

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SIENTIFIQUE**

UNIVERSITE DE MOULOD MAAMERI TIZI-OUZOU

Tasdauit lmulud at mâmmer n tizi wezzu (UMMTO)



MEMOIRE DE FIN D'ETUDE

En vue de l'obtention du diplôme de master en sciences agronomiques

Option : Transformation et conservation des produits agricoles

THEME

***Qualité de la matière grasse dans certaines margarines
commercialisées en Algérie***

Présenté par :

SBARGOUD KAHINA

TIBICHE CELIA

Proposé et dirigé par :

BENTAYEB S.

Devant le jury :

Le président : AMROUCHE T. Maitre de conférences classe A (UMMTO)

L'examineur : RAHMOUNE Med A. Maitre de conférences classe B (UMMTO)

L'encadreur : BENTAYEB S. Maitre-assistante classe B (UMMTO)

2016/2017

Remerciements

D'abord nous tenons à remercier, le bon Dieu tout puissant de nous avoir donné le courage, la patience, la santé et la faculté de pouvoir poursuivre nos études et de choisir un métier aussi noble.

*Nous exprimons notre profonde gratitude à **Mme Bentayeb Aït Lounis**, notre promotrice, qui a bien voulu nous guider et nous suivre tout de ce travail, qu'elle puisse trouver ici l'expression de notre profonde gratitude et reconnaissance.*

Nous remercions particulièrement :

***M. Amrouche T.**, Maître de Conférences à l'UMMTO, d'avoir accepté de présider le jury et d'avoir accepté d'examiner notre travail.*

***M. Rahmoune M^d Ameziane.**, Maître de conférence classe B, d'avoir consacré leur précieux temps afin de juger ce modeste travail.*

Nous adressons également nos sincères remerciements à :

***MAZI D.**, Pour son aide tout au long de notre pratique au laboratoire physico-chimique du département agronomie.*

***M. Hadjal S.**, Directeur du Service Recherche et Développement de l'entreprise Cévital.*

A tous ceux et celles, qui de loï ou de prés ont apporté leur aide et soutien trouvent ici notre reconnaissance et sympathie.

Enfin nos remerciements sont adressés plus particulièrement à nos familles et nos amis(es) qui ont su nous soutenir, nous encourager, nous aider et nous supporter tout au long des années.

****Dédicaces****

Au nom du bon DIEU tout puissant qui m'a donné le courage et la volonté pour accomplir mon travail, je dédie

à :

La mémoire de ma grand mère paternelle DJOUHAR, que dieu tout puissant l'accueille en son vaste paradis.

Ceux qui j'ai tant aimés avec beaucoup d'affection et que je suis très fière de les avoir comme parent et que tous les mots du monde ne peuvent exprimer l'amour et le respect que je leur porte ; ma mère et mon père, pour leur soutien et leur sacrifices énormes.

Mon unique frère Karim que je souhaite beaucoup de succès dans sa vie

A mes adorables sœurs : Safia, Ghania, Karima

A mes neveux : Walid, Meriem, Tassadit, mouhemed

Toute la famille SBARGOUD

A mon amie intime Mouna et toute sa famille

A tous mes amies : Fadila, nabila, hdjila, Souad, Sonia

A mon binôme avec celle que j'ai partagé des moments agréables durant ce mémoire : Celia

Tous ceux qui de près ou de loin m'ont soutenu et aidé à réaliser ce modeste travail.

KAHINA

Dédicace

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail :

*À mes chers parents : ma mère Ftma et mon père
Mohammed, pour leur aide et ceux qui m'ont toujours
encouragé.*

À mes frères : Massinissa et Kousseïla

À mes sœurs : Soraya et Diyia.

A toutes mes amies : Amina, Souad, Kahina, Sonia et Mona.

A Ma binôme Sbarvoud Kahina.

*A toute la promo de transformation et conservation des
produits agricoles (TCPA) 2016/2017.*

A toute personne qui occupe une place dans mon cœur.

Celia

SOMMAIRE

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale..... 1

Partie bibliographique

Chapitre I : Définition, types et composition des margarines

1. Origine.....	3
2. Définition de la margarine.....	3
3. Les types des margarines.....	4
4. Composition globale de la margarine.....	4
4.1 La phase grasse.....	5
4.2 La phase aqueuse.....	5
4.3 Les additifs.....	5
4.3.1 Les ingrédients liposolubles.....	5
4.3.1.1 Les émulsifiants.....	5
4.3.1.2 Les agents colorants.....	6
4.3.1.3 Les agents aromatisants.....	6
4.3.1.4 Les antioxygènes.....	6
4.3.1.5 Les vitamines liposolubles.....	7
4.3.2 Les ingrédients hydrosolubles.....	7
4.3.2.1 Le sucre et le sel.....	7
4.3.2.2 Les conservateurs.....	7
4.3.2.3 Les correcteurs de pH.....	7
4.3.2.4 L'amidon.....	7
5. Les huiles et graisses utilisées en margarinerie.....	8
5.1 Les huiles et graisse végétales.....	8
5.2 Les huiles et graisses animales.....	8
6. Caractéristiques des margarines tartinable.....	9
6.1 Les caractéristiques physico-chimiques.....	9

6.2 Les caractéristiques sensorielles.....	9
--	---

Chapitre II : La technologie de fabrication

1. Processus de fabrication de la margarine	11
1.1 Préparation de la phase grasse.....	12
1.2 Préparation de la phase aqueuse.....	12
1.3 Préparation de l'émulsion.....	12
1.4 La pasteurisation	13
1.5 Refroidissement et cristallisation	13
1.6 Malaxage	13
1.7 Emballage et conditionnement	13
2. Paramètres influençant la technologie de la margarine.....	14
2.1 La teneur en solide	14
2.2 La cristallisation	14
3. Contrôle de la qualité de la margarine.....	16
3.1 Contrôle en cours de fabrication	16
3.1.1 Contrôle de la phase aqueuse	16
3.1.2 Contrôle de la phase grasse	16
3.1.3. Contrôle des ingrédients liposolubles.....	17
3.1.4 Contrôle de la phase grasse totale	17
3.2 Contrôle de produit fini	17
3.3 Contrôle bactériologique	19
3.4 Contrôle de l'emballage	20

Chapitre III : Altération des lipides

1. Altération des lipides.....	21
1.1 Altération biologique.....	21
1.2 Altération chimique.....	21
1.2.1 Hydrolyse	21
1.2.2 Les réactions d'isomérisations	21
1.2.3 Les réactions de polymérisation et de cyclisation	21
2.4 L'oxydation des lipides	22
2.4.1 Mécanisme	22

1.2.4.2 Conséquences des réactions d'oxydation.....	25
1.2.4.3 Les facteurs influençant l'oxydation et leur contrôle.....	25
1.2.4.4 Les agents inhibiteurs d'oxydation	26

Partie Expérimentale

Chapitre IV : Matériel et Méthodes

1. Objectif de l'étude.....	27
2. Echantillonnage.....	27
2.1 La sélection des échantillons.....	27
2.2 Prélèvement des échantillons	29
2.3 Préparation des échantillons.....	29
3. Les analyses physico-chimiques	30
3.1 Détermination de la teneur en eau et en matière volatiles.....	30
3.2 Détermination de pH	30
3.3 Teneur en sel	30
3.4 Acidité.....	31
3.5 Détermination de l'indice de peroxyde	31
3.6 Détermination de taux de cendre.....	32
3.7 Détermination de taux de solide par RMN.....	33
3.8 Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat.....	33
3.9 Détermination de la teneur en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG)	35
3.9.1 Préparation des esters méthyliques d'acides gras.....	35
3.9.2 Analyses des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG)	35
4. Analyse statistique.....	36

Chapitre V : Résultats et discussion

1. Teneur en eau	37
2. Ph.....	38
3. Teneur en sel	39
4. Acidité.....	40
5. Indice de peroxyde	41

6. Taux de cendre	43
7. Taux de solide	44
8. Test d'oxydation accélérée ou Rancimat	46
9. Profil en acide gras des margarines	48
Conclusion et perspectives.....	54
Références bibliographiques	
Annexes	

Liste des tableaux :

Tableau N° 1: les huiles et graisses végétales.....	08
Tableau N° 2: Contrôle microbiologique des margarines	20
Tableau N° 3: facteurs les plus importants promouvant l'oxydation	26
Tableau N°4: Mécanisme d'inhibition de l'oxydation des lipides	26
Tableau N° 5: Représentation des échantillons de margarines.....	28
Tableau 06 : Analyse statistique de la teneur en eau des margarines	37
Tableau N°7 : Analyse statistique de pH des margarines	39
Tableau 08 : Analyse statistique de la teneur en sel des margarines	40
Tableau 09 : Analyse statistique de l'acidité des margarines	41
Tableau N° 10 : Analyse statistique de l'indice de peroxyde des échantillons étudiés	43
Tableau N°11 : Analyse statistique de taux de cendres des margarines	44
Tableau N° 12: Analyse statistique du Rancimat des échantillons étudiés	47
Tableau N° 13 : Composition en acides gras des margarines en barquettes.....	49
Tableau N°14: Rapports entre les principaux groupes d'acides gras présents dans les MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5.	51

Liste des figures :

Figure N° 1 : Classification des margarines disponibles sur le marché mondial.....	04
Figure N° 2: Principe de fabrication de la margarine	11
Figure N° 3 : Schéma général des réactions d'oxydation des lipides	23
Figure N° 4 : Représentation schématique de l'appareillage Rancimat.....	34
Figure N° 5 : Représentation schématique du bloc chauffant, du flacon réacteur et de la cellule de mesure du Rancimat.....	34
Figure N° 06 : Teneur en eau des margarines	37
Figure N° 07 : pH de la phase aqueuse de certaines margarines	38
Figure N° 08: Teneur en sel des margarines	39
Figure N° 09 : L'acidité des margarines	40
Figure N° 10 : Indice de peroxyde des margarines	41
Figure 11 : taux de cendre	43
Figure N° 12: Taux de solides des margarines.....	45
Figure N° 13: Test d'oxydation accélérée (Rancimat) des échantillons étudiés.....	47

Liste des abréviations :

AG : Acide gras.

AGI : Acide gras insaturé.

AGL : Acide gras libre.

AGMI : Acide gras monoinsaturé.

AGPI : Acide gras polyinsaturé.

AGS : Acide gras saturé.

AGT : Acide gras trans.

ANOVA: Analyse of variance.

BHA: Butylhydroxyanisol

BHT: Butylhydroxytoluène

CPG : Chromatographie en phase gazeuse.

ISO : International Organisation for Standardization.

IP : Période d'induction.

LDL : Lowdensitylipoproteins.

MB : Margarine en barquette.

MGLA :Matières grasse laitière anhydride.

NE : Normes européennes.

Ni : Nickel

PET : Polyéthylène.

PVC :Polyvénylchroline.

R· : Radicaux libres.

RH : Acide gras.

ROO· : Radical peroxy.

ROOH: Hydroperoxydes.

Sen: Sensibilisateur.

SFC : Solid Fat Content.

Introduction générale

L'équilibre alimentaire est un facteur important, assurant à l'organisme un développement optimal et l'intégrité de l'ensemble de ses fonctions en couvrant ses différents besoins quantitatifs et qualitatifs.

Les huiles et les graisses ont toujours constitué une partie importante de l'alimentation humaine, nous les consommons directement sous forme d'huile ou indirectement via de nombreux produits de l'industrie agroalimentaire.

Parmi ces produits alimentaires, la margarine : « margaron » en grec; qui est une émulsion plastique constituée essentiellement de deux phases grasses et aqueuse, 82% de sa composition est représentée par un mélange d'huiles, contient en outre 2% d'additifs hydro et liposolubles.

Au cours des dernières décennies, la composition de la margarine a changé de manière significative afin d'accroître sa salubrité ; notamment en ce qui concerne les maladies cardiovasculaires. L'hydrogénation des huiles végétales a par conséquent été fortement déconseillée car elle conduit à la production d'acides gras insaturés *trans* qui augmentent les niveaux de LDL, diminuent les niveaux de HDL et augmentent le risque de maladie coronarienne. L'utilisation d'huiles végétales tropicales, y compris l'huile de palme, de palmiste et de coprah, qui sont riches en acides gras saturés, réduit progressivement l'hydrogénation dans la production de margarine. Ceci ne diminue pas pour autant le risque sanitaire. En effet, les études épidémiologiques ont montré qu'une consommation excessive d'AGS favorise également le risque de maladies cardiovasculaires (MCV). Les AGS, en particulier les acides C12 :0, C14 :0 et C16 :0, augmentent la concentration plasmatique de cholestérol, dont le LDL-cholestérol considéré comme facteur majeur du risque (ASTROG et *al.*, 2011).

Du point de vue microbiologique, la margarine peut être considérée comme un produit sain, mais elle peut subir différentes détériorations tels que l'isomérisation, la polymérisation et la plus importante est l'oxydation, qui se traduit par une perte de sa valeur nutritionnelle et par la détérioration des qualités sensorielles et aussi sa qualité sanitaire. C'est ce que l'on appelle communément le rancissement des lipides. Cela diminue sa durée de conservation et provoque son rejet par le consommateur.

Notre étude s'inscrit dans une optique de caractérisation de certaines margarines de table commercialisée en Algérie. Elle est structurée de la manière suivante ; une étude bibliographique qui synthétise définition, types et composition des margarines, le processus de fabrication et l'altération des lipides et une étude expérimentale évaluant la qualité de la matière grasse par des analyses physico-chimiques effectuée et une présentation des principaux résultats obtenus et leurs discussion et enfin une conclusion.

1. Origine :

Si les margarines sont actuellement fabriquées à partir d'huiles végétales, à l'origine elles étaient réalisées à partir d'une émulsion de graisse de bœuf et de lait.

Le brevet de fabrication de ce substitut de beurre a été déposé 1872 par Hippolyte Mège-Mouries, à la suite d'un concours lancé par Napoléon III pour la recherche d'un corps gras semblable au beurre. Dès 1875, des lipides végétaux (surtout de la noix de coco) étaient inclus dans la préparation, mais ceux-ci furent remplacés par l'huile de baleine hydrogénée vers 1911, suite à la découverte de l'hydrogénation des acides gras en 1901 par W.N.Ormann. Ce processus consiste essentiellement à faire réagir les huiles avec de l'hydrogène en présence de catalyseurs (nickel, palladium) dans des conditions physiques strictement contrôlées. Il en résulte une transformation des acides gras par disparition des doubles liaisons, ce qui contribue à élever le point de fusion du produit et donc à le durcir.

Vers 1950, l'huile de baleine fut remplacée par des huiles de poisson et plus tard par des huiles végétales devenues plus disponibles et moins onéreuses.

Ces dernières sont ainsi transformées en corps gras saturés, plus pâteux, mais malheureusement, elles peuvent contenir aussi des acides gras trans. Cependant, les procédés de fabrication ont été progressivement améliorés de manière à assurer aux consommateurs une absorption minimum de ces acides gras trans, composés accusés d'être source de plusieurs pathologies. Ceux-ci ont, en général, une concentration inférieure à 2g pour 100g de produit final (LERAY, 2013).

2. Définition des margarines :

La dénomination « margarine » est réservée au produit obtenu par mélange de matière grasse et d'eau et/ou de lait ou ses dérivés se présentant sous forme d'émulsion renfermant au moins 82 gramme de matière grasse pour 100 gramme de produit fini dont au plus 10% d'origine laitière.

La dénomination « margarines allégées » est réservée au produit présentant une teneur en matière grasse au moins égale à 41 grammes et au plus égale à 65 grammes pour 100 grammes de produit fini dont au plus 10% d'origine laitière (FREDOT, 2012).

3. Les types de margarines

Suivant la composition de la matière grasse (choix du mélange de corps gras, caractère hydrogéné, fractionné, ou interestérifié de tout ou d'une partie des matières premières), il est possible de formuler une large gamme de margarines à usages spécifiques (par exemple margarine frigotartinable, margarine pour pâtisserie...) (Figure 1) (PAGÉS-XATART-PARÉS, 2008).

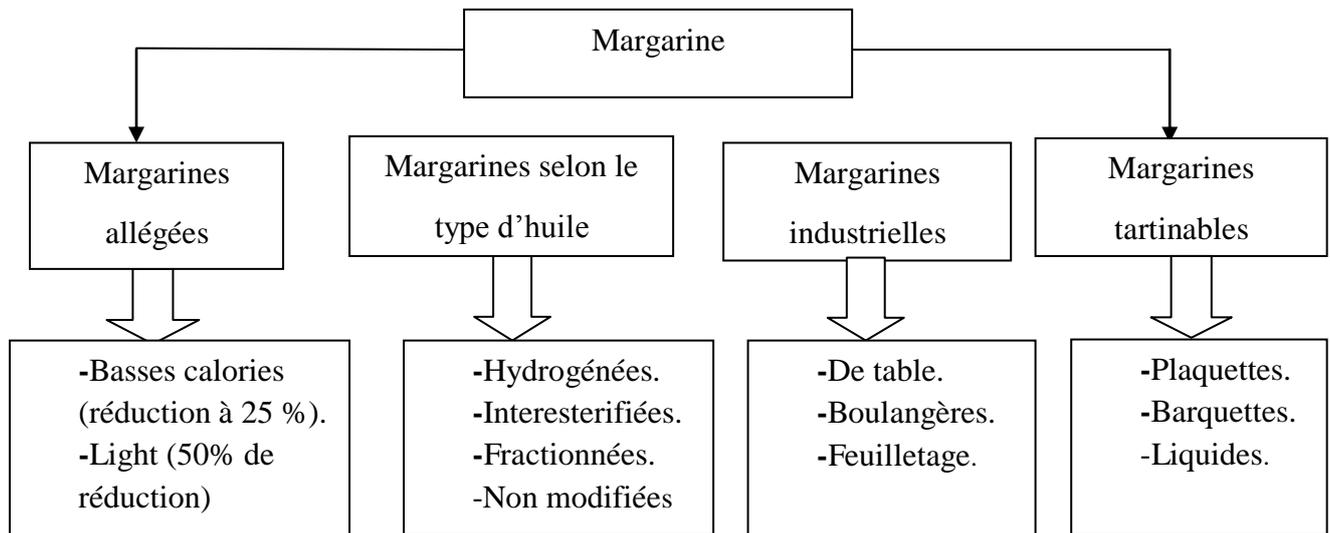


Figure 1 : Classification des margarines disponibles sur le marché mondial

(O'BRIEN, 2004)

4. Composition globale de la margarine :

Selon Karleskind (1992), toutes les margarines ont en général une composition globale identique :

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

4.1 Phase grasse (continue)

Cette phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, 82 à 84 % dans les margarines traditionnelles qui doivent présenter une teneur maximale en eau de 16 % et seulement 60 % dans les nouvelles margarines dites « allégées ». Elle peut être constituée d'un mélange de corps gras alimentaires en proportions variables :

- huiles végétales fluides : arachide, colza, coton, soja, tournesol ;
- graisses végétales concrètes : coco, palme, palmiste ;
- graisses animales : suif, saindoux.

Ces corps gras sont utilisés tels quels ou modifiés (hydrogénation des huiles, interestérisation et fractionnement des graisses) (FRANCOIS, 1974).

4.2 Phase aqueuse (dispersée)

Elle représente environ 16 à 18% de la composition globale de la margarine. Elle est constituée soit d'eau soit de lait, soit d'un mélange eau/lait. Elle est la plus sensible des constituants de la margarine, à des contaminations microbiennes, et nécessite donc une pasteurisation préalable (KARLESKIND, 1992).

4.3 Additifs

Parmi les nombreux additifs généralement autorisés dans les denrées alimentaires (plus de 110), ou parmi ceux qui sont autorisés sous condition ou dans certaines denrées spécifiées, la pratique industrielle, en général et en particulier pour ce qui concerne les margarines, tend à en limiter le nombre en fonction des exigences de qualité, de fonctionnalité et de coût en tenant compte des attentes des consommateurs (MORIN et PAGÉS, 2002).

4.3.1 Ingrédient liposolubles**4.3.1.1 Les émulsifiants**

Ils vont permettre une bonne dispersion de la phase aqueuse, améliorant à la fois les performances et la stabilité bactériologique du produit, on trouve :

➤ **Mono et diglycérides d'acides gras E471**

Ils constituent la principale catégorie d'agents émulsifiants à usage alimentaire. Dans la fabrication des margarines, sont utilisés des monoglycérides d'acide gras saturés ou insaturés à raison de 0,05-0,2% (MULTON, 2002).

➤ **Lécithine de soja E 322**

La lécithine de soja est un phosphoaminolipide d'aspect visqueux, de couleur brune. C'est un agent anti-éclaboussant et stabilisateur d'émulsion, ajoutée à raison de 0,5%. Elle est surtout employée dans les margarines comme agent antiprojection pour les utilisations culinaires en cuisson à la poêle (friture plate) (MORIN et PAGÉS, 2002).

4.3.1.2 Agent colorants

Jusqu'à la modification de la réglementation de décembre 1988, aucune substance naturelle ou synthétique ne pouvait être ajoutée dans les margarines en France. Cependant, la couleur de ces dernières leur est apportée par l'emploi des huiles fortement pigmentées et riches en β -carotène, comme l'huile de palme. Alors que dans certains pays, le β -carotène pur, de synthèse ou d'extraction est le colorant le plus couramment employé, à raison de 25 mg/kg de margarines (FRANCOIS, 1974 ; CODEX STAN, 1999).

4.3.1.3 Les agents aromatisants

Leur emploi est interdit, à l'exception du diacétyle. Ce dernier, obtenu par fermentation ou par synthèse ; s'emploie à doses très faibles, de l'ordre de 0.1mg pour 100g (FRANCOIS, 1974).

4.3.1.4 Les anti-oxygènes

Pour faire face au phénomène d'oxydation, et pour une meilleure conservation de la margarine, sont ajoutés au produit : des tocophérols (E307_{a, b, c}) à raison de 500mg/kg de produit, de l'hydroxy anisol butyle E320 et/ou le l'hydroxy toluène butyle (BHA et BHT combinés à raison de 200 mg/kg max) (CODEX STAN, 1995).

4.3.1.5 Vitamines liposolubles

L'ajout de vitamines permet de rehausser les propriétés diététiques de la margarine. A cette fin on utilise surtout les vitamines liposolubles telles que la vitamine A incorporée dans une proportion de 25 Unité internationales (U.I) par gramme de produit fini et la vitamine D₂ à raison de 1UI par gramme de produit fini.

La teneur des huiles végétales en vitamine E est en général suffisante (KONE, 2001).

4.3.2 Ingrédients hydrosolubles

Ce sont les ingrédients véhiculés par l'eau (sel, conservateurs, correcteurs du pH et antioxydants).

4.3.2.1 Le sucre et le sel

Ils sont employés pour donner à la margarine son goût propre. Ils interviennent, l'un comme l'autre, dans le « profil » de flaveur. Le sucre sert à donner l'aspect « doré » au met rôti ou cuit, très apprécié. Les quantités employées sont de l'ordre de 0.2 à 0.3 % pour le sucre et de 0,2 à 2 % pour le sel. Etant, tous deux, des produits alimentaires, leur incorporation ne pose pas de problème sur le plan légal (DELAMARRE, 1999).

4.3.2.2 Les conservateurs

L'acide sorbique et ses sels (E200 à 203) sont utilisés pour prolonger la durée de vie des margarines, et empêcher leur dégradation à raison de 2000 mg/kg (CODI NORM, 2016).

4.3.2.3 Les correcteurs de pH

L'acide citrique (E330) et l'acide tartrique (E334) sont employés comme des régulateurs d'acidité, des anti-oxygènes, {et aussi comme agent de rétention de couleur (acide citrique) et exaltateur d'arôme (acide tartrique)} (CODEX STAN, 1995).

4.3.2.4 L'amidon

C'est un produit fin de couleur blanche soluble dans l'eau. Son addition est obligatoire et imposée par la loi (contre les fraudes), utilisée comme révélateur (indice d'identification) de la margarine du beurre à un taux de 0,04 % (GRAILLE, 2003).

5. Les huiles et graisses utilisées en margarinerie

5.1 Les huiles et graisses végétales

Le tableau 1 montre les principales huiles et graisses végétales utilisées, leurs pourcentages en acide gras saturés et insaturés, et leurs points de fusion.

Tableau n° 1 : les huiles et graisses végétales (LECERF, 2011 ; MORIN et PAGÉS-XATART-PARÉS, 2012)

Pourcentages Huiles	Acides gras saturés	Acides gras insaturés	Point de fusion
Palme	45.8-65.5% (41.1-- 59.3% acide palmitique)	32—64.9% (27.6— 53.3% oléique)	35—42°C
Coprah (coco)	76.1—98% (44.1— 51.5% d'acide laurique)	6—11.2% (5—8.2% d'acide oléique)	23—25°C
Arachide	9.4—19.2% (8.2— 11.7% d'acide palmitique)	75.8—90.8% (57— 70.8% d'acide oléique)	2°C—13°C
Palmiste	74.6 – 97.2 % (45 - 52% d'acide laurique)	13.1-22.5% (11.1- 17.1% d'acide oléique)	23—30°C
Colza	6-8% (4-5% d'acide palmitique)	83-97% (55-62% d'acide oléique)	<2°C
Tournesol	10-16% (5-8% d'acide palmitique)	77-96% (62-70% d'acide linoléique)	-15°C
Soja	11-21% (8-13% d'acide palmitique)	71-99% (54-72% d'acide linoléique)	-15°C

5.2 Les huiles et graisses animales

Elles peuvent être d'origine maritime (mammifères marins et poissons), ou d'origine terrestre : graisse de mouton, suif, saindoux...

6. Caractéristiques des margarines tartinable**6.1 Les caractéristiques physico-chimiques :****➤ La tartinabilité :**

C'est probablement l'attribut le plus important pour les margarines de table. Pour le consommateur, la tartinabilité est la facilité avec laquelle la margarine peut être appliquée sur une couche mince et uniforme de pain (MISKANDAR *et al.*, 2005).

➤ La texture et la consistance :

La consistance est la mesure de la douceur, de la régularité et de l'état plastique de la margarine. Elle peut se qualifier de très douce, douce, moyennement douce, ferme, dure et fragile. La texture est une mesure de la structure. Elle varie de lisse à farineuse, granulaire et grumeleuse. L'uniformité et la texture de la margarine dépendent principalement du processus et des huiles utilisées dans sa fabrication.

➤ La séparation de la phase huileuse :

La séparation de la phase huileuse se produit quand la matrice cristalline est incapable de renfermer l'huile liquide. Ceci se produit en raison de la transformation des cristaux en forme β . Ceux-ci ne cessent de se développer et grandissent jusqu'à ce que le réseau ne puisse plus maintenir sa structure qui lui permet d'emprisonner l'huile liquide. Celle-ci s'exsude alors du produit.

➤ La texture sableuse :

β' c'est la forme polymorphique désirée et recherchée dans les margarines et shortenings, car les cristaux de cette forme sont très petits et donc peuvent incorporer un large volume d'huile liquide dans le réseau cristallin ; donnant un produit lisse, continu et homogène, de surface et d'aspect brillant, contrairement à β ; qui produit un aspect mat. β' fournit une bonne texture à la margarine et aide à emprisonner et à maintenir l'air pendant la fouettée (MISKANDAR *et al.*, 2005).

6.2 Les caractéristiques sensorielles :

Sur le plan sensoriel, les matières grasses contribuent à l'apparence, la texture, l'odeur, l'arôme et la saveur et aux sensations perçues en bouche. Elles possèdent leur goût propre spécifique et/ou servent de solvant et de vecteur pour les arômes dont elles régulent la rétention et la libération. En fondant, elles participent à la sensation de fraîcheur occasionnée

par la fusion de la matière grasse en bouche. En s'étalant sur la langue, elles agissent comme lubrifiant. Elles produisent de l'onctuosité et diminuent l'âpreté(SOULIAC et *al.*, 2010).

1. Processus de fabrication de la margarine :

Le principe de fabrication des margarines repose sur l'émulsion eau dans l'huile. C'est le même schéma qui s'applique à toutes les margarines (figure 2). La phase lipidique (ou la phase grasse constituée essentiellement d'huile végétale) représente la phase continue dans laquelle est incluse la phase dispersée (ou la phase aqueuse qui comporte les additifs et ingrédients hydrosolubles) : l'eau ou lait.

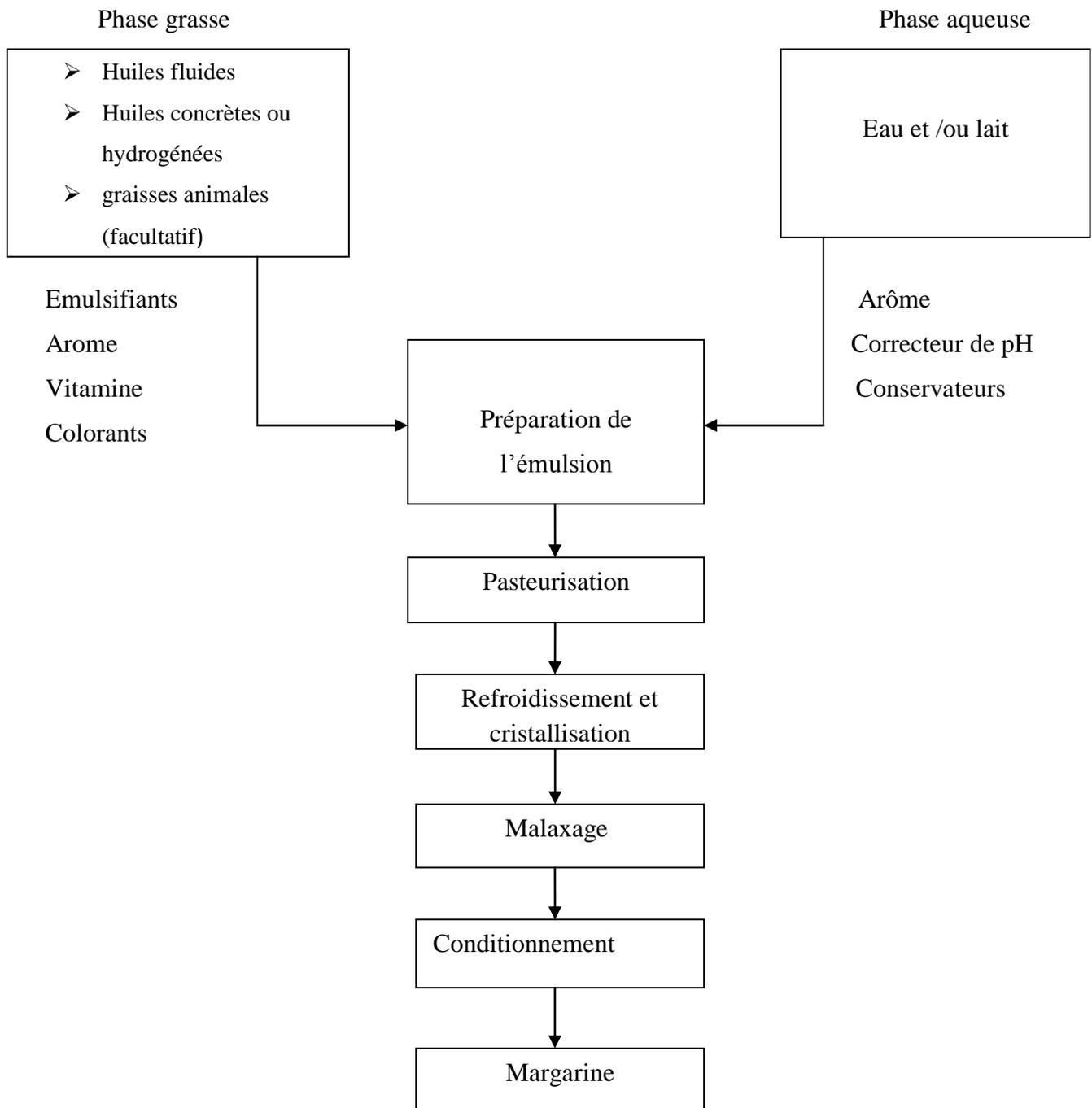


Figure N° 2: Principe de fabrication de la margarine (KONE, 2001 et FREDOT, 2007).

Le procédé de fabrication des margarines repose sur plusieurs étapes.

1.1 Préparation de la phase grasse :

La phase grasse est constituée de corps gras dont les proportions sont définies selon la recette ainsi que des auxiliaires de fabrication, solubles dans les huiles végétales tels que l'émulsifiant, les vitamines, les arômes, le colorant. La préparation dite de la phase grasse consiste à dissoudre les additifs dans le mélange de corps gras raffiné et chauffé à environ 60°C. Le liquide ainsi obtenu constitue la phase grasse complète (KONE, 2001).

1.2 Préparation de la phase aqueuse :

Pour les margarines dites à eau (ne contenant pas de lait), la phase aqueuse est constituée d'eau et d'additifs qui y sont solubles tels que : les arômes, les conservateurs, les correcteurs de pH...etc.

La solution de sel doit être préparée séparément dans une portion de la quantité d'eau nécessaire à la fabrication (KONE, 2001).

1.3 Préparation de l'émulsion :

L'émulsion est la dispersion d'un liquide en gouttelettes souvent microscopiques dans un autre liquide avec lequel il n'est pas miscible

La formation de l'émulsion se fait en 2 étapes. Pendant la première étape de préémulsion, la phase grasse complète, chauffée à environ 50 à 60°C, et la phase aqueuse (sans la solution de sel) sont additionnées et remuées continuellement pendant 3 à 4 minutes. Pour la formation de l'émulsion fine à la seconde étape, il faut recourir à une agitation vigoureuse, réduisant la taille des gouttelettes de l'émulsion (KONE, 2001).

La qualité de l'émulsion ainsi que sa stabilité sont déterminées par le débit des pompes doseuses, la qualité et la quantité des émulsifiants (mono et diglycérides d'acide gras, lécithine...) ainsi que la vitesse d'agitation. A ce stade, la stabilité de l'émulsion est incomplète, elle fait appel à une cristallisation. Néanmoins, une autre étape intermédiaire est obligatoire, c'est la pasteurisation (BENOIT, 2003).

1.4 La pasteurisation :

Elle se fait par chauffage à 85°C pendant 3 à 4 secondes sous une pression de vapeur de 5 bars, puis un refroidissement de 40°C à 38°C par circulation d'une eau recyclée à 30°C maximum afin d'éviter un choc thermique.

1.5 Refroidissement et cristallisation :

Une fois l'émulsion faite, il faut la maintenir de façon durable et compléter ainsi l'action des émulsifiants. Pour cela, le mélange est refroidi (à l'azote liquide souvent par échange de chaleur).

Le refroidissement à très basse température (-10 à -20°C) permet la cristallisation de la phase.

La formation de cristaux entraîne un meilleur maintien de la structure de la margarine (KONE, 2001 et COSSUT *et al.*, 2002).

Lors du procédé de refroidissement, la vitesse de refroidissement conduira à des cristallisations différentes des acides gras sous différentes formes cristallines.

Les formes α et β sont privilégiées pour leurs propriétés plastiques notamment en boulangerie- pâtisserie.

1.6 Malaxage :

L'émulsion cristallisée est acheminée par la trémie jusqu'au malaxeur. Le produit est travaillé par un certain nombre de couteaux rotatifs et selon le nombre de ces dernières, l'intensité de travail va varier.

Cet appareil va désaérer et malaxer le mélange en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité (KARLESKIND, 1992 et HIMED et BARKAT, 2014).

1.7 Emballage et conditionnement :

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée, grâce à des pompes hautes pression, puis conditionnée.

Il existe deux types de conditionnements pour la margarine :

- En barquette PVC.
- En papiers aluminium.

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

Les qualités demandées à l'emballage sont :

- L'imperméabilité aux agents extérieurs (air, humidité, odeur...).
- Une hygiène parfaite.
- Une résistance mécanique élevée.
- Un niveau très faible dans les teneurs en métaux et en composés dangereux.
- Une grande facilité de décoration (qualité très souvent réclamée par les services de marketing) (KARLESKIND, 1992 et COSSUT et *al.*, 2002).

2. Paramètres influençant la technologie de la margarine :

2.1 La teneur en solide :

La teneur en solide est une mesure de la quantité de graisse à l'état solide dans une graisse à une certaine température. Elle est déterminée par RMN. Les spécifications industrielles utilisent l'indice de teneur en solide. Celui-ci est déterminé par les changements de volume qui se passent suite à la fusion ou la cristallisation. Quant à la teneur en graisse solide, elle reflète la proportion des fractions liquide et solide dans une graisse.

La teneur en graisse solide constitue une caractéristique physique importante influençant beaucoup de propriétés technologiques et sensorielles des corps gras. A une température donnée, elle est directement liée à la mollesse ou à la dureté de la graisse. Une fois la graisse incorporée dans un aliment, cette dernière influence la consistance (la dureté, la rigidité) de l'aliment (PRIOR, 2003).

2.2 La cristallisation :

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

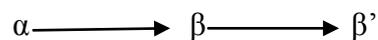
La cristallisation est caractérisée par un phénomène primordial qui va jouer un rôle au cours du processus de fabrication qui est le polymorphisme.

➤ **Le polymorphisme :**

On parle de polymorphisme lorsqu'un même ensemble de molécules est capable de s'organiser de différentes manières en modifiant les conditions opératoires au cours de la cristallisation.

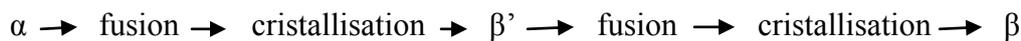
L'agencement des chaînes aliphatiques des triacylglycérols est caractérisé d'une part par une organisation transversale des chaînes d'acides gras qui se fait dans des sous-cellules cristallines. Les trois sous-cellules principalement rencontrées sont notées α , β et β' et d'autre part par une organisation longitudinale qui résulte de l'arrangement des molécules sous formes de strates qui sont généralement de type 2L et 3L (JEANTET et *al.*, 2006).

Les glycérides présentent trois formes de cristallisation qui ont des points de fusion différents :



La forme α est celle qui présente le point de fusion le plus bas. La forme β présente le point de fusion le plus élevé et c'est la plus stable, mais aussi la plus difficile à atteindre. Dans la margarine, la transition est longue et très souvent la matière grasse demeure sous la forme β' .

En général, les transitions procèdent par voie liquide selon :



Dans le système de cristallisation des margarines, c'est-à-dire avec un refroidissement rapide, la forme α est obtenue en premier lieu. Instable, elle se transforme rapidement en forme β' , en dégageant de la chaleur de transition.

La consistance de la margarine englobe un certain nombre de propriétés telles que la capacité à l'étalement, l'élasticité, l'exsudation huileuse, la perception à la dégustation (fondant, fraîcheur...). Ces propriétés sont en relation avec :

- La quantité de cristaux ;
- le point de fusion de ces cristaux ;
- la forme et la dimension de ceux-ci.

.Les additifs tels que la lécithine et / ou les monoglycérides ne présentent pas d'influence significative sur la cristallisation. L'eau a un effet accélérateur sur la vitesse et la facilité de cristallisation, les gouttelettes paraissant jouer le rôle de cristallisation (PLATON, 2003).

3. Contrôle de la qualité de la margarine :

Les analyses de contrôle de la qualité s'effectuent tout au long du processus de fabrication de la margarine ; elles portent sur les produits en cours de fabrication et sur les produits finis.

3.1 Contrôle en cours de fabrication :

En premier lieu, il est essentiel de contrôler les deux phases qui constituent l'émulsion : phase grasse et phase aqueuse ainsi que les différents additifs et auxiliaires de fabrication (KARLESKIND, 1992).

3.1.1 Contrôle de la phase aqueuse :

Il est évident qu'avant toute chose, il est nécessaire de contrôler la qualité de l'eau qui doit, non seulement être potable, neutre de goût et d'odorat, mais également bactériologiquement saine.

Si le traitement consiste en une exposition aux UV après filtration sur charbon, on effectue un contrôle bactériologique. Si le traitement consiste en une chloration suivie d'une filtration sur charbon, il est nécessaire de vérifier si le chlore a été bien éliminé (KARLESKIND, 1992).

L'eau ne doit pas contenir des sels de fer ou de manganèse, agents favorisant l'oxydation. Le pH devrait être aux environs de 6 (KONE, 2001).

Le sel et le sucre ne doivent contenir que des traces de Fer et de Cuivre (KARLESKIND, 1992).

3.1.2 Contrôle de la phase grasse :

Une fois le mélange d'huiles et de graisses réalisé, il est obligatoire de vérifier s'il est conforme au cahier des charges et si les valeurs trouvées se situent dans les intervalles des données introduites dans le programme de contrôle. Ce contrôle porte donc sur la phase grasse avant et après désodorisation (KARLESKIND, 1992).

Avant désodorisation, on détermine :

- La courbe de % de solide ;
- la composition de la phase grasse en acides gras par chromatographie en phase gazeuse.

Après désodorisation, on détermine :

- La couleur du mélange, exprimé en grammes par tonne de β carotène ;
- l'indice de peroxyde ;
- les traces de catalyseur, plus particulièrement Ni ;
- la qualité organoleptique.

3.1.3 Contrôle des ingrédients liposolubles :

En règle générale il n'est pas nécessaire d'établir un contrôle trop strict et trop lourd. Il est préférable de spécifier les normes de chaque lot livré et que ces valeurs soient contrôlées par un échantillonnage suivant les règles statistiques (KARLESKIND, 1992).

➤ Les monooglycérides :

Le contrôle de la teneur en monoglycéride s'effectue par chromatographie sur couche mince ou sur colonne (KARLESKIND, 1992).

➤ La lécithine :

La lécithine est un produit obtenu à partir d'huiles brutes et peut contenir des moisissures, levures et bactéries. Partant de ce principe, il est essentiel que le contrôle porte sur le plan bactériologique.

Afin de connaître la qualité de la lécithine, on détermine la teneur en insolubles dans l'acétone (lécithine vraie) et en insoluble dans le benzène (impuretés) (KARLESKIND, 1992).

3.1.4 Contrôle de la phase grasse totale :

Il est nécessaire de vérifier le taux d'humidité qui doit être inférieur à 0,10%, l'indice de peroxyde ainsi que la coloration. De temps en temps, il est bien de vérifier si les taux d'addition de lécithine sont bien respectés (KARLESKIND, 1992).

3.2 Contrôle du produit fini :

Plusieurs techniques sont utilisées, mais la plus courante reste la chromatographie en phase gazeuse (COSSUT et *al.*, 2002).

➤ **Dosage de la teneur en eau :**

On la détermine par perte de poids du produit, après chauffage, à une température donnée, durant un temps défini. Ce moyen de contrôle est discontinu (KARLESKIND, 1992).

➤ **Dosage du sel :**

La teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture :

0,1 à 0,3% pour les margarines en pots (tartinable).

0,4 à 0,8 % pour les margarines enveloppées (cuisine).

0,8 à 2,0 % pour celles utilisées en pâtisserie.

Le dosage se fait par argentimétrie sur la phase aqueuse séparée par chauffage et centrifugation (ou décantation) du produit fini. Il peut être effectué en continu sur la phase aqueuse (KARLESKIND, 1992).

➤ **Mesure de pH :**

On le mesure en continu sur la phase aqueuse. Sur le pain, il faut évidemment réaliser la rupture de l'émulsion, laquelle est plus ou moins facile, suivant la qualité d'émulsifiant utilisée (KARLESKIND, 1992).

➤ **Mesure de la dureté :**

La dureté exprimée en g/cm^2 , mesurée à l'aide d'un pénétromètre à cône ou à aiguille, est une valeur importante à mesurer, tout particulièrement, dans le cas des margarines destinées à la pâtisserie, la biscuiterie et la boulangerie. On mesure souvent la dureté à la sortie de l'appareillage, puis après 48 heures et 5 jours. Elle évolue peu en général ; si l'on observe une évolution significative après ce laps de temps, c'est que l'on est sûrement en présence de modification sensible de texture (KARLESKIND, 1992).

➤ **Contrôle du poids des pains :**

C'est un contrôle, aujourd'hui très automatisé avec l'utilisation de balances performantes, mesurant l'ensemble des points de contrôle, effectué sur les lignes, calculant les moyennes, écarts-types des populations ainsi enregistrées et donnant les moyens de correction des dérivés par rapport à la moyenne (KARLESKIND, 1992).

➤ **Dosage de l'air et des gaz occlus :**

La présence d'air au-dessus de 0,5 % en volume tend à modifier la texture de la margarine. Elles deviennent, soit cassantes, soit schisteuses (structure en failles comme le schiste), ceci est évidemment un inconvénient, surtout dans le cas de l'utilisation en pâtisserie.

Pour la détermination en volume, on introduit un poids de margarine donné, dans un tube gradué rempli d'alcool, lui-même retourné sur une cuve à alcool, la margarine en fondant libère le gaz occlus qui s'accumulent au sommet du tube gradué, où l'on lit le volume en % (KARLESKIND, 1992).

➤ **Autres mesures de qualité :**

Il existe d'autres points de contrôle de la qualité, plus ou moins utilisés, suivant les usines, nous citerons :

- le contrôle de la couleur ;
- le contrôle des éclaboussures ;
- la mesure de la dispersion de la phase aqueuse (KARLESKIND, 1992).

➤ **Qualité organoleptique :**

La margarine est un produit alimentaire utilisé dans la préparation et la cuisson des aliments et également utilisée cru comme le beurre, c'est pourquoi l'analyse sensorielle de celui-ci est nécessaire (KARLESKIND, 1992).

Un contrôle organoleptique est effectué sur la margarine :

- Soit discriminatif, avec des épreuves triangulaires, de classements.
- Soit descriptif, avec un profil sensoriel.

La plupart du temps, un profil sensoriel est établi et un jury d'experts évalue le produit selon les critères de celui-ci : couleur, texture (présence d'air), odeur... etc. (COSSUT, 2002).

3.3 Contrôle bactériologique :

La margarine peut être considérée, comme un produit sain au plan bactériologique car toutes les matières premières sont pures et peu sensibles aux attaques bactériennes, mais malgré tous

les soins apportés à la qualité de ses matières premières et sa fabrication, la margarine, comme tous les produits alimentaires, n'est pas à l'abri des multiples germes existant dans la nature.

La phase grasse, pratiquement anhydre, après le traitement de raffinage ne contiennent pas des bactéries, par contre la phase aqueuse est beaucoup plus fragile car l'eau qui en est la base renferme des éléments nutritifs pour les microorganismes, elle doit être contrôlée et exempte de coliformes (KARLESKIND, 1992).

Afin d'être un produit de grande qualité, la margarine doit respecter certaines normes bactériologique et le tableau 2, montre les germes testés et le nombre de microorganisme/g de produit (KARLESKIND, 1992).

Tableau N° 2 : Contrôle microbiologique des margarines (KARLESKIND, 1992).

Germe testé	Nombre de microorganisme/g de produit
Aérobies	< 100
Coliformes	< 1
E. coli	< 1
Levures	< 100
Moisissures	< 1
Pseudomonas	< 1
Lipolytiques	< 5

3.4 Contrôle de l'emballage :

Le contrôle qualité ne serait pas complet si l'on ne parlait pas des papiers d'enveloppement, des pots en matériaux plastiques, des cartons et des divers autres moyens d'emballage qui doivent tous comporter des cahiers des charges que les fabricants s'engagent à respecter.

Au niveau des papiers d'enveloppement, on déterminera les caractéristiques principales : grammage, résistance mécanique, humidité, imperméabilité à la vapeur d'eau et à l'oxygène.

Au plan du contrôle des pots en matériaux plastiques, ils doivent :

- Protéger le produit efficacement ;
- ne pas transmettre le goût au contenu ;
- avoir un aspect agréable
- facilité d'ouverture et fermeture.

L'emballage doit contenir la définition du produit, sa composition, son poids et la date limite de consommation (KARLESKIND, 1992).

Altération des lipides :**1. Altération biologique :**

Les germes lipolytiques peuvent parfois participer aux réactions d'hydrolyse et d'oxydation. Le contrôle microbiologique des produits est rarement appliqué (GUIRAUD, 2003).

2. Altération chimique :**2.1 Hydrolyse :**

L'hydrolyse est la coupure des liaisons esters obtenue soit par voie chimique ou enzymatique. Elle se développe surtout sous l'action de la chaleur et de l'humidité. Les lipides en tant qu'esters d'acide gras peuvent être hydrolysés en AGL, diacylglycérol et monoacylglycérole par fixation d'une, deux ou trois molécules d'eau (PRIOR, 2003).

2.2 Les réactions d'isomérisation :

A des températures élevées (au-dessus de 200°C), les doubles liaisons des acides gras peuvent s'isomériser en formant le plus souvent des systèmes conjugués. Les doubles liaisons qui ont migré prennent alors la configuration trans, thermodynamiquement plus stable que la forme cis initiale. De telles réactions sont très communes lors des étapes de désodorisation des huiles au cours de raffinage. Aujourd'hui la désodorisation est en général effectuée à des températures plus basses de manière à ce que le taux d'acide gras trans soit inférieur à 1% (POKORNY, 2003).

2.3 Les réactions de polymérisation et de cyclisation :

La polymérisation est rapide et peut commencer dès 160°C, la perte de proton par les acides polyinsaturés conduit à des radicaux libres qui peuvent se dimériser. Les dimères cycliques sont dangereux pour la santé humaine. L'huile très insaturée se polymérise très facilement. La polymérisation est un critère pertinent pour suivre la détérioration des huiles de friture et peut être inhibé par des antioxygènes, notamment les tocophérols (POKORNY, 2003).

2.4 Oxydation des lipides :**2.4 .1 Mécanismes :**

Ces mécanismes sont l'auto-oxydation, la photo-oxydation et l'oxydation enzymatique. Dans les aliments, l'auto-oxydation est le phénomène le plus important, suivi par la photo-oxydation. L'oxydation enzymatique est de façon générale, moins importante, bien que ce mécanisme puisse être critique dans des circonstances particulières. La compréhension des mécanismes d'oxydation aide à imaginer des stratégies pour les combattre (PRIOR, 2003).

➤ Auto-oxydation :

Les acides gras insaturés, libres ou combinés sous forme de triglycérides ou de phospholipides réagissent avec l'oxygène pour former, dans un premier temps, des hydroperoxydes, qui génèrent par dégradation des molécules telles qu'hydrocarbures, aldéhydes, acides et cétones (Figure 2), (PRIOR, 2003).

Réaction d'oxydation des lipides

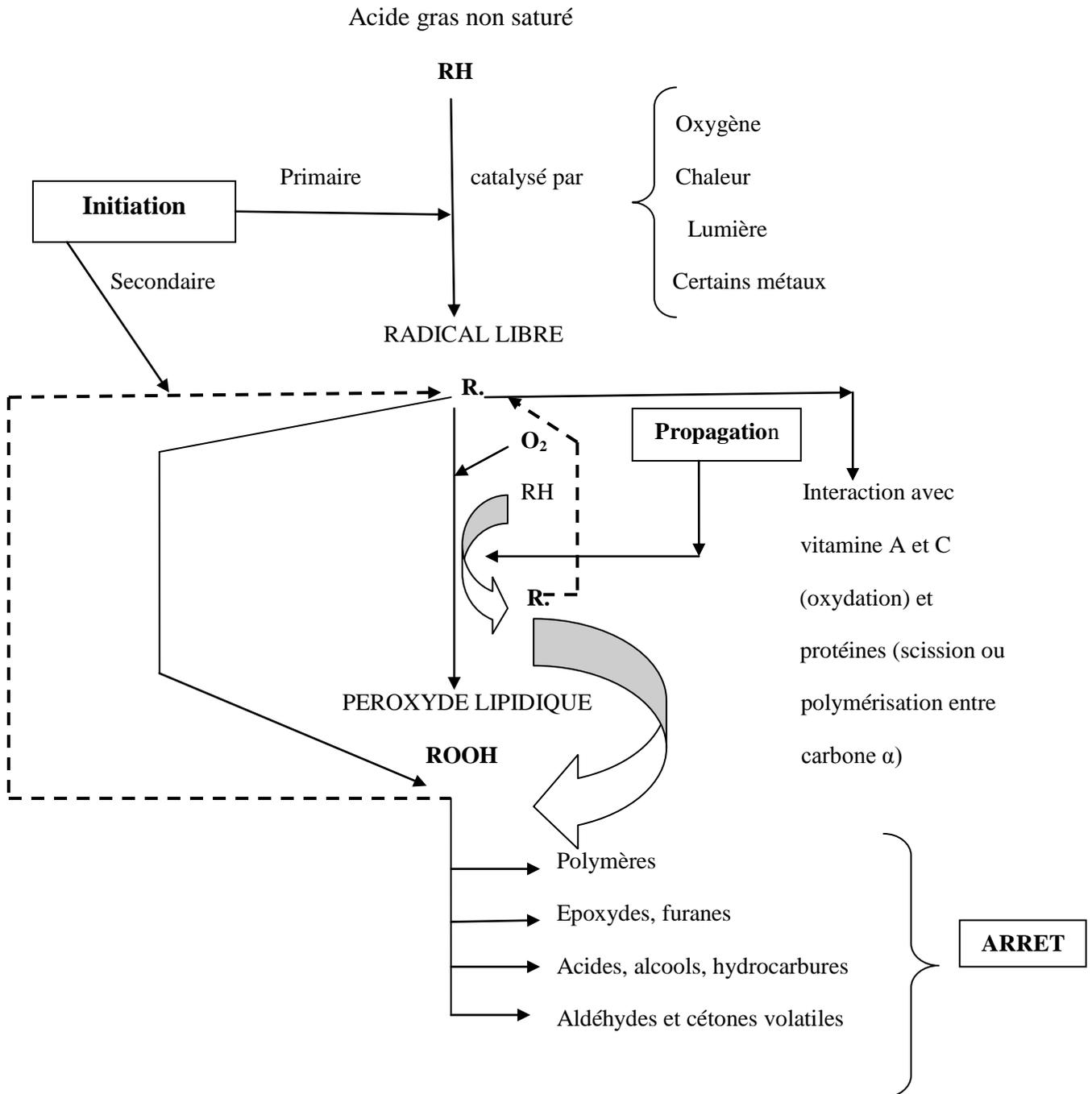


Figure N° 3 : Schéma général des réactions d'oxydation des lipides

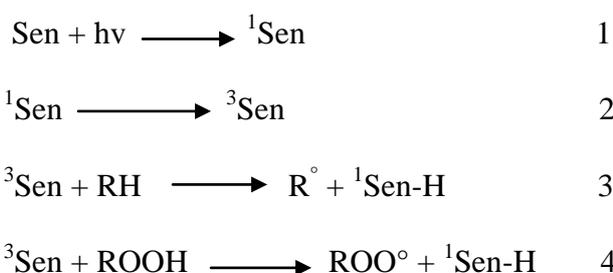
(CHAFTEL et CHAFTEL, 1977).

➤ **Photo-oxydation :**

La photo-oxydation des acides gras insaturés est basée sur le fait que l'oxygène peut se trouver dans un état singulet par suite d'une photo-excitation. La photo-oxydation s'effectue suivant deux mécanismes : type I et type II.

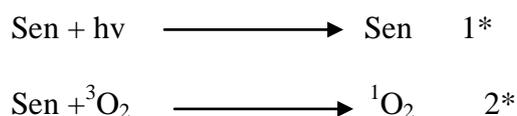
Dans le type I, l'énergie de la lumière est absorbée par un photosensibilisateur, ce qui l'élève à l'état singulet (1).

La réaction:



Ensuite, un croisement intersystématique forme l'état triplé(2). Le sensibilisateur excité réagit directement avec une autre molécule en capturant un atome d'hydrogène (3) et (4). Ce mécanisme donne des radicaux libres qui peuvent initier l'auto-oxydation.

La photo-oxydation de type II implique aussi des photosensibilisateurs :



Après avoir absorbée l'énergie de la lumière (1*), ils transfèrent le photon du sensibilisateur excité à l'oxygène dans son état triplet et ce dernier passe à l'état singulet (2*). L'oxygène singulet excité réagit facilement avec les AGI conduisant directement à la formation des hydroperoxydes (PRIOR, 2003).

➤ **Oxydation enzymatique :**

L'oxydation enzymatique est une réaction radicalaire en chaîne qui se déroule de façon similaire à l'auto-oxydation. Les lipoxygénases (lipoxydases) sont très répandues dans le règne animal et végétal. Elles exigent des acides gras libres comme substrat. Chaque lipoxygénase attaque son substrat de façon spécifique et caractéristique en produisant des monohydroperoxydes (PRIOR, 2003).

Les lipoxygénases réagissent très rapidement avec les acides gras libres quand les conditions optimales sont réunies, mais même si le produit est à des conditions spécifiques de stockage (réfrigération, congélation), ces enzymes peuvent être actifs, ce qui peut limiter la durée de vie et de conservation du produit, avec l'altération de ces qualités (organoleptiques, nutritionnelles).

2.4.2 Conséquences des réactions d'oxydation :

Il convient de citer les aldéhydes et cétones de faible masse moléculaire qui sont responsables de l'odeur de rance, c'est la première altération qui se manifeste. Par ailleurs, les composés carbonylés peuvent réagir avec les protéines ou plus généralement favoriser le brunissement non enzymatique. La présence de lipides peut aussi provoquer l'oxydation secondaire de divers arômes.

L'oxydation des lipides entraîne également des pertes d'activité vitaminique et de couleur, de même que l'oxydation des acides gras essentiels provoque une diminution de la valeur nutritive (ALAIS, 2003).

2.4.3 Les facteurs influençant l'oxydation et leur contrôle :

Les facteurs qui influencent l'oxydation sont nombreux : il s'agit de facteurs intrinsèques et extrinsèques. Le tableau 2 montre les facteurs les plus importants promouvant l'oxydation et leurs contrôles.

Tableau n° 2 : Facteurs les plus importants promouvant l'oxydation (PRIOR, 2003)

Les facteurs extrinsèques	Facteurs	Contrôles
	Chaleur	Éviter l'exposition aux températures élevées
	Lumière	Éviter l'exposition à la lumière
	Oxygène	Supprimer l'oxygène
Les facteurs intrinsèques	Pro-oxydants (traces métalliques)	Supprimer ou utiliser, par exemple, des agents complexants
	Enzymes	Supprimer/inactiver des enzymes
	Activités de l'eau (a_w)	Assurer une a_w optimale
	Photosensibilisateur	Supprimer les agents photosensibilisateurs et/ou éviter l'exposition à la lumière
	Déficit en antioxydants	Addition d'antioxydants

2.4.4 Les agents inhibiteurs d'oxydation :

Plusieurs types d'inhibiteurs sont utilisés dans les aliments afin de limiter l'oxydation des lipides. Le tableau 3 représente les principaux agents avec leurs mécanismes d'action

Tableau n°3 : Mécanisme d'inhibition de l'oxydation des lipides (POKORNY, 2003)

Type d'inhibition	Inhibiteur	Produits
Piégeage de radicaux libres	Antioxydants	Hydroperoxydes, alcools
Stabilisation des hydroperoxydes	Substances phénoliques	Hydroperoxydes
Synergisme	Acides polyvalents	Antioxydants régénérés
Piégeage oxygène singulet	Caroténoïdes, phénolique	Oxygène triplet
Inhibition du rôle des métaux	Agents chélateurs, phénoliques	Hydroperoxydes
Non-radical décomposition	Sulfate, dérivés amines	Groupes hydroxylique, imines, thiosulphinates, sulphonydes

1. Objectif de l'étude

L'objectif de cette étude est une estimation de la qualité de la matière grasse d'une sélection de margarines de date récente, présents sur le marché algérien. Une attention particulière est prêtée à la détermination des indices de qualité (acidité, indice de peroxyde), le taux de solide, le taux de cendre, le test d'oxydabilité au Rancimat et le profil en acides gras. D'autres analyses ont également fait l'objet de cette étude, telles que la teneur en sel et le pH.

Les analyses effectuées ont été réalisées au niveau de différents laboratoires, à savoir : le laboratoire physico-chimique de technologie alimentaire du département sciences agronomiques et biologiques (UMMTO), le laboratoire d'analyses margarinerie de spa Cévital (Béjaia) et le laboratoire d'analyses instrumentales (ENSA).

2. Echantillonnage

2.1 La sélection des échantillons

Notre démarche pour procéder à cette étude n'est pas arbitraire et nous nous sommes alignés sur la méthodologie suivie par différents auteurs (TAVELLA *et al.*, 2000 ; MARTIN, 2005 ; KARABULUT, 2007 ; BAYLIN *et al.*, 2007 ; SAUNDERS *et al.*, 2008 ; RICHTER *et al.*, 2009).

Pour la sélection des échantillons, nous avons opté pour un échantillonnage aléatoire stratifié, basé sur l'étude effectuée par KARABULUT, 2007 et SAUNDERS *et al.*, 2008 qui préconisent de petites enquêtes pour s'assurer que les produits retenus soient les plus disponibles sur le marché.

Ainsi, nous avons sélectionné cinq (5) types de margarines. Ces produits commercialisés en barquette et pour différents usages culinaires sont présentés dans le tableau 5.

Afin de faciliter leur reconnaissance, nous avons présenté ces produits sous forme de photographies tels qu'ils sont présents sur le marché (annexe I).

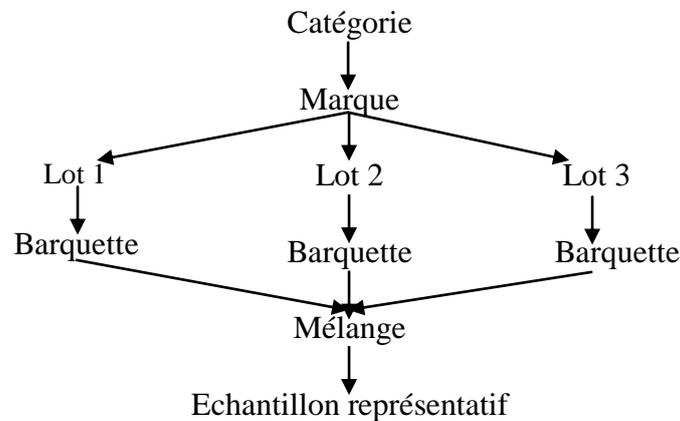
Tableau n°5 : la représentation des échantillons de margarines en barquette

Type	Code	Nom de produit	Composition	Utilisation
Margarine tartinable en barquette	MB1	Matina	MGLA (matière grasse laitière anhydride), huiles et graisses végétales raffinées (tournesol, palme, coprah), eau, lait écrémé et sel. Emulsifiants : mono et diglycérides d'acides gras (SIN471) et esters polyglycéridiques d'acide gras (SIN 475) ; acidifiants : acide lactique (SIN270) ; agents conservateurs : sorbate de potassium (SIN202) et acide sorbique (SIN200) ; antioxydant : α -tocophérol (SIN307 _c), Bêta-carotène (SIN 160 a (ii)), arôme du beurre, vitamines A D et E.	Tartine, gâteaux et cuisson (sauf fritures)
	MB2	Fleurial	Huiles et graisses végétales raffinées non hydrogénées (Tournesol, Soja, Palme et Coprah), eau, lait écrémé, sel, additifs alimentaires (mono et di glycérides végétales, lécithine de soja, acide lactique, sorbate de potassium, acide sorbique, di-alpha-tocophérol, arôme beurre artificiel, bêta carotène et vitamine A, D, E).	Gâteaux, tartine, cuisson (sauf friture)
	MB3	Sol	Huiles et graisses végétale partiellement hydrogénées; eau; émulsifiant mono et di glycérides d'acides gras; sel; conservateur : sorbate de potassium; acidifiant : acide citrique; arôme beurre; colorant : B carotène max 200mg/kg; vitamines (vitamine A. Vitamine D. vitamine E).	Tartine et cuisson
	MB4	Bellat	Huiles végétales en l'état et hydrogénées 60% (Palme, Soja, Coprah), eau 38%, émulsifiant (E471, E322), sel, agent conservateur(E202), acidifiant(E330), arôme beurre, colorant alimentaire E160a(ii), antioxydant(E307) et vitamines A, D et E.	Tartine et cuisson
	MB5	Primevère	Huiles et graisses végétales 54% (colza, coprah, palme, palmiste), eau, mono et diglycérides d'acides gras, E472 _c , sel, lait écrémé en poudre, arôme (lait), correcteur d'acidité : acide citrique, antioxydant : extrait riche en tocophérols, colorants : bêta-carotène, vitamines B1	Tartine doux

2.2 Prélèvement des échantillons :

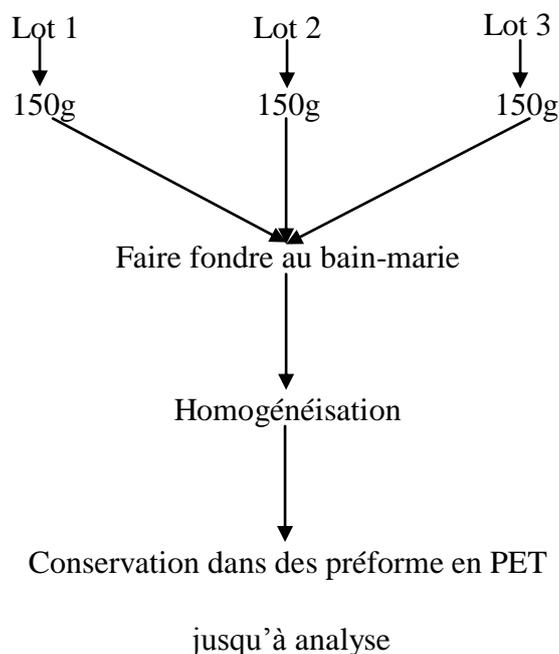
Le prélèvement des échantillons des produits sélectionnés a été effectué en se référant aux études menées par différents auteurs ayant traité ce point (TAVELLA et *al.*, 2000 ; MARTIN, 2005 ; GREENFIELD et SOUTHGATE, 2007).

Trois échantillons (barquette), provenant de trois lots différents, ont été achetés pour former un échantillon représentatif de chaque marque :



2.3 Préparation des échantillons

On considère que les échantillons de cette catégorie sont homogènes. Ils ont été préparés selon la méthode préconisée par OVESEN et *al.*, 1998 et LETHA et *al.*, 2003.



3. Les analyses physico-chimiques

3.1 Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (ISO, international standard, Méthode de N° :662 ; ISO ; 1998)

La teneur en eau est déterminée par la perte de masse du produit chauffé dans l'étuve à $103 \pm 2^\circ\text{C}$ pendant un temps suffisamment court pour éviter l'oxydation, mais suffisamment long pour permettre l'élimination totale de l'eau et des matières volatiles.

Le mode opératoire est détaillé en annexe II

Expression des résultats

La teneur en eau et matières volatiles, W , exprimée en pourcentage en masse, est égale à :

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

m_0 : poids de la capsule vide

m_1 : poids de l'échantillon + capsule

m_2 : poids de l'échantillon + capsule après séchage

3.2. Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique

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

Le mode opératoire est détaillé en annexe III.

3.3 .Teneur en sel (NE. 1.2. 429, 1989)

C'est la teneur en chlorure de sodium (NaCl) contenue dans la margarine. Sa détermination est basée sur le titrage des chlorure avec du nitrate d'argent en présence de chromate de potassium, comme indicateur coloré.

Le mode opératoire est détaillé en annexe IV

Expression des résultats

La teneur en sel est calculée de la manière suivante :

$$Ts (\%) = \frac{N \times V \times Eq. gNaCl}{P \times 10}$$

Ts : Teneur en sel exprimée en % ;

N : normalité d'AgNO₃ (0.1N) ;

V (ml) : volume en ml d'AgNO₃ utilisé pour le titrage ;

Eq.g (NaCl) : équivalent gramme d'NaCl égal à 58.5

P : prise d'essai en g.

3.4 Acidité (méthode de N° : 660, ISO 1996)

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres exprimé conventionnellement en acide laurique pour les huiles de coprah et le palmiste, en acide palmitique pour l'huile de palme en acide oléique pour la majeure partie des huiles. Sa détermination est basée sur la neutralisation des acides gras libres par une solution de NaOH à chaud en présence de phénolphtaléine.

Le mode opératoire est détaillé en annexe V

L'acidité du corps gras (huile/margarine) est déterminée comme suit :

$$A(\%) = \frac{M \times N \times V}{10 \times P}$$

Où :

M : masse molaire d'acide oléique=282g/mol

N : normalité de NaOH à 0.1N

P : poids de la prise d'essai

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage.

3.5. Détermination de l'indice de peroxyde (Méthode N° : 3960, ISO 2007)

C'est la quantité de substances de l'échantillon qui oxydent l'iodure de potassium. L'indice de peroxyde est généralement exprimé en milliéquivalents (még) d'oxygène par kilogramme d'échantillon. La méthode utilisée est basée sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans de l'acide acétique et de chloroforme par une solution d'iodure de potassium

(KI), et le titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

Le mode opératoire est détaillé en annexe VI

Expression des résultats

L'indice de peroxyde est déterminé par la formule suivante :

$$Ip(\text{meq d'oxygène actif/de CG}) = \frac{V - V_0}{P} \times 1000 \times N$$

V : est le volume de thiosulfate de Na de l'échantillon

V₀ : est le volume requis pour titrer le blanc

P : est la prise d'essai en grammes.

3.6 Détermination de taux de cendre (méthode N° 6884, ISO 2008)

Les cendres représente le résidu minéral obtenu par incinération dans des conditions Spécifiques. Il est exprimé en pourcentage en masse du produit évaporé.

Le principe repose sur l'incinération du résidu à une température comprise entre 550°C et 660°C jusqu'à ce qu'il soit exempt de particules charbonneuses. On procède ensuite à la pesé du résidu obtenu (ISO 6884, 2008).

Expression des résultats :

Le taux de cendre est déterminé par la formule suivante :

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

Où :

m₀ : la masse, en gramme, de la prise d'essai

m₁ : la masse, en gramme, de la capsule vide

m₂ : la masse, en gramme, de la capsule et les cendres

3.7 Détermination du taux de solide par RMN

La détermination de la teneur en corps gras solides est effectuée à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN). Ce taux exprimé en pourcentage, constitue une caractéristique physique importante influençant les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras. Cette détermination est effectuée selon les normes (NF EN ISO 8292, 1995).

Le mode opératoire est détaillé en annexe VIII

3.8 Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat (Méthode N° : 6886, ISO 2006)

Le principe de ce test est le passage d'un courant d'air purifié à travers l'échantillon porté à une température spécifiée. Les gaz dégagés au cours du processus d'oxydation sont entraînés par l'air dans une fiole contenant de l'eau déminéralisée ou distillée dans laquelle est immergée une électrode de mesure de la conductivité. L'électrode est connectée à un dispositif de mesure et d'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.

La méthode du test Rancimat est donc une détermination conductimétrique des produits de la dissociation des acides gras volatils (essentiellement l'acide formique et l'acide acétique) pendant l'oxydation.

L'appareil utilisé pour la détermination de la stabilité à l'oxydation est représenté schématiquement dans les figures 4 et 5.

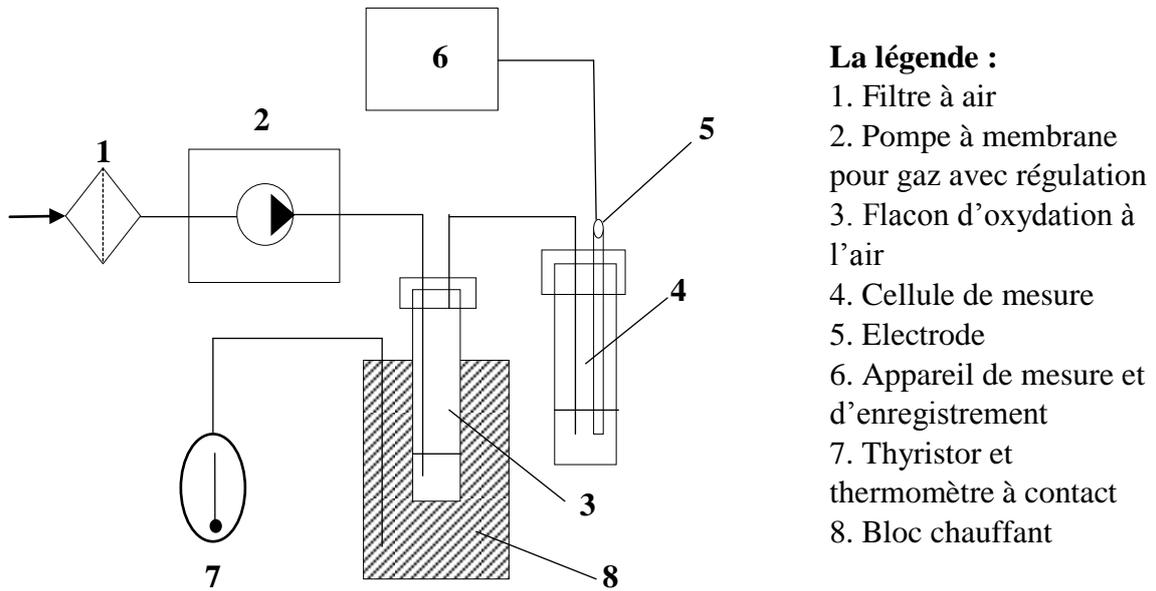


Figure N°4: Représentation schématique de l'appareillage Rancimat (ISO 6886, 2006)

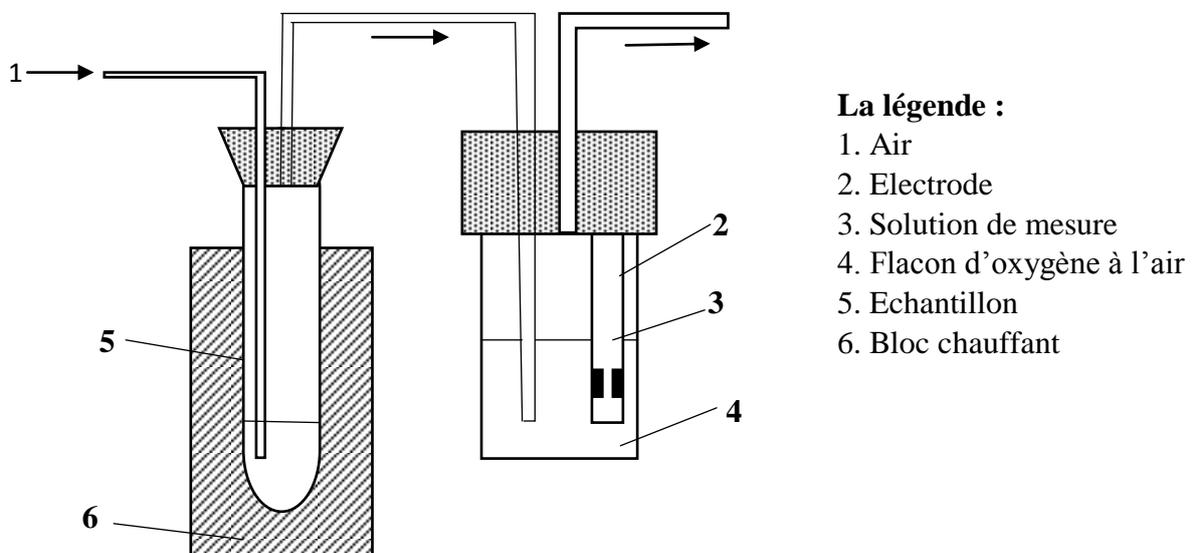


Figure N°5: Représentation schématique du bloc chauffant, du flacon réacteur et de la cellule de mesure du Rancimat (ISO 6886, 2006)

La spécification de test au Rancimat correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif (RAHMANI, 2007). Ce test est très utilisé dans les cahiers de charges pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. Il est possible d'établir des corrélations assez satisfaisantes avec la rancidité sensorielle. Cette méthode permet de suivre simultanément le cours de l'oxydation et de mesurer l'indice d'oxydation de l'huile traitée. L'oxygène absorbé est mesuré par des méthodes volumétriques ou électrochimiques (CHEFTEL et CHAFTEL, 1977 ; RAHMANI, 2007).

L'ISO 6886 (2006) définit la période d'induction et la stabilité à l'oxydation comme suit :

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

Le mode opératoire est détaillé en annexe IX

3.9 Détermination de la teneur en acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

La chromatographie directe des corps gras n'est pas toujours possible en raison de leurs températures d'ébullition trop élevées et leurs instabilités thermique. Généralement, les acides gras sont analysés sous forme estérifiée. Cette transformation chimique permet d'abaisser leurs points d'ébullition et obtenir des dérivés thermostables (WOLFF, 1968).

3.9.1 Préparation des esters méthyliques d'acides gras (EMAG/FAME)

La méthode choisie est celle utilisée par plusieurs auteurs à l'instar de ALONSO et *al.*, (2000) et VUCIC et *al.*, (2005). Le mode opératoire est détaillé en annexe X

3.9.2 Analyses des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Le principe de la chromatographie en phase gazeuse (CPG) consiste, après formation d'esters méthyliques d'acides gras, à les entraîner à travers une colonne contenant un liquide inerte à une haute température, de telle sorte que selon le partage entre le gaz entraîneur et le liquide, les divers esters sortent de la colonne à des moments différents

Les conditions opératoires appliquées pour l'analyse des esters méthyliques sont comme suit :

Chromatographe	Chromo pack CP 9002
Détecteur	FID
Injecteur	SPLIT 1/100
Gaz vecteur	Azote
Colonne capillaire	DB 23 (50% cyanopopyl)
Longueur	30 m
Diamètre intérieur	0.32 mm
Epaisseur	0.25 µm
Température	
Injecteur	250°C
Détecteur	250°C
Four	150° C-----240°C à 5° C/min
Quantité injectée	1µl
Vitesse du papier	0.5 cm/min

Les acides gras sont identifiés par leurs temps de rétention en composition à un chromatogramme de référence d'un mélange standard d'esters méthyliques de composition et concentration connues. Le mélange de standards utilisé contient 288 composés, allant du C4 :0 méthyl butyrate au C22 :6 méthyl docosahexaenoate. La teneur en acides gras est exprimée en pourcentage des acides gras totaux.

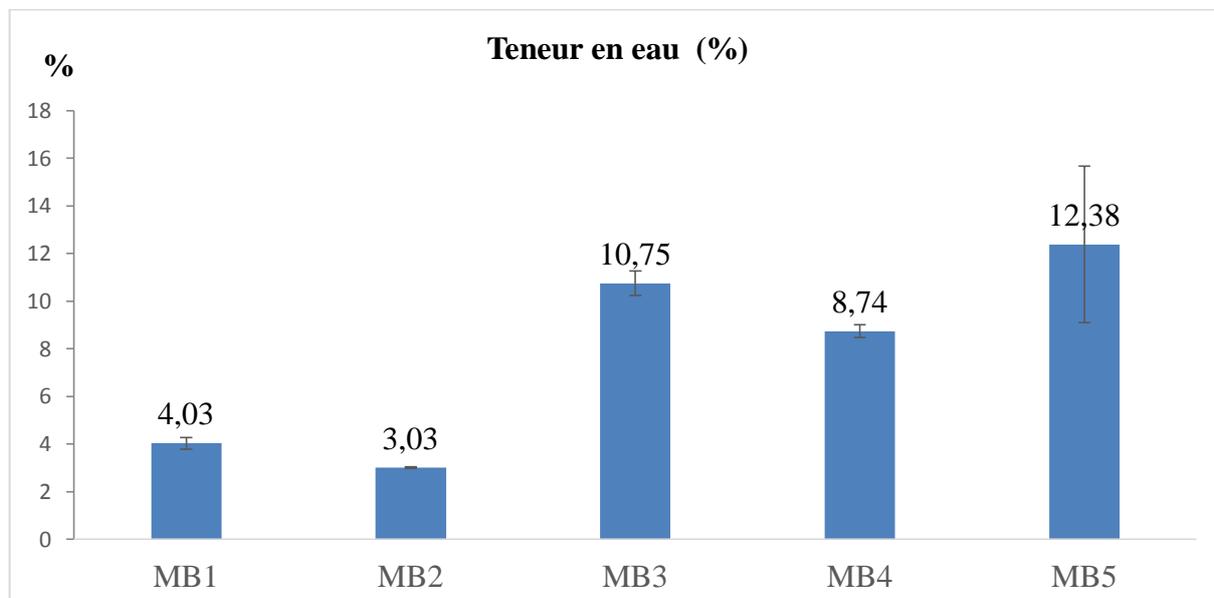
4. Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats des analyses physico-chimiques (indice de peroxyde acidité, teneur en sel, humidité, test de Rancimat et teneur en cendre), est réalisé par l'utilisation du logiciel **STATBOX**. Il consiste en une analyse de la variance à un facteur (marque) pour les produits analysé

Analyses Physico-chimiques :

1. Teneur en eau :

Les résultats de la teneur en eau des échantillons analysés sont présentés dans la figure 06.



FigureN° 06 :Teneur en eau des margarines

La teneur en eau des margarines analysées varie entre 3,03% et 12,38%. Ces valeurs sont inférieures à la norme fixée par le codex *alimentarius* et préconisée par KARLESKIND, 1992 qui varie entre 16-18% pour les margarines de table.

Les résultats de l'analyse statistique de la teneur en eau des différents échantillons sont représentés dans le tableau 06.

Tableau N° 06 : Analyse statistique de la teneur en eau des margarines

Type	Code	Moyenne	Groupe homogène	Probabilité
Margarine tartable en barquette	MB1	4,03±0,25	C	0,00008
	MB2	3,017±0,03	C	
	MB3	10,75±0,51	AB	
	MB4	8,74±0,27	B	
	MB5	12,38±3,28	A	

L'analyse statistique a révélé 4 groupes homogènes (groupe A : MB5, groupeB: MB4, groupe C : MB1 et MB2 et groupe AB : MB3) significativement différents et l'ANOVA a révélé une différence très hautement significative.

2. Le pH :

Cette mesure a été effectuée sur la phase aqueuse de la margarine. C'est un paramètre très important à connaître car il permet de prévenir le risque de contamination microbienne. On favorise une valeur basse de ce dernier pour freiner la croissance de la majorité des microorganismes (KARLESKIND, 1992). La valeur de pH est corrigée par addition d'un correcteur qui peut être les sels de l'acide citrique, l'acide lactique ainsi que leurs sels de sodium et de calcium (CODEX ALIMENTARIUS, 1992).

Les résultats de pH des échantillons analysés sont présentés dans la figure 07.

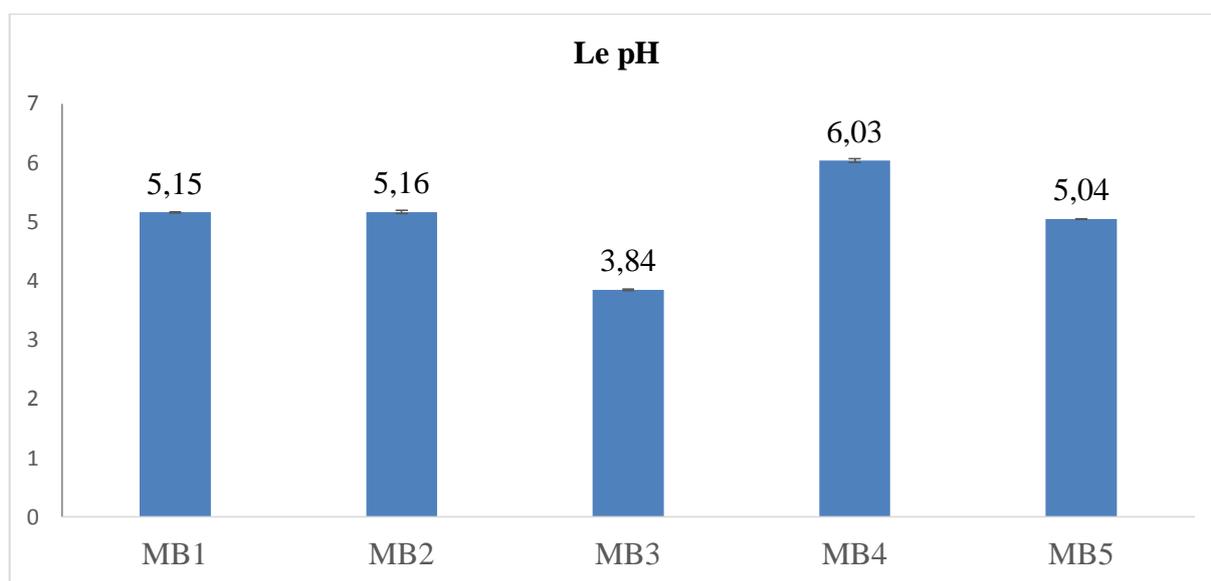


Figure N°07 : pH de la phase aqueuse des margarines

Le pH des margarines analysées varie entre 6,03 et 3,8. Nous remarquons d'après les résultats obtenus que le pH de MB1, MB2 et MB5 correspond aux normes fixées généralement entre 4 et 5,5 (KARLESKIND, 1992). Alors que le pH de MB4 est supérieur à la norme et celui de MB3 est inférieur à la norme. Ceci peut être expliqué par un mauvais dosage des correcteurs d'acidité.

Les résultats de l'analyse statistique de pH des différents échantillons sont représentés dans le tableau 07.

Tableau N°7 : Analyse statistique de pH des margarines

Type	code	moyenne	Groupe homogène	Probabilité
Margarine tartable en barquette	MB1	5,15±0,006	B	0
	MB2	5,16±0,025	B	
	MB3	3,84±0,015	D	
	MB4	6,03±0,032	A	
	MB5	5,04±0,006	C	

L'analyse statistique a révélé 4 groupes homogènes : (groupe A : MB4, groupe B : MB1, MB2, groupe C : MB5 et groupe D : MB3) significativement différents et l'ANOVA a révélé une très hautement significative.

3. La teneur en sel :

Le sel est ajouté à la margarine en premier lieu pour améliorer sa sapidité, mais il peut jouer un rôle protecteur car c'est un bactériostatique. La quantité de sel ajouté n'est pas limitée mais dépend des habitudes culinaires de la catégorie de consommateur visée (KARLESKIND, 1992).

Les résultats de la teneur en sel estimés pour les échantillons étudiés sont représentés dans la figure 08.

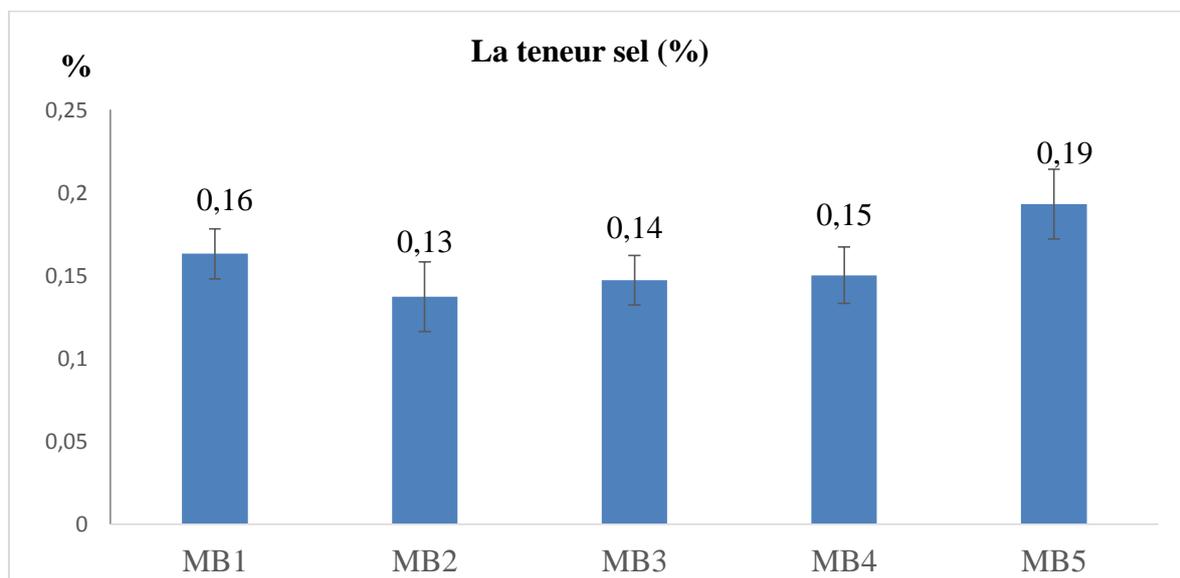


Figure N°08 : Teneur en sel des margarines

La teneur en sel des margarines (MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5) se rapprochent des limites inférieures préconisées KARLESKIND, 1992 qui varient entre 0,1 et 1% voire 2%.

Les résultats de l'analyse statistique de la teneur en sel des différents échantillons sont représentés dans le tableau 08.

Tableau N°08: Analyse statistique de la teneur en sel des margarines

Type	Code	Moyenne	Groupe homogène	Probabilité
Margarine tartenable en barquette	MB1	0,16±0,015	AB	0,02601
	MB2	0,13±0,021	B	
	MB3	0,14±0,015	B	
	MB4	0,15±0,017	B	
	MB5	0,19±0,021	A	

L'analyse statistique a révélé trois groupes homogènes : (groupe A : MB5, groupe B : MB4, MB3, MB2 et groupe AB : MB1) significativement différents et l'ANOVA a révélé une différence hautement significative.

4. L'acidité :

L'acidité est un paramètre indicateur de la qualité du produit et de sa stabilité. Elle permet de déterminer le taux d'acides gras libres présents dans la matière grasse. Ces acides gras libres favorisent les réactions d'oxydation entraînant ainsi la détérioration du corps gras (VIERLING, 2003).

Les résultats de l'acidité pour les margarines sont présentés dans la figure 09.

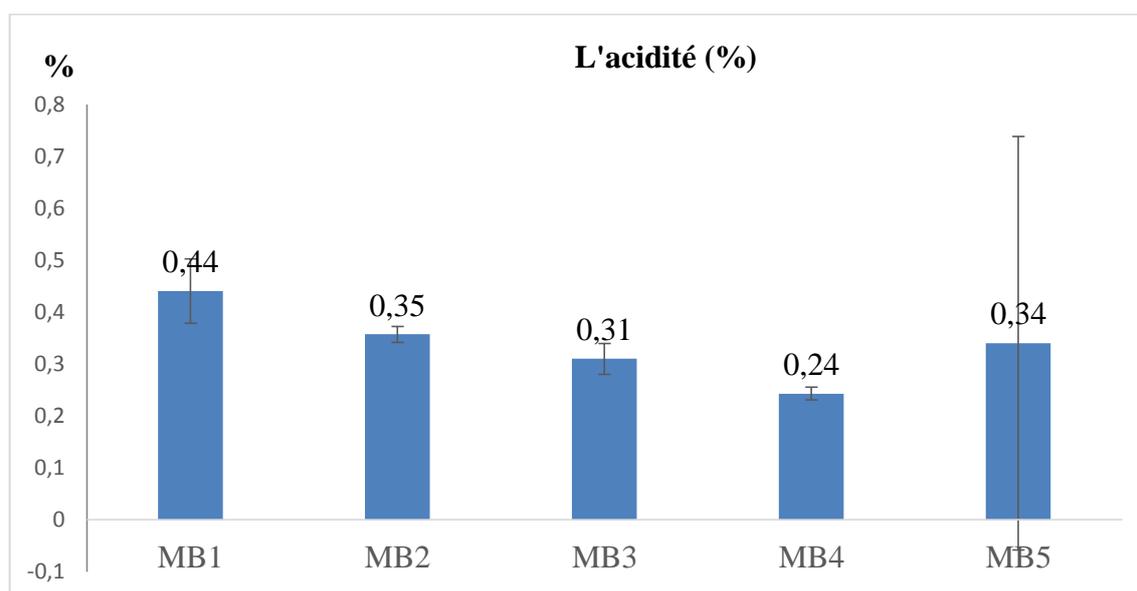


Figure N° 09 : L'acidité des margarines

Les échantillons analysés présentent une acidité supérieure à la valeur préconisée par KARLESKIND et WOLFF, 1992 qui est de 0,2%. Ces valeurs sont comparables à celles trouvés par CHIKHOUNE, 2011 et qui varient entre 0,37 et 0,39

Les résultats de l'analyse statistique de l'acidité des différents échantillons sont représentés dans le tableau 09.

Tableau N° 09 : Analyse statistique de l'acidité des margarines

Type	Code	Moyenne	Probabilité
Margarine tartenable en barquette	MB1	0,44±0,062	0,75902
	MB2	0,35±0,015	
	MB3	0,31±0,03	
	MB4	0,24±0,012	
	MB5	0,34±0,398	

L'ANOVA n'a révélé aucune différence significative.

5. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier l'état de détérioration oxydative d'un corps gras (KARLESKIND, 1992), mais vu l'instabilité des peroxydes, il est surtout déterminé afin de contrôler les premiers étapes de l'oxydation.

Les résultats de l'indice de peroxyde des margarines analysées sont présentés dans la figure 10.

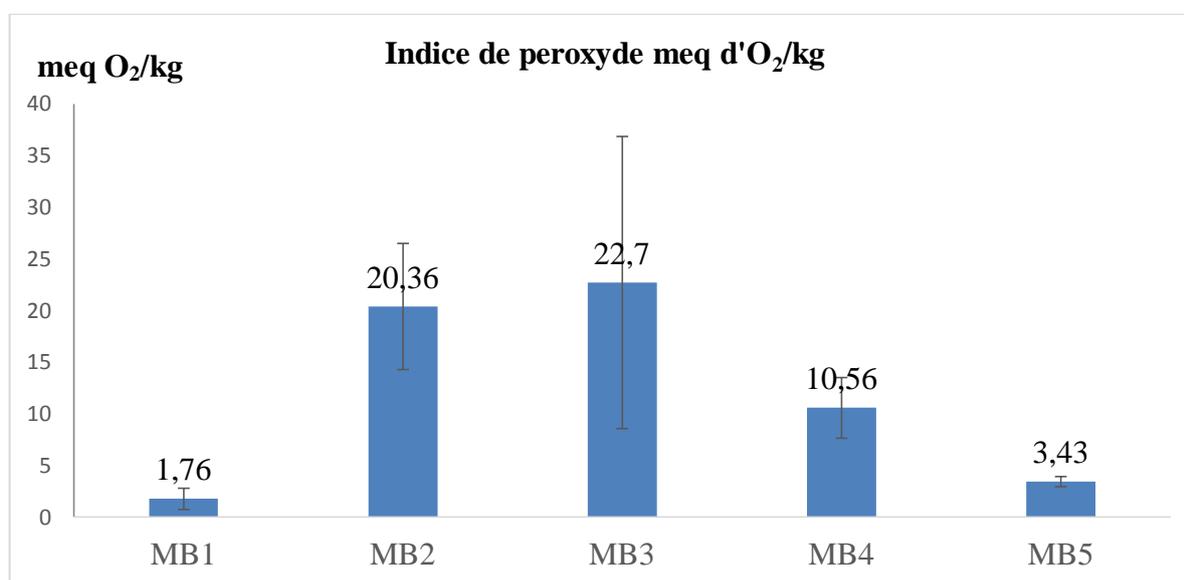


Figure N° 10 : Indice de peroxyde des margarines

L'indice de peroxyde des margarines analysées varie entre 1.76 et 22.7.

L'indice de peroxyde de MB1 et MB5 est conforme à la norme NE qui est de 5 meq d'O₂/kg (KARLESKIND, 1992).

Cependant les valeurs de l'indice de peroxyde des trois margarines MB1, MB2 et MB4 sont de 2 à 4 fois supérieures à cette norme. Elles sont également supérieures aux valeurs trouvées par HAMIDICHI et MAZI, 2016 variant entre 1,80 et 18 en effectuant une

étude sur les propriétés physico-chimiques, stabilité oxydative et profil en acides gras de certaines margarines et smen commercialisés en Algérie.

Etant donné que tous les échantillons ont été achetés durant la même période, stockées dans les mêmes conditions et analysées bien avant la date de péremption, le fait que certains affichent un IP bien plus élevé et supérieurs à la norme (signifiant ainsi une altération oxydative avancée), peut s'expliquer par le fait que l'auto-oxydation dépend, indépendamment des conditions de stockage et de la durée de conservation, de :

- La qualité initiale des huiles utilisées lors de la formulation des margarines, en particulier la concentration en hydroperoxydes, qui réduira d'autant plus le temps d'induction qu'elle est élevée. Les hydroperoxydes exerçant alors une fonction d'initiation de radicaux, surtout s'ils sont en contact avec des ions métalliques (CRAPISTE et *al.*, 1999).
- La présence et la teneur en composés mineurs à activité pro et antioxydante (minéraux, tocophérols, carotènes, chlorophylle) (CRAPISTE et *al.*, 1999).
- La teneur et la composition en acides gras insaturés. Ainsi, les huiles les plus insaturées sont les moins stables à l'oxydation et ce d'autant plus que le nombre de doubles liaisons sur les AG est élevée (CUVELIER et MAILLARD, 2012).

Les résultats de l'analyse statistique de l'indice de peroxyde des différents échantillons sont représentés dans le tableau 10.

Tableau N° 10 : Analyse statistique de l'indice de peroxyde des échantillons étudiés

Type	Code	Moyenne	Groupe homogène	Probabilité
Margarine tartinaire en barquette	MB1	1,76±1,02	B	0,01332
	MB2	20,36±6,11	A	
	MB3	22,7±14,15	A	
	MB4	10,56±2,92	A	
	MB5	3,43±0,50	B	

L'analyse statistique a révélé dans les échantillons analysés deux groupes homogènes : (groupe A : MB2, MB3 et groupe B : MB1 et MB5) significativement différent et l'ANOVA a mis en évidence l'existence d'une différence hautement significative.

6. Taux de cendre :

Le taux de cendre représente la quantité totale en sels minéraux présents dans un échantillon.

Les résultats de taux de cendre des margarines analysées sont présentés dans la figure 11.

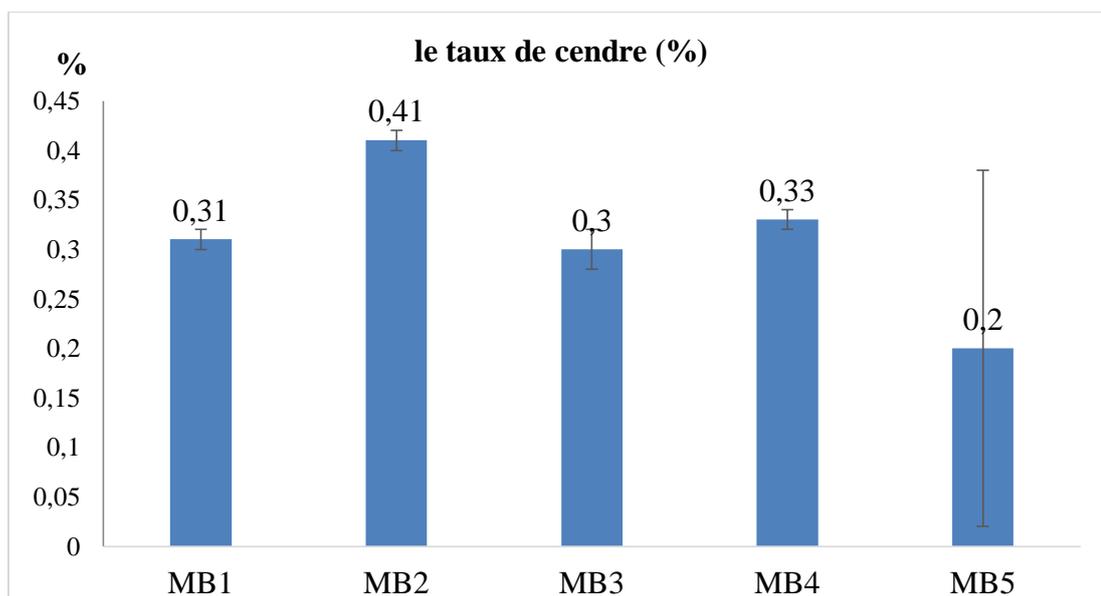


Figure N° 11 : Taux de cendre des margarines

Le taux de cendres des échantillons analysés sont de 0,31%, 0,41%, 0,3%, 0,33% et 0,2% pour MB1, MB2, MB3, MB4, et MB5 respectivement.

Les résultats de l'analyse statistique de taux de cendre des différents échantillons sont représentés dans le tableau 11.

Tableau N° 11 : Analyse statistique de taux de cendre des échantillons étudiés

Type	Code	Moyenne	Probabilité
Margarine tartinable en barquette	MB1	0,31±0,01	0,1
	MB2	0,41±0,01	
	MB3	0,3±0,02	
	MB4	0,33±0,01	
	MB5	0,2±0,18	

L'ANOVA n'a révélé aucune différence significative.

7. Taux de solide :

Les caractéristiques d'une graisse plastique prête à l'emploi dépendent à la fois de la composition du mélange et des traitements et mécaniques qu'elle a subit. Parmi tous les paramètres susceptibles d'influencer les caractéristiques rhéologiques, la composition de la phase grasse est à la fois la plus importante et celle sur laquelle il est plus facile d'agir. Cette composition qualitative de la phase grasse influe, en effet, prioritairement à toute température, sur le rapport solide/liquide (KARLESKIND et WOLFF, 1992).

D'après Ribeiro et *al.*, 2009, la quantité de solide présente à différentes températures au cours de la cristallisation et aussi inversement au cours de la fusion est sans doute un paramètre primordial à considérer pour la caractérisation de la phase grasse. Le SFC est responsable de plusieurs caractéristiques propres aux margarines incluant leur aspect et apparence, leur tendance à la tartinabilité, l'exsudation de l'huile et les propriétés organoleptiques, informations utilisées avant tout pour la formulation et le développement de nouveaux produits (NOOR LIDA et *al.*, 2002., AUGUSTO et *al.*, 2012). Il est établi que :

- les taux de solide de 0°, 5°, 10°C contrôlent le comportement à l'étalement du produit, évidemment en liaison avec le procédé et les conditions de fabrication.
- les taux de solide à +15°C et +20°C sont des facteurs importants pour le procédé, la dureté du produit final, l'exsudation huileuse.
- les taux de solide à +20°C et 25°C contrôlent la stabilité du produit de la chaleur
- les taux de solide à +30°C et +35°C sont décisifs pour l'appréciation orale du produit et sa tenue lors de certaines utilisations (KARLESKIND, 1992).

Le pourcentage en solide d'une matière grasse (Solid Fat Content, SFC) est ainsi un indicateur essentiel pour le choix d'une matière grasse adaptée à l'application visée (MORIN, 2007).

Le rapport solide/liquide obtenu par RMN, désigné comme SFC est exprimé en pourcentage, où 0% correspond à un échantillon totalement liquide et 100% à un échantillon totalement solide (RIBERIO et *al.*, 2009). A chaque type de margarine (cuisine, à tartiner, crème, feuilletage) correspond un type de courbe de solide déterminé (KARLESKIND, 1992).

La détermination du SFC ne correspond pas à une méthode absolue. En effet, il n'y a pas de matière grasse de référence qui peut être utilisée comme un standard pour fournir une valeur SFC définie ou connue (RIBERIO et *al.*, 2009).

Les résultats du taux de solide des différents échantillons sont représentés dans la figure 12.

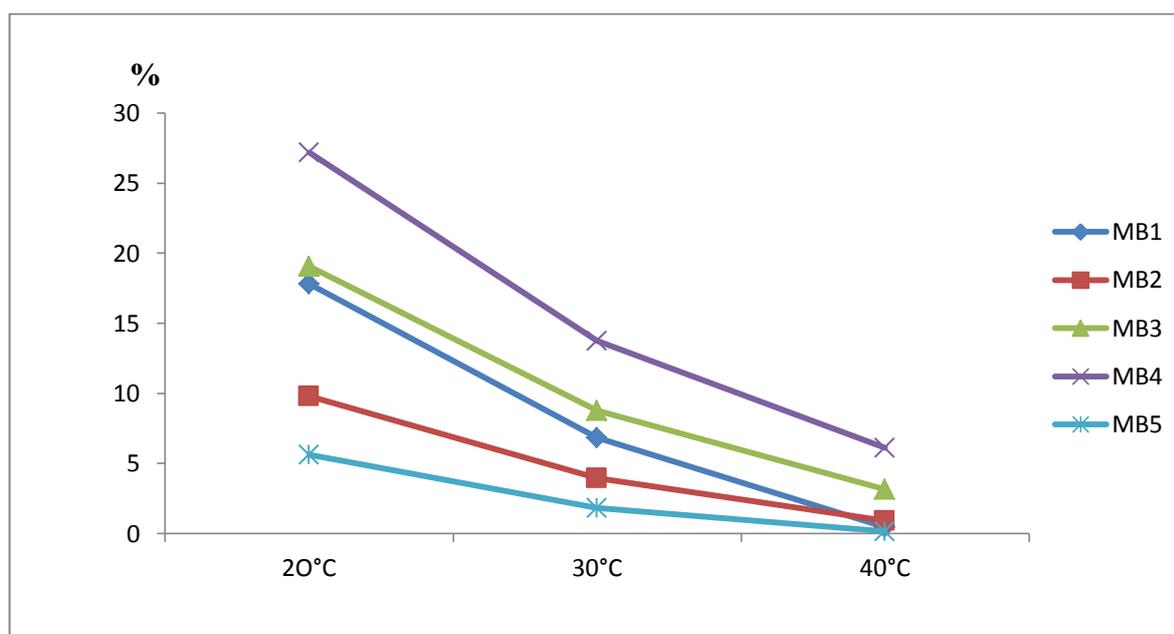


Figure N°12 : Taux de solides des margarines

Les courbes de solide se rapprochent toutes à 40°C à l'exception de MB3 et MB4 qui ont les taux de solide les plus élevés (3,16 et 6,1%). Ces valeurs élevées peuvent être dues à une forte teneur en AGS et AGMI à longue chaîne.

On remarque que le taux de solide des échantillons MB5, MB2 et MB1 diminue rapidement avec l'augmentation de la température pour atteindre des valeurs presque nulles (0,16, 0,9 et 0,43%) respectivement. A 40°C les margarines ont une bonne tendance à la « fonte ».

Selon MORIN et PAGES-XATART-PARES, 2012, les corps gras riches en acides gras insaturés fondent à des températures inférieures à 15°C (huile fluide à T° ambiante). Alors

que au voisinage de la température buccale, quand le solide non fondu est <9%, ça est dû à l'utilisation des huiles riches en AGI et AGS à court chaîne.

8. Test d'oxydation accélérée ou Rancimat :

L'oxydation lipidique des aliments est un problème qui se pose de plus en plus en agroalimentaire. Elle tend notamment à réduire la durée de conservation du produit, réduire sa palatabilité, fonctionnalité et sa qualité nutritionnelle (HIDALGO et *al.*, 2006). La mesure de la stabilité oxydative peut être évaluée par les méthodes d'accélération de l'oxydation. Certains paramètres peuvent induire une élévation de température, de pression et/ou du débit de l'air (oxygène) à travers l'échantillon. Parmi les méthodes d'accélération de l'oxydation pour la détermination de la stabilité oxydative, on trouve le test Rancimat (MOSER, 2009).

Les résultats de l'analyse des margarines sont représentés dans l'annexe XI sous forme de graphe et dans la figure 13.

Les graphes représentent le processus d'oxydation qui se fait en deux périodes :

- a) la première (période d'induction) se caractérise par une faible absorption de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes se forment ;
- b) la deuxième (détérioration d'odeur et de flaveur) se caractérise par une absorption rapide de l'oxygène pendant laquelle les peroxydes non seulement se forment mais se décomposent ensuite sous l'effet d'une température élevée. Au cours de cette période, se forment des produits tels que les aldéhydes, les cétones et les acides gras à chaîne courte.

Ces substances sont à l'origine d'une altération de l'odeur et de flaveur (ISO 6886, 2006).

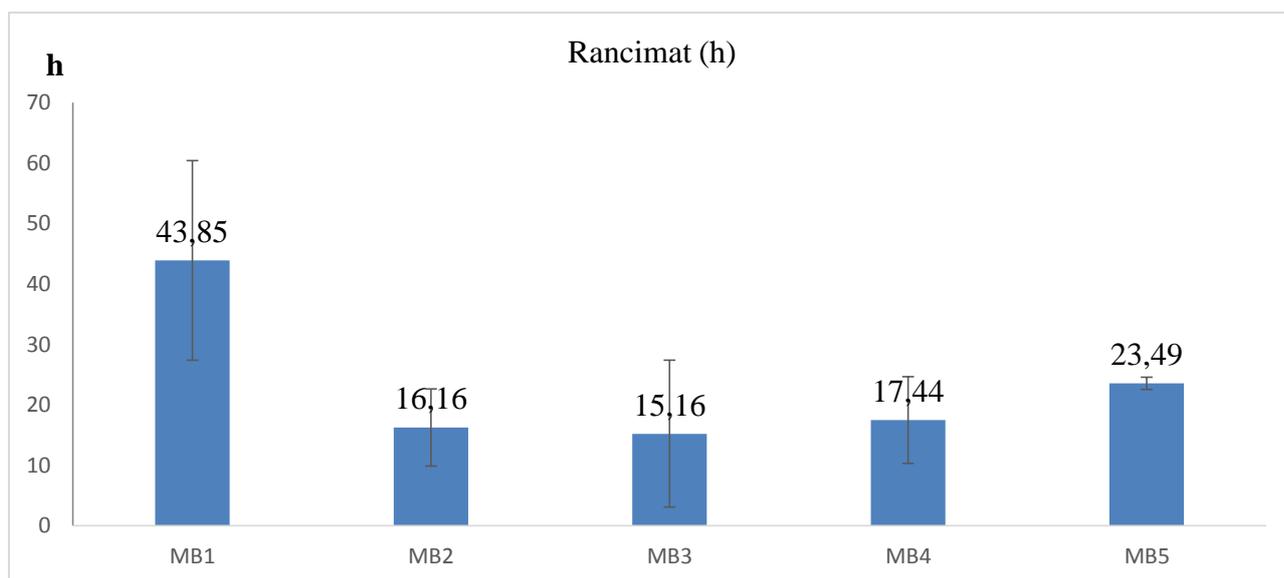


Figure N°13 : Test d'oxydation accélérée (Rancimat) des échantillons étudiés.

On remarque que les périodes d'induction (PI) varient d'un échantillon à un autre.

La margarine MB1 avec une valeur de 43,86h présente la période la plus élevée. Ceci pourrait être dû à la nature de l'huile utilisée riche en AGS ne pouvant favoriser les phénomènes d'oxydation, comptée à l'utilisation de puissants antioxydants.

MB2, MB3, MB4 et MB5 présentent les valeurs de période d'induction (PI):16,17h, 15,16h, 17,45h et 23,49h respectivement qui sont tous dans l'intervalle de la norme située entre 6 et 24h (ISO 6886, 2006). Une réduction courte de la période d'induction est due à la présence d'une proportion importante d'AGPI.

Les résultats de l'analyse statistique du Rancimat des différents échantillons sont représentés dans le tableau 12.

Tableau N°12: Analyse statistique du Rancimat des échantillons étudiés

Type	Code	Moyenne	Groupe homogène	Probabilité
Margarine tartable en barquette	MB1	43,85±16,523	A	0,03022
	MB2	16,16±6,388	B	
	MB3	15,16±12,147	B	
	MB4	17,44±7,152	B	
	MB5	23,49±0,99	B	

L'analyse statistique de nos échantillons a révélé deux groupes homogènes (groupe A : MB1, groupe B : MB2, MB3, MB4 et MB5) significativement différents et l'ANOVA a révélé une différence hautement significative.

9. Profil en acides gras des margarines :

La méthode classique pour l'identification des graisses et des huiles a été remplacée par une analyse de la composition en acides gras par CPG. Le procédé classique est basé sur l'identification d'une matière grasse ou d'une huile spécifique par une combinaison de son indice d'iode, de sa densité relative, de son indice de réfraction et de son indice de saponification. La chromatographie permet de connaître la composition en acides gras d'une huile et de vérifier la présence éventuelle de produits étrangers. Ces avantages de la chromatographie en phase gazeuse est qu'elle permet l'identification d'huiles ne pouvant être identifiées par les méthodes classiques, en plus d'offrir la possibilité d'identifier les proportions de différentes huiles dans un mélange. En outre, cette méthode est rapide et s'applique aussi bien aux huiles raffinées que brutes (COSSUT et *al.*, 2002 et O'BRIEN, 2004).

L'analyse des acides gras fournit un moyen rapide et précis de détermination de la repartitions des acides gras des graisses et des huiles. Cette information est bénéfiques pour tous les aspects du développement de produits, de contrôle du processus, et de la commercialisation parce que les caractéristiques physiques, chimiques, et nutritionnelles des graisses et des huiles sont influencées par les types et les proportions des acides gras constitutifs et leur position sur le glycérol (O'BRIEN, 2004).

En raison des préoccupations nutritionnelles croissantes et de la conscience scientifique concernant les conséquences sanitaires des acides gras saturés (AGS), des acides gras trans (AGT), et des acides gras essentiels (AGPI : n-3 et n-6), la composition des graisses alimentaires est d'un grand intérêt (ANWAR et *al.*, 2006).

Les proportions relatives (exprimées en % des acides gras totaux) des acides gras saturés, monoinsaturés, polyinsaturés et trans présents dans les margarines sont présentées dans le tableau11. Les AG sont identifiés avec des nombres de carbones allant de 8 (acide caprylique C8 :0) à 20 (acide arachidique C20 :0).

Tableau N° 13 : Composition en acides gras des margarines en barquettes

Composition en acides gras (en % des esters méthyliques d'acides gras totaux) des margarines en barquettes					
	MB1	MB2	MB3	MB4	MB5
C6:0	-	0,21	0,38	-	0,37
C8:0	0,33	0,78	0,24	0,70	0,75
C10:0	1,07	0,78	0,19	0,55	0,84
C12:0	3,36	7,36	1,39	4,01	8,77
C14:0	7,16	3,76	1,10	2,02	3,84
C16:0	34,31	24,66	36,61	39,10	11,82
C16:1	0,54	0,08	-	-	-
C18:0	7,34	4,30	4,72	4,38	2,39
C18:1t	1,94	-	-	-	-
C18:1	26,41	29,22	35,60	32,66	49,58
C18:2t	0,14	-	0,10	-	-
C18:2	12,82	26,52	17,22	15,87	13,75
C18:3	0,38	0,18	1,18	0,18	5,05
C20:0	0,32	0,11	0,44	0,31	0,43
C20:1	0,27	0,39	0,29	-	0,86

Les résultats de la CPG montrent la présence de différents types d'acides gras allongés des acides gras dont les acides gras saturés où le C16 :0 (Acide palmitique) est l'AG dominant avec des pourcentages de 34,33%, 24,66%, 36,61%, 39,10% et 11,82% pour les échantillons MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 respectivement. En deuxième position, ont été identifiés le C18 :0 (acide stéarique) avec des valeurs de 7,34, 4,30, 4,72, 4,38, et 2,39 pour MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 respectivement.

Selon EVRARD et *al.*, 2007. C'est l'acide palmitique (C16 :0) et l'acide stéarique (C18 :0) qui sont les principaux acides gras saturés des huiles végétales.

La forte présence de C16 :0 (Acide palmitique) indique une grande contribution de l'huile de palme dans la fabrication de la margarine. Ce qui est en accord avec les résultats de (POKORNY, 2003, MORIN et PAGES-XATART-PARES, 2012).

On peut suggérer que une huile interstérifiée ou partiellement hydrogénée riche en acide stéarique a été mélangée à des huiles liquides pour obtenir le taux de solide désiré.

On remarque que les échantillons, présentent aussi des teneurs non négligeables d'autres acides gras saturés comme l'acide caprique (C10 :0), l'acide laurique (C12 :0), l'acide myristique (C14 :0) et l'acide arachidique (C20 :0).

Parmi les acides gras monoinsaturés trouvés dans les échantillons analysés c'est le C18 :1 (acide oléique) qui présente un taux élevé avec des valeurs de: 49,58% (MB5), 35,60% (MB3), 32,66% (MB4), 29,22% (MB2) et 26,41% (MB1).

De récentes études, ont démontré que les régimes alimentaires riches en acides oléique sont associés à une diminution des LDL-cholestérol dans le plasma sanguin, et peuvent réduire donc, l'incidence des maladies cardiovasculaires. L'acide oléique résiste mieux à l'oxydation lors du stockage à température ambiante, et aux températures élevées de cuisson (fritures) (ZIDANI, 2009).

D'autres AGMI sont présents dans les margarines avec de faibles teneurs comme l'acide palmitoleique (C16 :1) et l'acide Gadoléique (C20 :1).

Les AGPI ont une importance majeure pour la valeur biologique et nutritionnelle des aliments.

On remarque que les échantillons ont tous des valeurs élevés en acide linoléique (C18 :2) : MB1 (12,82%), MB3 (17,22), MB4 (15,87), MB5 (13,75) et particulièrement le MB2 qui présente un taux élevé (20,52), ceci serait dû à l'utilisation d'une huile riche en acide linoléique et qui est classée selon EVRARD et *al*, 2007 dans la famille des huiles riches en AGPI, l'huile de tournesol (les huiles de ce groupe ont un pourcentage relative en acide linoléique compris entre 55 et 70%).

La teneur en acide linoléique est un paramètre de classification de margarines. Ces dernières peuvent être classées en 3 catégories : les margarines hard contenant moins de 20% d'acide linoléique ; les margarines semi-soft contenant 20 à 40% d'acide linoléique et les margarines soft contenant plus de 40% d'acide linoléique. En se référant à cette classification, MB2 est considéré comme semi soft et les autres sont des margarines hard.

L'acide linoléique (C18 :3), est également présent dans les margarines analysées avec des teneurs variables. L'échantillon MB5 présente la teneur la plus élevée de 5,05% suivi par MB3 (1,18), MB1 (0,38), MB2 et MB4 (0,18).

On note que la margarine MB5 présente ainsi non seulement la teneur la plus élevée en C18 :3 précurseur des n-3 mais également la teneur la plus élevée en C18 :1 précurseur des n-9. Ceci pourrait donc justifier l'allégation santé que porte ce produit : riche en ω 3 et ω 9 qui participent au bon fonctionnement du système cardiovasculaire et au maintien d'un taux de cholestérol sain.

Tableau N°14: Rapports entre les principaux groupes d'acides gras présents dans les MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5.

	MB1	MB2	MB3	MB4	MB5
AGS %	53,90	41,95	45,06	51,07	29,20
AGT %	2,07	0,00	0,10	0,00	0,00
AGMI %	27,21	29,69	35,89	32,66	50,43
AGPI %	13,20	26,69	18,39	16,06	18,80
AGI %	40,41	56,38	54,29	48,71	69,24
AGS+AGT %	55,97	41,95	45,15	51,07	29,20
AGS/AGI	1,33	0,74	0,83	1,05	0,42
AG trans/cis	0,05	0,00	0,00	0,00	0,00
AGPI/AGS	0,24	0,64	0,41	0,31	0,64
AGPI/AGS+AGT	0,24	0,64	0,41	0,31	0,64
AGPI+AGMI/AGS+AGT	0,72	1,34	1,20	0,95	2,37
$\omega 6/\omega 3$	34,00	150,75	14,65	87,27	2,72
Ratio I₃	0,84	1,56	1,38	1,08	2,80

Le tableau 14 présente les rapports entre les principaux AG présents dans les échantillons de margarines.

Nous relevons la présence d'AG trans dans deux échantillons : MB1 (2,07%) et MB3 (0,10). Ces valeurs sont inférieures à celle trouvées par HAMIDICHI et MAZI, (2016) où la teneur maximale en AGT est de 8,70%. et les trois autres échantillons ne présentent aucune valeur d'AGT, les mêmes résultats trouvés par ZIDANI, (2009).

Le Danemark a établi les normes les plus rigoureuses, qui limitent la teneur en AGT dans les graisses/huiles à 2,0 g d'AGT/ 100 g. Les graisses ou les huiles contenant moins de 1 g d'AGT/100g sont considérées comme « sans AGT » (STENDER et DYERBERG, 2003 ; HERNANDEZ MARTINER *et al.*, 2011).

De nombreuses études d'intervention ou épidémiologique chez l'homme ont montré que l'augmentation de consommation en AGT était corrélée à l'accroissement des facteurs de

risque cardiovasculaire. Pour des niveaux élevés de consommation, les AGT augmentent les LDL-cholestérol tout comme les acides gras saturés (MORIN, 2005).

Etant donné les risques au niveau cardiovasculaire liés à une consommation excessive d'AGT, des solutions technologiques alternatives sont appliquées, dont le recours à l'huile de palme et la combinaison de plusieurs procédés (hydrogénation totale, fractionnement, interestérisation) pour minimiser voire réduire à zéro, la teneur en acide gras trans des produits (MORIN, 2005).

De récentes enquêtes alimentaires ont indiqué que les consommations d'acides gras trans avaient diminué dans un certain nombre de pays de l'Union européenne, principalement à cause de la reformulation de certains produits alimentaires (par exemple, les matières grasses à tartiner) afin de réduire la teneur en AGT (MORIN, 2005).

A partir de nos résultats, nous observons des taux élevés en AGS dépassant 40% voire 50% pour MB1, MB2, MB3 et MB4, et seule MB5 présente un taux relativement faible de 29,20%. Les valeurs très élevées en AGS donnent un rapport AGS/AGI proche, voire supérieur à 1.

Le meilleur rapport AGS/AGI est enregistré dans la margarine MB5 grâce à sa teneur élevée en AGI de 69,24%. MB1 présente le rapport le moins favorable de 1,33.

D'une manière générale, les politiques nutritionnelles recommandent de limiter les AGS et de privilégier les AGI présents en plus grandes quantités dans les produits à base d'huile végétale (SAILLARD, 2010).

Les margarines équilibrées en acide gras participent donc au rééquilibrage de l'apport journalier en acides gras saturés/insaturés (SAILLARD, 2010).

La fraction AGS+AGT présente plus du tiers des acides gras totaux dans nos échantillons, soit une moyenne de 44,66%, ce qui est comparable aux résultats trouvés par HAMIDCHI et MAZI, 2016 qui est à la moyenne de 40,29.

Le rapport AGPI/AGS présente de faibles valeurs (inférieure à 1) qui sont à la moyenne de 0,44% comparativement aux résultats trouvés par HAMIDCHI et MAZI, 2016, supérieurs à 1.

Les indices les plus communément utilisés pour exprimer la valeur nutritionnelle des graisses alimentaires sont $I_1 = \text{AGPI-cis} / (\text{AGS} + \text{AGT})$ et $I_2 = (\text{AGPI-cis} + \text{AGMI-cis}) / (\text{AGS} + \text{AGT})$, sont en moyenne de 0,44% et 1,31% respectivement. Ces valeurs sont proches de celles des margarines analysées par BENTAYEB, 2012 (0,8-1,97) et HAMIDCHI et MAZI, 2016 (0,69-1,49).

Actuellement, il est reconnu que les AGS n'ont pas tous le même effet sur les lipides sériques. Il est généralement admis que C12:0, C14:0 et C16:0 sont hypercholestérolémiques et que C18:0 est neutre lorsque ces acides gras remplacent des niveaux d'énergie équivalente de cis-AGMI ou des AGPI dans l'alimentation (L'ABBÉ et BROWN, 2006 ; ASTRUP et *al.*, 2010). A cause des effets variables des acides gras sur les lipides sériques, le rapport I_3 égal à la somme des isomères cis de l'acide oléique, de l'acide linoléique et de l'acide linoléique (acides gras réduisant le cholestérol) sur la somme des acides gras saturés et trans (somme des C12:0, C14:0, C16:0 et AGT : acides gras augmentant le cholestérol) est un indice utile pour comparer la qualité nutritionnelle des différentes graisses alimentaires (RATNAYAKE et *al.*, 2007, KANDHRO et *al.*, 2008a). Il est recommandé que ce rapport soit aussi élevé que possible.

Les margarines à tartiner en barquettes analysées présentent un ratio I_3 de 0,84%, 1,56%, 1,38%, 1,08 et 2,80 pour les échantillons MB1, MB2, MB3, MB4 et MB5 respectivement.

Le rapport AG trans/Cis des margarines, représente le degré de formation des AGT générés lors du processus d'hydrogénation à partir des formes cis naturelles des AGI. Ce ratio est tout à fait négligeable dans tous les échantillons analysés (0,00-0,05). Ces résultats sont comparables à ceux trouvés par HAMIDCHI et MAZI, 2016 entre 0,03 et 0,14.

Selon GIAN LUIGI RUSSO, 2009, un rapport n-6/n-3 aussi proche que possible de 1 est considéré comme ayant un effet protecteur contre les maladies dégénératives. Cependant, un rapport de la FAO (ASTRUP et *al.*, 2010), conclut qu'il ne serait pas rationnel de recommander un rapport spécifique n-6/n-3, si les apports nutritionnels conseillés (ANC) en acides gras n-6 (2-3% de l'ET) et n-3 (0,5% de l'ET) ne sont pas respectés. C'est également l'avis émis par la Health and Canada (TEKIN et *al.*, 2002).

Le rapport n-6/n-3 dépasse la norme dans 4 échantillons par des valeurs trop élevées qui sont : 34%, 150,75%, 14,65 et 87,27 pour les marques MB1, MB2, MB3 et MB4. Seul l'échantillon MB5 présente un rapport acceptable (2,80), il est dans la norme.

Conclusion et perspectives :

Dans cette étude, nous nous sommes intéressées à la détermination de la qualité de la matière grasse de certaines margarines de table commercialisées en Algérie, à l'estimation de leur stabilité oxydative et de leur profil en acides gras.

Les analyses effectuées nous ont permis de déterminer les caractéristiques de ces margarines. En effet, l'analyse de la teneur en eau montre que cette dernière est inférieure à la norme fixée par le Codex alimentarius (16%).

Le taux de sel des différentes margarines analysées sont proches de la limite inférieure de la norme (0,1- 0,2%).

La mesure du pH des différentes margarines montre qu'à l'exception des deux margarines MB3 et MB4, toutes les autres répondent aux normes (4-5,5).

L'analyse de l'acidité montre que toutes les margarines révèlent des valeurs supérieures à la norme qui est de 0,2%.

D'après les résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde, uniquement deux échantillons MB1 et MB5 sont conformes à la norme NE qui est de 5 méq d'O₂/kg.

Les résultats du test de l'oxydation accélérée (Rancimat) sont en corrélation avec le degré d'insaturation des produits.

La détermination du profil en acides gras a montré que tous les produits analysés sont riches en acides gras saturés. Les acides gras *trans* sont apparus dans un seul échantillon avec une valeur faible.

A travers notre étude, on peut conclure que :

- Les cinq margarines analysées présentent une teneur presque nulle en acides gras *trans*.
- La margarine MB5 présente une bonne teneur en AGPI (C18 :3), qui sont des acides gras essentiels, participant au bon fonctionnement du système cardiovasculaire.

Suite aux résultats obtenus et en considérant la thématique de notre étude, il nous semble intéressant d'approfondir le présent travail en prenant en compte les aspects suivants :

- ✓ Une analyse par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) afin d'examiner les structures moléculaires et permettre une meilleure identification des configurations *cis* et *trans*.

Conclusion et perspectives

- ✓ Une analyse statistique en composante principale (ACP) pour mettre en évidence l'influence et les interactions existantes entre les différents paramètres étudiés.
- ✓ Une étude similaire et approfondie d'autres types de margarines.

A

ALAIS C, 2003. Biochimie alimentaire. 5^e édition de l'abrégé, Edition : Dunod, Paris, Pp 51-71

ALONSO L., FRAGA M.J., JUAREZ M., 2000. Determination of trans fatty acids and fatty acid profiles in margarines marketed in Spain. J9141 in JAOCS 77, pp 131-136.

ANWAR F., BHANGER M.I., IQBAL S., SULTANA B., 2006. Fatty acid composition of different margarines and butters from pakistan with special emphasis on *trans* unsaturated contents. Journal of food quality, 29, pp 87-96.

ASTUP A.V., BAZNET R., BRENNAN J.T., CALDER P.C., CRAWFORTH M.A., DANGOUR A., DONAHOO, W.T., ELMADFA I., GALLI C., GERBER M., HENRY C.J., KORNSTEINER-KREM M., LAPILLONNE A., MELANSON E.L., MILLER J., MOZAFFARAIN D., RATNAYAKE W.M.N., SANDERS T.A.B., SINCLAIR A.J., SKEAFF C.M., SMIT L.A., UAUY R., WOLMARANS P., WILLET W, 2010. Fats and fatty acids in human nutrition. Report of an expert consultation. FAO FOOD AND NUTRITION PAPER. FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS.

AUGUSTO P.E.D., SOARES B.M.C., CHIU M.C., GONCALVES L.A.G., 2012. Modelling the effect of temperature on the lipid solid fat content (SFC). Food Research International 45, pp 132– 135

B

BAYLIN A., SILES X., DONOVAN-PALMER A., FERNANDEZ X., CAMPOS H., 2007. Fatty acid composition of Costa Rican foods including trans fatty acid content. Journal of Food Composition and Analysis 20 pp 182 – 192).

BENOIT K., 2003 : La margarine, Bureau d'étude technique J. MICOULEAU, France, série N°380 916445

BENTAYEB S. 2012. Profil en acides gras de certains produits alimentaires commercialisés en Algérie, Intérêt nutritionnel et risque sur la santé. Thèse de magister. Ecole Nationale Supérieure Agronomique El-Harrach-Alger. PP 25-70

C

CHEFTEL J-C, CHEFTEL H, 1977. Agent et mécanisme de détérioration des aliments. *In* : Introduction à la biochimie et à la technologie de l'aliment « volume 1 ». Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris. Pp 271-371.

CHIKHOUNE A, 2011. Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (Hydrogénées et Interesterifiées).P 135.

CODEX, 1999. "Normes CODEX pour les graisses et les huiles comestibles non visée par des normes individuelles" Codex STAN 19- 1981 (Rév. 2-1999).

CODEX, 1995. " Norme Général pour les additifs alimentaires". CODEX STAN 192-1995 (Rév. 1997, 1999, 2001, 2003, 2004, 2005, 2006, 2007, 2008, 2009, 2010, 2011, 2012, 2013, 2014, 2015, 2016).

CODI NORM, 2016. "Margarines et matières grasses à tartiner".

COSSUT J., DEFRENNE B., DESMEDT C., FERROUL S., GARNET S., HUMBERT S., ROELSTRAETE L., VANUXEEM M et VIDAL D, 2002. Les corps gras : Entre Tradition et Modernité. QUALIMAPA (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Alimentaire).

CRAPISTE G.H., BREVEDAN M. I. V., et CARELLI A. A., 1999. Oxidation of Sunflower Oil During Storage. JAOCS, Vol. 76, no. 12. PP 1437–1443.

CUVELIER M. E. et MAILLARD M. N., 2012. Stabilité des huiles alimentaires au cours de leur stockage. OCL VOL. 19 N° 2.PP 125-132.

D

DELAMARRE S., BATT C, 1999. The microbiology and historical safety of margarine. Food microbiology.16. Pp 327-333.

E

EVARD J, PAGES-XATART-PARES X, ARGENSON CH, MORIN O. 2007. Procédé d'obtention et composition nutritionnelles des huiles de tournesol, olive et colza. Cah. Nutr. Diét. 42 (1). Pp 13-23.

F

FRANCOIS R, 1974. Les industries des corps gras. Edition : Lavoisier, Paris. Pp 283-291.

FREDOT E, 2007. Connaissance des aliments « Bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique ». Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris.

FREDOT E, 2012. Connaissance des aliments « Bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique ». Edition : Tec& Doc, Lavoisier, Paris.

G

- GRAILLE J., 2003.** Lipides et corps gras alimentaires. Edition Tec & Doc, Lavoisier
- GREEFIELD H., SOUTHGATE D.A.T., 2007.** Données sur la composition des aliments production, gestion et utilisation. Seconde édition. Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
- GUIRAUD J-P, 2003.** Microbiologie alimentaire. Edition: Dunod, Paris.

H

- HAMIDCHI TH., et MAZI D, 2016.** Propriétés physico-chimiques, stabilité oxydative et profile n acides gras de certaines margarines et smen commercialisés en Algérie. P 59.
- HERNANDEZ-MARTINEZ M., GALLARDO-VELAZQUEZ T., OSORIO-REVILLA G., 2011.** Fatty Acid Profile Including Trans Fatty Acid Content of Margarines Marketed in Mexico. J Am Oil Chem Soc, 88, pp 1485–1495.
- HIDALGO F.J., LEON M.M. Et ZAMORA R. (2006).** Antioxidative Activity of Amino hydrogenated soybean, rapeseed and sunflower oils. Food Chemistry. 102 : 827-833
- HIMED L., BARKAT M, 2014.** Elaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de *Citrus limon*. OCL (Oilseed and fats corps and lipids). 21 (1). Pp 2-5

I

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

J

- JEANTET R., CROGUENNEC T., SCHUCK P., BRULE G, 2006.** Sciences des aliments. Edition : Tec & Doc. Lavoisier, Paris. P 379.

K

- KANDHRO A., SHERAZI S.T.H., MAHESAR S.A., BHANGER M.I, TALPUR M.Y., RAUF A., 2008a.** GC-MS quantification of fatty acid profile including trans FA in the locally manufactured margarines of Pakistan. Analytical Methods. Food chemistry 109, pp 207-211.
- KARABULUT I., 2007.** Fatty acid composition of frequently consumed foods in Turkey with special emphasis on trans fatty acids. International Journal of Food Sciences and Nutrition 58(8), pp 619-628.

KARLESKIND A., et WOLFF J.P. 1992. Manuel des corps gras. Ed : Tech et Doc. PP 1579.

KARLESKIND A, 1992. Manuel des corps gras. Edition Tec & Doc, Lavoisier, Paris. P 1578

KONE S., 2001. Fabrication artisanale de margarine. Information technique. Agence allemande de coopération technique.

L

L'ABBÉ M.R., BROWN B., 2006. Transforming the food supply. Report of the Trans Fat Task Force Submitted to the Minister of Health.

LECERF J-M. 2011. Les huiles végétales: particularités et utilités. Médecine des maladies métabolique 5 (03). Pp 257-262.

LERAY C, 2013. Les lipides « Nutrition et santé ».Edition : Tec & Do, Lavoisier, Paris. P 334.

LETHA T., BYSTEDA A., HANSENB K., OVESEN L., 2003. Trans FA Content in Danish Margarines and Shortenings.J10419 in JAOCS, Vol. 80, no. 5, pp 475–478.

M

MARTIN C.A., CARAELLI R., VISANTAINER J-V., Matsushita M., Evelazio de Souza N., 2005. Trans fatty acid content of Brazilian biscuits. Food Chemistry 93, pp 445–448.

MISKANDAR M-S., CHE MAN Y., AFFANDI YUSOF M-S et ABD RAHMENE R, 2005. Quality of margarine: fats selection and processing parameters. Asia Pac J Clin Nutr. 14 (4): 387-395.

MORIN O, 2005. Acides gras *Trans*: developments. OCL (Oilseed and fats corps and lipids) 12 (5-6). Pp 414-421.

MORIN O., PAGES X, 2002. Industrie des corps gras. *In* : Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaire. 3^{ème} édition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. Pp 627-650.

MORIN O., PAGES-XATART-PARES X, 2012. Les huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. OCL (Oilseed and fats corps and lipids) 19 (2). Pp 63-75.

MOSER B. R. 2009. Comparative Oxidative Stability of Fatty Acid Alkyl Esters by Accelerated Methods. J Am Oil Chem Soc. 86:699-706.

MULTON, 2002. Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaire. 3^{ème} édition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris.

N

NOOR LIDA H.M.D, SUNDRAM K., SIEWA W.L., AMINAHB A., MAMOTB S., 2002. TAG Composition and Solid Fat Content of Palm Oil, Sunflower Oil, and Palm Kernel Olein Blends Before and After Chemical Interestérification. Paper no. J10270 in JAOCS 79, pp 1137–1144.

O

O'BRIEN R.D. 2004. Fats and oils: formulating and processing for applications. Ed: CRC Press, CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton London New York. PP: 744

OVESEN L., LETHA T., HANSEN K., 1998. Fatty acid composition and contents of Trans monounsaturated fatty acids in frying fats, and in margarines and shortenings marketed in Denmark. JAOCS, vol. 75, n°9, pp 1079-1083.

P

PAGES-XATART-PARES X, 2008. Technologie des corps gras (huiles et graisses végétales). *In* : technique de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. Pp 18-19.

PLATON J-F, 2003. Lipides et mousses alimentaires. *In* : lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. Pp 317-353

POKORNY J, 2003. Problème de stabilité des produits alimentaires liés à la présence des lipides. *In* : Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. Pp 51-74.

PRIOR E, 2003. Usage des corps gras alimentaire dans différents secteurs de la technologie alimentaire. Edition : Tec & Doc, Lavoisier, Paris. Pp 147- 179

R

RAHMANI M., 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les technologies de laboratoire, n°2, pp 18-21.

RATNAYAKE W.M.N., GAGNON C., DUMAIS L., LILLYCROP W., WONG L., MELETA M., CALWAY P., 2007. *trans* Fatty Acid Content of Canadian Margarines Prior to Mandatory *trans* Fat Labelling. J Am Oil Chem Soc 84, pp 817–825.

RIBEIRO A.N.B., BASSO R.C., GRIMALDI R., GIOIELLI L.A., GONCALVES L.A.G., 2009. Instrumental Methods for the Evaluation of Interesterified Fats. *Food Anal. Methods*, pp 282– 302.

RICHTER E.K., SHWISH K.A., SCHEEDER M.R.L., COLOMBANI P., 2009. Trans fatty acid content of selected Swiss foods: The TransSwissPilot study. *Journal of Food Composition and Analysis* 22, pp 479–484.

S

SAILLARD M., 2010. Margarines et matières grasses tatinables. *Science Direct. Cahier de nutrition et de diététique*. 45. Pp 274-280

SAUNDERS D., JONES S., DEVANE G.J., SCHOLES P., LAKE R.J., PAULIN S.M., 2008. Trans fatty acids in the New Zealand food supply. *Journal of Food Composition and Analysis* 21, pp 320 – 325.

SOULIAC L., BIZET G., REMY S., 2010. Concilier plaisir et nutrition. Travaux des groupes de travail PNNS sur les lipides et sur le goût. *Innovation agronomique* .pp 125-136.

STENDER S. et DYERBERG J., 2003. The influence of *trans* fatty acids on health Fourth edition. *A report from the Danish Nutrition Council*. ISSN no. 0909-9859.PP 39-61

T

TAVELLA M., PETERSON G., ESPECHE M., CAVALLERO E., CIPOLLA L., PEREGO L., CABALLERO B., 2000. Trans fatty acid content of a selection of foods in Argentina. *Analytical, Nutritional and Clinical Methods Section. Food Chemistry* 69, pp 209-213.

TEKIN A., CIZMECI M., KARABACAK H., et KAYAHAN M. 2002. *Trans* FA and Solid Fat Contents of Margarines Marketed in Turkey. *JAACS*. 79 (5) : 443-445.

V

VIERLING E., 2003. Aliment et boissons : filières et produits. 2^{ème} édition centre régional de documentation pédagogique.

Z

ZIDANI S., 2009. Valorisation des pelures de tomates séchées en vue de leur incorporation dans la margarine. P 74.

Annexe I : Photographies des produits analysés



MB1



MB3



MB2

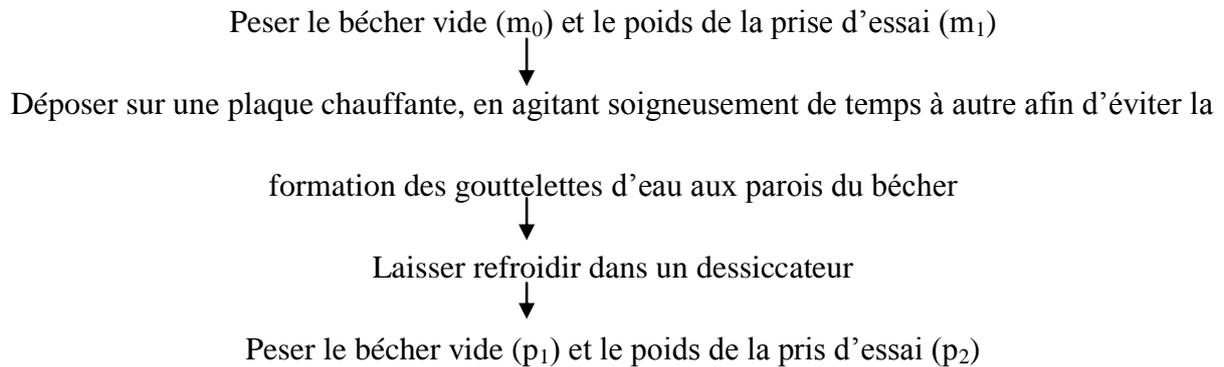


MB4

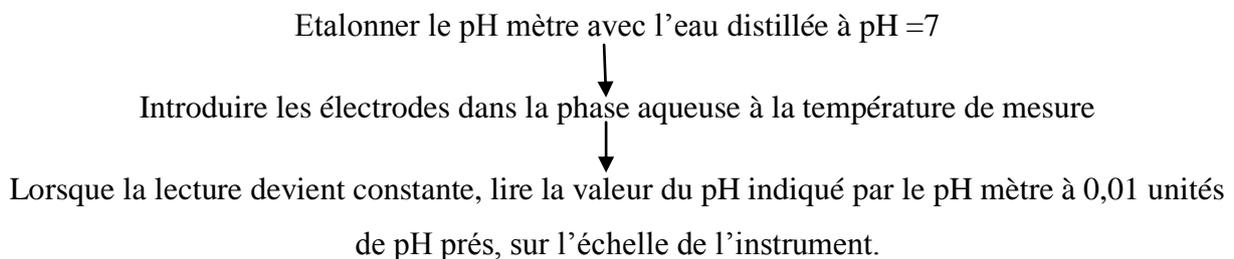


MB5

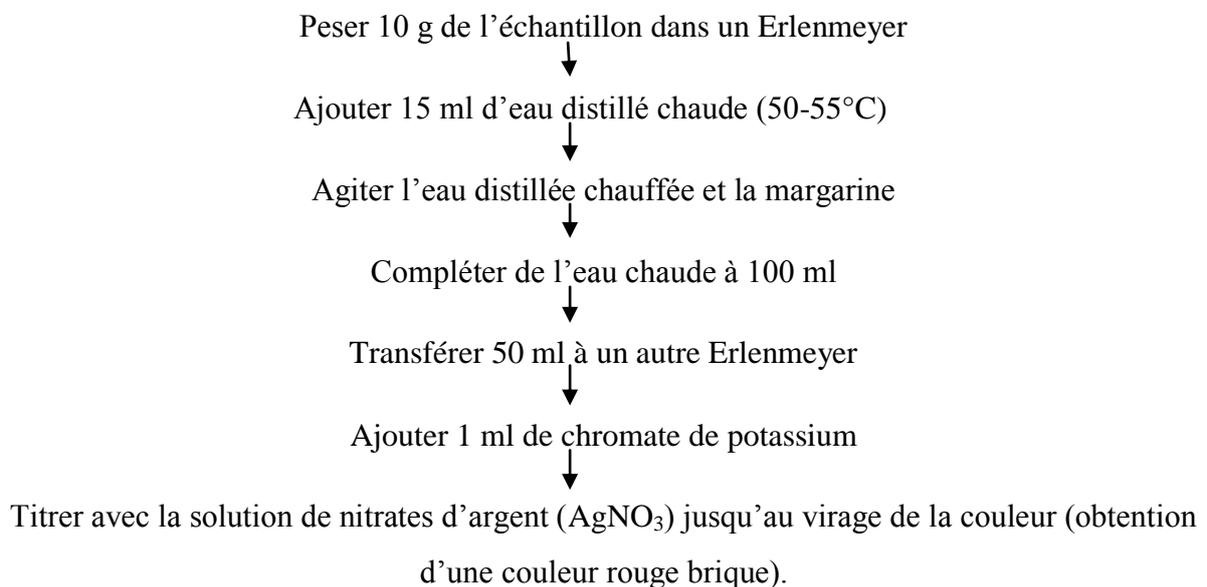
Annexe II : Mode opératoire pour la détermination de la teneur en eau



Annexe III : Mode opératoire pour la Mesure de pH



Annexe IV : Mode opératoire pour la détermination de la teneur en sel



Annexe V: Mode opératoire pour la détermination de l'acidité

Préparer dans un Erlenmeyer une solution de 75 ml d'alcool neutralisée (éthanol+ quelques gouttes de phénolphthaléine qui est un indicateur coloré, titrer le NaOH jusqu'à apparition d'une coloration rose).

↓
Ajouter 10g de l'échantillon à analyser

↓
Faire dissoudre en portant sur une plaque chauffante

↓
Procéder à un deuxième titrage des AGL par NaOH à 0,1N jusqu'à apparition de la couleur rose persistante (10 secondes)

↓
Noter la chute de la burette.

Annexe VI : Mode opératoire pour la détermination de l'indice de peroxyde

Peser 5g d'hile à 0,01 mg près dans un erlenmeyer

↓
Ajouter 12 ml de chloroforme + 18 ml d'acide acétique

↓
+1ml de la solution d'iodure de potassium (1ml d'eau distillé + 0,5 g d'iodure de potassium)

↓
Agiter durant 1mn et laisser 1mn à l'abri de la lumière, à une température comprise entre 15

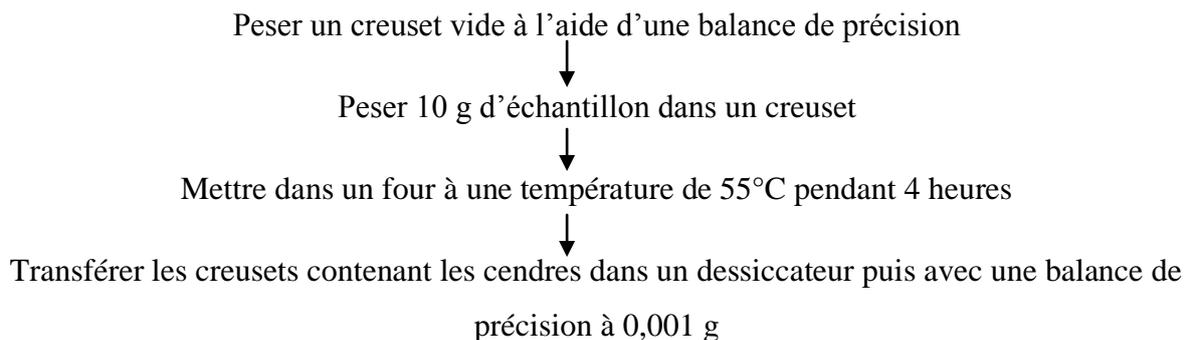
↓ et 25°C

↓
Ajouter 75ml d'eau distillée (afin d'arrêter la réaction) et agiter vigoureusement présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré

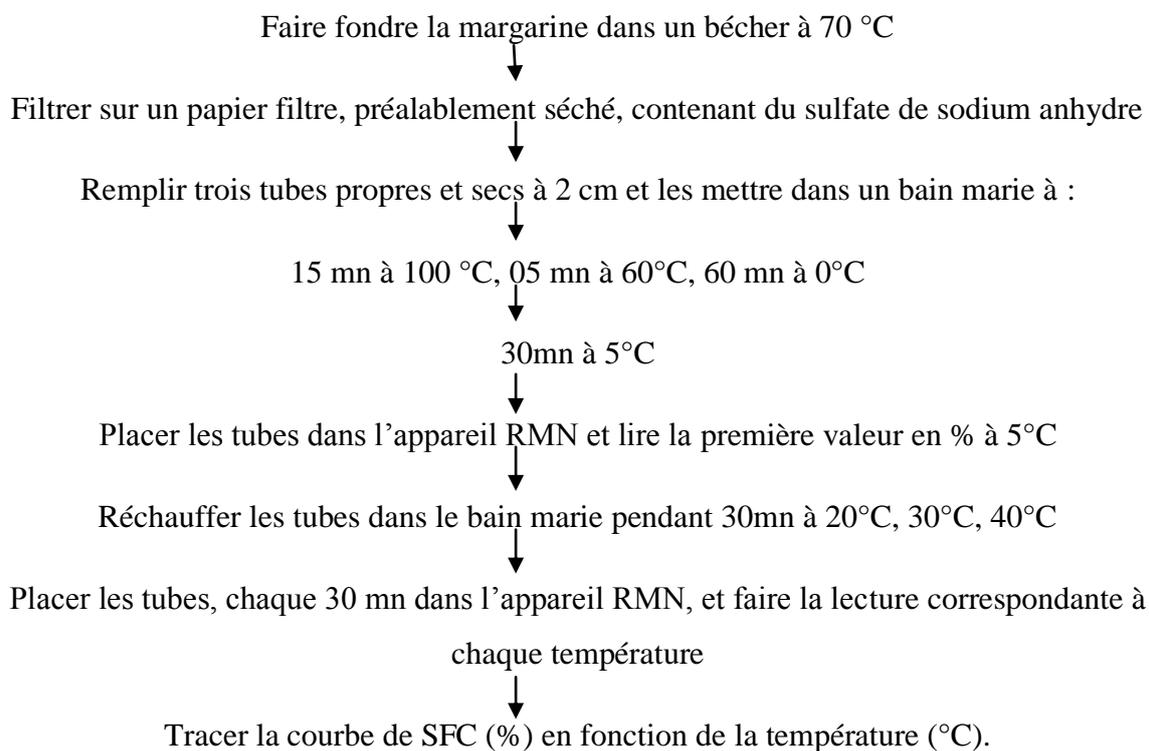
↓
Titrer l'iode libéré avec la solution de thiosulfate de sodium 0,01N

↓
Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc.

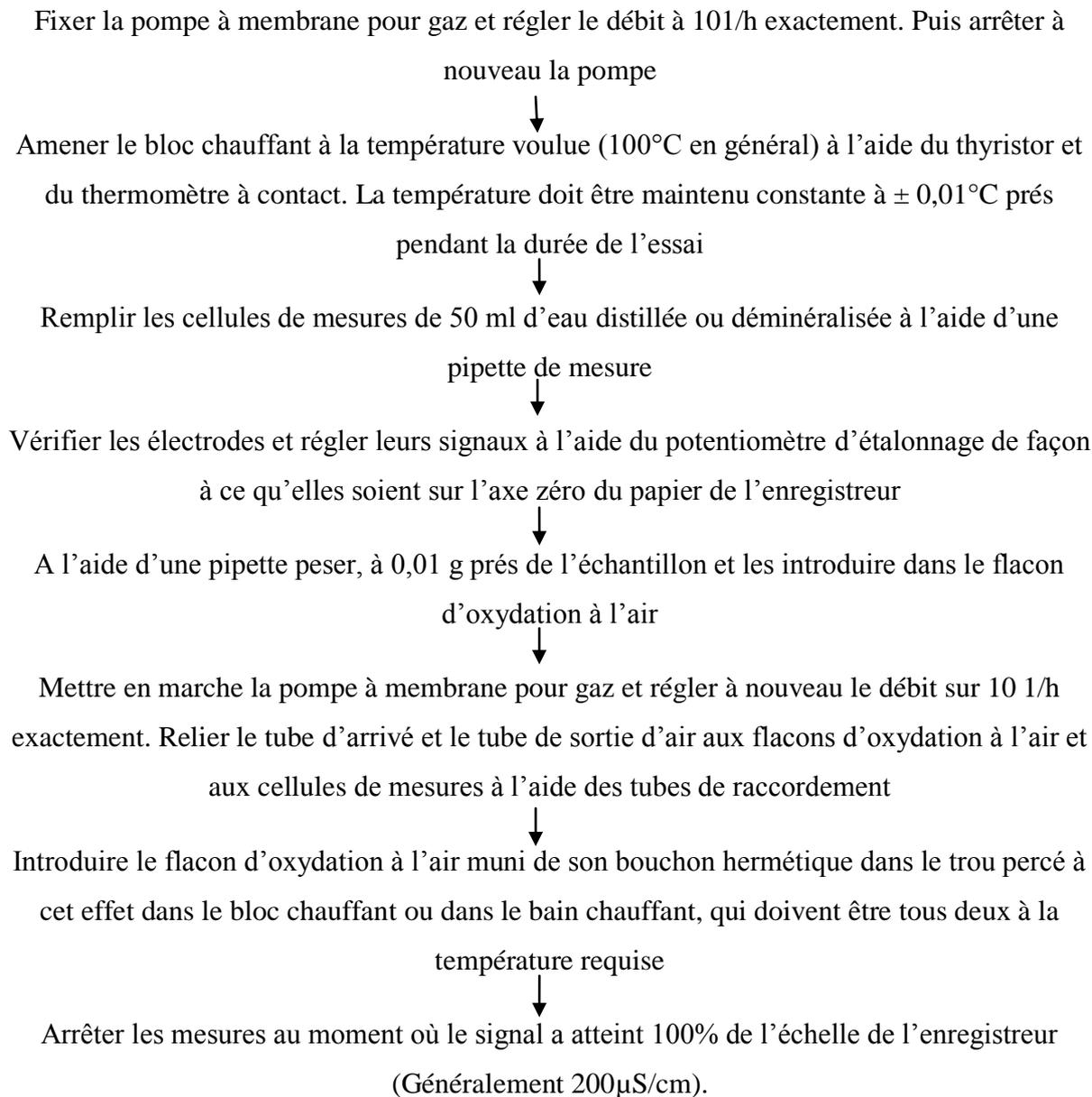
Annexe VII : Mode opératoire pour la détermination des cendres

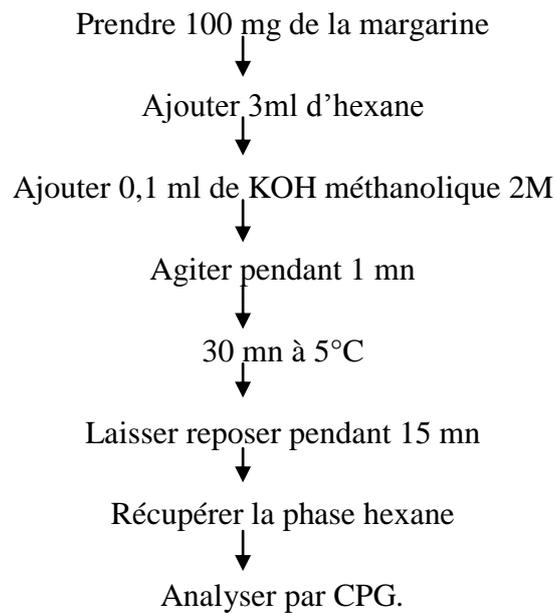
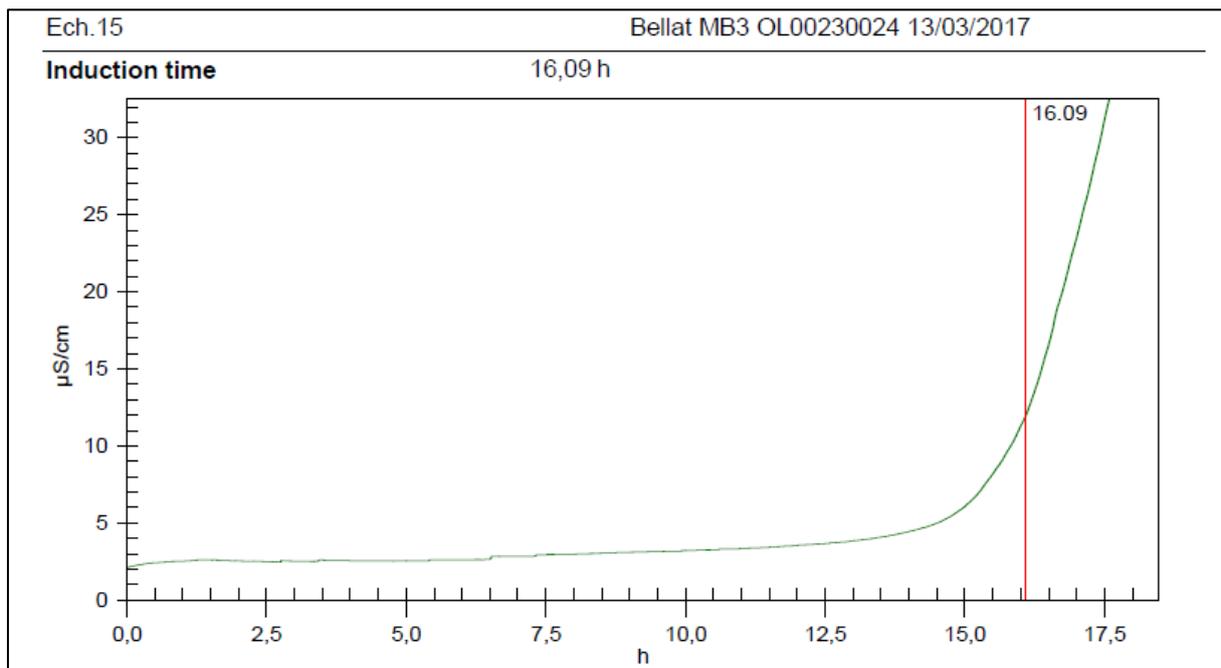


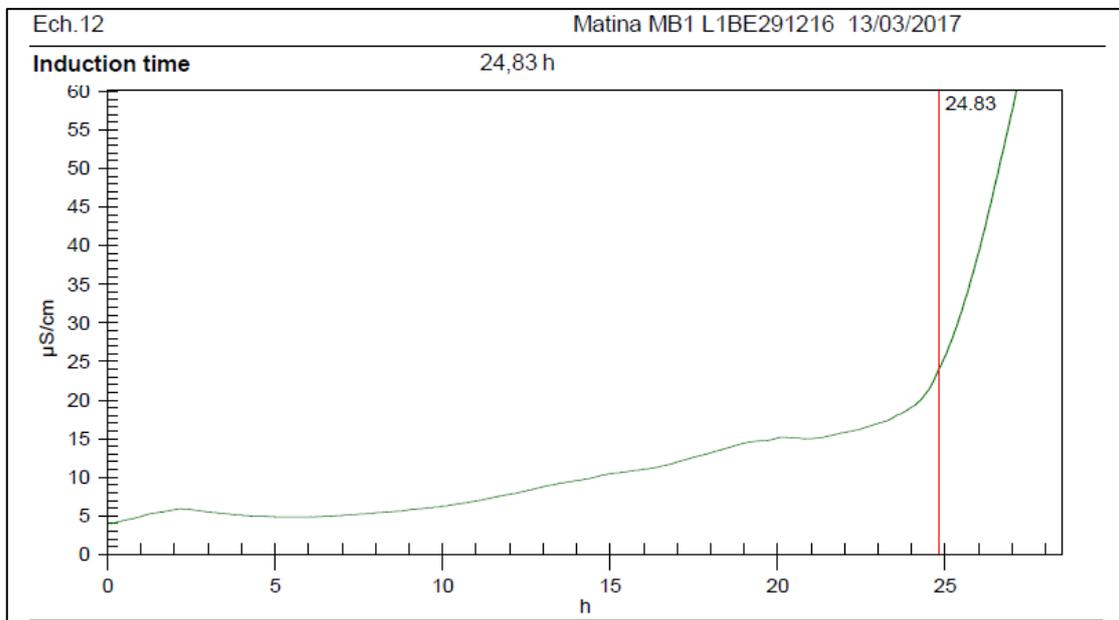
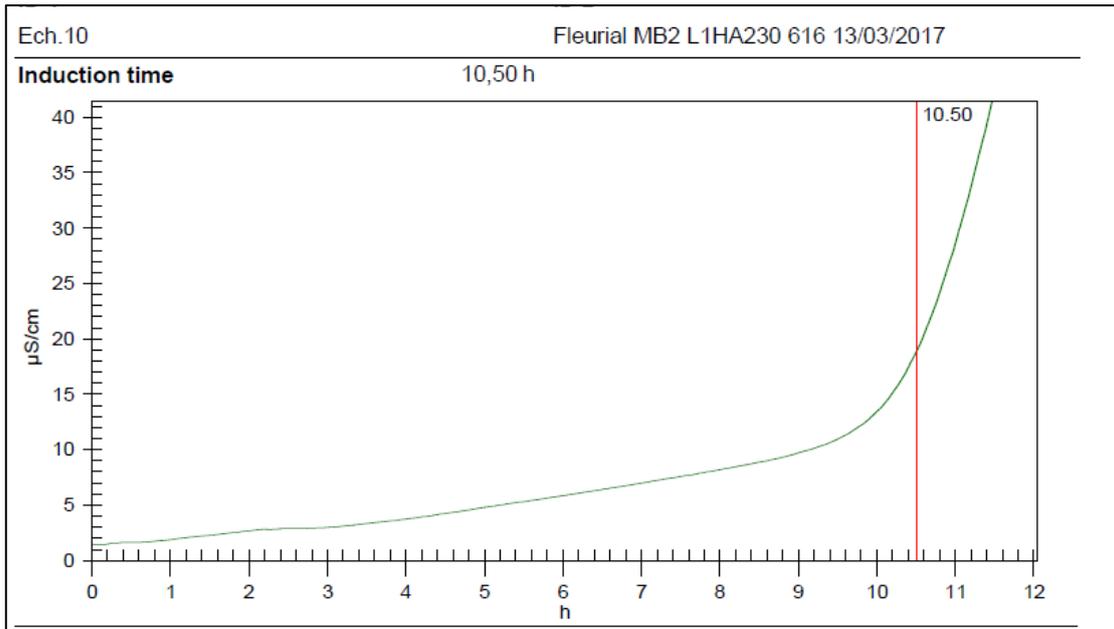
Annexe VIII : Mode opératoire pour la détermination du taux de solide (SFC)

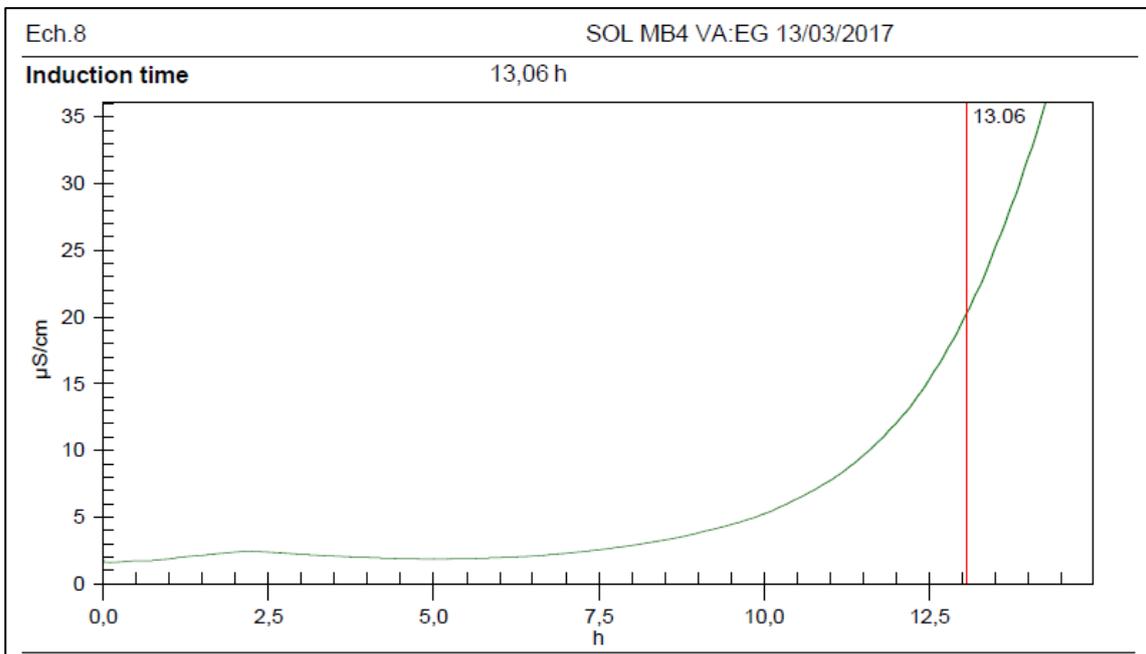
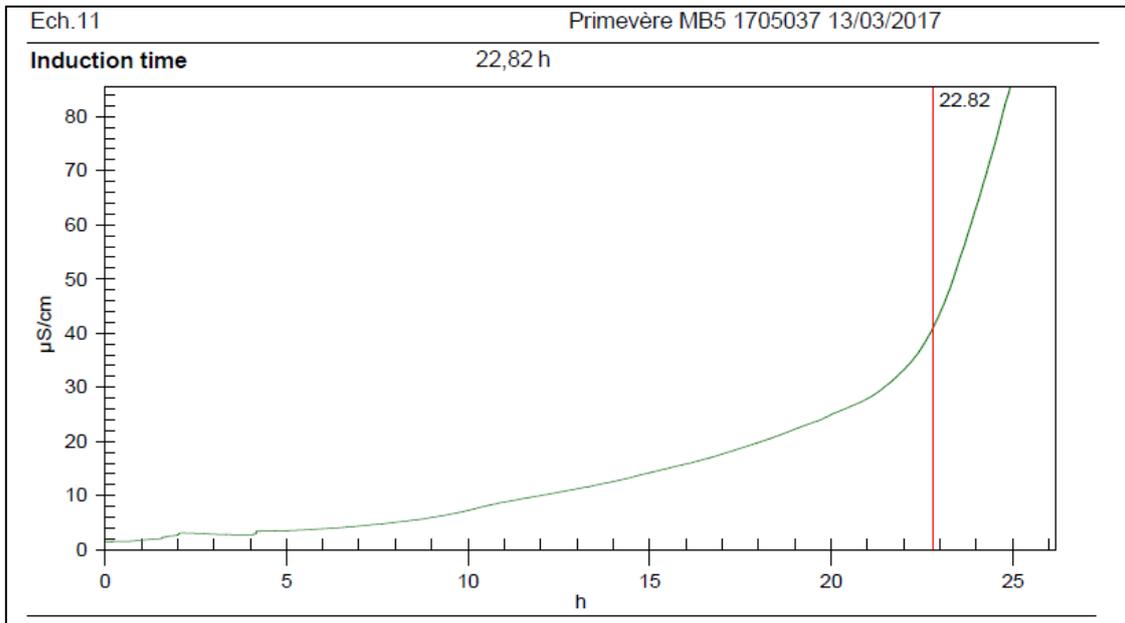


Annexe IX : Mode opératoire pour la détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat



Annexe X : Préparation des esters méthyliques d'acides gras pour la CPG**Annexes XI : courbe de la stabilité oxydative au test Rancimat des Echantillons.**





Résumé

L'objectif de cette étude est l'estimation de la qualité de la matière grasse dans certaines margarines de table commercialisées en Algérie. Un intérêt particulier a été accordé à l'estimation de leur stabilité oxydative et à la détermination de leur composition en acides gras. Les paramètres physico-chimiques (teneur en eau, pH, teneur en sel, acidité, taux de solides, taux de cendre) ont révélé que les produits analysés ne répondent pas pour la plupart aux normes en vigueur. La détermination de leur composition en acides gras a montré que pratiquement tous les produits analysés sont très riches en AGS. Ceci confirme l'utilisation de grandes proportions d'huiles hautement saturés tels que l'huile de palme, coprah, palmiste. Le profil en acides gras a également révélé la présence d'acides gras *trans* en très faible quantités dans certains échantillons.

Mots clés : margarine, rancimat, profil en acide gras, AGS, AG *trans*.

Abstract

The objective of this study is a physicochemical analysis of a selection of table margarines currently present in the Algerian market. Particular interest was given to the estimation of their oxidative stability and determination of their fatty acid composition. Physico-chemical parameters (water content, pH, salt content, acidity, solids content, ash content) revealed that the products analyzed do not, mostly, meet the standards. The determination of their fatty acid composition showed that all the products analyzed are very rich in SFA. This confirms the use of high proportions of highly saturated oils such as palm oil, coconut and palm kernel. The fatty acid profile also revealed the presence of *trans* fatty acids in very small quantities in some samples.

Key words : margarine, rancimat, fatty acid, SFA, *trans* FA.