

République Algérienne Démocratique Et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira de Béjaïa



Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Microbiologie

Memoire de Fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme d'ingénieur d'Etat

Option : Génie Biologique

Thème :



**Caractéristiques physico-chimiques et
teneur en Acides Gras *Trans* de quatre
margarines produites en Algérie**

Présenté par :

M^r : BOUTOUMI Mourad

M^{lle} : BOUAZIZ Nassima

Devant le jury composé de :

Président : M^{me} LEHOUCHE R.

Examineur : M^{me} BOUCHEFFA S.

Promoteur : M^r TAMENDJARI A.

Invitée : M^{me} BERDOUS F.

Année universitaire : 2013-

Remerciements

Avant tout nous tenants à remercier le Bon Dieu de nous avoir donné le courage et la patience pour réaliser ce travail.

*En second lieu, nous tenants à exprimer notre profonde gratitude et notre sincères remerciements à notre promoteur le professeur Mr **TAMENDJARI A** d'avoir accepté de nous encadré, de nous guidé et surtout de suivre ce travail.*

*Nous tenants à remercier aussi Mr **HADJAL S** directeur de la direction Recherche et Développement (R & D) d'avoir accepté notre demande de stage. Ainsi que, pour son aide précieuse durant notre stage pratique même après.*

Nous remerciements vont aussi vers :

- *M^{me} **BERDOUS F** Ingénieur en Recherche et Développement (R & D) au sein de l'entreprise **CEVITAL spa**. Pour son aide inestimable durant notre stage pratique même après.*
- *Mr **ALIANE** et Mr **BOUKAROUI** Ingénieurs en Recherche et Développement au sein de l'entreprise pour leurs aides et conseils.*
- *Mr **BENALIA** Technicien Supérieur à l'Institut National Agronomique (INA) de nous avoir assuré l'analyse chromatographique (CPG) et pour ces conseils.*
- *À toute l'équipe du laboratoire et à toute l'équipe de chambre de contrôle de la margarinerie **CEVITAL spa**.*
- *À la présidente du jury M^{me} **LEHOUCHE** et à l'examinatrice M^{me} **BOUCHEFFA** d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

Nous remerciements s'attendent également à l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre formation durant notre cycle d'étude.

Enfin nous remerciements s'adresse aussi à tous ceux qui ont contribué de pré et de loin au bon déroulement et à la réalisation de ce travail.

Mourad & Nassima

*D*edicaces

Je dédie se modeste travail :

A mon Dieu

A la source qui ma noyé avec ses sentiments et qui ma toujours soutenue, ma très chère mère et à l'homme qui a combattu toute sa vie pour me procurer tout ce dont j'avais besoin, mon très cher père, et à l'intérêt qu'ils ont porté pour mes études,

c'est avec émotion que je leurs exprime toute mon affection,

je les remercie d'autant que je ne remercierai personne.

A la mémoire de mon très cher grand père

A mes très chers sœurs : Nassima, Ouahiba, Linda et Fouzia

A mon frères : Farid

A mes oncles et tentes

A meschers amis : Zahir et Nabil

A tous mes amis (es) sans exception

A ma binôme et tout ça famille

Et à toute la promotion Génie Biologique 2013/2014.

Mourad

*D*edicaces

Je dédie se modeste travail :

À ceux qui m'ont tous donné sans rien en retour à ceux qui m'ont encouragé et soutenu dans mes moments les plus durs.

À ma très chère mère Nassira qui me donne toujours l'espoir de vivre et qui n'a jamais cessé de prier pour moi.

À mon très cher père Nourddine pour ses encouragements, son soutien et surtout pour ses sacrifices afin que rien n'entrave le déroulement de mes études.

À mes chères sœurs :Habiba, Fatiha et Maroi.

À mon chère frère Samy.

À mon très cher grand-père Moustapha que j'aime énormément et ma grande mère Malika.

À mes très chère copines Loubna et Narimane avec qui j'ai eu l'immense joie de partager ce travail et à leurs familles.

À toi Salah et à ta famille.

À tous mes cousins et cousines en particulier Katia, Kamilia, Hanane et Tita.

À mon binôme et tout ça famille.

Et à tous ceux qui me sont chers.

Nassima

AET : Apport Energétique Totale.

AFSSA : Agence Française de la Sécurité Sanitaire des Aliments.

AG : Acide Gras.

AGE : Acide Gras Essentiel.

AGI : Acide Gras Insaturés.

AGMI : Acide Gras Mono Insaturés.

AGPI : Acide Gras Poly Insaturés.

AGS: Acide Gras Saturés.

AGT: Acide Gras Trans.

CPG:Chromatographie en Phase Gazeuse.

DIF : Détecteur à Ionisation de Flamme.

FDA:Food and Drug Administration.

GRAS: Generally Recognised As Safe.

HDL: High DensityLipoprotein.

HVPH : Huiles Végétales Partiellement Hydrogénées.

LDL: LowDensityLipoprotein.

MCV: Maladie Cardiovasculaires.

OMS:Organisation Mondiale de la Santé.

R&D: Recherche & développement.

RMN: Résonance Magnétique Nucléaire.

SFC:(Solide Fat Content) ou leTaux de solide.

TFA: Trans Faty Acide.

TIR : Temps d'Induction au test Rancimat.

UV :Ultra-Violet.

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction.....1

Partie théorique

Chapitre I : Raffinage et traitements de modification

I-1 Définition des corps gras.....	2
I-2 Classification des corps gras.....	2
I - 2-1 Classification en fonction de leur nature	2
I - 2-2 Classification en fonction de leurs origines	2
I-2-2-1 Huiles et graisses animales	2
I-2-2-2 Huiles et graisses végétales	2
I-3 Raffinage	2
I-4 Traitements de modification.....	3
I - 4-1 Hydrogénation	3
I - 4-2 Interestérisation	4
I-4-3 Fractionnement	5

Chapitre II : Les margarines

II-1 Historique	6
II-2 Définition	6
II-3 Composition globale de la margarine	6
II-4 Classification des margarines	6
II-5 Fabrication de la margarine	7
II - 5-1 Préparation de la charge.....	7
II-5 - 1-1 Préparation de la phase grasse (continue)	7
II-5-1-2 Préparation de la phase aqueuse (dispersée)	8
II-5-2 Processus de fabrication de la margarine	8
II-5-2-1 Pasteurisation	8
II-5-2-2 Refroidissement (cristallisation) et malaxage	9
II-5-2-3 Emballage et conditionnement	9
II-6 Facteurs de détérioration de la margarine	9

II-7-2-3Autres pathologies	16
II-8Traçabilité des acides gras <i>trans</i>	16

Partie pratique

Chapitre IV : Matériel et méthodes

IV-1/Présentation de l'organisme d'accueil	17
IV-1-1Implantation.....	17
IV-1-2Margarines et graisses végétales	17
IV-1-3Présentation de l'équipe d'accueil	17
IV-2 /Echantillonnage	18
IV-2-1Date de fabrication et de péremption	18
IV-2-2Composition	18
IV-3/Méthodes d'analyses.....	19
IV-3-1 Analyses physiques	19
IV-3-1-1Détermination de point de fusion	19
IV-3-1-2Détermination de la teneur en eau (humidité)	20
IV-3-1-3 Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique.....	20
IV-3-1-4 Détermination du taux de solide par SFC (Solid Fat Content)	21
IV-2-2 Analyses chimique.....	22
IV-3-2-1 Détermination de la teneur en sel	22
IV - 3 - 2 - 1 Détermination de l'indice de peroxyde	23
IV - 3 - 2 - 3 Détermination de l'indice d'iode, méthode de WIJS.....	24
IV-4 / Détermination de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse	26
IV - 5 / Détermination de la stabilité oxydative ou Test au Rancimat	26
IV - 6 / Analyses organoleptiques	28
IV-7/ Analyse statistique.....	28

Chapitre V : Résultats et discussions

V-1 /Analyses physiques	29
V-1-1Point de fusion	29
V - 1 - 2pH de la phase aqueuse	30
V-1-3Teneur en eau et en matières volatiles	30
V-1-4Taux de solide	31
V-2/ Analyses chimique	33
V - 2 - 1 L'indice d'iode	33
V - 2 - 2 L'indice de peroxyde	33
V-2-3Teneur en chlorure de sodium	34
V - 3/Résultats de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse	35
V - 4 / Résultats du Test d'oxydation accéléré (Test au Rancimat)	39
V-5/ Analyses organoleptiques	40
Conclusion	41
Références bibliographiques.	
Annexes.	

Liste des figures

Figure	Titre	Page
03	Réaction d'Intersterification.	5
04	Procédé de fractionnement à sec.	5
06	Configuration cis et <i>trans</i> sur une chaîne carbonée d'acide gras.	11
07	Point de fusion d'acides gras stéarique, oléique et élaidique.	12
08	Répartition de la position de la double liaison de configuration <i>trans</i> sur la chaîne carbonée des acides gras C18 :1 dans le lait et les huiles végétales partiellement hydrogénées (HVPH)	13
09	Principales sources d'acides gras <i>trans</i> dans les régimes alimentaires des Américains adultes.	14
10	Photographie du Rancimat Metrohm 743, du complexe agroalimentaire CEVITAL.	27
11	Point de fusion des différents types de margarines.	29
12	pH des différents types de margarines.	30
13	Humidité des différents types de margarines.	31
14	Les variations de taux de solide en fonction de la température des différents types de margarines.	32
15	Indice d'iode des différents types de margarines.	33
16	Indice de peroxyde des différents types de margarines.	34
17	Teneur en sel des différents types de margarines analysées.	34
18	Chromatogramme de la margarine A.	37
19	Chromatogramme de la margarine B.	37
20	Chromatogramme de la margarine C.	37
21	Chromatogramme de la margarine D.	37
26	Diagramme des résultats du test d'oxydabilité accélérée (Teste au Rancimat).	39
01	Les étapes de raffinage chimique des huiles végétales brutes.	Annexe A
02	Les étapes de raffinage physique des huiles végétales brutes.	Annexe A
05	Le principe général de la fabrication de la margarine au niveau de Cevital.	Annexe A
22	Courbe de la stabilité oxydative du Test RANCIMAT de la margarine A.	Annexe A
23	Courbe de la stabilité oxydative du Test RANCIMAT de la margarine B.	Annexe A
24	Courbe de la stabilité oxydative du Test RANCIMAT de la margarine C.	Annexe A
25	Courbe de la stabilité oxydative du Test RANCIMAT de la margarine D.	Annexe A
27	Isomères géométriques et positionnels de l'acide oléique.	Annexe A
28	Isomères géométriques de l'acide linoléique 18:2 9c, 12c.	Annexe A

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
I	Date de fabrication et de péremption des différentes margarines.	18
II	Composition des différentes margarines analysées.	18
III	Composition moyenne en acides gras totaux (en %) des différentes margarines.	35
IV	Résultats des analyses organoleptiques effectuées sur les margarines analysées.	40
V	Tableau récapitulatif des résultats d'analyses comparatives des quatre margarines de table, effectuées au niveau du laboratoire de physicochimie.	Annexe B

Les huiles et graisses végétales jouent un rôle majeur dans notre alimentation ; nous les consommons directement sous forme d'huile raffinée ou vierge, ou bien indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire, prenant un exemple type la margarine (**Xavier, 2012**).

La margarine est une émulsion plastique initialement formulée pour remplacer le beurre (**Berthoud et Real, 2008**). Sous sa forme standard, elle est constituée de deux phases essentielles grasse et aqueuse, et des additifs de fabrication (**Karleskind et Wolff, 1992**). Elle a diverses utilisations potagères telles que dans les plats cuisiniers, biscuiterie, pâtisserie... (**Graille, 2003**).

L'industrie agroalimentaire comme les autres industries ont connu une grande évolution ces dernières années. Cette évolution favorable cherche depuis toujours un produit sain de qualité adapté aux besoins fondamentaux de l'organisme, ainsi que pour la protection du consommateur. Ces industries évitent l'utilisation des huiles hydrogénées principales sources d'AGT dans la formulation de leurs produits. Tout comme les gras saturés, les gras *trans* font augmenter les taux sanguins de LDL tout en abaissant les taux de HDL. Cela a pour effet d'augmenter significativement le risque de souffrir de troubles cardiovasculaires (**Gélinas, 2006**).

Malgré le consensus scientifique sur le caractère nocif des AGT artificiels, l'utilisation des huiles hydrogénées est très développée dans l'industrie agroalimentaire. Ces AGT peuvent se retrouver dans de nombreux types d'aliments industriels : margarines, gâteaux, viennoiseries, produits frits, barres chocolatées et pizzas.

C'est dans cette perspective que nous avons choisi les margarines les plus connues et les plus consommées à travers le territoire national comme un cas d'étude dont l'objectif est de projeter la lumière sur les AGT présents dans ces dernières et d'évaluer la quantité qu'elles contiennent.

Dans notre étude, deux parties sont traitées : la première concerne une synthèse bibliographique portant sur les traitements de modification des huiles végétales, sur les margarines et sur les acides gras *trans*. La deuxième partie est expérimentale, comprend les résultats des caractéristiques physico-chimiques, oxydative organoleptique de quatre margarines de table en barquettes ainsi que leurs compositions en acides gras saturés, insaturés (mono-insaturé et polyinsaturé) *cis* en générale et en acides gras *trans* en particulier.

Partie théorique

Chapitre I : Raffinage et traitements de modification

I-1 Définition des corps gras :

Les corps gras, appelés également graisses ou matières grasses, appartiennent à un ensemble complexe de composés organiques naturels : « les lipides » (Cheftel et Cheftel, 1986).

Selon Karleskind et Wolff (1992), les graisses s'accumulent sous forme de microgouttelettes dans certains tissus animaux et végétaux, et constituent des réserves énergétiques.

I-2 Classification des corps gras :

Les deux principales classifications des corps gras sont comme suite :

I-2-1 Classification en fonction de leur nature :

- Les huiles liquides.
- Les huiles solides ou graisses.

A une température de 15°C, les huiles se retrouvent en état liquide, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température (Apfelbaum *et al.*, 2009).

I-2-2 Classification en fonction de leurs origines :

I-2-2-1 Huiles et graisses animales :

L'origine de ces huiles peut être marines (graisses et huiles de mammifères marins), terrestre (graisse de mouton) et des corps gras élaborés (le beurre) (Apfelbaum *et al.*, 2009).

I-2-2-2 Huiles et graisses végétales :

Ces huiles peuvent être fluides (huile de tournesol), concrètes ou graisses (huile de coprah) et des corps gras élaborés (les margarines) (Apfelbaum *et al.*, 2009).

I-3 Raffinage :

Ce terme couvre différents procédés utilisés pour débarrasser la plus part des huiles brutes des impuretés qu'elles renferment. Il s'agit du dégommeage, de la neutralisation, de la décoloration et de la désodorisation. En général, deux méthodes sont utilisées: le raffinage chimique ou physique (De Greyt et Kellens, 2000).

Le raffinage chimique consiste en un dégommeage, une neutralisation chimique, une décoloration, une désodorisation et dans certains cas, une winterisation (voir figure 1 en annexe A).

Le raffinage physique des huiles brutes s'agit d'un entraînement à la vapeur des acides gras sous un vide poussé à une température supérieure à 235°C (Karleskind et Wolff, 1992). Ce procédé ne comporte pas l'étape de neutralisation chimique à la soude ; il ne génère donc pas de pâtes de neutralisation (voir figure 2 en annexe A). Seules les huiles saturées et acides

(palme, coprah), sont adaptées à subir ce type de raffinage ; les huiles polyinsaturées, sensibles à l'oxydation, ne peuvent être raffinées de la sorte, sans risque de formation de réactions parasites du type polymérisation ou isomérisation (**Pierr-Henry *et al.*, 2010**).

- L'objectif du dégomme est d'éliminer les gomme et les phospholipides. Il s'effectue en milieu acide.
- La neutralisation élimine des acides gras libres par neutralisation à la soude, les acides gras libres peuvent aussi être éliminés par distillation lors d'un processus combiné à la désodorisation ou à la désacidification par distillation.
- La technique de décoloration enlève les colorants indésirables par adsorption sur de la terre à foulon. Elle tente également d'éliminer des phospholipides résiduels, des savons, des métaux et des produits d'oxydation.
- La désodorisation est une distillation à la vapeur, s'effectuant sous vide, dont l'objectif principal est de supprimer des composés odorants indésirables. La température utilisée est comprise entre 180 et 250°C (**De Greyt, 1998**).

I-4 Traitements de modification :

Les huiles et graisses présentent des caractéristiques de fusion spécifiques : ainsi, certaines huiles sont naturellement liquides à la température ambiante telle que les huiles de tournesol, de colza, de soja... d'autres semi-solides comme l'huile de palme, et d'autres sont totalement solides (huile de coprah). Pour que ces matières grasses entre dans la formulation des différents produits (exemple margarine), la législation autorise l'industrie des corps gras à pratiquer trois traitements : hydrogénation, interestérisation, fractionnement (**Jean, 2002**).

I-4-1 Hydrogénation :

L'hydrogénation consiste à fixer l'hydrogène au niveau des doubles liaisons des acides gras non saturés (**Cheftel et Cheftel, 1977**). Elle permet d'améliorer la stabilité des corps gras et réduire leur insaturation. L'hydrogénation est résumée par la réaction suivante :



La réaction de l'hydrogénation est conduite en présence d'un catalyseur qui est le plus souvent à base de nickel réduit. Un excellent contact est nécessaire entre la phase gazeuse (hydrogène), la phase liquide (corps gras) et la phase solide (catalyseur) au cours de cette réaction (**Werneret *al.*, 2010**).

Selon **Xavier(2012)**, la matière grasse à hydrogéner doit être prétraitée de façon à réduire les poisons de catalyseur, et qu'elle présente un indice de peroxyde bas.

Il existe deux types d'hydrogénation (hydrogénation sélective et non sélective) dont les applications sont différentes.

L'hydrogénation sélective (partielle) : a pour but de saturer seulement une partie des doubles liaisons des acides gras polyinsaturés transformant par exemple l'acide linoléique à trois doubles liaisons en acide linoléique et ses isomères à deux doubles liaisons. L'hydrogénation sélective vise essentiellement à réduire la teneur en acides gras polyinsaturés et donc augmenter la stabilité de l'huile ou de la graisse (**Trémolières, 1980**).

L'hydrogénation non sélective : a pour but de préparer les matières grasses solides pour la fabrication (margarine), ce type d'hydrogénation vise à saturer dans une forte proportion et parfois même totalement les doubles liaisons des acides gras insaturés (**Alais et Linden, 1987**).

I-4-2 Interestérisation :

Dans certaines conditions, les chaînes d'acide gras peuvent s'échanger les unes avec les autres, soit à l'intérieur d'un même triglycéride (transestérisation intramoléculaire), soit entre triglycérides différents (transestérisation intermoléculaire) (**Cheftel et Cheftel, 1977**). Selon **Karleskind et Wolff, (1992)**, l'interestérisation se définit comme étant une modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol, c'est une transformation qui a pour but de modifier le comportement à la fusion d'une huile ou d'une graisse sans modifier la composition des acides gras.

La réaction de l'interestérisation est catalysée chimiquement ou enzymatiquement :

L'interestérisation chimique (IC) : c'est une réaction relativement économique elle est utilisée à l'échelle industrielle, notamment en Europe, pour produire des graisses plastiques saturées à teneur nulle ou faible en gras *trans* (**Stewart et al., 2005**).

L'interestérisation enzymatique (IE) : offre une meilleure maîtrise des produits de réaction générés. Les enzymes sont très spécifiques et peuvent être sélectionnées pour cliver des liaisons esters précises. Comme l'interestérisation enzymatique peut se faire à des températures plus basses que l'interestérisation chimique, il y a moins de dégradation. Contrairement à celles interestérisées chimiquement, les huiles interestérisées enzymatiquement n'ont pas besoin d'être lavées et blanchies (**Van Duijn, 2000**).

L'interestérisation enzymatique est effectuée au moyen de lipases. Les lipases présentent une région-sélectivité envers les positions externes (1,3) du glycérol sans changer la nature des acides gras en position interne (2) (**Gélinas, 2006**).

L'Interestérisation intermoléculaire d'un triglycéride comportant 3 acides gras saturés avec un triglycéride comportant 3 acides gras non saturés est montrée ci-dessous:

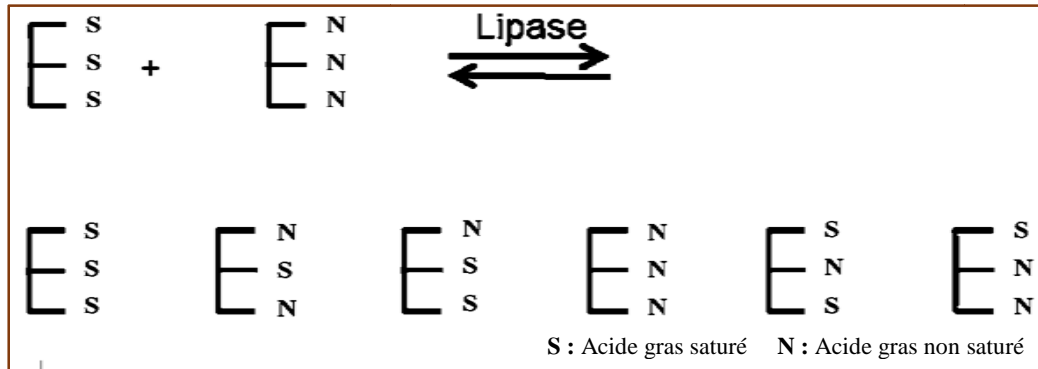


Figure 3 : Réaction d'Interstérisation(Cheftel et Cheftel, 1986).

Selon **Adhikari et al. (2010)**, l'interestérisation est un moyen efficace dans la modification des propriétés physiques ou chimiques des graisses tout en évitant les formations des acides gras *trans*.

I-4-3 Fractionnement :

C'est un procédé physique de transformation qui a pour but de séparer les triglycérides « solides » de ceux qui sont fluides ou « liquides » (figure 4). Cette séparation est réalisée par un refroidissement contrôlé du corps gras, provoquant la cristallisation d'une fraction « stéarine » solide, ensuite séparée d'une fraction « oléine », la composition en acides gras des deux fractions obtenues est évidemment différente de celle du corps gras de départ (**Van Duijn, 2000**).

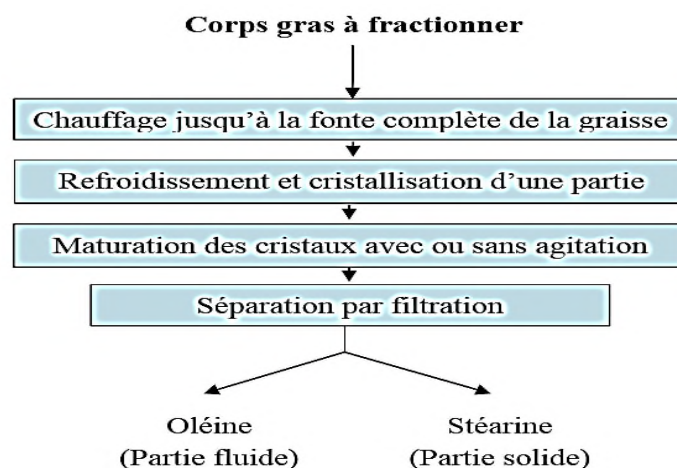


Figure 4 : Procédé de fractionnement à sec(**Werner et al., 2010**).

Chapitre II : Les margarines

II-1 Historique :

La margarine a vu le jour en 1869 suite au concours lancé par Napoléon III dans le but de trouver une alternative au beurre. En effet, le beurre était cher, se conservait mal et trop vite périssable pour fournir la marine. Le concours fut remporté par le pharmacien français : Hippolyte Mège-Mouriès (**Berthoud et Real, 2008**).

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

Aujourd'hui, la margarine est bien différente de celle produite en 1869, les progrès de la science au début du XXe siècle et notamment la découverte des procédés d'hydrogénation des huiles ont permis d'utiliser les huiles et graisses végétales dans la fabrication des margarines, pour pallier le manque de disponibilité de graisse de bœuf (**Boggio, 2012**).

II-2 Définition :

Selon **Dupin et al., (1992)**, la margarine se définit comme étant une émulsion de type eau dans l'huile, qui comprend deux phases essentielles : une phase continue « la phase grasse » et une phase dispersée « la phase aqueuse ». Elle contient aussi des additifs répartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse.

II-3 Composition globale de la margarine :

Selon **Karleskind et Wolff (1992)**, toutes les margarines ont en général une composition globale très proche, dont elle renferme :

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

II-4 Classification des margarines :

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

D'après **O'Bien (2009)**, la classification des principales margarines retrouvées sur le marché mondial est la suivante :

Margarines tartinables : comprennent les margarines en plaquettes, les margarines en barquettes et les margarines liquides.

Margarines industrielles : elles regroupent les margarines de feuilletage, de table et les margarines boulangères.

Margarines selon le type d'huile : ce type regroupe les margarines fabriquées à base de huiles hydrogénées, interstérifiées, fractionnées ou non modifiées.

Margarines allégées : regroupent les margarines à basses calories (émulsion contenant entre 60 et 62% de matière grasse) et les margarines light (50% de réduction). Elles sont facilement tartinables à la température de réfrigération.

II-5 Fabrication de la margarine :

La fabrication de margarine comprend les étapes suivantes :

II-5-1 Préparation de la charge :

II-5-1-1 Préparation de la phase grasse (continue) :

C'est un mélange de graisse et d'huiles raffinées en l'état et/ou modifiées par fractionnement, transestérification ou hydrogénation (**Kone Issa, 2003**). La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion (80% à 82%), elle peut être d'origine végétale, animale, ou marine selon les performances souhaitées par la production (**Morin, 2005**).

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

- **Emulsifiants** : On distingue des produits naturels (lécithine de soja et de jaune d'œuf) et des produits non naturels (mono-glycérides et diglycérides) (**François, 1974**). Ils représentent la gamme d'additifs la plus utilisée dans l'industrie alimentaire. Leur particularité est d'apporter à la margarine la stabilité et la texture (**Moll et Moll, 1998**).

- **Agents colorants** : La couleur de la margarine doit être voisine de celle du beurre, elle est obtenue soit par addition de l'huile de palme rouge riche en caroténoïdes, soit de β -carotène (**Luterotti et al., 2006**).

- **Arômes** : Les margarines et pâtes sont aromatisées par des arômes de synthèse (par exemple, le diacétyl), ou par des préparations aromatiques plus complexes (cocktail d'arômes) conformes aux dispositions réglementaires (**Jean-Louis, 2002**).

- **Vitamines liposolubles** : Les vitamines liposolubles utilisées essentiellement sont les vitamines A et D pour des besoins nutritionnels du produit et la vitamine E comme un antioxydant (**François, 1974**).

II-5-1-2 Préparation de la phase aqueuse (dispersée) :

Représente environ 16 à 18% de la composition globale de la margarine, constituée généralement de l'eau, de lait ou bien d'un mélange de ces deux composés :

- **L'eau** : C'est le constituant le plus important de la phase aqueuse des margarines sans lait ; elle doit être pure, bactériologiquement saine et de bon goût (**Faur, 1992**).
- **Lait** : Additionné une fois modifiée, pour servir d'apport d'arôme à la margarine (dans le cas où l'addition d'arômes est interdite) (**Faur, 1992**).

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

- **Les révélateurs** : L'amidon est additionné comme révélateur, à une dose de 0.2% dans le but de distinguer la margarine du beurre (**Cheftel et Cheftel, 1986**).
- **Le sel et le sucre** : Ils sont additionnés afin de donner à la margarine son propre goût. Le sucre donne à la margarine une couleur brune au chauffage. Le sel est ajouté pour améliorer la sapidité de la margarine, comme il joue un rôle de conservateur (contribue à la protection du produit contre la dégradation microbologique) (**Karleskind et Wolff, 1992 ; Kone Issa, 2003**).
- **Les correcteurs de pH** : L'acide citrique est un antioxydant synergiste (avec l'acide sorbique), permet le contrôle du pH de la phase aqueuse. Son utilisation est autorisée à des doses maximales de 0.1% (**Alais et Linden 1997**).
- **Les antioxygènes** : Ajoutés à la phase grasse pour la protéger de l'autoxydation chimique, responsable du rancissement. La réglementation française autorise l'addition des antioxygènes à raison de 100 p.p.m (**Odiot, 1992**).
- **Les conservateurs** : Ils constituent une classe d'additifs indispensables, prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires. Parmi les composés les plus utilisées, on trouve l'acide sorbique (**Becker et al., 2009**).

Une fois la préparation terminée, les deux phases doivent être envoyées alternativement vers un bac d'émulsion. D'après **Faur (1992)**, les émulsifiants se placent à l'interface huile/eau permettent leur union, sous forme d'émulsion homogène.

II-5-2 Processus de fabrication de la margarine :

II-5-2-1 Pasteurisation :

Après que l'émulsion préparée soit stable, elle passe dans un pasteurisateur à plaque, pour subir un traitement thermique de 82°C jusqu'à 85°C pendant 3 à 4 secondes ensuite, on procède à un refroidissement jusqu'à atteindre environ, 5°C au-dessus du point

de fusion afin d'assurer la destruction des germes tout en préservant les qualités organoleptiques (**Dia et al., 2001**).

II-5-2-2 Refroidissement (cristallisation) et malaxage :

Pour maintenir de façon durable l'émulsion sortante du pasteurisateur et compléter ainsi l'action des émulsifiants, le mélange est refroidi (à l'azote liquide souvent par échangeur de chaleur) à très basse température, ce qui permet une cristallisation de la phase grasse. La formation des cristaux entraîne un meilleur maintien de la structure de la margarine (**Cossut et al., 2002**).

II-5-2-3 Emballage et conditionnement :

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée, grâce à des pompes hautes pressions, puis conditionnée et mise en carton puis sur palettes, et stockée selon le produit (**Cossut et al., 2002**).

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

Le principe général de la fabrication de la margarine au niveau de Cevital est illustré dans la figure 5(annexe A).

II-6 Facteurs de détérioration de la margarine :

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

La margarine, étant formée d'un pourcentage élevé de matières grasses, est sensiblement exposée à l'oxydation. Cette dernière est à l'origine de l'odeur de rance, elle est liée à :

- la lumière : en particulier les rayons UV qui exercent une action catalytique ;
- la température élevée et la durée de stockage ;
- la présence des germes lipolytiques ;
- le taux d'insaturation que contient la phase grasse ;
- l'exposition de la margarine à l'oxygène atmosphérique.

L'altération physique est due à la modification de la consistance de la margarine. Elle est due à son tour au phénomène de recristallisation. La formation de ces cristaux entraîne la réduction de la phase liquide par rapport à la phase solide et conduit en général à la perte de la texture, la flaveur et l'apparence recherchée (**McClement et al., 2000 ; Genotet al., 2003**).

Chapitre III : Les acides gras trans et leurs impacts sur la santé

I /Généralités :

I-1 Définition des acides gras :

Ce sont des molécules qui se composent d'une chaîne carbonée linéaire, de longueur très variable, portant un groupe carboxylique à une extrémité et un groupe méthyle à l'autre (Adrian *et al.*, 2003). Ils se différencient entre eux par la longueur de la chaîne, le nombre et la localisation de doubles liaisons éventuelles (Cuvelier *et al.*, 2004).

I-2 Classification des acides gras :

I-2-1 Les acides gras saturés (AGS):

Ce sont des acides gras où leur chaîne hydrocarbonée ne contient pas de double liaison (Uzzan, 1992). Ils sont souvent retrouvés dans les graisses d'origine animale, mais également d'origine végétale comme la graisse de coco ou de palme (Berthoud et Real, 2008).

I-2-2 Les acides gras insaturés (AGI) cis:

Sont des acides gras qui contiennent une ou plusieurs doubles liaisons (C=C) (Koolman et Rohm, 2004).

I-2-2-1 Les acides gras monoinsaturés AGMI :

Contient une seule double liaison (C=C). Ils sont représentés dans notre organisme par l'acide oléique (Besson et Garneau, 2003) qu'on trouve en grande quantité dans l'huile d'olive et de colza (Berthoud et Real, 2008).

I-2-2-2 Les acides gras polyinsaturés AGPI :

Sont des acides gras qui comportent 2, 3, 4, 5 ou même 6 double liaisons (Apfelbaum *et al.*, 1999). Ils se retrouvent dans l'huile de tournesol, de maïs, de pépins de raisins, etc. (Berthoud et Real, 2008).

Deux acides gras polyinsaturés : l'acide linoléique et l'acide alpha-linolénique sont des acides gras essentiels (AGE). En effet, ils sont nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme (Cossuet *et al.*, 2002).

I-2-2-3 Les acides gras insaturés *trans* (AGT) :

Les AG *trans* sont apportés dans l'alimentation humaine. Ils sont principalement représentés par les C18:1 *trans*, leur distribution isométrique varie en fonction de la source d'aliment (Molkentin et Precht, 1996).

II/ Les acides gras *trans* :

Les acides gras *trans* n'ont pas d'intérêt nutritionnel. Au contraire, depuis plusieurs années, les études montraient des effets négatifs des acides gras *trans* sur la santé, de manière supérieure aux effets des acides gras saturés, ils sont très contrôlés dans certains pays (Danemark), ils doivent obligatoirement être mentionnés sur les étiquettes dans de nombreux autres pays (Canada et la Corée du sud) (Margaret *et al.*, 2014).

Pour cela, nous nous interrogeons sur les origines et les effets que peuvent engendrer les acides gras *trans* sur la santé.

II-1 Définition :

Du point de vue chimique : les gras *trans*, ou acides gras *trans* (AGT), sont des acides gras insaturés dont la chaîne carbonée comporte une ou plusieurs liaisons doubles en position *trans* (Figure 6) (Sara Krenoskyet *al.*, 2012).

Du point de vue nutritionnel : les acides gras *trans* ne sont pas fluides comme les acides gras polyinsaturés, mais bien solides comme les acides gras saturés (Bernier *et al.*, 2002).

II-2 Structure :

Selon la représentation de la figure 6, dans la configuration *trans*, les atomes d'hydrogène se trouvent de chaque côté de la liaison double, par contre, lorsque les atomes d'hydrogène sont en position *cis*, tel que le cas de l'acide oléique, ils se trouvent du même côté de la liaison double. La plupart des acides gras insaturés naturels ont une double configuration *cis*, c'est le cas notamment de l'acide oléique, de l'acide linoléique, de l'acide α -linoléique et des acides gras de source marine (Kronosky *et al.*, 2012).

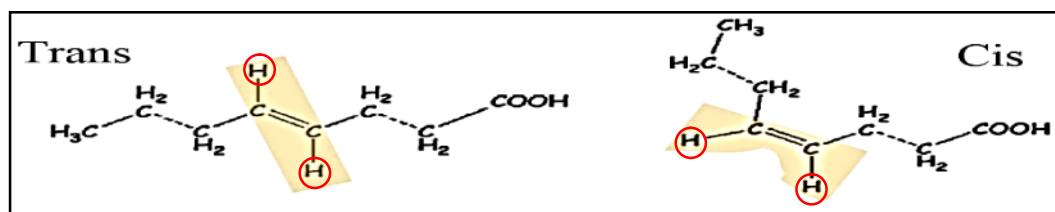


Figure 06 : Configuration *cis* et *trans* sur une chaîne carbonée d'acide gras (Chardigny et Malpuech-Brugere, 2007).

II-3 Propriétés physico-chimiques :

II-3-1 Solubilité :

La présence d'une configuration *trans* change la polarité globale de l'acide gras (AFSSA, 2005). Les acides gras *cis* sont plus solubles dans les solvants apolaires que

leurs isomères *trans*, et la solubilité croît à mesure que le site d'insaturation s'éloigne du groupe carboxyle (Perron, 1992).

II-3-2 Point de fusion :

La présence de la configuration *trans* permet d'augmenter le point de fusion d'un acide gras insaturé. A titre d'exemple, les valeurs relevées pour l'acide gras stéarique, oléique et élaïdique sont représentées dans la figure 7 (Morin, 2008).

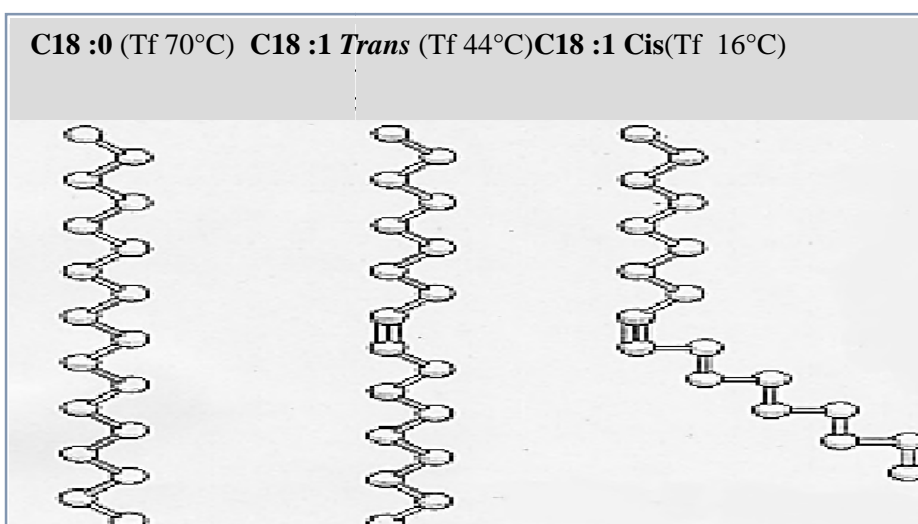


Figure 07 : Point de fusion d'acide gras stéarique, oléique et élaïdique (Morin, 2008).

II-3-3 Point d'ébullition :

Le point d'ébullition des acides gras dépend uniquement de la chaîne carbonée. Plus cette dernière est longue plus le point d'ébullition augmente (Christian, 2000).

II-4 Origines des acides gras *trans* :

D'après l'AFSSA (2009), les acides gras *trans* de l'alimentation proviennent principalement de trois sources:

II-4-1 Naturelle :

On les retrouve principalement dans les viandes et les produits laitiers (beurre, fromage,... etc.) issus des ruminants (Combe *et al.*, 1998) à des teneurs variables selon l'alimentation des Bétail (Berthoud et Real, 2008). Ces acides gras *trans* proviennent de la biohydrogénation bactérienne des acides gras insaturés qui existent dans le rumen des ruminants (Bézar, 2008).

II-4-2 Technologique :

L'industrie des corps gras réalise des hydrogénations catalytiques partielles, dont les objectifs sont de transformer les propriétés physicochimiques d'huiles (végétales notamment) (Chardigny et Malpuech-Bergere, 2007). Ces procédés convertissent

plusieurs liaisons doubles insaturées d'une configuration *cis* à une configuration *trans* (ce que l'on nomme isomérisation géométrique) et provoque le déplacement de la liaison double à un autre carbone dans la chaîne d'acide gras (isomérisation positionnelle) (Kronosky *et al.*,2012).

Les AGT sont en effet très majoritairement des acides gras à 18 carbones et une double liaison, donc monoinsaturés, mais la position de la double liaison varie selon l'origine (Figure: 8).Ainsi, les AGT d'origine naturelle sont principalement composés de l'isomère *trans*11 (ou acide vaccénique). Dans les matières grasses végétales partiellement hydrogénées, ce sont les isomères *trans*9 (acide élaïdique) et *trans*10 qui sont majoritaires (Chardigny *et al.*,2007).

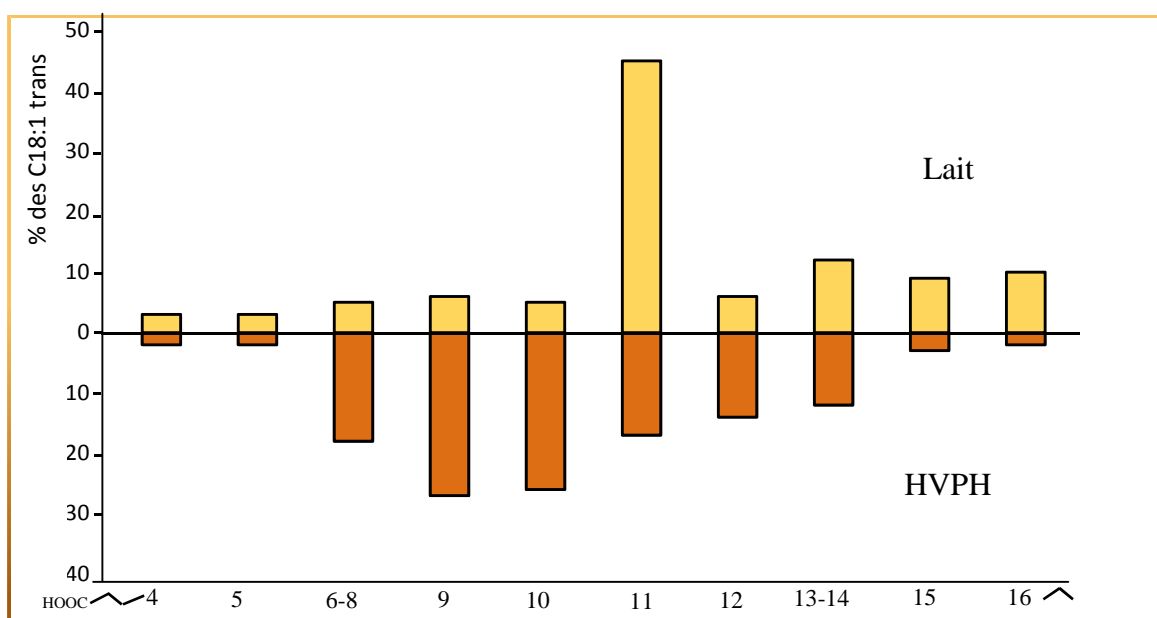


Figure 08 : Répartition de la position de la double liaison de configuration *trans* sur la chaîne carbonée des acides gras C18:1 dans le lait et les huiles végétales partiellement hydrogénées (HVPH) (Chardigny *et al.*, 2007).

II-4-3 Chauffage de produits contenant ou non Acides gras *trans* :

Les traitements à température élevée des huiles et graisses comme lors de l'étape de désodorisation au cours du raffinage, cuisson, fritures et grillades génèrent des AG *trans*. Ils produisent surtout des isomères géométriques, peu d'isomères positionnels : les doubles liaisons s'isomérisent de *cis* en *trans* (Morin, 2005). Les isomères formés et les taux d'AG *trans* produits dépendent surtout de la température atteinte, mais également du temps d'application du traitement (Grandgirard, 1992). Le chauffage des viandes peut aussi induire des phénomènes d'isomérisation.

II-5 Les principales sources alimentaires d'acides gras *trans* :

Les sources de graisses *trans* courantes dans le régime alimentaire nord-américain sont notamment les margarines, les aliments frits commerciaux et les produits de boulangerie confectionnés avec du shortening, de la margarine ou de l'huile partiellement hydrogénée, comme l'illustre la figure 9 (Gélinas, 2006).

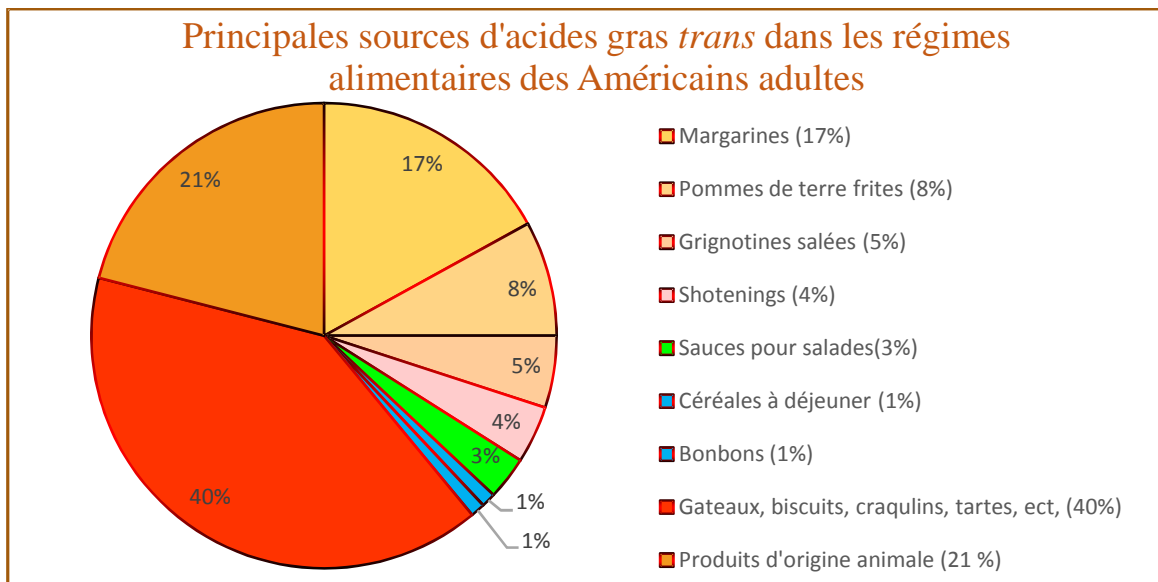


Figure 09 : Principales sources d'acides gras *trans* dans les régimes alimentaires des Américains adultes (Gélinas, 2006).

II-6 Méthodes de dosages des acides gras *trans* :

II-6-1 Chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

La chromatographie en phase gazeuse est une technique qui permet de séparer des mélanges complexes de molécules, par suite continue d'équilibres s'établissant entre une phase mobile gazeuse et une phase stationnaire appropriée. Cette méthode s'adresse à tous les composés susceptibles d'être volatilisés par élévation de leur température, elle permet d'obtenir une analyse quantitative complète des acides gras d'un échantillon en un temps très court, ces derniers étant identifiés individuellement par leur temps de rétention sur une colonne donnée, dans des conditions données (Christie, 1998).

II-6-2 Chromatographie sur couche mince :

Cette méthode d'analyse permet de séparer des molécules organiques. Elle repose principalement sur des phénomènes d'adsorption : la phase mobile est un solvant ou un mélange de solvants, qui progresse le long d'une phase stationnaire fixée sur une plaque de verre ou sur une feuille semi-rigide de matière plastique ou d'aluminium (Antonot et Marchal, 1998).

II-6-3 Spectroscopie infrarouge :

Dans le cas de l'analyse de corps gras, cette technique est appliquée afin de déterminer la teneur en acide gras *trans* par le dosage de la double liaison isolé*trans* (Mordret, 1992).

II-7 Effets des acides gras *trans* sur la santé :

Les AGT d'origine animale et industrielle ne semblent pas avoir le même effet. La plupart des études épidémiologiques relèvent une augmentation du risque de cardiopathies coronariennes uniquement dans le cas des AGT d'origine industrielle (Schmid, 2007).

II-7-1 Acides gras *trans* naturels :

Selon Pascal, (2009). Une étude épidémiologique au cours de laquelle 3600 sujets danois ont été suivis pendant 18ans, a montré qu'il n'y avait aucune association positive entre la consommation d'AGT d'origine naturelle (de ruminants) et le risque cardiovasculaire. Et d'après l'AFSSA(2009), une étude canadienne a montré que les apports d'environ 1,5 % de l'AET en AG *trans* issus de ruminants ne modifient pas les taux en cholestérol HDL, même à des niveaux d'apport supérieurs aux apports alimentaires spontanés.

II-7-2 Acides gras *trans* technologiques :

II-7-2-1 Maladies cardio-vasculaires :

Les maladies cardiovasculaires sont une cause majeure d'incapacité et de décès prématurés dans le monde entier (OMS, 2007). Mis à part des facteurs de risque non modifiables comme l'âge, le sexe et les antécédents familiaux (Apfelbaum *et al.*, 1999), des preuves reliant les acides gras *trans* aux MCV en indiquant qu'une consommation d'AG *trans* d'origine technologique à un niveau d'apport supérieur à 2% de l'AET accroît le risque cardiovasculaire via une augmentation de cholestérol LDL et une réduction du cholestérol HDL dans le sang (AFSSA, 2009). Les deux effets sont fortement associés à l'augmentation du nombre de maladies cardiovasculaires, étant donné que les acides gras saturés sont moins dommageables, car ils augmentent les deux types de cholestérol, le « bon » et le « mauvais » (Stewart *et al.*, 2005).

II-7-2-2 Cancers :

Plusieurs études ont montré que le risque de cancer est associé à une haute teneur en AGT (Anses, 2011). Une étude aux Etats-Unis montre une association positive de la consommation d'acides gras trans avec le risque de cancer du côlon augmenté chez les

femmes consommant le plus d'AG *trans* totaux (plus de 3 g.j-1), non significative chez les hommes (Slattery *et al.*, 2001).

II-7-2-3 Autres pathologies :

Certaines études ont relevé un lien entre l'apport d'AGT et le développement du diabète de type 2 en prouvant que la consommation des AGT stimule la résistance à l'insuline. En effet, les gras *trans* peuvent avoir un effet nuisible sur le cerveau et le système nerveux. Ils peuvent modifier la capacité de communiquer des neurones, provoquer une dégénération neurale et diminuer la performance intellectuelle.

Des études menées sur des animaux ont indiqué qu'une consommation importante en AGT par la mère présente un impact sur la croissance et le développement de fœtus et celui du jeune enfant. Ainsi que, pour le développement de la vue et du système central nerveux (Norris, 2007).

II-8 Traçabilité des acides gras *trans* :

Mis à part des pays qui contrôlent et des pays qui obligent de mentionner les taux d'AGT sur l'étiquette, un étiquetage de ces acides grastrans reste volontaire dans certains pays (Margaret *et al.*, 2014). Dans ce dernier cas, il est possible de repérer si ce produit est composé d'AGT lorsqu'il est écrit « contient des huiles végétales partiellement hydrogénées » (Chardigny *et al.*, 2007).

Partie pratique

Chapitre IV : Matériel et méthodes

IV-1/ Présentation de l'organisme d'accueil :

Dans le but de préparer notre mémoire de fin de cycle, en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie Biologique, on a effectué un stage pratique d'une durée de quarante-cinq jours au sein du Complexe Agroalimentaire «*CEVITAL SPA* » de Béjaïa.

IV-1-1 Implantation :

Le complexe CEVITAL est situé au niveau du port de Béjaïa, à 3Km sud-ouest de cette ville, à proximité de la RN n° 26, soit à 280 Km d'Alger. La situation géographique de l'entreprise lui est d'un grand profit, car elle lui confère l'avantage de proximité économique.

Les différentes unités de ce complexe se répartissent comme suit :

- **A Béjaïa :**
 - Raffineries d'huiles.
 - Margarinerie.
 - Silos portuaires.
 - Raffineries de sucre.

- **A El Kseur:**

Une unité de production de jus de fruits COJEK a été rachetée par le groupe CEVITAL dans le cadre de la privatisation des entreprises publiques algériennes en novembre 2006.

IV-1-2 Margarines et graisses végétales :

L'industrie produit une gamme variée de margarines dont certaines sont destinées à la consommation directe telle que Matina, Elio, Fleurial plaquette et Fleurial barquette.

D'autres sont spécialement produites pour les besoins de la pâtisserie moderne ou traditionnelle, à l'exemple de la Parisienne, MEDINA « SMEN » en plus du Shortening pour les professionnels et industriels.

- Capacité de production : 180 000 tonnes/an.
- Part du marché national : 30%.
- Exportation d'une partie de la production vers l'Europe, le Maghreb et le Moyen-Orient.

Le travail pratique a été réalisé au niveau de la direction Recherche et Développement.

IV-1-3 Présentation de l'équipe d'accueil :

La direction Recherche et Développement a été mise en place et complétée le 01 mai 2010. Elle est constituée de (14) personnes spécialisées dans :

- Le développement des produits (Margarines, huiles, jus, eaux minérales, sucre...).
- Le développement du procès (amélioration des installations, automatisation, extensions, optimisations...).
- Le packaging (amélioration de l'existant, innovation...).
- La gestion des projets (encadrement et structuration des activités de la R&D menés par des chefs de projet).

Notre travail a pour objectif :

- 1) La caractérisation physico-chimique, oxydative, organoleptique de quelques margarines fabriquées localement.
- 2) La détermination de la composition quantitative et qualitative de ces margarines en Acides Gras *Trans*.

IV-2/ Echantillonnage :

Quatre échantillons différents de margarines de table en barquettes (codé A, B, C, D) sont utilisés dans notre expérimentation. Notre choix s'est basé sur les margarines les plus utilisées et les plus consommées à travers le territoire national.

Ces échantillons ont été achetés le 09/02/2014 sur le marché public et conservés à basse température (4°C à 8°C) durant toute la période d'analyses.

IV-2-1 Date de fabrication et de péremption :

Le tableau I représente les dates de fabrication et de péremption des différentes margarines.

Le tableau I : Date de fabrication et de péremption des différentes margarines.

Margarines	Date de production	Date de péremption	Numéro du lot	Poids (g)
A	11/08/2013	10/08/2014	6132004000015	250
B	03/01/2014	02/01/2015	6130234000607	500
C	16/01/2014	15/01/2015	6133566000079	500
D	27/05/2013	26/05/2014	6130388001611	250

IV-2-2 Composition :

Le tableau II résume la composition mentionnée dans l'emballage des margarines (A, B, C, D) analysées.

Le tableau II : Composition des différentes margarines analysées.

Margarines	Composition
A	Huiles végétales fluides (Soja, Tournesol), Huiles végétales hydrogénées, eau, Sel, Arôme beurre artificiel, Vitamines (A, D3). Additifs alimentaires : Emulsifiants (SIN471, 322), Régulateur d'acidité (SIN330), Agents de conservation (SIN 200, 202), Antioxydant (SIN 307C), Colorant (SIN 160a (i)).
B	Huiles et graisses végétales raffinées non hydrogénées (Tournesol, Soja, Palme et Coprah), eau, lait écrémé, sel Additifs alimentaires : Mono et di glycérides végétal, lécithine de soja : émulsifiants (selon BPF) ; Acide lactique : acidifiant (selon BPF) ; Sorbate de potassium, acide sorbique : conservateurs (selon BPF) ; Arôme beurre artificiel (selon BPF) ; bêta carotène : colorant (selon BPF) et Vitamines : A, D, E (selon BPF). BPF : Bonne Pratique de Fabrication / Contient de la lécithine de soja et du lait.
C	Graisses et huiles végétales sélectionnées et raffinées en l'état et hydrogénées (82%) ; Eau ; Additifs alimentaires : SIN 471(BPF) : Emulsifiant, stabilisant et agent anti-moussant ; sel ; SIN 322(BPF) : Emulsifiant, anti-oxydant ; SIN 202 (max : 1g/Kg) : Agent de conservation, stabilisant ; SIN 160a(i) (max : 200mg/Kg) : colorant (bêta carotène), Arôme artificiel de beurre.
D	Sélection d'huiles et graisses végétales raffinées non hydrogénées, eau, émulsifiant végétaux, monodiglycérides (E471). Lécithine de soja (E322), acide citrique (330), Sorbate de potassium (E202), sel (0,35%), arôme beurre, provitamine A.

IV-3/ Méthodes d'analyses :

IV-3-1 Analyses physiques :

IV-3-1-1 Détermination de point de fusion : « NE 1.2.91/ 1988 ».

a- Définition

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

b- Principe

Il est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur.

c- Mode opératoire

- Introduire la margarine (huile, blend) dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1cm, les refroidir au réfrigérateur (20mn).

- Fixer les deux capillaires à un thermomètre à l'aide d'une bague en caoutchouc de telle façon que la partie basse des tubes capillaires soit au même niveau que le fond de la boule de mercure du thermomètre.
- L'ensemble est immergé dans un bêcher contenant de l'eau osmosée, ensuite, il est chauffé lentement (0,5°C/mn) en bain marie rempli d'eau.
- Observer attentivement et noter la température à laquelle les colonnes de margarine (huile) commencent à remonter dans les tubes.

d- Expression des résultats

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

IV-3-1-2 Détermination de la teneur en eau (humidité) « ISO 662, 2^{ème} édition.1998 ».

a- Définition

C'est la perte en masse subie par le produit chauffé à 103° C ± 2° C.

b- Principe

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

c- Mode opératoire

- Peser le bêcher à vide (p1) et le poids de la prise d'essai (p2).
- Déposer sur une plaque chauffante, en agitant soigneusement de temps en temps afin d'éviter la formation d'éclaboussures et gouttelettes d'eau aux parois du bêcher.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Peser le bêcher contenant l'échantillon, soit un poids (p).

d- Expression des résultats

La teneur en eau est déterminée par la formule suivante :

$$H \% = \frac{(P1+P2)-P}{P2} .100$$

H% : humidité exprimée en pourcentage massique.

P₁ : poids du bêcher vide en gramme.

P₂ : poids de la prise d'essai en gramme.

P : poids du bêcher contenant l'échantillon après chauffage.

IV-3-1-3 Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique : « NE 1.2.430/1989 ».

a- Définition

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

b- Principe

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

c- Mode opératoire

- Etalonner le pH mètre par solution à pH =7 et 4.
- Introduire les électrodes dans la phase aqueuse à la température de mesure.
- Lorsque la lecture devient constante, lire la valeur du pH indiqué par le pH mètre à 0,01 unités de pH près, sur l'échelle de l'instrument.
- Introduire le thermomètre (thermomètre étalonné précis à 1°C) dans la phase aqueuse et lire la température de mesure.

d- Expression des résultats

Noter la valeur mesurée de pH à 0,01 unité près et à la température de mesure.

IV-3-1-4 Détermination du taux de solide par SFC (Solid Fat Content) (Wolff, 1968).

a- Définition

La teneur en solide est une mesure de la quantité de graisse à une certaine température, déterminée par la RMN. La teneur en graisse solide reflète la proportion des fractions liquides et solides dans une graisse. Elle constitue une caractéristique physique importante influençant beaucoup les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras à une température donnée, elle est directement liée à la mollesse ou à la dureté de la graisse (Ollé, 2002).

b- Principe

Consiste à déterminer le taux de solides dans la matière grasse à une certaine température, elle est réalisée par RMN (Résonance Magnétique Nucléaire). Le taux de solide est exprimé en pourcentage, il nous renseigne sur la caractéristique physique qui influence beaucoup les propriétés technologiques.

c- Mode opératoire

La margarine est fondue à 70°C dans un bain marie, on obtient deux phases séparées. La phase grasse est filtrée à l'aide d'un papier filtre contenant une quantité de sulfate de sodium, à partir de la phase récupérée on remplit un tube en verre propre et sec à 2 cm et on le place dans un bain marie pendant 20 mn à 20°C. Ensuite, on place le tube dans l'appareil RMN pour lire la première valeur en %. On réchauffe le tube dans le bain marie à 30°C (2^{ème} lecture), puis 40°C (3^{ème} lecture). Les valeurs de SFC sont notées chaque 20 mn à des températures différentes. Ensuite on trace la courbe de SFC (%) en fonction de la température (°C).

d- Expression des résultats

Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solide.

IV-2-2 Analyses chimiques :

IV-3-2-1 Détermination de la teneur en sel « NE 1.2.429/89 ».

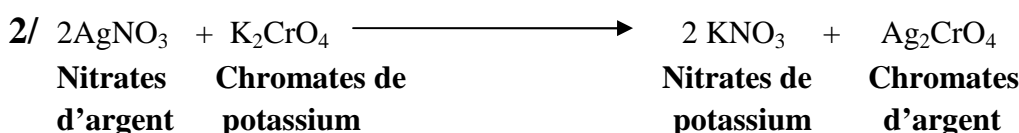
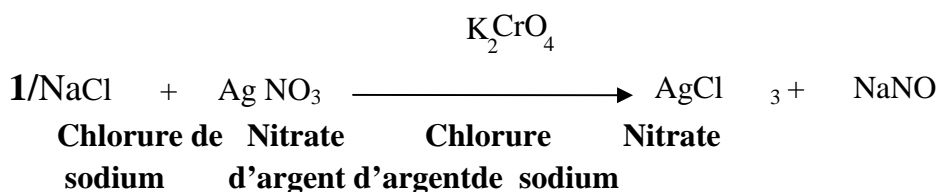
a- Définition

C'est la détermination de la quantité centésimale de sel présent dans l'échantillon de margarine (ou la phase aqueuse), sous forme de chlorure de sodium exprimé en pourcentage.

b- Principe

Titration des chlorures avec de nitrate d'argent (0,1N), en présence de chromate de potassium, comme indicateur coloré suivant les réactions ci-dessous.

d- Reactions



d-Mode opératoire

- Peser 5g de l'échantillon dans un Erlenmeyer.
- Ajouter 100ml d'eau distillée.

- Chauffer sur une plaque chauffante jusqu'à dissolution complète de l'échantillon (margarine).
- Laisser refroidir.
- Ajouter quelques gouttes de chromates de potassium.
- Titrer avec la solution de nitrates d'argent jusqu'à obtention d'une couleur rouge brique qui persiste pendant 30 secondes.

e- Expression des résultats

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

$$T_s \% = \frac{N.V.Eqg (NaCl)}{M.1000} .100$$

T_s : taux de sel exprimé en %.

N : normalité d'AgNO₃ (0,1N).

V : volume d'AgNO₃ utilisé pour le titrage en ml.

M : masse de la prise d'essai en g.

E q g :équivalent gramme de Na Cl =58,5.

IV-3-2-2 Détermination de l'indice de peroxyde « ISO3960, 4^{ème}E. 2007».

a- Définition

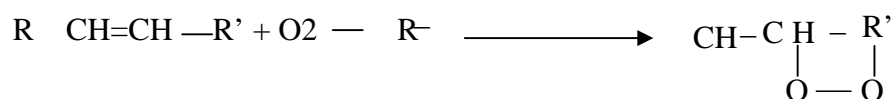
L'indice de peroxyde est la quantité du produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalents gramme d'oxygènes actifs par 1000 g du corps gras dans les conditions opératoires décrites.

b- Principe

C'est le traitement d'une prise d'essai, en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI).Titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium.

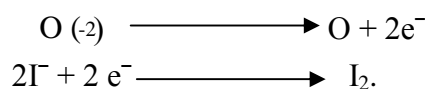
c- Réactions

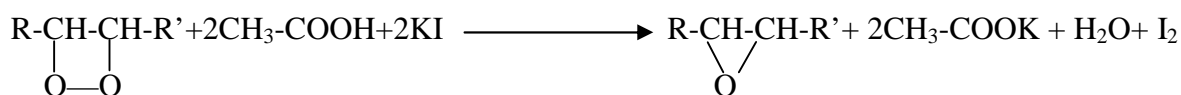
Les acides gras s'oxydent en présence d'oxygène, en donnant des peroxydes.



A.G. insaturé peroxyde

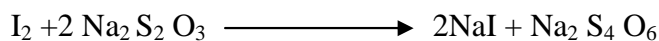
En présence, de l'acide acétique, l'oxygène actif du peroxyde oxyde à son tour l'iodure de potassium, en libérant de l'iode.





Peroxyde acide acétique hydropéroxyde sel de potassium

L'iode est titré par une solution de thiosulfate de sodium.



d- Mode opératoire

- Peser 2g de l'échantillon de margarine dans une fiole conique.
- Ajouter à la prise d'essai 25 ml du mélange acide acétique, chloroforme dans la proportion 3/ 2 volumes respectivement.
- Agiter jusqu'à ce que la margarine soit complètement fondue.
- Ajouter 1 ml d'iodure de potassium (KI).
- Boucher la fiole, puis agiter pendant une minute et mettre à l'abri de la lumière pendant 5 minutes (pour éviter l'oxydation par O₂ de l'air).
- Ajouter 75 ml d'eau distillée (pour arrêter la réaction) et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré.
- Titrer avec une solution de thiosulfate de sodium (0,01N).
- Réaliser un essai à blanc (sans margarine).

e- Expression des résultats

Les résultats sont exprimés par.

$$I_p = \frac{(V-V_0).N}{M} \cdot 1000$$

I_p : indice de peroxyde exprimé en meq.g/kg.

V : volume du Na₂ S₂ O₃ de la chute de burette utilisé pour le titrage.

V₀ : volume du Na₂ S₂ O₃ utilisé pour l'essai à blanc.

M : masse de la prise d'essai en g.

N : normalité du Na₂ S₂ O₃ utilisé pour le titrage (0,01N).

IV-3-2-3 Détermination de l'indice d'iode, méthode de WIJS, (ISO 3961, 3^{ème} édition. 1996).

a- Définition

L'indice d'iode représente le nombre en grammes d'iode moléculaire absorbé par 100g de corps gras (Ollé, 2002).

b- Principe

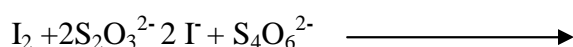
Basé sur l'introduction d'une quantité de réactif de Wijs en excès avec une masse de la prise d'essai. Ce réactif s'additionne quantitativement sur les insaturations selon la réaction :



Le réactif de Wijs qui n'est pas fixé sur les doubles liaisons réagit avec la solution d'iodure de potassium en présence d'eau pour former du di-iodure (I_2), selon la réaction :



Le titrage du di-iodure formé (I_2), par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon jusqu'à décoloration de la solution.



On réalise:

- le titrage d'un témoin sans blend (ou titrage à blanc),
- le titrage après réaction de l'échantillon.

c- Mode opératoire

- Prendre une quantité d'échantillon dans un ballon.
- Rajouter 25ml du tétrachlorure de carbone (CCl_4) et 20ml du réactif Wijs.
- Boucher le ballon, bien mélanger et laisser pendant 30min à l'obscurité.
- Après 30min, rajouter 3g de KI qu'on a fait dissoudre dans 20ml d'eau distillée et bien mélanger le tout.
- Rajouter quelques gouttes d'une solution d'amidon.
- Titrer au thiosulfate de sodium à 0,1N jusqu'à décoloration de la solution.

d- Expression des résultats

$$I_i = \frac{N(V_0 - V) \cdot 12,69}{P} \cdot 100$$

D'où

I_i : indice d'iode.

V₀ : volume de thiosulfate de sodium utilisé en ml.

V : volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode en ml.

N : normalité de thiosulfate de sodium.

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

12,69 : masse d'iode correspondant à 1ml de thiosulfate de sodium pour 100g de corps gras.

IV-4/ Détermination de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG).

➤ Préparation des esters méthyliques d'acides gras (UICPA n°2.301.1979).

Les acides gras sont analysés sous forme d'esters méthyliques préparés suivant la méthode basée sur la saponification des glycérides, puis libération et estérification des acides par le méthanol en présence d'un solvant organique (l'heptane).

➤ Méthylation des acides gras :

- Introduire 4g de la margarine fondue dans une fiole conique.
- Ajouter 40ml de méthanol, 0,5ml de solution KOH (solution éthanolique à 1N) et homogénéiser bien le mélange.
- Porter le mélange à l'ébullition pendant 5 à 10min.
- Refroidissement sous un courant d'eau froid.

Le contenu de la fiole est transféré dans une ampoule à décanter, et la fiole est rincée avec 20ml d'heptane ; agité et lissé décanté.

Les esters extraits avec de l'heptane sont lavés deux fois avec 20ml d'eau. Après décantation, les extraits sont séchés avec du sulfate de sodium anhydre.

➤ Paramètres caractéristiques de la CPG Chrompack CP 9002 :

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

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

Gaz vecteur : Azote (N_2).

Injecteur : SPLIT1/1100 (250°C).

Quantité injectée : 0,1 μl .

La température du four : 150°C (+3°C/min).

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

IV-5/ Détermination de la stabilité oxydative ou Test au Rancimat (ISO 6886, 2^{ème} E.2006):

a- Définition

Le test au Rancimat est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification de TIR correspond au temps de résistance d'une matière grasse à un stress oxydatif accéléré (**Rahmani, 2007**).

L'appareil utilisé est le Rancimat Metrohm 743 (figure 10).



Figure 10 : Photographie du Rancimat Metrohm 743, du complexe agroalimentaire CEVITAL.

b- Principe

Ce test consiste à vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique à une température fixée. Elle se fait en générale à une température T °C (98, 110, 120, 130, ...), sous un bullage intensif d'air. Les gaz libérés au cours du processus d'oxydation sont véhiculés par un courant d'air qui traverse un tube de raccordement afin d'atteindre une fiole contenant de l'eau distillée, dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure de l'enregistrement. La fin de la période d'induction est indiquée lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement. Cette augmentation accélérée est provoquée par l'accumulation d'acides gras volatils produits au cours de l'oxydation (ISO 6886, 2006).

c- Mode opératoire

- Chauffer le bloc de l'appareil (Rancimat 743) à une température voulue (98°C dans les conditions opératoire de notre travail) ;
- Remplir les quatre cellules de mesure avec 65ml d'eau distillée ;
- Prélever une petite quantité de chaque échantillon (A, B, C et D) de margarine et mettre chacune dans un bécher ;
- Mettre les béchers sur une plaque chauffante et régler la température afin de faire fondre les margarines ;
- Peser 3g de chaque échantillon (A, B, C et D) de margarine et les introduire dans les flacons d'oxydation à l'air ;
- Régler le débit d'air à 10 l/h ;

- Relier les tubes de sortie et d'arrivée d'air aux cellules de mesure et aux flacons d'oxydation à l'aide des tubes de raccordement ;
- Mettre les flacons d'oxydation dans le bloc correspondant de l'appareil une fois que la température a atteint les 98°C ;
- Démarrer l'enregistrement automatiquement et vérifier le barbotage au niveau des récipients (cellules de mesure) ;
- L'enregistrement s'arrête d'une façon automatique lorsque la conductivité se met à augmenter rapidement.

IV-6/ Analyses organoleptiques :

En plus des analyses physicochimiques, oxydative et chromatographique, les quatre échantillons de margarines ont été soumis à une analyse organoleptique (texture, couleur, odeur et goût). Ces analyses organoleptiques ont été effectuées au sein de l'entreprise par six personnels du laboratoire physico-chimique de façon anonyme.

IV-7/ Analyses statistiques :

La composition en AG a fait l'objet d'une analyse statistique (ANOVA/MANOVA) : analyse de variance suivie du test de NEWMAN et KEULS à l'aide du logiciel STATISTICA 5.5. Le degré de signification est pris à la probabilité $p < 0.05$. Le même logiciel est utilisé pour détermination de la corrélation entre les AG et la stabilité évaluée au Rancimat.

Chapitre V : Résultats et discussions

V-1/ Analyses physiques :

V-1-1 Point de fusion :

D'après (Cheftel et Cheftel, 1977), le point de fusion dépend de plusieurs paramètres attribués à la structure des triglycérides, ces paramètres sont :

➤ Longueur de la chaîne carbonée : le point de fusion croît avec la longueur de la chaîne carbonée (Cheftel et Cheftel, 1977).

➤ Nombre de doubles liaisons : les AG saturés ont un point de fusion plus élevé que les AG insaturés dont la chaîne carbonée est de même longueur. Cette caractéristique tient au fait qu'ils ont une conformation tridimensionnelle différente (Norris, 2007).

➤ Forme géométrique : le point de fusion des formes *cis* est plus bas que celui des formes *trans* (Morin, 2008).

Les valeurs obtenues des points de la fusion des quatre margarines (A, B, C et D) sont rapportées dans la figure ci-dessous.

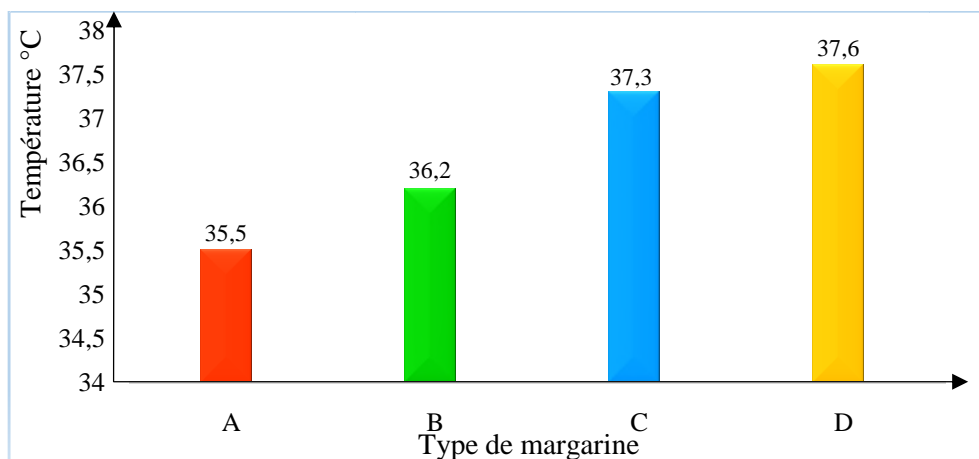


Figure 11 : Point de fusion des différents types de margarines.

Le point de fusion de la margarine doit être fixé de manière à ce qu'elle soit facilement fondante dans la bouche mais aussi plastique à température ambiante pour supporter le travail mécanique lors de la tartinabilité. À titre comparatif, les valeurs obtenues pour les deux margarines A et B sont conformes aux normes d'entreprise (33-37°C), à l'exception de la margarine C et D qui dépassent la température 37°C de 0,3°C et 0,6°C respectivement. Ces deux points de fusion élevée sont dus à une teneur en AGS supérieure à celle de A et B.

Nos résultats sont supérieurs à ceux enregistrés par **Karabulut et Turan(2006)** pour 15 margarines à tartiner turques qui varient de 31,2 à 34,5 °C.

V-1-2 Détermination du pH de la phase aqueuse :

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, il est nécessaire de contrôler le pH de la phase aqueuse en tenant compte qu'une valeur basse de ce dernier est favorable pour retarder la croissance de certains micro-organismes de contamination.

Le pH des différentes margarines est illustré dans la figure suivante :

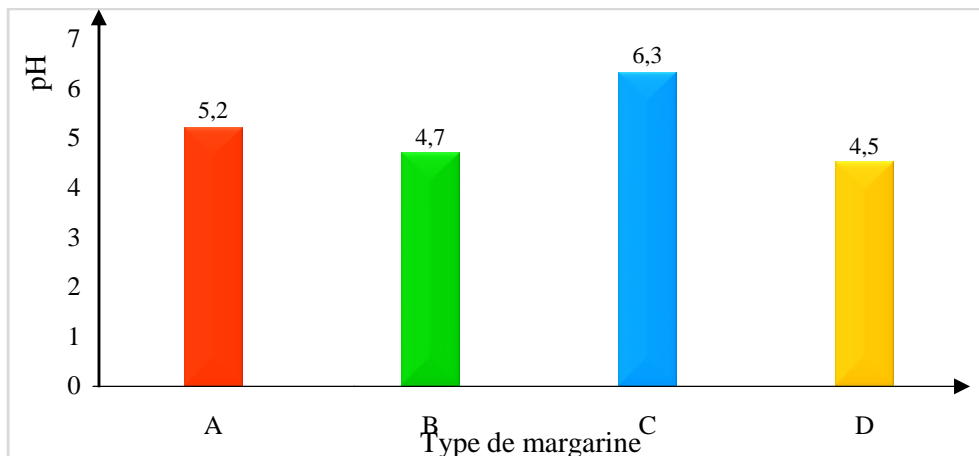


Figure 12 : pH des différents types de margarines.

D'après les résultats de la figure 12, nous remarquons que le pH de la phase aqueuse des trois margarines A, B et D sont proches et compris entre les deux normes minimales et maximales préconisées par **Karleskind et Wolff (1992)** (pH entre 4 et 5,5), ce qui nous renseigne sur la bonne fraîcheur des trois margarines. Ceci traduit le bon suivi du pH lors de la production. Contrairement à la valeur obtenue pour la margarine C, cette dernière dépasse les normes (4 et 5,5), ce qui peut favoriser des contaminations.

V-1-3 Teneur en eau et en matières volatiles :

À forte teneur, l'humidité favorise l'hydrolyse enzymatique et l'oxydation de la margarine (**Blanc, 1992**). Pour toutes les margarines, le taux d'humidité est fixé au maximum à 16% (**ISO 662, 1998**).

La teneur en eau des différentes margarines analysées est illustrée dans la figure suivante :

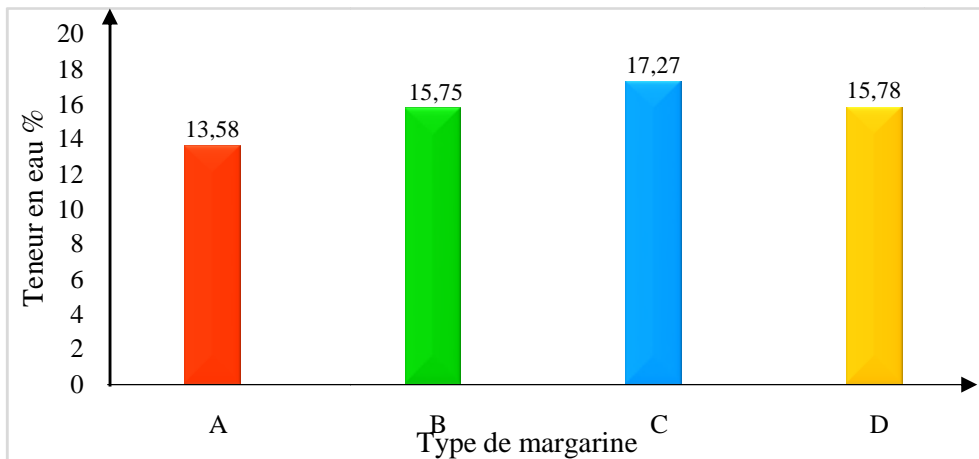


Figure 13 : Humidité des différents types de margarines.

D'après les résultats nous remarquons que les teneurs en eau (humidité) des trois margarines A, B et D sont conformes à la norme (ISO 662, 1998) dont la teneur en eau est fixée au maximum à 16%. Contrairement à la margarine C, cette dernière dépasse la norme, ceci est probablement dû à un mauvais dosage de la phase aqueuse au cours de la fabrication, ou à un matériel de dosage industriel défaillant donc, c'est une conséquence de non-respect des paramètres technologiques de production.

V-1-4 Taux de solide (SFC) :

L'indice SFC (Solide Fat Content) indique le pourcentage de matière grasse solide à différentes températures. C'est un indice essentiel étant responsable de plusieurs caractéristiques du produit (Noor Lida *et al.*, 2002). L'SFC en fonction de la température aide à prévoir le comportement du produit aux températures usuelles : réfrigération ambiante, conditionnement, consommation (Ollé, 2002).

En fait, à chaque type de margarine (feuilletage, à tartiner, de cuisine,...) correspond un type de courbe de solide déterminé. Les margarines à tartiner ne doivent pas dépasser 6% de taux en solide à 37°C (De Greyt et Huyghebaert, 1993).

Le taux en solide à diverses températures, présente des bonnes indications du comportement général de corps gras. Les résultats obtenus du suivi des taux de solide des différentes margarines étudiées en fonction de la température sont représentés dans la figure 14.

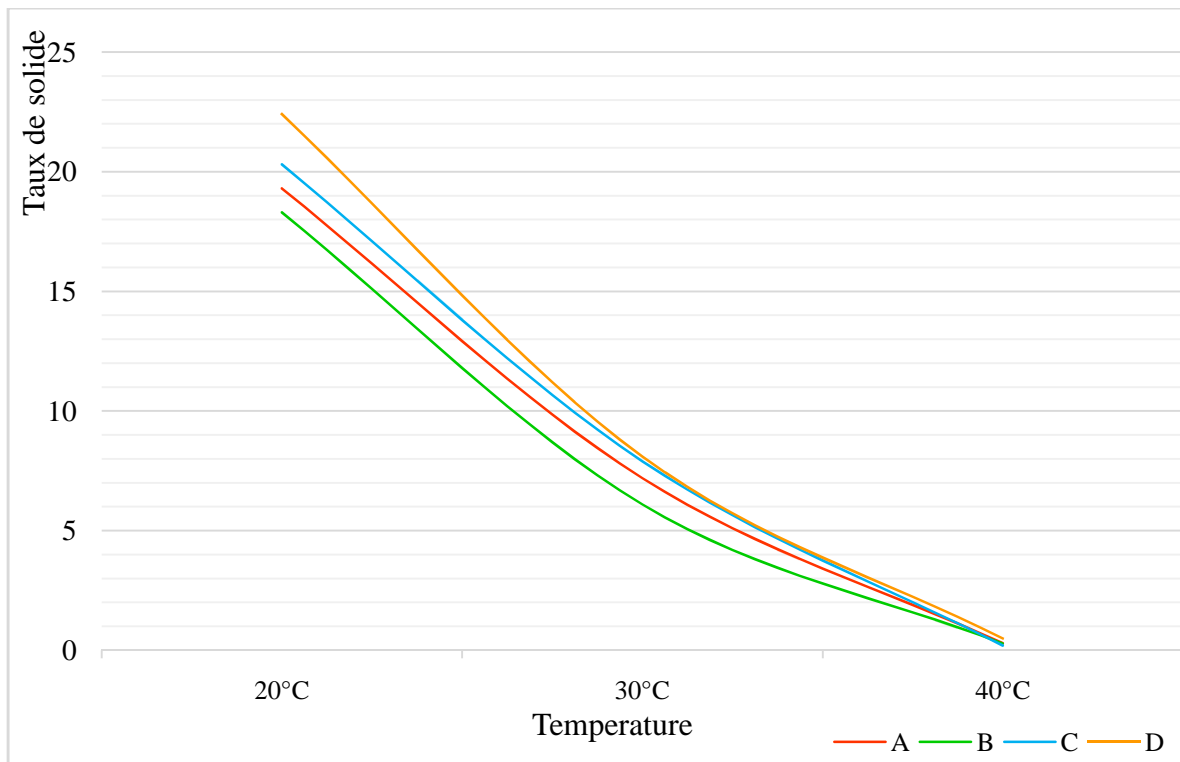


Figure 14 : Les variations de taux de solide en fonction de la température des différents types de margarines.

D'après l'allure des courbes, on remarque une diminution rapide des taux de solides avec l'augmentation de la température. À 37°C, les indices des SFC sont inférieurs à 6% et donc les margarines fondent facilement dans la bouche. À titre comparatif :

- La margarine B montre les valeurs les plus faibles en SFC, ceci explique que cette margarine présente une excellente texture fondante dans la bouche et une meilleure facilité à tartiner.
- Les valeurs élevées en SFC qui caractérise la margarine D expliquent qu'elle a une texture dure et cassante, reflétant ainsi la richesse des huiles destinées à la fabrication de cette margarine en AGS.
- Les SFC des deux margarines C et A sont moins élevées que ceux de la margarine D ; ceci s'explique par le fait que les deux margarines C et A contiennent moins d'acides gras saturés par rapport à la margarine D.

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

V-2/ Analyses chimiques :

V-2-1 Indice d'iode :

L'indice d'iode nous renseigne sur le degré d'insaturation global de la margarine. Il est proportionnel à l'insaturation, plus cet indice est élevé plus la margarine est molle (Audigié *et al.*, 1984).

L'indice d'iode des différentes margarines analysées est représenté dans la figure 15.

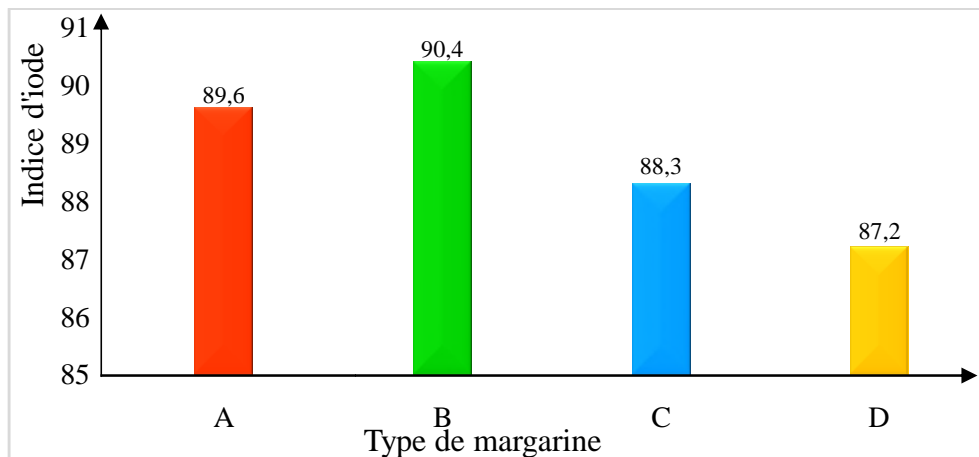


Figure 15 : Indice d'iode des différents types de margarines.

D'après les résultats, on remarque que la margarine D présente l'indice d'iode le plus faible (margarine la plus dure), ceci s'explique par la richesse de cette margarine en AGS.

Contrairement à la margarine B qui présente l'indice d'iode le plus élevé par comparaison aux margarines A, C et D. Ceci s'explique par le fait que, d'un côté les huiles utilisées pour la fabrication de cette margarine sont riches en AGI et d'un autre côté par le fait que le procédé de transformation des huiles destinées à la fabrication de cette margarine permet de les garder insaturées.

V-2-2 Indice de peroxyde :

L'indice de peroxyde renseigne sur l'état d'oxydation de la margarine (Frérot et Vierling, 2001). D'après Karleskind et Wolff (1992), les peroxydes ou les hydroperoxydes sont les premiers produits de l'oxydation. Quand l'oxydation est prolongée, il y a formation de certains produits volatiles et produits non volatiles qui confèrent une odeur et un goût de rance au produit.

Les résultats des indices de peroxyde des différentes margarines sont illustrés dans la figure ci-après :

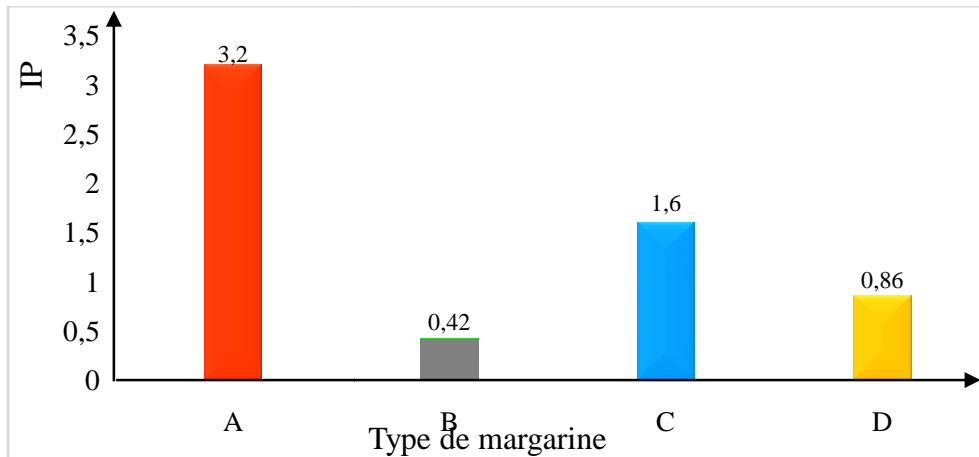


Figure 16 : Indice de peroxyde des différentes margarines.

Les résultats obtenus sont conformes à la norme internationale de commercialisation qui est de (10 meq O₂/ Kg corps gras).

À titre comparatif, les margarines B et D présentent des indices de peroxyde les plus faibles. Ceci s'explique par le fait que les deux margarines résistent mieux à l'oxydation. Contrairement à la valeur considérable de 3,2 meq O₂ / Kg corps gras qui caractérise la margarine A. Cette valeur élevée par rapport aux valeurs des trois autres margarines peut être expliquée par un stockage plus prolongé avant l'analyse et qui attendance à augmenter dans le temps conférant à cette margarine un goût et une odeur de rance.

V-2-3 Teneur en chlorure de sodium :

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, l'addition de sel à la margarine a pour but d'améliorer la sapidité et de jouer un rôle de conservateur, ce qui permet le prolongement de la durée de conservation.

La teneur en sel des différentes margarines est illustrée dans la figure 17 :

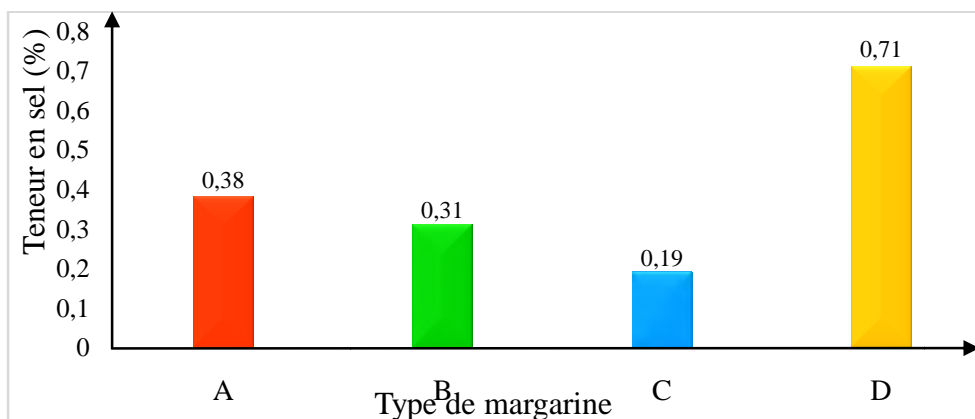


Figure 17 : Teneur en sel des différents types de margarines analysées

Par rapport à la norme (0,1% à 0,4%) du Codex Alimentarius, les résultats sont conformes, à l'exception de la margarine D qui présente un taux de selde (0,71%) supérieur à la norme, ce qui est probablement dû à un matériel de dosage industriel défaillant, ou à un mauvais dosage du sel dans la phase aqueuse le double de la dose normale.

V-3/Résultats de la composition en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG) :

La Chromatographie en phase gazeuse (CPG) est un appareillage le plus utilisé pour analyser les corps gras, car il permet la détermination des acides gras constituant les glycérides (Wolff, 1991). La Chromatographie en phase gazeuse a donné les résultats de la composition des quatre margarines en AG (tableau 3) comme suivants :

Tableau III :Composition moyenne en acides gras totaux (en %) des différentes margarines.

Acide gras	Dénomination	Différentes margarines			
		A	B	C	D
C8:0	Acide caprylique	0,030± 0,000 (a)	0,495±0,007 (c)	1,130 ± 0,141 (d)	0,265±0,021 (b)
C10:0	Acide caprique	0,070± 0,010 (a)	0,405±0,007(b)	0,915±0,106 (c)	0,190±0,014(a)
C12:0	Acide laurique	0,075±0,005(a)	3,220±0,057(c)	11,685±0,162 (d)	2,180±0,113(b)
C14:0	Acide myristique	0,405±0,015 (a)	1,645± 0,007(b)	3,480±0,297(c)	1,435±0,007(b)
C16:0	Acide palmitique	21,135±0,315(b)	26,400±0,127(c)	16,260±0,735 (a)	37,990±0,651(d)
C16:1 ω7	Acide palmitoléique	0,165±0,005 (b)	0,150±0,000(b)	0,105±0,0212 (a)	0,180±0,000(b)
C17:0	Acide margarique	0,070±0,000 (a)	0,070±0,000(a)	0,070±0,0141 (a)	0,140±0,014(b)
C18:0	Acide stéarique	7,020±0,000 (d)	4,585±0,078 (a)	5,290±0,169(b)	5,240±0,057(b)
C18:1 trans	Acide élaïdique	4,655±0,205(c)	0,260±0,028(a)	1,735±0,162(b)	0,160±0,014(a)
C18:1 ω9	Acide oléique	32,520±0,040 (c)	27,760±0,509 (a)	31,000±0,212 (b)	32,080±0,438 (c)
C18:2 trans	Transmethyl-linoléidate	0,430±0,070	0,270±0,014	0,300±0,0141	0,380±0,028
C18:2 ω6	Acide linoléique	26,560±0,220 (c)	31,745±0,021 (d)	24,465±0,403 (b)	17,130±0,311(a)
C18:3 ω3	α-linolénique	2,475±0,015 (c)	1,265±0,092(a)	2,300±0,339(b)	1,270±0,042 (a)
C20:0	Acide arachidique	0,365±0,005	0,345±0,035	0,305±0,063	0,355±0,021
C20:1	Acide gondoléique	0,235±0,005(b)	0,155±0,007(a)	0,135±0,007(a)	0,140±0,014(a)
Total trans		5,085 ± 0,275 (c)	0,530 ± 0,014 (a)	2,035 ± 0,148 (b)	0,540±0,042(a)
Acides gras saturés AGS		29,170±0,350(a)	37,165±0,191(b)	39,135±0,869 (c)	47,795±0,728(d)
Acides gras monoinsaturés AGMI		37,575±0,255 (c)	28,325±0,530 (a)	32,975±0,077(b)	32,560±0,467(b)
Acides gras polyinsaturésAGPI		29,465±0,305 (c)	33,280±0,057(d)	27,065±0,077(b)	18,780±0,382(a)
AGI		67,040±0,560 (c)	61,605±0,587(b)	60,040±0,155(b)	51,340±0,849(a)
AGI/AGS		2,299±0,047 (c)	1,658±0,007(a)	1,535±0,038(a)	1,074±0,034(b)
ω6/ω3		10,731±0,024(a)	25,162±1,845 (b)	10,767±1,764(a)	13,492±0,206 (a)

N.B : Les Moyennes dans une même ligne suivies de lettre différente indique une différence significative à P<0.05

a. Sur le plan qualitatif :

- Une composition des quatre margarines en acides gras à différents nombre de carbones, allant de 8 à 20 carbones, ce qui reflète la teneur des huiles végétales en état ou modifiées, utilisées pour la fabrication de ces margarines en acides gras.
- La plupart des acides gras identifiés sont à longue chaîne (palmitique, stéarique, linoléique et linoléique) qu'on retrouve dans les huiles végétales.
- Une présence d'acides gras à courtes chaînes et à moyenne chaîne dans les quatre margarines, ce qui peut être reliée à l'origine de la matière première utilisée dans la fabrication de ces margarines : coprah, palmiste.
- *L'acide caprique* (C₁₀) n'est présent qu'à l'état de trace dans la margarine A.
- *L'acidemargarique* (C₁₇) et *l'acide gondoléique* (C_{20:1}) présent aussi qu'en état de traces dans la margarine C.
- *Les acides gras trans sont représentés par l'acide élaidique* (C_{18:1 trans}^{ω9}) et *trans linoléique* (C_{18:2 trans}).

b. Sur le plan quantitatif :

- Nous remarquons que les *acides palmitique* (C_{16:0}), *oléique* (C_{18:1}) et *linoléique* (C_{18:2}) constituent le plus grand pourcentage de la composition en acides gras des différentes margarines.
- La margarine B contient la plus forte teneur en *acide linoléique* (31,74 %). L'acide linoléique, aussi appelé oméga 6, est un acide gras essentiel. Cette teneur élevée est due à l'utilisation d'huile de Tournesol et de soja à une forte proportion par comparaison aux trois autres margarines.
- La margarine D contient la plus forte teneur en *acide palmitique* (37,99 %). Cette teneur élevée est due à l'utilisation d'huile de palme à une forte proportion par comparaison aux trois autres margarines. Sachant que les huiles de palme et de palmiste sont extraites d'un même fruit, mais présentent des compositions en acides gras différentes. L'huile de palme est extraite de la pulpe, quant à l'huile de palmiste elle est extraite du noyau.
- La teneur de la margarine A en *acide oléique* (32,52 %) est expliqué par une utilisation importante d'huile de soja et éventuellement du tournesol oléique dans sa formulation.
- Le rapport $\omega6/\omega3$ des quatre margarines (A, B, C et D) est supérieur à la valeur recommandée par **Martin(2001)** dont le rapport optimale est de 5.

- Le rapport AGPI/AGS des deux margarines (A et B) est supérieur aux recommandations des nutritionnistes qui sont de l'ordre de 0,8 (Karleskind et Wolff, 1992).

Globalement, les différences de composition (formulation) des quatre margarines seraient à l'origine des différences significatives notées pour la majorité des acides gras.

Les chromatogrammes des différents échantillons obtenus par CPG sont illustrés dans les figures 18, 19, 20 et 21.

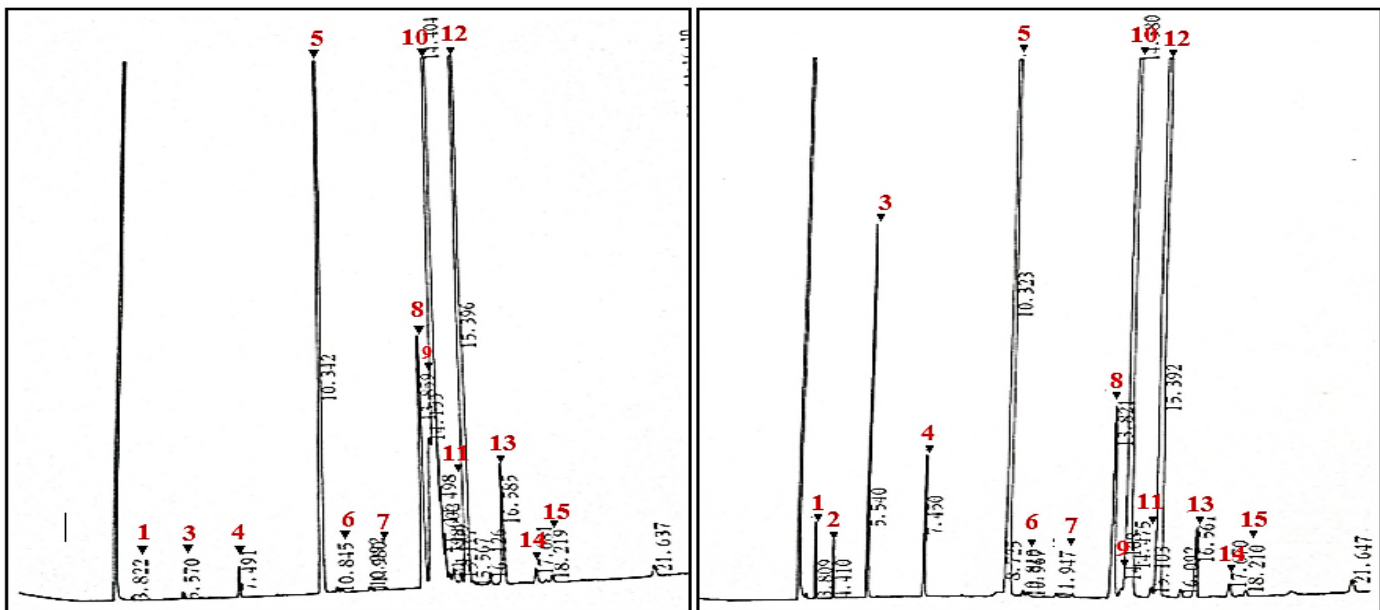


Figure 18 : Chromatogramme de l'échantillon A. Figure 19 : Chromatogramme de l'échantillon B.

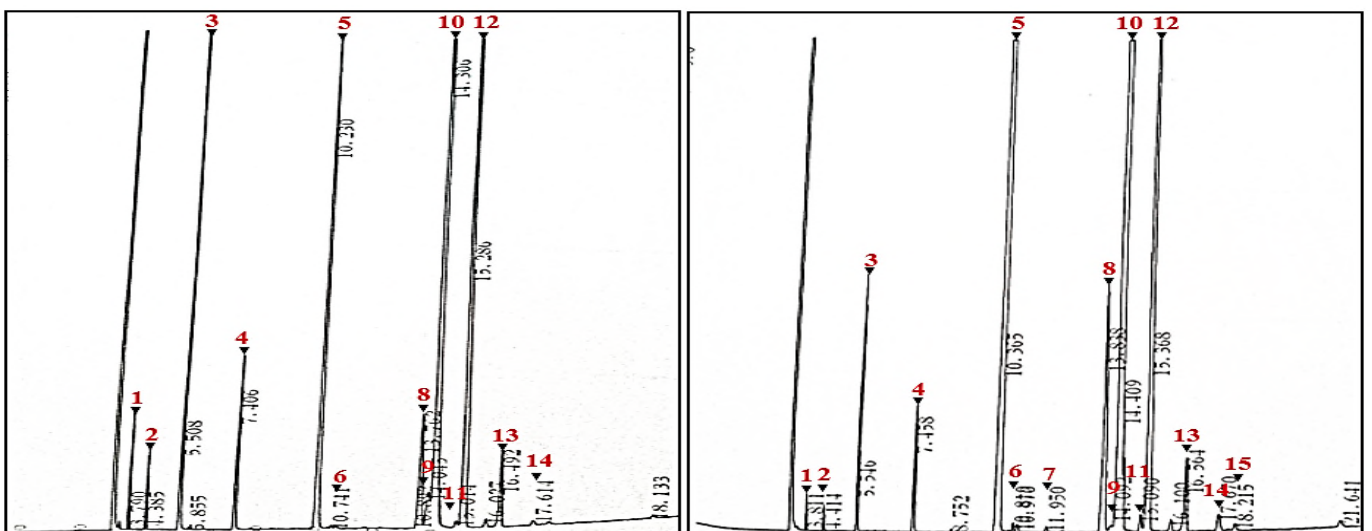


Figure 20 : Chromatogramme de l'échantillon C. Figure 21 : Chromatogramme de l'échantillon D.

(1) Acide Caprylique (C8 :0)	(6) Acide Palmitoléique (C16 :1)	(11) Acide Méthyl linoelaidate (C18 :2 Trans)
(2) Acide Caprique (C10 :0)	(7) Acide Margarique (C17 :0)	(12) Acide Linoléique (C18 :2 Cis)
(3) Acide Laurique (C12 :0)	(8) Acide Stéarique (C18 :0)	(13) Acide linoléique (C18 :3)
(4) Acide Myristique (C14 :0)	(9) Acide Elaïdique (C18 :1 Trans)	(14) Acide Arachidonique (C20 :0)
(5) Acide Palmitique (C16 :1)	(10) Acide Oléique (C18 :1 Cis)	(15) Acide Gondolérique (C20 :1)

➤ **Présence de gras *Trans* ou acides gras *Trans* (AGT) :**

Les AGT sont de plus en plus indésirables dans les produits alimentaires, surtout dans les produits de grande consommation à titre d'exemple les margarines (**Brisson, 1982**). Les huiles liquides insaturées peuvent facilement être solidifiées par une réaction catalytique appelée hydrogénation. Lorsque les huiles et les graisses ne sont pas entièrement hydrogénées, la réaction donne un mélange de formes *cis* et *trans* d'acides gras insaturés dans les triacylglycérides (TAG) (**Stewart et al., 2005**). Ceci explique la composition des deux margarines A (5,085%) et C (2,035%) en AGT *trans* et reflète globalement la composition des huiles hydrogénées et utilisées pour la fabrication de ces dernières en AGT. L'acide élaïdique est majoritaire ; il représente 91,5% et 85,25% du total des acides gras *trans* des margarines A et C respectivement.

Ces deux valeurs relevées pour A et C peuvent s'expliquer par une utilisation des huiles végétales partiellement hydrogénées qui renferment des taux d'AG *trans* relativement élevés. La teneur en acides gras *trans* des margarines A et C sont proches des intervalles des valeurs trouvées par **Wagner et al., (2000)** pour les margarines autrichiennes (0,3 - 3,7%), **Karabulut et Turan (2006)** pour les margarines turques (0,4 - 8,5%) et par **Kuhnt et al., (2011)** pour les margarines allemandes (0,11 - 4,28%).

En raison des effets négatifs des acides gras *trans*, en 2013 la Food and Drug Administration (FDA), l'agence américaine en charge de la sécurité alimentaire et des produits de santé, a annoncé son intention de retirer les huiles partiellement hydrogénées principale source d'acides gras *trans* (AGT) artificiels de la catégorie des produits « généralement reconnus comme sûrs » (GRAS, « Generally Recognised As Safe ») (**Margaret et al., 2014**).

Les valeurs les plus faibles en AGT caractérisent les deux margarines B (0,52%) et D (0,57%), elles sont comprises entre les valeurs minimale et maximale en AGT de l'ensemble de margarines de marques françaises (0,1 à 2 g/100 gramme de produit) et inférieures aux taux d'AG *trans* rapportés dans la littérature s'étalent de 1 à 2 % pour les margarines ménagères de formulation récente. Ces valeurs sont aussi inférieures aux valeurs moyennes trouvées pour des margarines allemandes (0,96%) par **Kuhnt et al., (2011)**. Ces valeurs obtenues pour ces deux margarines corroborent avec les données d'une étude canadienne menée par **Ratnayake et al., (1998)** montrant que les margarines qui ne sont pas préparées à partir de matières grasses hydrogénées ont des taux en AG *trans* beaucoup moins importants, ce qui explique aussi que l'utilisation de procédés industriels « modérés » telle que l'interstérification pour la fabrication des margarines ménagères

contribue à abaisser les taux d'AG *trans* dans ces produits. La teneur individuelle des acides gras est aussi affectée. En effet, si pour les margarines A et C l'acide élaïdique est majoritaire, les margarines B et D fabriquées avec des huiles non hydrogénées renferment des teneurs très proches en C18 :1trans et C18 :2 trans.

V-4/ Résultats du Test d'oxydation accéléré (Test au Rancimat) :

Parmi les problèmes trouvés dans l'agroalimentaire, on note l'oxydation lipidique des aliments. Elle réduit la durée de conservation du produit (**Hidalgo *et al.*, 2006**). La mesure de la stabilité oxydative peut être évaluée par les méthodes d'accélération et l'une de ces méthodes est le test au Rancimat (**Moser, 2009**).

Les résultats de l'analyse des quatre échantillons de margarine soumis à un test d'oxydation accéléré à l'aide d'un appareil qui est le Rancimat Metrohm 743, sont schématisés sous forme de graphes représentant le temps d'induction en fonction de la conductivité en annexe A (figure 22, 23, 24 et 25) et résumés dans le diagramme suivant :

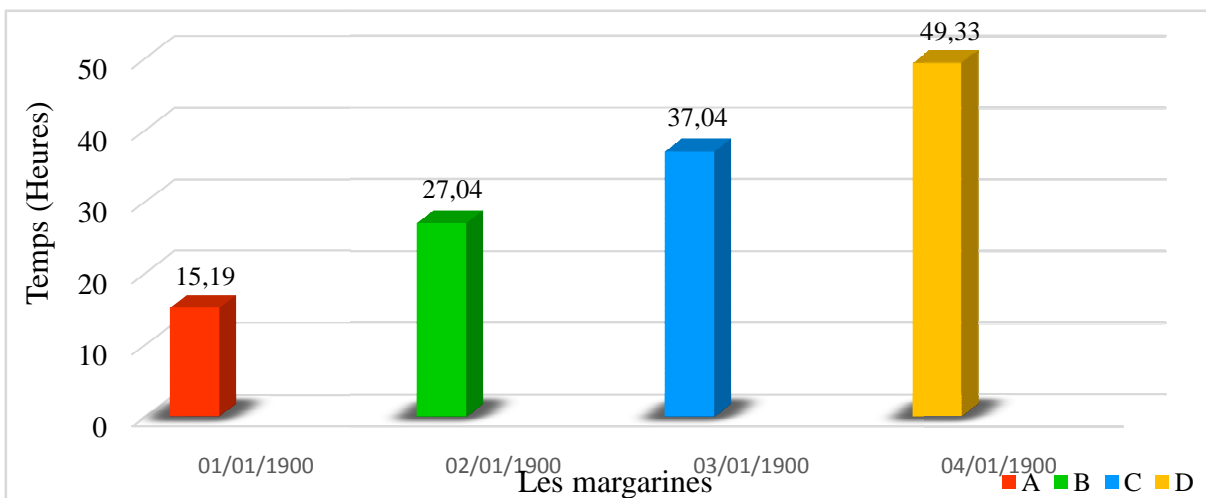


Figure 26 : Diagramme des résultats du test d'oxydabilité accélérée (Teste au Rancimat).

Le test au Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyses réduites (**Rahmani, 2007**). D'après les résultats on remarque que la période d'induction varie d'une margarine à l'autre. À titre comparatif,

- Le temps d'induction le plus court (15,19h) a été relevé pour la margarine A, ceci signifie que cette dernière présente une moindre stabilité oxydative responsable de l'odeur de rance qu'elle caractérise. Elle est la plus riche en AGI et la moins riche en AGS.

- La margarine B présente un temps d'induction important (27,04h), mais inférieur au temps d'induction de la margarine C et D respectivement. Ceci s'explique par le fait que, le procédé de modification des huiles destinées à la fabrication de la margarine B permet de garder les AG qui constituent ces huiles en l'état polyinsaturé sur les

triglycérides, et d'un autre côté par le fait que la majorité des AG sur les triglycérides des huiles hydrogénées et destinées à la fabrication de la margarine C sont saturées. Et que les huiles et graisses végétales raffinées non hydrogénées (comme c'est mentionné sur l'étiquetage) destinées à la fabrication de la margarine D sont d'origine riches en AGS, ce qui confirme sa valeur la plus faible en indice d'iode.

Les résultats de corrélations entre la composition en AG et le temps d'induction évalué au Rancimat montrent :

- Une corrélation positive de l'ordre de 0,9818, $p < 0,05$ est notée entre le temps d'induction et les AGS.
- Une corrélation négative est enregistrée entre le temps d'induction et les AGI, -9702, $p < 0,05$, le rapport AGI/AGS, -9747, $p < 0,05$ et AGPI, -80,23, $p < 0,05$.
- Une corrélation non significative entre le temps d'induction et les AGMI (-37%).

V-5/ Les analyses organoleptiques :

Ces analyses ont été effectuées au niveau du laboratoire de physicochimie et les résultats sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau IV: Résultats des analyses organoleptiques effectuées sur les margarines analysées.

		Margarines			
		A	B	C	D
Date de production		11/08/2013	03/01/2014	16/01/2014	27/05/2013
Date de péremption		10/08/2014	02/01/2015	15/01/2015	26/05/2014
Numéro de lot		6132004000015	6130234000607	6133566000079	6130388001611
Poids	en (g)	250	500	500	250
Texture		Bonne et fondante	Bonne fondante et légère	Dure	Dure et cassante
Goût et odeur		Rance	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit
Couleur		Jaunâtre	Crème jaunâtre	Jaune orangé	Jaunâtre

À titre comparatif, la margarine A et B montre une excellente texture fondante dans la bouche et une meilleure facilité à tartiner. Ceci explique leurs valeurs les plus faibles et les plus élevées en SFC et en indice d'iode respectivement et leurs richesses en AGI par rapport aux deux autres margarines C et D.

Chaque margarine présente une couleur qui la caractérise. Mais sur le plan goût et odeur, la margarine A se différencie des autres margarines par une odeur et un goût de rance.

Conclusion

Conclusion

Afin de satisfaire les exigences du consommateur qui ne cessent d'augmenter, il est devenu primordiale à toute industrie agroalimentaire ayant comme objectif de conquérir le marché et de fidéliser le consommateur à ces produits, de chercher des produits nouveaux et améliorer leurs produits.

La chasse aux AGT à travers le monde est entrain de ce mettre en place en diminuant l'utilisation du procédé d'hydrogénation et en utilisant d'autres méthodes qui sont actuellement disponibles.

Notre travail a pour objectif d'étudier, de comparer et surtout de proportionner la quantité en AGT que renferment quatre margarines de table en barquettes fabriquées localement (codées A, B, C, D).

Les résultats physicochimiques (point de fusion, humidité, pH, SFC, teneur en sel, indice de peroxyde et indice d'iode), oxydative (test au Rancimat), organoleptique (texture, couleur, odeur et goût) et chromatographique (CPG) nous indiquent :

- Les points de fusion pour (C et D), le taux d'humidité et le pH pour (C), le taux de sel pour (D) dépassent les normes.
- La margarine A présente une légère odeur de rance.
- Une couleur jaunâtre pour (A et D), crème jaunâtre pour (B) et jaune orangé pour (C) qui en relation avec les huiles et les additifs utilisées pour la fabrication de ces margarines.
- Une meilleure tartinabilité des deux margarines A et B.
- Une meilleur stabilité oxydative, une texture dure et cassante des deux margarines C et D.

L'analyse chromatographique (CPG) a permis de mettre en évidence la richesse des deux margarines A et B en AGI, la teneur considérable des deux margarines C et D en AGS.

La margarine A et C présentent les teneurs les plus élevées en AGT (5,08% et 2,03% respectivement) par comparaison aux deux autres margarines. Ces valeurs confirment que les produits fabriqués à base d'huiles hydrogénées présentent encore des valeurs considérables en AGT. Les deux autres margarines B et D fabriquées à base d'huiles non hydrogénées ne renferment que de très faibles quantités.

Afin d'avoir une approche sur la consommation des AGT, d'autres études doivent être réalisées sur d'autres produits susceptibles de contenir des acides gras trans tels les margarines, shortening, les biscuits, les gâteaux...

Des solutions technologiques alternatives à l'hydrogénation des huiles telles que l'interestérisation et le fractionnement doivent être envisagées.

Sur le plan analytique, l'utilisation des colonnes plus performantes pour identifier tous les isomères des AGT s'avère indispensable.

Références
Bibliographiques

A

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

Adrian J, Potus J et Frangne R. (2003). La science alimentaire de A à Z. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp 07-11.

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

AFSSA (Agence Française De Sécurité Sanitaire Des Aliments). (2009). Avis de l'agence française de sécurité sanitaire des aliments sur l'estimation des apports en acides gras *trans* de la population française, pp 1-15.

Alais C et Linden G. (1987). Abrégé de Biochimie Alimentaire. Ed : Masson. Paris, pp 203-210.

Alais C et Linden G. (1997). Corps gras In : Abrégé de biochimie alimentaire. Ed. Masson, Paris, pp 231-241.

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

Antonot E et Marchal R. (1998). Chromatographie. Lycée Louis-Metz, pp 1-48.

Apfelbaum M, Romen M et Dubus M. (2009). Diététique et nutrition 7^{ème} Edition : Elsevier Masson, pp 312-516.

Asiedu J-J et Cisse T. (1991). La transformation des produits agricoles en zone tropicale : approche technologique : Economie et développement. Karthala Editions, pp 215-335.

Audigié C, Frigarella J et Zonszain F (1984). Méthode d'analyse des lipides in « Manipulation d'Analyse Biochimique ». Ed. I : Doin Editeurs, Paris, pp 215-238.

B

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

Bernier V et Daniel L. (2002). Consultations en nutrition : Les acides gras trans, attention gras transformés! Deuxième partie, pp 47-52.

Berthoud L et Real M. (2008). Pourquoi se méfier des acides Gras Trans ? Haute école de santé Genève, pp 1-6.

Besson M et Garneau I. (2003). Avec du beurre, c'est bien meilleur ? Expo-journal, rapport interne, programme des sciences de la nature. Cégep de Saint-Félicie, pp 1-13.

Bézar J. (2008). Données sur les acides gras *trans*. Académie d'agriculture de France. 94 (2), pp 1-6.

Blanc M. (1992). Analyse des tourteaux oléagineux in « Karleskind ». Manuel des corps gras. Tome 2. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp 1332-1341.

Boggio V. (2012). Les matières grasses alimentaires. Faculté de médecine. Université de Bourgogne, pp 28-35.

Brisson G. (1982). L'énigme des Acides Gras *Trans* in « Lipides et Nutrition Humaine ». Ed. Les presses de l'Université Laval. Ed. Masson. Canada, pp 55-80.

C

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

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

Chardigny J-M, Malpuech-Brugère C et Combe N. (2007). Impact des acides gras *trans* sur le risque cardiovasculaire. Sang Thrombose Vaisseaux (STV) **19**, pp 198-202.

Cheftel J-C et Cheftel H. (1977). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Volume 2. Ed : Tec et Doc Lavoisier, pp 255-260.

Christie W-W. (1998). Gas chromatography-mass spectrometry methods for structural analysis of fatty acids. *Lipids*(33), pp 343-353.

Cossut J, Defrinne B, Desmedt C, Ferroul S, Garnet S, Humbert S, Roelstraete L, Vanuxeem M et Vidal D. (2002). Les corps gras entre tradition et modernité. Projet DESS en gestion de la qualité nutritionnelle et marketing des produits alimentaires. Institut agroalimentaires. Lille, pp 1-111.

Cuvelier C, Cabaraux J-F, Dufrasne I, Hornick J-L et Istasse L. (2004). Acides gras : Nomenclature et sources alimentaires. Nutrition, Département des Productions Animales, Faculté de Médecine Vétérinaire, Université de Liège B43, Sart-Tilman, 4000 Liège, Belgique, pp 133-140.

D

De Greyt W et Kellens M. (2000). Refining Practice In: Hamm W, Hamilton RJ, editors. Edible Oil Processing. Sheffield: Sheffield Academic Press, pp 79-127.

De Greyt W. (1998). Effect of Physical Refining on Selected Minor Components in Vegetable Oils. Gent Universiteit, 218p.

De Greyt W-O et Huyghebaert A. (1993). Food and non-food applications of milk fat. *Lipid Technology*5, pp 138-140.

Dia K, Munier et Vandredeuil D. (2001). Autres valorisations de la matière grasse laitière. In : Valorisation de la matière grasse laitière. Université de Lille, pp 1-19.

Djouab A. (2007). La margarine In : Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara-Boumerdes, pp 66-72.

Dupin H, Cuq J-L, Maleviak M-I, Rouaud C-L et Berthier A-M. (1992). Alimentation et nutrition humaines. Ed: ESF, Paris. 1533p.

F

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

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

Frénot M et Vierling E. (2001). Les lipides. In Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant. Dion, Centre régional de documentation pédagogique d'aquitaine, pp 79-105.

G

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

Genot C, Meynier A et Riaublanc A. (2003). Lipid oxidation in emulsions. In Lipid Oxidation Pathways, Kamal-Eldin A. Ed.; AOCS Press Pub., Champaign, IL, (USA); pp 190-244.

Gérard P. (2009). Les mises au point de l'AFN (Institut Français pour la Nutrition). Les acides gras *trans* : origine, impacte santé, évolution de leur teneur dans les aliments en France au cours des dernières années, pp 1-7.

Graille J. (2003). Lipides et corps gras alimentaires. Paris : Technique et documentation, Lavoisier, pp 147-187.

Grandgirard A. (1992). Transformations des lipides au cours des traitements thermiques. Effets nutritionnels et toxicologiques. Les Cahiers de l'ENSBANA **8**, pp. 49-67.

H

Hespel Louise. (2013). Nouveaux systèmes micellaires intelligents à partir d'huile de lin : Synthèse, comportements physico-chimiques et encapsulation. Thèse, Ecole Doctorale Normande de chimie, pp 23-24.

Hidalgo F-J, Leon M-M et Zamora R. (2006). Antioxidative Activity of Amino Phospholipids and Phospholipid/Amino Acid Mixtures in Edible Oils As Determined by the Rancimat Method. Journal agricultural Food Chemistry(54), 5461-5467.

Institut des Corps Gras (ITERG) (2010). Acides gras *trans*, secteur des corps gras végétaux solutions technologiques de leur réduction, Groupe PNNS. Bordeaux, France, pp 1-32.

I

ISO 662. (1998). Corps Gras d'Origines Animale et Végétale – Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles. (2), pp 1-7.

ISO Norme Internationale. (1996). Méthode ISO 3961:1996. Corps gras d'origine animale et végétale-Détermination de l'indice d'iode.

ISO Norme Internationale.(2006). Méthode ISO 6886:2006. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination de la stabilité à l'oxydation (essai d'oxydation accéléré). 2^{ème} édition, pp 1-14.

ISO Norme Internationale. (2007). Méthode ISO 3960:2007. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice de peroxyde - Détermination avec point d'arrêt iodométrique, pp 1-10.

J

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

K

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

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

Kone Issa B. (2003). La margarine. Edition: BETJ. Micouleau Couleau, Volume, pp 8-22.

Koolman J et Rohm k-H. (2004). Molécules biologiques in Atlas de poche :Biochimie. Flammarion. Paris. (2). pp 48-49.

L

Kuhunt K, Baehr M, Rohrer C and Jahreis G.(2011). Trans fatty acid isomers and the trans-9/trans-11 index in fat containing foods. European Journal of Lipid Science and Technology 1136 (10), 1281-1292.

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

M

Margaret A, Hamburg. FDA (Food and Drug Administration ou Agence américaine en charge de la sécurité alimentaire et des produits de santé) (2014). Limitation des acides gras industriels : un pas vers une alimentation plus saine, pp 1-4.

Martin A. (2000). Apports nutritionnels conseillés pour la population française. Paris : Tec & Doc.

McClaments D-J et Decker E-A. (2000). Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. *Journal of Food Science* 65, 1270–1282.

Molkentin J et Precht D. (1996). Isomeric distribution and rapid determination of *trans*-octadecanoic acids in German brands of partially hydrogenated edible fats. *Nahrung*, (40), pp 297-304.

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

Mordret F. (1992). Détermination de la constitution in « Karleskind ». Manuel des corps gras. Tome 2. Ed. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp 1148-1419.

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

Morin O.(2008). Huiles végétales, margarines et phases grasses industrielles : Les solutions technologiques à la réduction des acides gras *Trans* (AGT). Institut des corps Gras, Bordeaux, pp 1-32.

Moser B-R. (2009). Comparative Oxidative Stability of Fatty Acid Alkyl Esters by Accelerated Methods. *Journal American Oil Chemist's and society*(86), pp 699-706.

N

Nicole C, Armelle J, Carole B, Claude B, Bernard E, Dominique D, Jean-Noël L, Jean-Claude B. (1998). Composition en acides gras trans du tissu adipeux d'une population française et origines alimentaires de ces acides gras trans. *Oleagineux-Corps gras –Lipides* 5,142-148.

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

Norris S. (2007). Les acides gras *trans* : Le Fardeau Pour La Santé, service d'information et de recherche parlementaires Canadien, pp 1-10.

O

O'Brien R-D. (2009). Margarine in *Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications*, (4). CRC Press, Taylor & Francis Group, pp 466-469.

Odiot C. (1992). Rôle et intérêt des additifs alimentaires en technologie alimentaire. Office des publications universitaires, pp 25-85.

Ollé M. (2002). Analyse des corps gras. Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et des répressions des Fraudes. (3), pp 1-15.

OMS (Organisation Mondiale de la Santé). (2007). Prévention des maladies cardiovasculaires in : Guide de poche pour l'évaluation et la prise en charge du risque cardiovasculaire. Genève, pp 1-30.

P

Perron R. (1992). Propriétés Physiques des Corps Gras-acides Gras in « Manuel des Corps Gras ». Tome 1. Ed. Tec et Doc. Lavoisier, Paris, pp 433-442.

Pierre-Henry D, Jacques T, Bruno M, Laurent J, Marie P-L. Xavier J, Fabrice B, Laureen Bet Joliebert F. (2010). Huiles végétales. Guide d'aide à l'application des Meilleurs Technologies Disponibles (MTD), pp 1-73.

R

Rahmani M. (2007). Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. *Les Technologies de laboratoire*, 2,18-21.

Ratnayake W-M-N, Pelletier G, Hollywood R, BaclerSetLeyle D. (1998). Trans fatty acids in Canadian margarines: Recent trends. *American Journal Oil Chemistry and Society*, pp 1587-1594.

S

Santé Canada. (2013). ARCHIVEE-TRANSformer l'approvisionnement alimentaire est le rapport final du Groupe d'étude sur les graisses *trans*, pp 1-47.

Sara Kronosky, Mary L, Nora L, Unederhill L, Vineault M, Samuel G et Ratnayake N. (2012). Evaluation des risques que comporte l'exposition aux gras *trans* au Canada, pp 1-17.

Schmid A. (2007). Confédération suisse. Département fédéral de l'économie DFE. Conférence de presse : Ne mettons pas tous les acides gras *trans* dans le même panier, pp 1-2.

Slattery M-L, Benson J, M-K-N, Schaffer D et Potter J-D. (2001). Trans-fatty acids and colon cancer. *Nutrition Cancer* **39**, pp 170-175.

Société Suisse de Nutrition, SSN. (2007). Série de transparents didactiques. Macronutriments, lipides. [Page Web]. Accès :[http://www.sge_ssn.ch/f/ecole/materiel_didactique/serie de transparents didactiques/lipides transparents complementaires.pdf](http://www.sge_ssn.ch/f/ecole/materiel_didactique/serie_de_transparents_didactiques/lipides_transparents_complementaires.pdf).

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

T

Trémolières J, serville Y, Jaquot R et Dupin H. (1980). Les aliments in « Manuel d'Alimentation Humaine. Tome 2. Paris, pp 208-248.

U

U.I.C.P.A (Union Internationale de la Chimie Pure et Appliquée), (1979). Méthodes d'analyses des matières grasses et dérivés. 6^{ème} édition, Ed : ETIG, Paris.

Uzzan A. (1992). Les corps gras in « Alimentation et Nutrition Humaines ». Edition: Esf, pp 212-213, 887-917.

V

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

W

Wagner K-H 7 Auer E and Elmadfa I. (2000). Content of trans fatty acids in margarines, plant oils, fried products and chocolate spreads in Austria. European Food Research Technology 210,237–241.

Werner J-B, Badoud R, Loliger J et Etournaud A. (2010). Principes de chimie des constituants et de technologie des procédés in : Science et technologie des aliments. Presses polytechniques et universitaires romandes. 720p.

Wolff J-P. (1968). Manuel d'analyse des corps gras ; Azoulay éditeur, Paris, 524p.

Wolff R-L. (1994). Les Isomères 18:1 trans dans l'Alimentation des Européens. Evaluations quantitative et qualitative. Oléagineux, Corps Gras, Lipides **3**, 209-218.

Wolff R-L, Combe N-A, Destailats F, Boué C, Precht D, Molkentin J et Entressangles B. (2000). Follow-up of the D4 to D16 trans-18:1 isomer profile and content in French Processed foods containing partially hydrogenated vegetable oils during the period 1995-1999. Analytical and nutritional implications. Lipids(**35**), 815-825.

X

Xavier Pagès-Xatart-Parès. (2012). Huiles et graisses végétales in « Technologies des corps gras ». Éditions Techniques de l'Ingénieur, Paris – France, pp 1-19.

ANNEXES

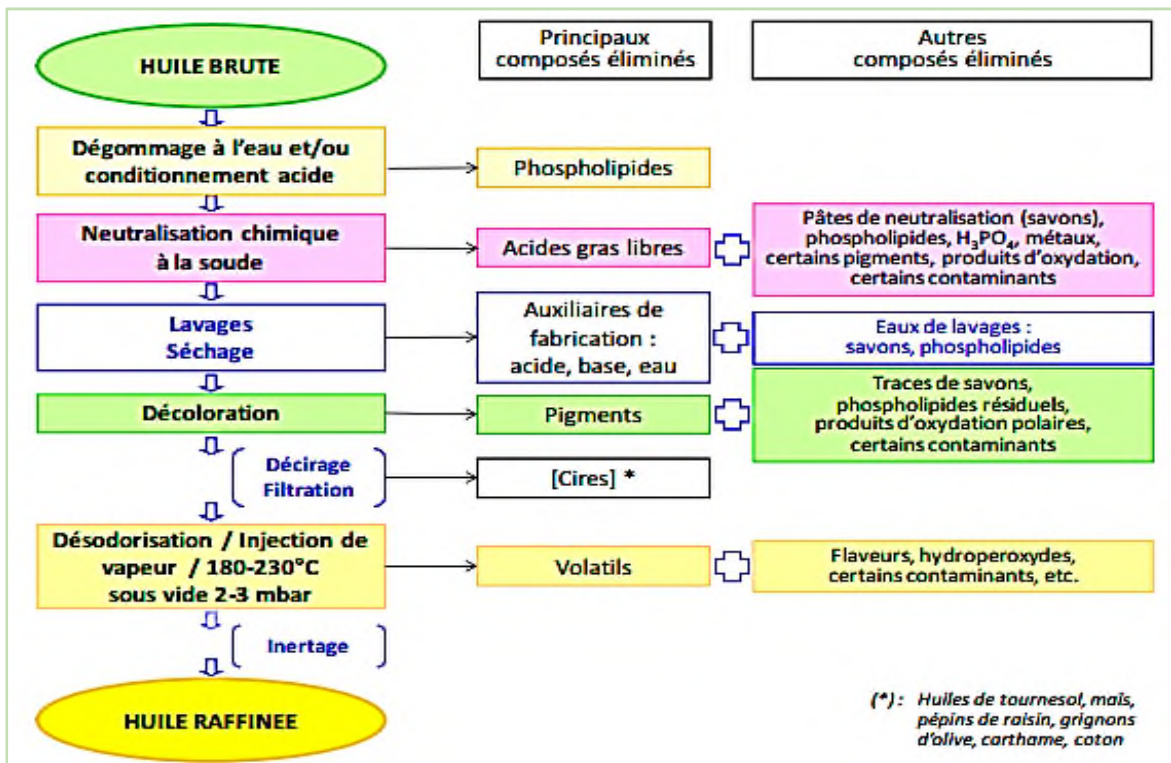


Figure 01 : Les étapes de raffinage chimique des huiles végétales brutes (Pierre-Henry *et al*, 2010).

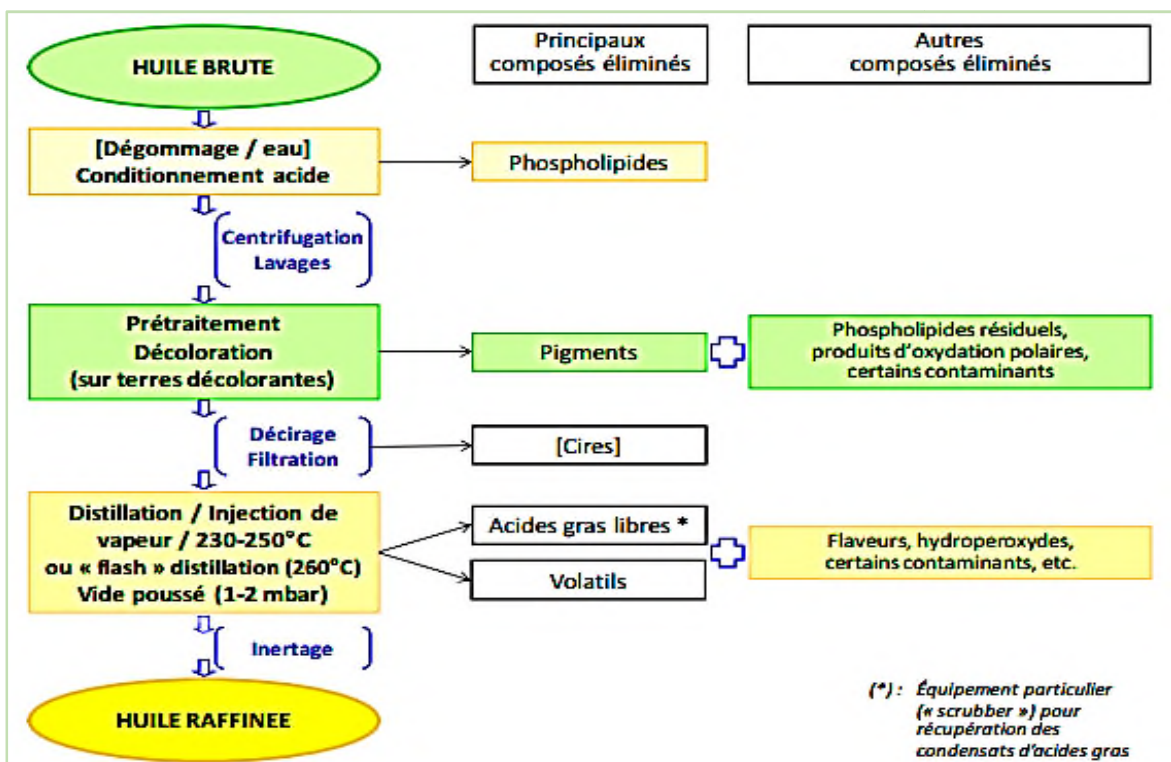


Figure 02 : Les étapes de raffinage physique des huiles végétales brutes (Pierre-Henry *et al*, 2010).

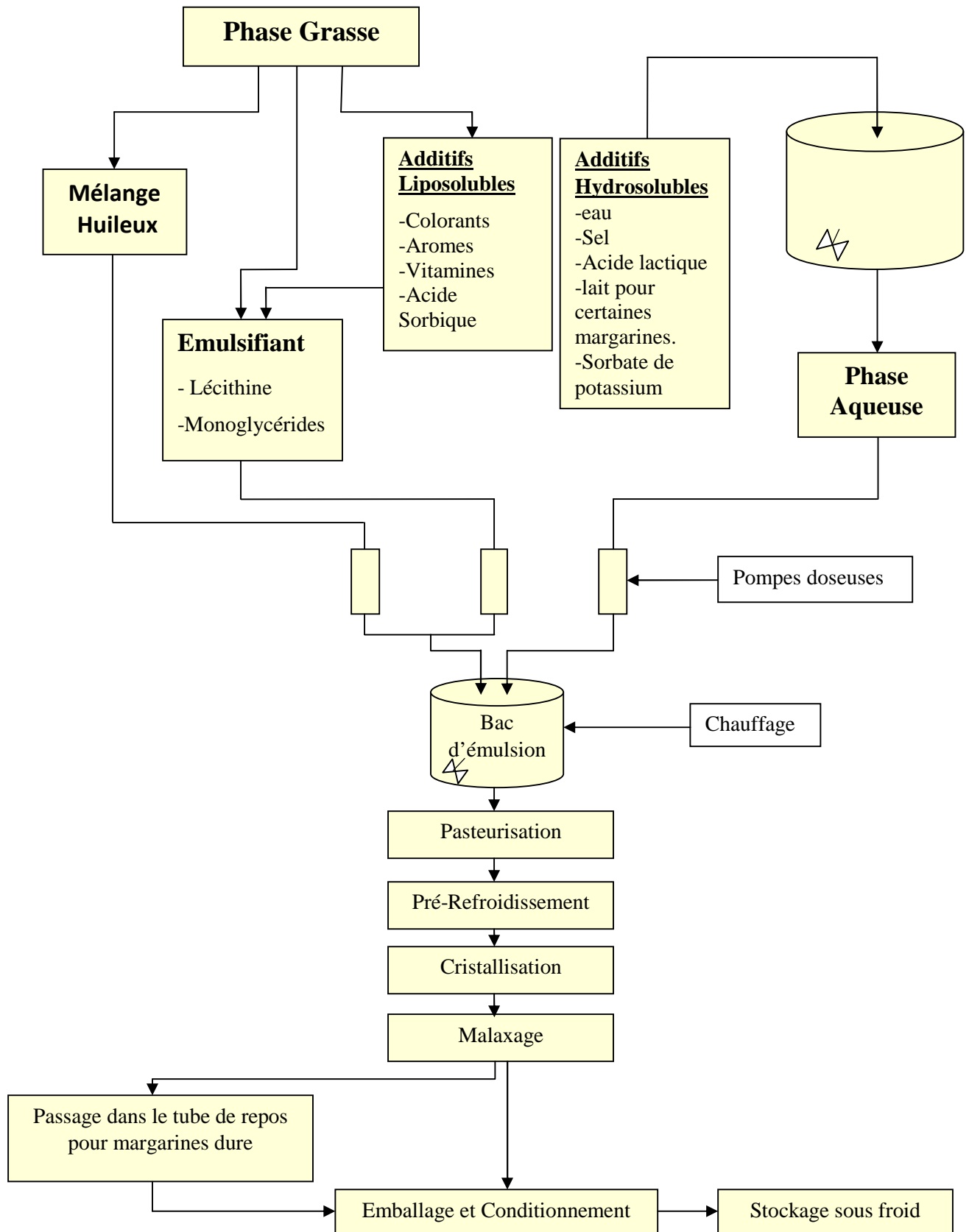


Figure 05 : Le principe général de la fabrication de la margarine au niveau de Cevital spa.

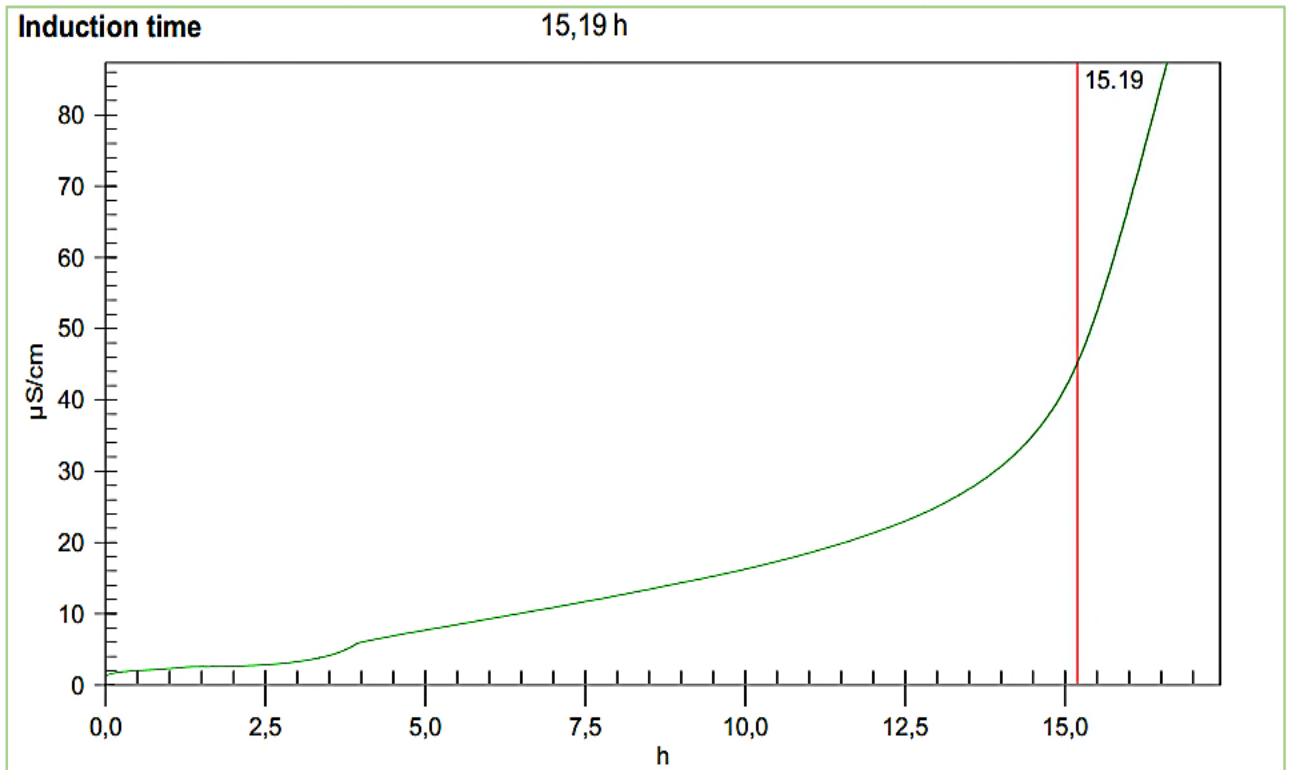


Figure 22 : Courbe de la stabilité oxydative du Test au RANCIMAT de la margarine A.

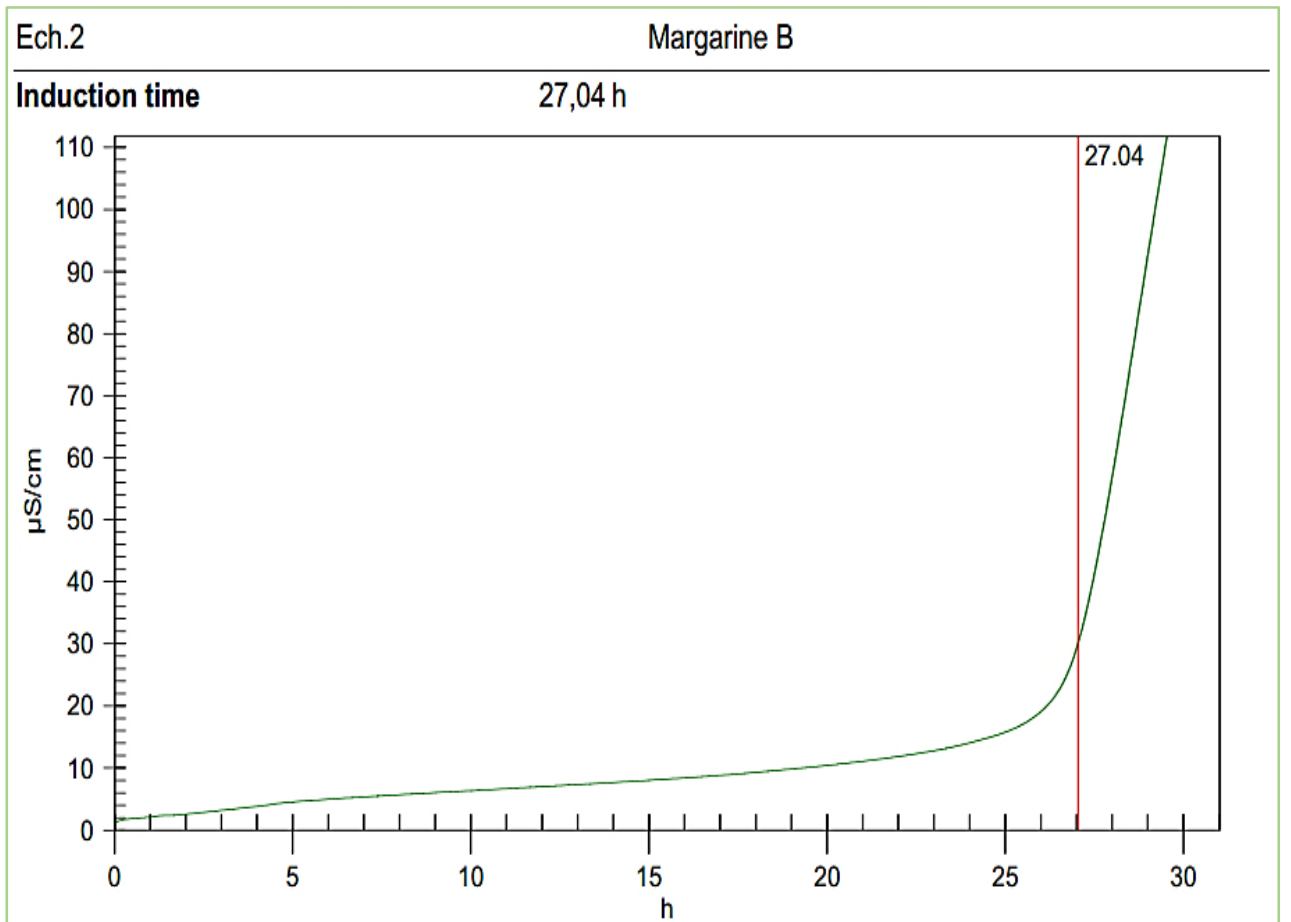


Figure 23 : Courbe de la stabilité oxydative du Test au RANCIMAT de la margarine B.

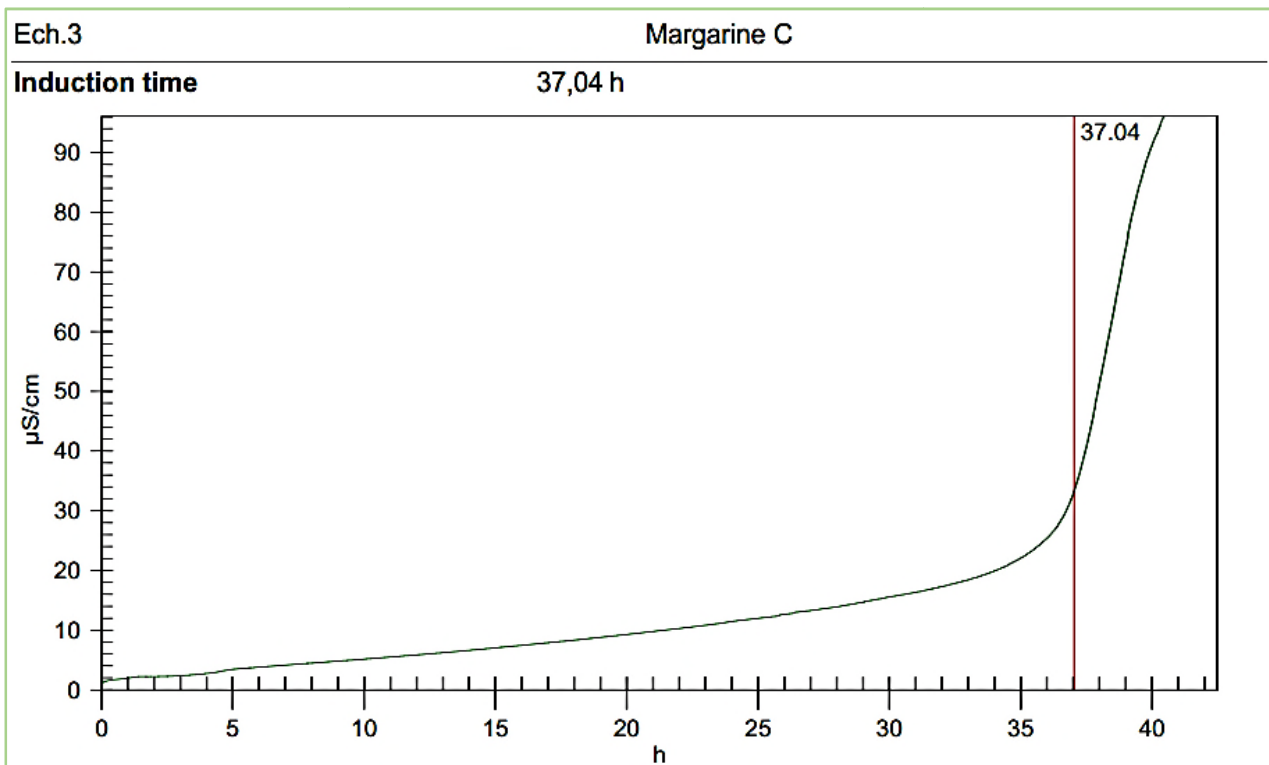


Figure 24 : Courbe de la stabilité oxydative du Test au RANCIMAT de la margarine C.

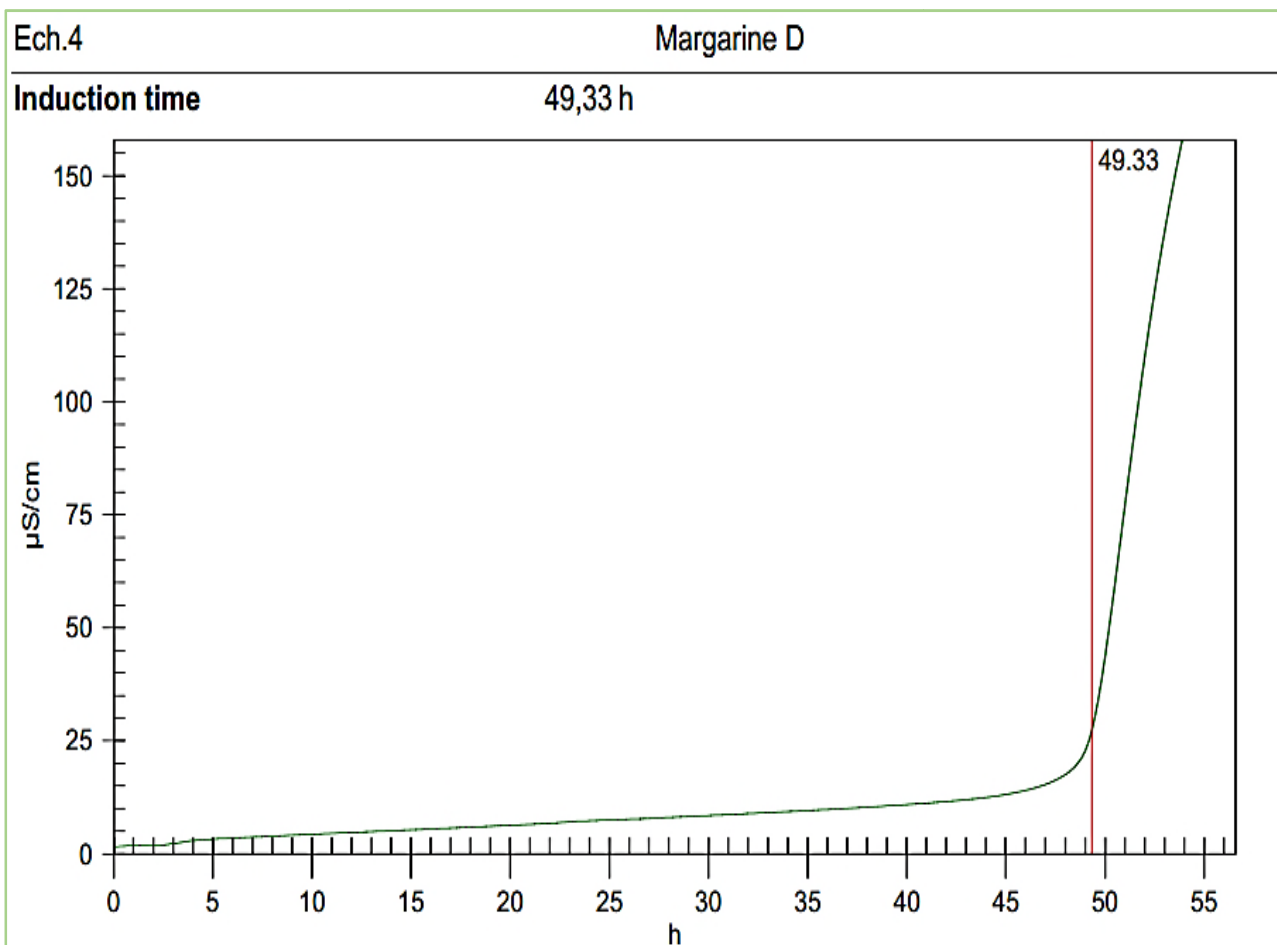


Figure 25 : Courbe de la stabilité oxydative du Test au RANCIMAT de la margarine D.

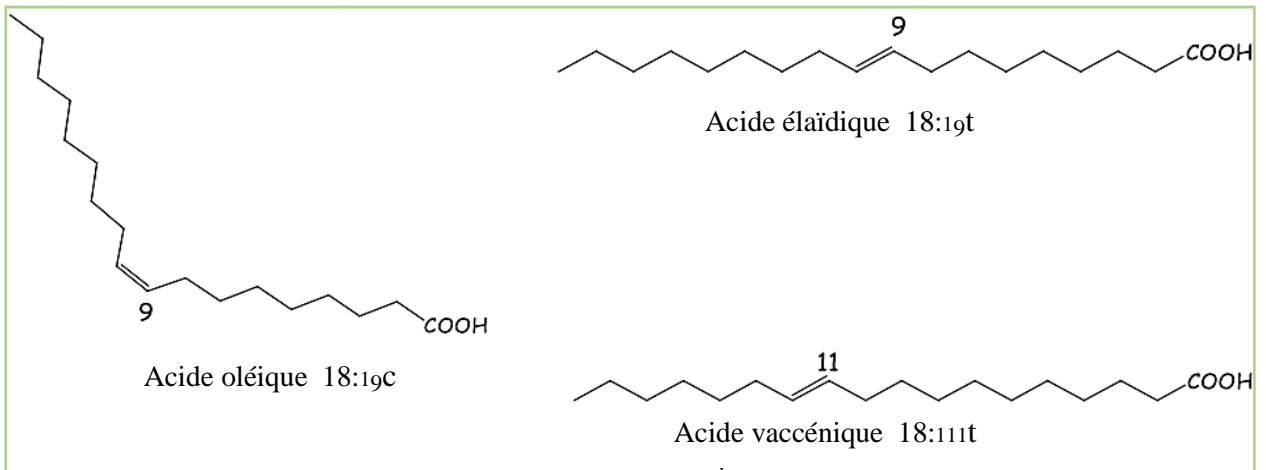


Figure 27 : Isomères géométriques et positionnels de l'acide oléique.

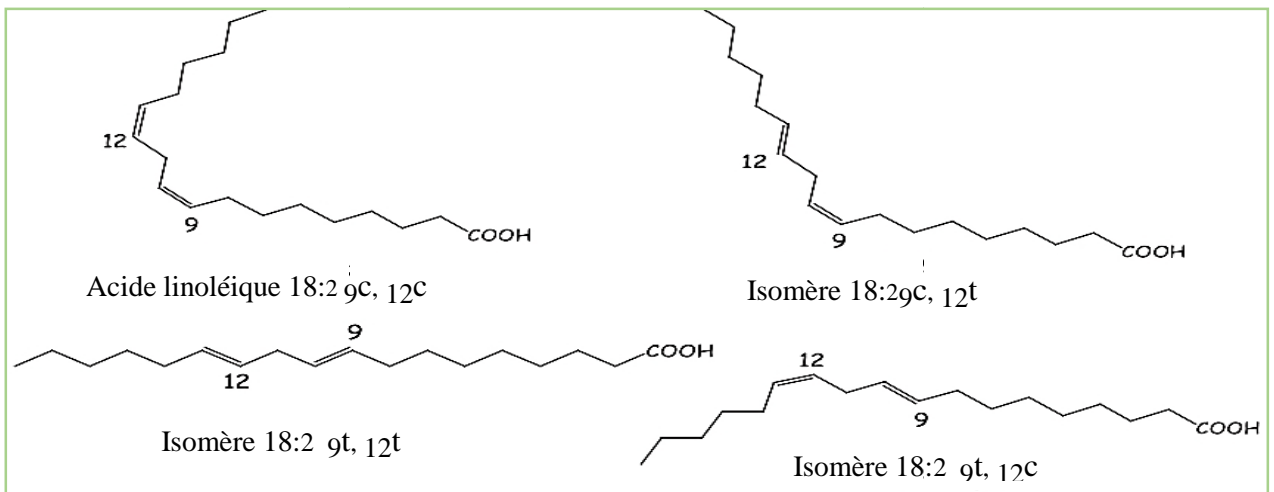


Figure 28 : Isomères géométriques de l'acide linoléique 18:2_n7.

Tableau V : Tableau récapitulatif des résultats d'analyses comparatives des quatre

	Margarines	Normes
--	-------------------	---------------

margarines de table, effectuées au niveau du laboratoire de physicochimie.

		A	B	C	D	Codex Alimentarius
Date de production		11/08/2013	03/01/2014	16/01/2014	27/05/2013	-
Date de péremption		10/08/2014	02/01/2015	15/01/2015	26/05/2014	-
Numéro de lot		6132004000015	6130234000607	6133566000079	6130388001611	-
Poids	g	250	500	500	250	-
Point de fusion	°C	35,5	36,2	37,3	37,6	Entre 33 et 37
pH	-	5,2	4,7	6,3	4,5	De 4 à 5,5
Teneur en eau et en matières volatiles	%	13,58	15,75	17,27	15,78	16 max
Indice d'iode	-	89,6	90,4	88,3	87,2	De 50 à 70
Indice de peroxyde	Meq O₂ / Kg CG	3,2	0,42	1,6	0,86	10 max
Teneur en sel	%	0,38	0,31	0,19	0,71	De 0,1 à 0,4
SFC %	20°C	19,3	18,3	20,3	22,4	Normes entreprise
	30°C	7,2	6,1	7,9	8,1	
	40°C	0,3	0,28	0,2	0,5	
Texture		Bonne et fondante	Bonne fondante et légère	Dure	Dure et cassante	-
Goût et odeur		Rance	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit	Caractéristique au produit	-
Couleur		Jaunâtre	Crème jaunâtre	Jaune orangé	jaunâtre	-

Résumé

Pour une fabrication d'une margarine, la législation autorise les industries Agro-alimentaires d'utiliser des huiles Hydrogénées, Interstérifiées ou Fractionnées.

Le présent travail est focalisé sur l'étude des caractéristiques physico-chimiques, et la composition en acides gras trans de quatre échantillons de margarines d'une fabrication locale. Les résultats obtenus relèvent que :

- Les caractéristiques physico-chimiques varient d'un échantillon à l'autre, mais ils restent comparables avec les données bibliographiques ;
- Le test au Rancimat a montré une forte résistance de deux margarines à l'oxydation ;
- Les résultats organoleptiques diffèrent d'une margarine à une autre en donnant à chacune sa propre caractéristique ;
- Parmi les quatre échantillons de margarine analysés. Deux échantillons présentant des teneurs en AGT élevées et qui dépassent largement le seuil (2%) de concentration limite recommandée par les instances internationales.

Mots clés : Huile hydrogénée, Huile interstérifiée, Margarine, AGT,

Abstract

For manufacture of margarine, the legislation authorizes the Agro-food industries using the Hydrogenated, Interstercified or fractionated oils.

The present work is focused to study the physico-chemical characteristics and trans fatty acids of four sample margarines a local manufacturing.

The results point out that:

- The physico-chemical characteristics vary from one sample to another, but they are comparable with historical data;
- The Rancimat test showed a high resistance to oxidation two margarines;
- Organoleptic results different from one to another in margarines by giving each its own characteristic;
- Of the four samples analyzed, The TFA content two margarines exceed the threshold (2%) concentration limit recommended by international bodies.

Keywords: Hydrogenated oil, Interesterified oil, Margarine, TFA.