muggen i wakken a-d ssken w a-d selken tayāra n afaris.

Igemmuḍen agi skenayend akken l margarin n Fleurial teḍfer tegnutin yeḍran s yuṛ Codex Alimentarius , d akken ihi d afaris d utkil s asalel n tisleḍin igemmugen d tisellit tuntimt n CEVITAL g agzum n ifarisen n tucit.

Awalen n tsura : margarin, tifekkiwin n tassemt, tiyla n imyan, avraz-yaṛ-n-esteren s inzyemen, a hydrugini.

Résumé :

L'objectif de ce mémoire est de suivre le processus de fabrication de la margarine Fleurial, qui est le résultat d'une transformation industrielle des corps gras d'origine végétale impliquant un processus d'hydrogénation pour les solidifier. Cependant, il est important de noter que cette technique peut entraîner la formation d'acides gras *trans*, connus pour leur impact néfaste sur la santé. Afin de remédier à cela, une étape d'interesterification enzymatique est réalisée sur les huiles végétales (phase grasse) de l'émulsion.

Des analyses qualitatives (chromatographie en phase gazeuse) et quantitatives (analyses physico-chimiques) ont été réalisées pour vérifier la conformité et garantir la qualité du produit fini.

Les résultats confirment la stricte conformité de la margarine Fleurial aux normes de fabrication du Codex Alimentarius. Ainsi, elle est considérée comme un produit alimentaire fiable, digne de confiance et bénéficiant du soutien des analyses réalisées ainsi que de la solide réputation de CEVITAL dans le secteur des produits alimentaires.

Mots clés : margarine, corps gras, huiles végétales, interestérification, hydrogénation.

Abstract:

The objective of this dissertation is to track the manufacturing process of margarine Fleurial, which is the outcome of an industrial transformation of vegetable fats involving a hydrogenation process to solidify them. However, it is important to note that this technic can lead to the formation of *trans* fatty acids, known for their detrimental impact on health. To address this issue, an enzymatic interesterification step is carried out on the vegetable oils (fatty phase) of the emulsion.

Qualitative analyses (gas chromatography) and quantitative analyses (physicochemical analyses) were conducted to ensure compliance and guarantee the quality of the final Product.

The results confirm that Fleurial margarine strictly complies with the manufacturing standards of the Codex Alimentarius. Therefore, it can be considered as a reliable and trustworthy food product, benefiting from the support of conducted analyses and CEVITAL's strong reputation in the food industry.

Key words: margarine, fatty acids, vegetable oils, interesterification, hydrogenation.