

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
Faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques
Département des sciences alimentaires



Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Sciences Alimentaires

Spécialité : Agro-alimentaire et contrôle de qualité

Thème

Caractérisation physico-chimique et structurale des margarines de feuilletage

Présenté par : OUAMER Dehbia

Soutenu le 30/06/2025

Devant le jury

Président	BENGANA M.	MCB (UMMTO)
Promotrice	BENTAYEB S.	MCB (UMMTO)
Examinatrice	BOUKANDOUL S.	MCA (UMMTO)

Année universitaire 2024/2025

Remerciements

« Merci Dieu tout puissant »

*Je souhaite exprimer ma profonde gratitude à **Madame BENTAYEB S** maître de conférences B à l'UMMTO pour avoir supervisé ce travail*

Je remercie également

***M. BENGANA M** Maître de conférences B à l'UMMTO d'avoir accepté de présider le jury et **Mme. BOUKANDOUL S** Maître de conférences A à l'UMMTO d'avoir accepté d'examiner ce travail*

Mes vifs remerciements vont au personnel de CEVITAL SPA, particulièrement :

***M. HADJAL S.** Directeur de laboratoire Recherche et Développement de m'avoir accueillie au sein de son équipe et d'avoir mis à ma disposition les moyens nécessaires à la réalisation de ce travail*

***M. ZEROUAL B.** Ingénieur R&D chargé de la formulation des corps gras solides, pour son accompagnement attentif et son aide pendant toute la période de mon stage*

***M. OUATMANI T et Mme KOUADRI L.** l'équipe du développement analytique, pour leur disponibilité constante, leurs remarques constructives et leurs précieux conseils tout au long de l'élaboration de ce mémoire*

***M. ALLIANE KH** Ingénieur R&D chargé de la formulation des corps gras liquides, pour ses conseils qui m'ont été d'une grande utilité*

***Mme BOUALIT S.** Cheffe de service de laboratoire margarinerie ainsi que toute son équipe*

***Mme BIGHAR Z.** pour sa bienveillance quotidienne qui a contribué à créer un environnement de travail agréable durant cette période*

***M. ABAHOUR A. et M. AMRAOUI A.** pour leur professionnalisme et vigilance quotidienne*

***Tout le personnel** de la salle contrôle de l'unité margarinerie et de l'unité interestérification*

Et à toute personne ayant contribué à la réalisation de ce manuscrit

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

A **mes chers parents**, qui n'ont jamais tenté de couper mes ailes mais m'ont appris à les déployer. Vous avez toujours cru en moi même dans les moments où je doutais, votre soutien et vos encouragements m'ont guidée et m'ont permis de grandir. Vous êtes ma source d'inspiration aujourd'hui et pour toujours. Je vous promets de vous rendre fiers là où je serai.

A mon bras droit, mon seul et unique **frère**, merci d'être là dans les joies et dans les tempêtes, merci pour ton soutien et tes accompagnements

A « **Setti hbou** » ma deuxième maman, les mots ne suffisent pas afin de te remercier pour tout ce que tu as fait pour moi, je t'en serai reconnaissante toute la vie. Que Dieu te garde
pour nous

A **toute ma famille paternelle**, mon grand-père, mes oncles, mes tantes, mes cousins et mes cousines. Merci pour la fierté que vous m'avez toujours témoignée, elle a été pour moi un véritable moteur

A **toute ma famille maternelle**, ma grand-mère, mes oncles, mes tantes et particulièrement mes cousins et mes cousines qui m'ont toujours soutenue dans mes décisions et m'ont encouragée à aller de l'avant. Merci pour votre fraternité sincère et votre amour constant

A **la mémoire de mes deux cousines** parties à fleur d'âge, je n'oublierai jamais à quel point vous m'avez soutenue et encouragée pendant mes années d'études. Vous restez à jamais dans
mon cœur

A mes meilleures amies **Lyza**, **Merwa** et **Houda**, merci d'être là dans les hauts et dans les bas, merci pour la force que vous me donniez, pour votre écoute et votre aide

A **toutes les belles connaissances** que j'ai faites durant mon parcours universitaire à Alger, Constantine, Tizi-Ouzou et Béjaïa. Merci pour les moments partagés, le soutien et l'amitié.

A **toutes mes amies virtuelles** qui ont été une source constante de soutien, d'inspiration et de motivation tout au long de ce parcours

A **mes camarades de promotion M2 AACQ**, pour les bons et les mauvais moments qu'on a vécus ensemble

A **moi-même**, je suis fière de toi

Liste des abréviations et des acronymes

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction.....1

Chapitre 1 : Synthèse bibliographique

1.1 Historique3

1.2 Définition de la margarine.....3

1.3 Composition globale de la margarine.....3

1.3.1 Phase grasse3

1.3.1.1 Emulsifiants.....3

1.3.2.1 Colorants3

1.3.3.1 Aromes3

1.3.4.1 Vitamines liposolubles4

1.3.2 Phase aqueuse4

1.3.2.1 Chlorure de sodium (NaCl)4

1.3.2.2 Sucre4

1.3.2.3 Conservateurs.....4

1.3.2.4 Correcteurs du pH.....4

1.3.2.5 Antioxydants.....5

1.3.2.6 Amidon.....5

1.4 Types de margarines5

1.5 Technologie de fabrication de la margarine5

1.5.1 Raffinage5

1.5.2 Traitement de l'huile raffinée.....7

1.5.2.1 Mélange7

1.5.2.2 Hydrogénation.....8

1.5.2.3 Interésterification.....8

1.5.2.4	<i>Fractionnement</i>	9
1.5.3	<i>Processus de fabrication de la margarine</i>	9
1.6	<i>Caractéristiques des margarines de feuilletage</i>	11
1.7	<i>Parts du marché de la margarine de feuilletage par rapport aux autres margarines</i>	13
1.8	<i>Aspects réglementaires et législatifs</i>	13

Chapitre 2 : Matériel et méthodes

2.1	<i>Objectif de l'étude</i>	14
2.2	<i>Présentation de l'entreprise</i>	14
2.3	<i>Echantillonnage</i>	15
2.3.1	<i>Sélection des échantillons</i>	15
2.3.2	<i>Prélèvement des échantillons</i>	15
2.4	<i>Analyses physico-chimiques</i>	16
2.4.1	<i>Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles</i>	16
2.4.2	<i>Teneur en sel</i>	17
2.4.3	<i>Acidité</i>	17
2.4.4	<i>Détermination de l'indice de peroxyde</i>	18
2.4.5	<i>Détermination du point de fusion</i>	19
2.4.6	<i>Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat</i>	19
2.5	<i>Analyses physiques</i>	20
	<i>Diffraction des rayons X (DRX)</i>	20
2.6	<i>Analyses spectroscopiques</i>	21
2.6.1	<i>Détermination du taux de solide par RMN</i>	21
2.6.2	<i>Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)</i>	22
2.7	<i>Analyses chromatographiques</i>	22
2.7.1	<i>Détermination du profil en acides gras par chromatographie en phase gazeuse</i>	22

2.7.1.1	Préparation des esters méthyliques d'acides gras.....	22
2.7.1.2	Analyse des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG).....	23
2.8	Analyse statistique	23

Chapitre 3 : Résultats et discussion

3.1	Teneur en eau	24
3.2	Teneur en sel	24
3.3	Indices de la qualité.....	25
3.3.1	Acidité.....	25
3.3.2	Indice de peroxyde (IP).....	26
3.4	Point de fusion.....	27
3.5	Taux de solides	28
3.6	Stabilité oxydative/Test d'oxydation accéléré (Rancimat).....	30
3.7	Diffraction des rayons X (DRX).....	31
3.8	Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	35
3.9	Chromatographie en phase gazeuse	38
	Conclusion et perspectives	41

Références bibliographiques

Annexes

Résumé

Liste des abréviations et des acronymes

AGS: Acides gras saturés

AGT : Acides gras trans

AGPI : Acides gras polyinsaturés

AGMI : Acides gras mono-insaturés

DRX :Diffraction des rayons X

FTIR : Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier

HIU : Ultrasons à Haute Intensité

ISO : International Organisation of standardisation

IUPAC : Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée

LDL : Low Density Lipoprotein

MF : Margarine de feuilletage

OMS : Organisation Mondiale de la Santé

PI : Période d'induction

PF : Point de fusion

RMN : Spectromètre à résonance magnétique

SFC : Solid Fat Content

WHO : Wolrd Health Organisation

Liste des tableaux

Tableau I Les avantages et les inconvénients des deux voies d'interestérisation	9
Tableau II Description des échantillons de margarines étudiées.....	15
Tableau III Le profil en acides gras des margarines de feuilletage analysées.....	38

Liste des figures

Figure 1 Les étapes du raffinage chimique	6
Figure 2 Les étapes du raffinage physique	7
Figure 3 Schéma des différents procédés de fabrication des margarines	11
Figure 4 Principales formes polymorphes des triglycérides et leurs propriétés physiques.	12
Figure 5 Le protocole d'échantillonnage	16
Figure 6 L'appareil de l'oxydation accélérée Rancimat.....	20
Figure 7 L'appareil de la DRX	21
Figure 8 Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire	21
Figure 9 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier	22
Figure 10 La teneur en eau (%) des margarines analysées.....	24
Figure 11 La teneur en sel (%) des margarines analysées.....	25
Figure 12 L'acidité (%) des margarines analysées	26
Figure 13 L'indice de peroxyde (MécO ₂ /Kg) des margarines analysées	27
Figure 14 Point de fusion (°C) des margarines analysées	28
Figure 15 Taux de solides (%) des margarines étudiées.	29
Figure 16 Période d'induction (h) du test d'oxydation accéléré (Rancimat) des margarines étudiées.....	30
Figure 17 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF1.....	32
Figure 18 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF2.....	32
Figure 19 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF3.....	33
Figure 20 Diffractogramme de la margarine MF4.	33
Figure 21 Les spectrogrammes de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier des margarines de feuilletage.	36

Introduction

Introduction

Pour répondre aux pénuries du beurre induites par l'augmentation de la population pendant la révolution industrielle et produire une pâte qui se conserve d'une manière satisfaisante pour les forces armées, un produit a été élaboré pour remplacer le beurre. C'est la margarine (Nwanna et *al.*, 2025).

La margarine est une émulsion alimentaire de type eau dans l'huile et est principalement élaborée à partir d'huiles végétales choisies, pour satisfaire une nécessité économique et nutritionnelle. Son processus de fabrication comprend 5 étapes principales : Préparation de la phase aqueuse, préparation de la phase grasse, préparation de l'émulsion, cristallisation, maturation/conditionnement. Sa popularité a grimpé en flèches parce qu'elle pouvait être adapté pour une variété d'applications. Les produits de margarine répondent aux besoins de tout type de consommateurs : restaurateurs et transformateurs alimentaires. (O'Brien, 2009 ; Silva et *al.*, 2021 ; Fallahasgari et *al.*, 2023).

La qualité de la margarine est jugée sur la base de ses propriétés texturales et rhéologiques, qui influencent considérablement l'acceptation par les consommateurs. La facilité d'étalement et la dureté sont considérées comme les attributs texturaux les plus importants déterminant l'attrait de la margarine. Les propriétés texturales et rhéologiques de la margarine dépendent manifestement des caractéristiques de l'émulsion, de la morphologie des cristaux, du mode de traitement, des conditions de stockage et de la composition en acides gras (O'Brien, 2009 ; Silva et *al.*, 2021 ; Fallahasgari et *al.*, 2023).

Depuis son invention, la margarine n'a constamment cessé d'évoluer et a été améliorée, en réponse aux avancées technologiques et aux besoins spécifiques des consommateurs. Cette évolution progressive a permis de diversifier les types de margarines disponibles sur le marché, donnant naissance à une large gamme de produits adaptés à des utilisations variées. Parmi ces produits les margarines spécialement conçues pour la boulangerie. Les produits obtenus par l'utilisation de ce type de margarines comme la pâte feuilletée possèdent une très grande valeur énergétique due à leur richesse en graisses, qui est essentiel pour créer la texture feuilletée du produit. Les principales caractéristiques de performance de la margarine de feuilletage sont les suivantes : plasticité (taux de solides optimal), consistance (fermeté) et propriétés de fusion (Pajin et *al.*, 2011 ; Šoronja- Simović et *al.*, 2017 ; Silva et *al.*, 2021).

La composition de la phase lipidique détermine le profil nutritionnel de la margarine, étant donné que les graisses et les huiles utilisées pour la formulation des margarines de feuilletage sont obtenues par différents procédés industriels tels que l'hydrogénation. Ceci engendre une présence importante d'acides gras *trans* et d'acides gras saturés (Pajin et *al.*, 2011 ; Šoronja- Simović et *al.*, 2017 ; Silva et *al.*, 2021).

Les AGT sont essentiels dans l'industrie alimentaire en raison de leur rôle significatif dans l'amélioration du goût, de la texture et de l'appétence générale des produits alimentaires. D'autre part, leur présence dans les produits alimentaires a été associée à plusieurs effets néfastes sur la santé, tels que les maladies cardiovasculaires, le diabète de type 2, l'obésité et certains cancers (Umayangani et *al.*, 2025).

Notre étude s'inscrit dans une optique de caractérisation de quelques margarines de feuilletage commercialisées en Algérie. Elle est structurée de la manière suivante ; une étude bibliographique qui synthétise historique, définition, types de margarines, processus de fabrication et aspect réglementaire et une étude expérimentale qui évalue la qualité de la matière grasse par des analyses physico-chimiques, physiques et spectroscopiques et une présentation des principaux résultats obtenus.

Chapitre 1

Synthèse bibliographique

1.1 Historique

Dans le passé, le beurre était utilisé comme matière grasse pour la préparation des produits de pâte feuilletée. Pour de nombreuses raisons, notamment la disponibilité et la cherté de son prix, le beurre a été remplacé par d'autres matières grasses (Pajin et *al.*, 2011).

La margarine a été inventée et brevetée par Mège Mouriès en 1869, suite aux concours national lancé par Napoléon III où il chercha un substitut au beurre moins onéreux, qui alimenterait ses armées et resterait mangeable après de longues expéditions (Marangoni, 2025).

1.2 Définition de la margarine

La margarine est une émulsion eau dans l'huile qui est formulée à partir d'huiles végétales sélectionnées dont la stabilité est assurée par l'addition d'un émulsifiant (Fallahasgari et *al.*, 2023 ; Dewi et *al.*, 2024)

Les margarines pour pâte feuilletée, contenant approximativement 80% de matières grasses, sont spécifiquement élaborées pour la confection de feuilletage. Grâce à leur forte concentration en matières grasses solides, elles peuvent fondre sur une vaste plage de températures (Wickramarachchi et *al.*, 2015).

1.3 Composition globale de la margarine

1.3.1 Phase grasse

Cette phase est composée d'huiles et/ou de graisses et d'ingrédients lipophiles comme les émulsifiants (lécithine, monoacylglycérols, esters de polyglycérols d'acides gras), les colorants (β -carotène), les antioxydants et les vitamines (A, D et E) (Silva et *al.*, 2021).

1.3.1.1 Emulsifiants

D'après (Karleskind 1992) et (Fredot 2005), les émulsifiants sont des substances dotées de caractères amphiphiles, ce qui leur donne la capacité de se dissoudre dans les deux phases. Cela leur permet une combinaison sous forme d'émulsion homogène. Ils se distinguent par leur équilibre entre les propriétés hydrophiles et lipophiles. Leur fonction est donc de favoriser la dispersion de la phase aqueuse dans la phase huileuse (sous forme de fines gouttelettes).

1.3.2.1 Colorants

La margarine qui a une couleur assez similaire à celle du beurre, est obtenue soit en ajoutant de l'huile de palme rouge soit du β -carotène qui est le plus souvent utilisé (Moll & Moll, 1998).

1.3.3.1 Aromes

Les margarines sont fréquemment aromatisées par l'addition de diacétyle ou de butane Dionne 2-3, un liquide jaunâtre à forte senteur quinone. On les ajoute à des concentrations de

2-4 mg/kg. Au-delà d'une certaine limite, le goût devient désagréable et est considéré comme artificiel (Karleskind, 1992).

1.3.4.1 Vitamines liposolubles

Les corps gras peuvent contenir une quantité variable de vitamines liposolubles A, D et E. Cette dernière est présente dans tous les lipides naturels tandis que les deux premières ne se trouvent que dans des corps gras spécifiques. La vitamine K qui est aussi liposoluble ne se trouve pas dans les matières grasses (Graille, 2003).

1.3.2 Phase aqueuse

Cette partie est constituée d'eau et d'ingrédients hydrosolubles tels que le sel, les conservateurs, les antioxydants, les régulateurs d'acidité et le lait en poudre (Silva et al., 2021).

1.3.2.1 Chlorure de sodium (NaCl)

Le sel est l'un des principaux conservateurs. Il est ajouté pour améliorer le goût étant perçu comme un agent de sapidité. Les concentrations peuvent varier de 0,1% à 1%, voire même 2%. Le sel employé doit être de catégorie alimentaire, pratiquement sec, neutre ou faiblement alcalin avec absence de sels de Mg, de Fe et d'ion SO₄ qui favoriseraient l'oxydation des graisses (Karleskind, 1992).

1.3.2.2 Sucre

Le sucre améliore les caractéristiques organoleptiques et apporte de la douceur aux margarines. Il est employé dans les margarines à tartiner à raison de 0,1% à 0,3% et dans l'eau, il devrait produire une solution distincte et transparente (Karleskind, 1992).

1.3.2.3 Conservateurs

L'introduction de l'acide sorbique (E200) ou de ses sels de sodium (E201), de potassium (E203), est autorisée individuellement ou en combinaison, à raison de 2g par kilogramme de produit fini. Son emploi est utilisé si le pH de la phase aqueuse est inférieur à 5,5. L'acide sorbique est un acide faible, avec ses sels, il se présente comme un bon fongicide dont l'action inhibitrice dépend de la concentration en acide non dissous (Karleskind, 1992).

1.3.2.4 Correcteurs du pH

La législation autorise l'utilisation de l'acide citrique, de l'acide lactique et de leurs sels de Na⁺⁺ et Ca⁺⁺. L'acide citrique est un puissant antioxydant synergiste ; il régule le pH de la phase aqueuse. Un faible niveau de celui-ci inhibe la prolifération des microorganismes (Faur, 1992).

1.3.2.5 Antioxydants

Il est possible d'incorporer des tocophérols (extraits naturels) par le biais de la phase grasse. Leur fonction est de prévenir l'oxydation des huiles en retardant le rancissement (Karleskind, 1992).

1.3.2.6 Amidon

Il s'agit d'un produit de couleur blanche soluble dans l'eau, son ajout est indispensable et obligatoire par la législation afin de lutter contre la fraude, servant d'indicateur pour différencier la margarine du beurre à une proportion de 0,04% (Graille, 2003).

1.4 Types de margarines

Selon Fallahasgari et *al.* (2023) il existe trois groupes de margarine selon leurs fonctionnalités dans l'industrie alimentaire : les margarines de table, les margarines de boulangerie et les margarines de cuisson.

La margarine de table est classée en margarine en barquette et en plaquette. Tandis que les margarines de boulangerie sont divisées en cinq catégories : margarine pour panification, margarine pour gâteau, margarine pour pâte feuilletée, margarine pour croissant et margarine pour crème ou fourrage. Quant aux margarines de cuisson, elles sont classées en deux catégories : margarine de fritures et margarine d'enrobage.

1.5 Technologie de fabrication de la margarine

1.5.1 Raffinage

Le but du raffinage est de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières. Il existe deux types de raffinage : chimique et physique appelé « distillation neutralisante ». Le raffinage chimique élimine les acides gras libres par une étape de neutralisation à la soude ; la distillation neutralisante élimine ces composés indésirables par distillation sous vide poussé avec injection de vapeur (Pages et *al.*, 2010).

1.5.1.1 Dégommage

Cette phase implique l'incorporation d'acide et/ou d'eau aux huiles non raffinées, ce qui permet de retirer entre 0,2 et 1,8 % des phospholipides présents. Par conséquent, entre 0,1 et 0,3% d'acide phosphorique à 75% sont combinés avec les huiles brutes de colza et de tournesol,

qui ont été préchauffées entre 60 et 80 °C. Cependant, seulement environ 3 % d'eau sont incorporés à l'huile de soja brute (Régis et al., 2016).

1.5.2.1 Neutralisation

Durant le processus de neutralisation, les acides gras libres, qui peuvent représenter entre 0,3 et 5 % des huiles, sont extraits. Cette phase du processus implique l'incorporation d'une solution de soude, dont le niveau de concentration est déterminé par l'acidité de l'huile, dans les mélanges dérivés du dégommage. Suite au processus de mélange et de centrifugation, les pâtes de neutralisation obtenues sont soumises à plusieurs cycles de lavage à l'eau avant d'être séchées sous vide (Régis et al., 2016).

1.5.3.1 Décoloration

Dans un dispositif de décoloration rempli d'huile à une température de 90-110 °C, on ajoute généralement entre 0,2 et 2 % d'agents d'adsorption tels que les terres décolorantes. Suite à un contact de 30 minutes en agitation et sous vide poussé, l'huile est refroidie puis filtrée pour extraire les pigments toujours présents. Les composés volatils contenus dans l'huile sont extraits par vaporisation sous un vide intense, à 180-240 °C (Régis et al., 2016).

Les différents procédés des deux types de raffinages sont représentés dans la figure 1 et la figure 2.

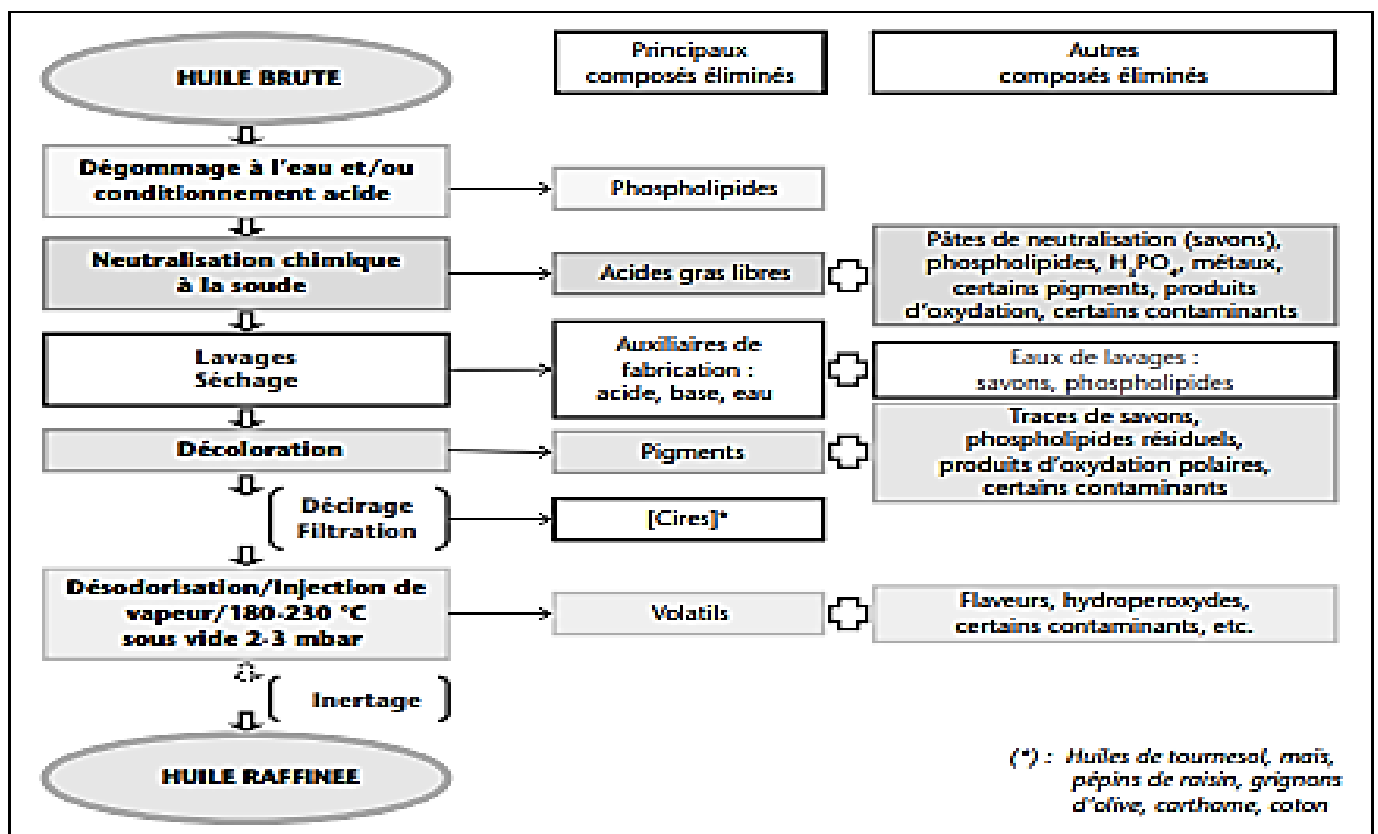


Figure 1 Les étapes du raffinage chimique (Pages et al., 2010).

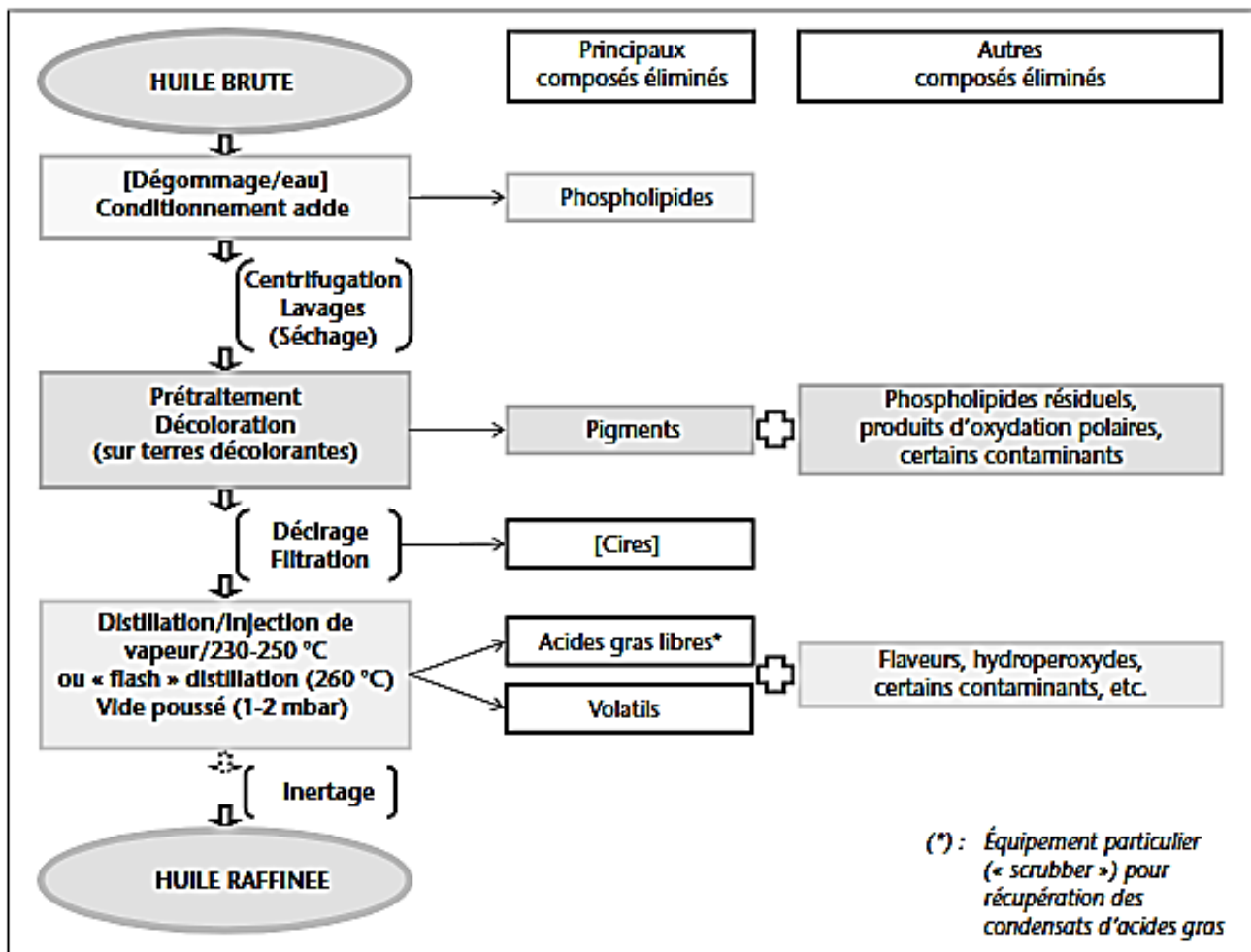


Figure 2 les étapes du raffinage physique (Pages et al., 2010).

1.5.2 Traitement de l'huile raffinée

Les corps gras n'ont pas toujours les propriétés exigées pour une utilisation donnée. Pour cela une gamme de techniques de modification est disponible pour apporter les propriétés souhaitées (Graille, 2003).

1.5.2.1 Mélange

Selon O'Brien (2009), les produits de base sont mélangés pour avoir la composition, la consistance et la stabilité requises pour les différents produits et cela inclut les shortenings, les huiles utilisées pour la fabrication de la margarine.

Les produits de base peuvent être composés de graisses et d'huiles hydrogénées, de produits interestérifiés, d'huiles raffinées et blanchies et d'huiles fractionnées.

1.5.2.2 Hydrogénation

L'hydrogénation ou le processus de durcissement est un processus de saturation. L'hydrogène est ajouté aux doubles liaisons des graisses insaturées devenant ainsi des graisses saturées conférant aux huiles une stabilité oxydative (Ghotra et *al.*, 2002).

Le processus d'hydrogénation augmente le point de fusion et la viscosité des huiles liquides, favorise la stabilité à l'oxydation ce qui permet de nombreuses applications dans les produits alimentaires transformés (Silva et *al.*, 2021).

Il existe trois types d'hydrogénation ; une hydrogénation totale ou complète où tous les acides gras insaturés se transforment en acides gras saturés sans la formation d'acides gras *trans*, une hydrogénation partielle où la formation d'acides gras *trans* est importante et une hydrogénation partielle sans durcissement qui cherche à limiter la formation des AGT tout en conservant la texture souhaitée (Umayangani et *al.*, 2025).

1.5.2.3 Interesterification

Le terme "interesterification" fait référence à la réaction des graisses et des huiles dans laquelle les esters d'acides gras réagissent avec d'autres esters ou acides gras pour produire de nouveaux esters par un échange de groupes d'acides gras. Elle implique un réarrangement ou une randomisation des résidus acyles dans les triacylglycérols, ce qui confère aux graisses et aux huiles de nouvelles propriétés (Ghotra et *al.*, 2002 ; O'Brien, 2009).

Il existe deux voies d'interesterification ; chimique et enzymatique. La première consiste en l'utilisation des catalyseurs chimiques tels que les alkylates métalliques et un changement au hasard des acides gras sur les positions sn-1, sn-2 et sn-3.

La deuxième permet un réarrangement plus ciblé avec l'utilisation des enzymes spécifiques (lipases) pour les positions sn-1 et sn-3 préservant ainsi la position sn-2 (Umayangani et *al.*, 2025).

L'interesterification enzymatique présente certains avantages par rapport à l'interesterification chimique en produisant des lipides avec des positions spécifiques pour des applications fonctionnelles et industrielles (Silva et *al.*, 2021). Les avantages et les inconvénients des deux voies d'interesterification sont détaillés dans le tableau I.

Tableau I Les avantages et les inconvénients des deux voies d'interestérisation (De Kock et *al.*, 2005 ; Umayangani et *al.*, 2025).

Voies d'interestérisation	Avantages	Inconvénients
Interestérisation chimique	Réaction rapide (moins de 2h) entre 50°C et 120°C. Méthode assez simple et reproductible effectuée en lot.	Risques liés à la manipulation du catalyseur. Un traitement supplémentaire est nécessaire en raison de réactions secondaires.
Interestérisation enzymatique	Simplicité, propreté et absence de danger. Pas de formation d'AG <i>trans</i>	Coût élevé Stabilité limitée des enzymes

1.5.2.4 Fractionnement

Le fractionnement est une étape cruciale pour la transformation des matières grasses et concerne généralement l'huile de palme ainsi que d'autres types de graisses solides. L'objectif principal de cette démarche est l'amélioration de la qualité d'une certaine classe de triglycérides, autorisant ainsi la production de deux ou plusieurs produits fonctionnels à partir d'un seul produit. Il s'agit d'un processus entièrement physique, ce qui réduit au minimum les problèmes liés à l'environnement et à la santé (Graille, 2003; O'Brien, 2009; Silva et *al.*, 2021).

1.5.3 Processus de fabrication de la margarine

D'après Silva et *al.*, (2021), le processus de fabrication des margarines comprend cinq étapes principales : préparation de la phase aqueuse, préparation de la phase grasse, préparation de l'émulsion, cristallisation et conditionnement/maturation.

1.5.3.1 Préparation de la phase aqueuse

Cette phase consiste à préparer un mélange d'eau et d'ingrédients hydrosolubles comme le sel et certains additifs. Elle est conditionnée dans une cuve séparée et chauffée à 60°C. Ce chauffage est important pour éviter que la température ne baisse pendant la préparation de l'émulsion, ce qui pourrait affecter sa stabilité suite à la cristallisation précoce des ingrédients dont le point de fusion est élevé.

1.5.3.2 Préparation de la phase grasse

Cette étape consiste à mélanger les huiles et/ou les graisses avec les ingrédients liposolubles comme les émulsifiants, les colorants et les vitamines. Sa préparation s'effectue

dans une cuve séparée sous agitation et à une chaleur supérieure au point de fusion de l'huile ou de la graisse.

1.5.3.3 Préparation de l'émulsion

Après chauffage et solubilisation des ingrédients dans les phases aqueuse et grasse, ils seront envoyés vers une seule cuve de mélange pour la formation de l'émulsion. La cuve où s'effectue l'émulsion est dotée d'un système de chauffage à surface raclée et d'agitateurs. L'émulsion est agitée entre 10 et 15 minutes puis sa température s'élève de 2-3 °C au-dessus du point de fusion pour éviter la formation de cristaux, avant qu'elle ne soit dirigée vers l'unité de refroidissement. Le choix de la température est basé sur le développement de la stabilité de l'émulsion afin d'éviter toute cristallisation précoce. Une émulsion adéquate contient des gouttelettes d'eau dispersées dans la phase grasse.

1.5.3.4 Cristallisation

La cristallisation est l'étape la plus importante de la transformation des margarines, elle se fait dans un cristalliseur qui est constitué d'échangeurs de chaleur à surface raclée avec des températures contrôlées entre 10 et 22 °C. Une température réduite favorise la formation des cristaux à partir desquels la cristallisation se poursuit. Ces cristaux se forment d'abord sur les parois où la température baisse rapidement, puis sont raclés et vigoureusement amassés. Si le refroidissement est lent, quelques gros noyaux cristallins se forment. Si le refroidissement est rapide, plusieurs noyaux de petits cristaux se forment. La consistance des margarines formées est le résultat du comportement de cristallisation. Par exemple, si les cristaux sont granuleux, la tartinabilité de la margarine sera affectée ou si la température de cristallisation subit des changements, l'émulsion sera déstabilisée.

De plus, on prend en compte les points cruciaux de la cristallisation : une cristallisation insuffisante peut produire des margarines manquant de brillance, comportant des grumeaux peu plastiques, alors qu'une cristallisation trop poussée peut aboutir à des margarines excessivement brillantes.

1.5.3.5 Conditionnement/la maturation

Le conditionnement est perçu comme un processus de maturation. Une fois sortie du cristalliseur, la margarine est conservée dans son conteneur dédié et maintenue entre 5 et 7 °C pendant approximativement une journée. Les margarines doivent être contenues dans des emballages qui les préservent de la lumière et de l'oxygène.

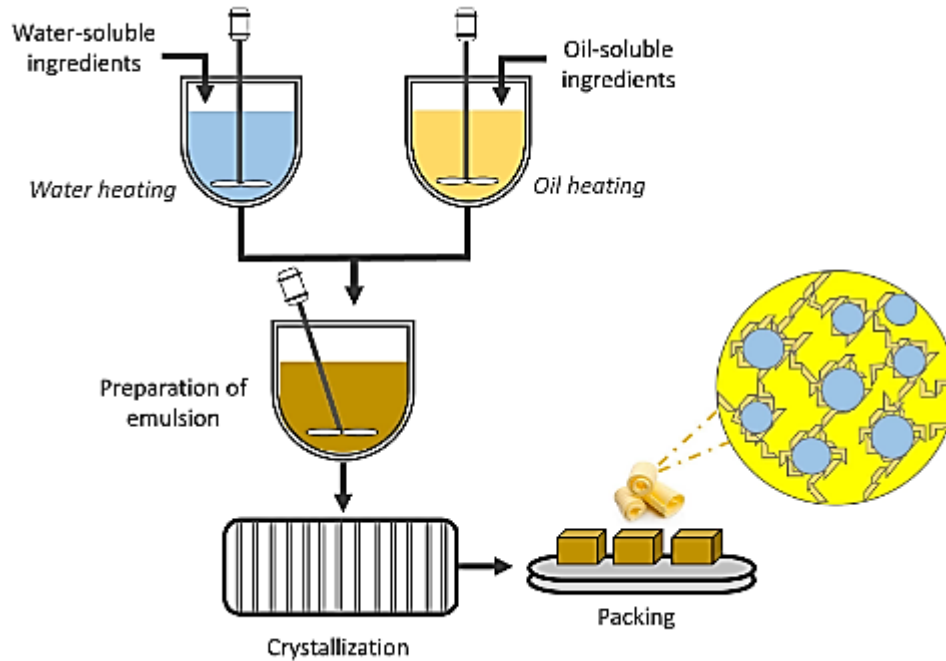


Figure 3 Schéma des différents procédés de fabrication des margarines (Silva et al., 2021).

1.6 Caractéristiques des margarines de feuilletage

La texture légère, délicate et feuilletée des pâtes feuilletées est due à la combinaison unique de matières grasses et de pâte. Les margarines de feuilletage doivent présenter certaines caractéristiques structurelles spécifiques telles qu'une plasticité prédéterminée, une fermeté et un profil de teneur en solides (Simovic et al., 2009).

1.6.1 Caractéristiques physiques

1.6.1.1 Polymorphisme

Le polymorphisme désigne la capacité d'une substance à créer différentes structures cristallines. Plusieurs facteurs influencent celui-ci, tels que la composition des triglycérides, l'existence de glycérides partiels, de diglycérides et de monoglycérides, ou d'autres composants lipidiques moins importants. La vitesse du refroidissement, le taux de cisaillement subi pendant la cristallisation ainsi que la durée et la température de conservation après la cristallisation jouent également un rôle. Ces facteurs peuvent affecter la texture et les caractéristiques de fusion du produit.

Il existe trois principaux polymorphes dans les triglycérides α , β' et β . La forme α est métastable, la forme β' est moins stable tandis que la forme β est la plus stable, comme la figure I l'indique (Marangoni, 2025).

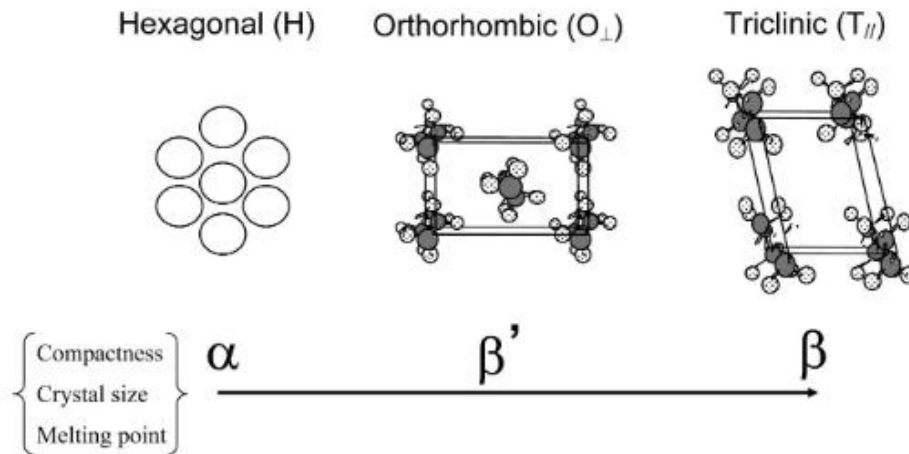


Figure 4 Principales formes polymorphes des triglycérides et leurs propriétés physiques (Marangoni, 2025).

1.6.2.1 Taux de solide

Le taux de solides donne une indication sur les propriétés de fusion. C'est l'un des éléments clés qui influent sur la texture des graisses. En règle générale, le taux de solide de la phase grasse est à l'origine de bon nombre de caractéristiques des margarines, notamment leur apparence générale, leur facilité de mise en forme, leurs propriétés organoleptiques, leur facilité d'étalement et l'exsudation d'huile (Laia et al., 2000).

1.6.3.1 Point de fusion

Le point de fusion détermine les caractéristiques de fusion de la margarine lorsqu'elle est utilisée dans des préparations alimentaires telles que le pain, les biscuits ou comme ingrédient. A 37°C, les margarines doivent présenter un taux de solides faible pour une fonte adéquate à la température corporelle (Silva et al., 2021).

La dureté et l'étalement sont les caractéristiques les plus importantes perçues par les consommateurs, qui sont principalement déterminées par la composition de la margarine particulièrement la teneur en solides car son augmentation entraîne l'augmentation de la dureté et la diminution de l'étalement (Glibowski et al., 2008).

1.6.2 Caractéristiques organoleptiques

Le produit obtenu avec l'utilisation d'une margarine de feuilletage, s'appelle pâte feuilletée.

La méthode du feuilletage est basée sur les pliages successifs (tourrage et laminage) de couches de pâte et de couches de matière grasse d'épaisseur similaire. Cela favorise, lors de la cuisson, l'expansion du produit et la création de feuillet distincts en pâte. Sa qualité dépend de celle des ingrédients utilisés ainsi que des méthodes de fabrication. La matière grasse est

liquéfiée et intégrée à la pâte, lui apportant une texture tendre et une capacité à résister aux éléments humides ajoutés, ce qui préserve le caractère croustillant de la pâte feuilletée (Laventurier, 2013; Wickramarachchi et al., 2015).

1.7 Parts du marché de la margarine de feuilletage par rapport aux autres margarines

Le secteur de la margarine industrielle connaît une importante expansion, stimulée par l'augmentation de la demande dans le domaine de la transformation alimentaire, notamment pour les produits de boulangerie et de confiserie. Une des principales tendances est l'adoption de formulations plus saines, telles que la diminution des gras trans et les alternatives à faible teneur en gras, en réaction à une prise de conscience de plus en plus marquée des consommateurs concernant leur santé. En outre, l'avancée de la technologie de fabrication de margarine contribue au développement du marché, en améliorant la consistance et la durée de conservation des produits (Anonyme, 2024).

La part de la margarine solide sur le marché de la margarine industrielle devrait s'élever à 1,6 milliard de dollars d'ici à 2024, grâce à son besoin grandissant dans différentes utilisations industrielles. On prévoit que ce segment connaîtra une expansion de 4,8 % du TCAC entre 2024 et 2032, en grande partie grâce à son intégration répandue dans les produits boulangers tels que les pâtisseries et les pâtes feuilletées, où la consistance et la rigidité sont d'une importance capitale (Anonyme, 2024).

Selon la direction de marketing de CEVITAL, la part du marché des margarines de feuilletage a atteint 45000 tonnes en 2024, en Algérie.

1.8 Aspects réglementaires et législatifs

En 2023, un total de 53 pays avaient établi des politiques exemplaires pour gérer les acides gras *trans* industriels dans l'alimentation. Ces politiques ont considérablement amélioré l'environnement alimentaire pour 3,7 milliards de personnes, soit 46 % de la population mondiale, et pourraient contribuer à sauver environ 183 000 vies par an (WHO, 2024).

Bien que l'objectif audacieux, fixé par l'organisation Mondiale de la santé (OMS) en 2018, qui est d'éliminer complètement les acides gras *trans* (AGT) de l'approvisionnement alimentaire mondial en 2023, n'ait pas été totalement atteint, des progrès notables ont été réalisés dans toutes les régions du monde. En 2023, sept pays ont mis en place de nouvelles politiques exemplaires : l'Égypte, le Mexique, le Nigeria, la Macédoine du Nord, les Philippines, la République de Moldavie et l'Ukraine. En janvier 2024, l'OMS a reconnu cinq

Chapitre 2

Matériel et méthodes

2.1 Objectif de l'étude

L'objectif de cette étude est une caractérisation physico-chimique et structurale d'une sélection de margarines de feuilletage de date récente, présentes 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 diffraction des rayons X (DRX) et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Les analyses effectuées ont été réalisées au niveau de différents laboratoires, à savoir :

- **Le laboratoire de Recherche et de Développement de l'entreprise CEVITAL spa (Bejaia).** (Humidité, Acidité, Taux de sel, Indice de peroxyde, Point de fusion, Test au Rancimat)
- **Le laboratoire d'analyses physico-chimiques de l'unité de margarinerie CEVITAL spa (Bejaia).** (SFC)
- **PTAPC-CRAPC (Bejaia).** (DRX)
- **Le laboratoire de recherche de chimie appliquée et de génie chimique (UMMTO).** (FTIR)
- **Laboratoire privé de contrôle de qualité et de conformité BEDRANE Younes (Boumerdes).** (CPG)

2.2 Présentation de l'entreprise

CEVITAL est une Société Par Actions, fondée en 1998 et située dans le port de Bejaia. Elle possède diverses unités de production, spécialisées dans le sucre, les corps gras, l'eau minérale, les boissons et les sauces. Ses produits sont commercialisés dans divers pays, y compris en Europe, au Maghreb, au Moyen-Orient et en Afrique de l'Ouest.

CEVITAL SPA est équipé de :

- Deux raffineries de sucre 3000 et 3500 T
- Une unité de sucre liquide et une unité de production de sucre roux
- Deux unités de conditionnement de sucre
- Une raffinerie d'huile
- Une unité de conditionnement d'huile
- Une margarinerie
- Une unité d'eau minérale et gazéifiée
- Une unité de fabrication et de conditionnement de boissons fruitées et de production de conserves et confitures
- Une unité de production des sauces

Le complexe agroalimentaire CEVITAL est doté d'un laboratoire central, de plus, chaque unité de production est équipée d'un laboratoire tels que : le laboratoire de recherche et développement, le laboratoire d'analyses physico-chimiques de l'unité margarinerie, le laboratoire d'analyses microbiologiques...etc

2.3 Echantillonnage

2.3.1 Sélection des échantillons

Les marques des échantillons ont été choisies d'après les informations collectées auprès du service marketing de CEVITAL. En effet, ce dernier nous a procuré les quatre marques de margarine de feuilletage les plus présentes sur le marché. Il s'agit des marques : La Parisienne (CEVITAL), Salha (MALUXE), Mliha (SOFAMAR) et Many (MATEMA) (tableau II). Elles sont codées respectivement MF1, MF2, MF3 et MF4.

Tableau II Description des échantillons de margarines étudiées.

Produit	Code	Composition
LA PARISIENNE	MF1	Huiles et graisses végétales raffinées non hydrogénées 80%, eau, sel 0,8%, triglycéride de colza saturé, arôme beurre artificiel, additifs alimentaires : (mono et di-glycérides d'acides gras SIN 471(BPF), esters polyglycéroliques d'acides gras SIN 475, lécithines de soja SIN 322 (BPF)) : émulsifiants, acide lactique SIN 270 (BPF) : régulateur de l'acidité, sorbate de potassium SIN 202 : agent de conservation, butylhydroquinone tertiaire SIN 319 : antioxydant, bêta-carotènes (légumes) SIN 160a(ii) : colorant .
SALHA	MF2	Huiles et graisses végétales raffinées en l'état et hydrogénées (80% à 82%), eau, sel, sucre, additifs alimentaires : (SIN 471 ,475,322) Emulsifiants, Sobates de Potassium (SIN 202) Conservateur, (SIN 304 , 307c) Antioxydants, Acide citrique (SIN 330) Régulateur d'acidité, bêta carotène (SIN 160a), Colorant, arôme beurre nature identique
MLIHA	MF3	Huiles et graisses végétales hydrogénées raffinées et en l'état (80%), sel (0,5%), eau, sucre, arôme beurre, additifs alimentaires : lécithine de soja (SIN 322), Mono et di-glycéride d'acides gras (SIN 471), Esters polyglycéroliques d'acides gras (SIN 475), régulateur d'acidité : acide citrique (SIN 330), conservateur : Sorbate de potassium (SIN 202), antioxydant : palmitate d'acorsbyle (SIN304(1)), α -tocophérol (Vitamine E) (SIN 307), colorant alimentaire : bêta-carotène (SIN 160a (I))
MANY	MF4	Graisses et huiles végétales sélectionnées et raffinées en l'état et hydrogénées (82%), eau, sel, additifs alimentaires SIN 471 (BPF) Emulsifiant, stabilisant et agent anti-moussant SIN 322 (BPF) Emulsifiant, anti-oxydant SIN 202 (max : 1g/Kg) Agent de conservation, stabilisant SIN 160a (max : 200mg/kg), colorant (bêta-carotène), arôme artificiel de beurre

2.3.2 Prélèvement des échantillons

L'échantillonnage des aliments choisis a été réalisé en s'appuyant sur les recherches effectuées par divers auteurs qui ont abordé ce sujet (Tavella et *al.*, 2000 ; Karabulut & Turan, 2006 ; Greenfield & Southgate, 2007). Le type d'échantillonnage utilisé est un échantillonnage aléatoire stratifié.

On a acheté vingt-quatre (24) plaquettes de margarines de feuilletage chez des commerçants de détail, spécialisés dans la vente des ingrédients et fournitures de gâteaux au niveau des wilayas de Béjaïa, Tizi-Ouzou et Boumerdès (220 km, 100 km, 45 km à l'est de la capitale Alger, respectivement), durant la période allant de mars 2025 à avril 2025. Le protocole d'échantillonnage est détaillé dans la figure 5.

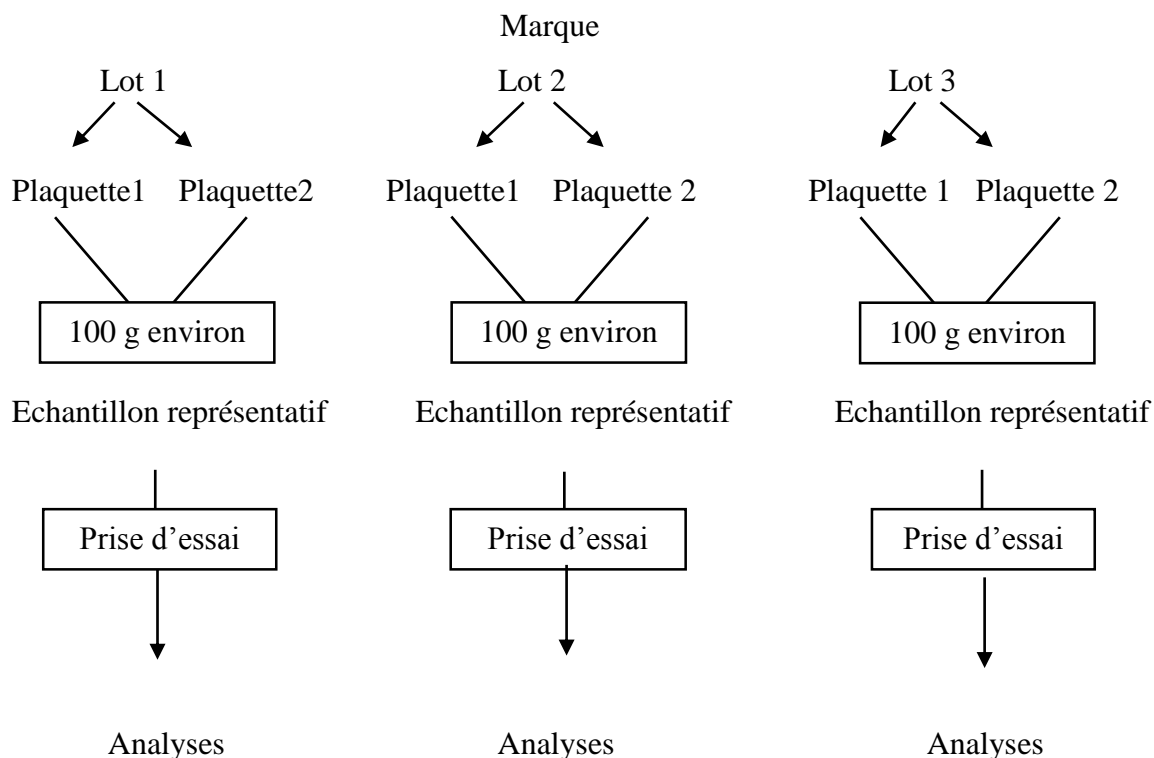


Figure 5 Le protocole d'échantillonnage

2.4 Analyses physico-chimiques

2.4.1 Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles

Principe

La détermination de la teneur en eau s'effectue par la mesure de la perte de masse d'un produit chauffé à $103 \text{ °C} \pm 2\text{°C}$ jusqu'à ce que l'eau et les substances volatiles soient complètement éliminées (Méthode n°662 ; ISO, 2016).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe II.

Expression des résultats

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

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

Où :

W : Teneur en eau exprimée en %.

m_0 : La masse, en grammes, de la capsule ou du vase en verre.

m_1 : La masse, en grammes, de la capsule ou du vase et de la prise d'essai avant chauffage.

m_2 : La masse, en grammes, de la capsule ou du vase et de la prise d'essai après chauffage.

2.4.2 Teneur en sel

Principe

Il s'agit de la concentration en chlorure de sodium (NaCl) dans la margarine. Son évaluation repose sur le dosage des chlorures à l'aide du nitrate d'argent, en présence de chromate de potassium, comme indicateur coloré (NE.1.2.429,1989).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe III.

Expression des résultats

La teneur en sel est calculée de la manière suivante :

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

Où :

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) : Equivalent grammes de NaCl égal à 58.5.

P : Prise d'essai en g.

2.4.3 Acidité

Principe

L'acidité correspond au taux d'acides gras libres exprimé traditionnellement en acide laurique pour les huiles de coprah et de palmiste, en acide palmitique pour l'huile de palme et en acide oléique pour la plupart des autres huiles. Sa détermination repose sur la neutralisation

des acides gras libres à l'aide d'une solution de NaOH chauffée, en présence de phénolphtaléine (Méthode n° 660 ; ISO, 1996).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe IV.

Expression des résultats

L'acidité est exprimée de la manière suivante

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

Où :

A : teneur en acidité exprimée en %.

M : masse molaire d'acide palmitique = 256,43 g/mol.

N : normalité de NaOH à 0.1N.

P : poids de la prise d'essai.

V : volume de NaOH utilisé pour le titrage.

2.4.4 Détermination de l'indice de peroxyde

Principe

C'est la quantité de substances de l'échantillon qui oxydent l'iodure de potassium. Habituellement, l'indice de peroxyde se mesure en milliéquivalents (méq) d'oxygène actif par kilogramme d'échantillons. La méthode utilisée est basée sur le traitement d'une prise d'essai en solution dans de l'acide acétique et du 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 (Méthode n°3960 ; ISO, 2017).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe V.

Expression des résultats

L'indice de peroxyde est calculé ainsi :

$$IP(\text{meq O}_2/\text{Kg}) = \frac{(V_1 - V_0) \times N \times 1000}{m}$$

Où :

IP : Indice de peroxyde exprimé en meq O₂ /kg

V₁ : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'échantillon (en ml)

V₀ : Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour l'essai à blanc (en ml)

N : Normalité de thiosulfate de sodium (mol/L)

1000 : Facteur de conversion

m : Masse de la prise d'essai

2.4.5 Détermination du point de fusion

Principe

La température de fusion est celle à laquelle une substance grasse solidifiée dans un tube capillaire commence à ramollir, permettant ainsi sa remontée dans le tube. Sa détermination repose sur la transformation de la graisse de l'état solide à l'état liquide sous l'action de la chaleur, à une température précise. La température mentionnée fait référence au point de fusion de la margarine, indiquée en degrés Celsius (°C) (Méthode n° 6321 ; ISO, 2021).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe VI.

2.4.6 Test d'oxydation accéléré ou détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat

Principe

Ce test est réalisé avec l'appareil Rancimat (figure 6). Il repose sur le principe de faire passer un flux d'air purifié à travers l'échantillon chauffé à une température déterminée qui est de 99.99°C. Au cours du processus d'oxydation, les gaz produits sont aspirés par l'air dans un flacon rempli d'eau déminéralisée ou distillée, où est plongée une électrode qui mesure la conductivité. L'électrode est branchée à un appareil de mesure et d'enregistrement. L'augmentation rapide de la conductivité marque la fin de la phase d'induction. Cette hausse rapide est causée par l'accumulation d'acides gras volatils générés pendant le processus d'oxydation (Méthode n° 6886 ; ISO, 2016).

La méthode du test Rancimat consiste donc en une évaluation conductimétrique des produits issus de la décomposition des acides volatils (principalement l'acide formique et l'acide acétique) lors du processus d'oxydation.

La norme ISO 6886 (2016) décrit la période d'induction et la stabilité à l'oxydation de la manière suivante :

- ✓ Temps d'induction : C'est la durée entre le commencement de la mesure et l'instant où la production d'oxydation commence à croître rapidement.
- ✓ Stabilité à l'oxydation : C'est la durée d'induction, indiquée en heures.

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe VII.

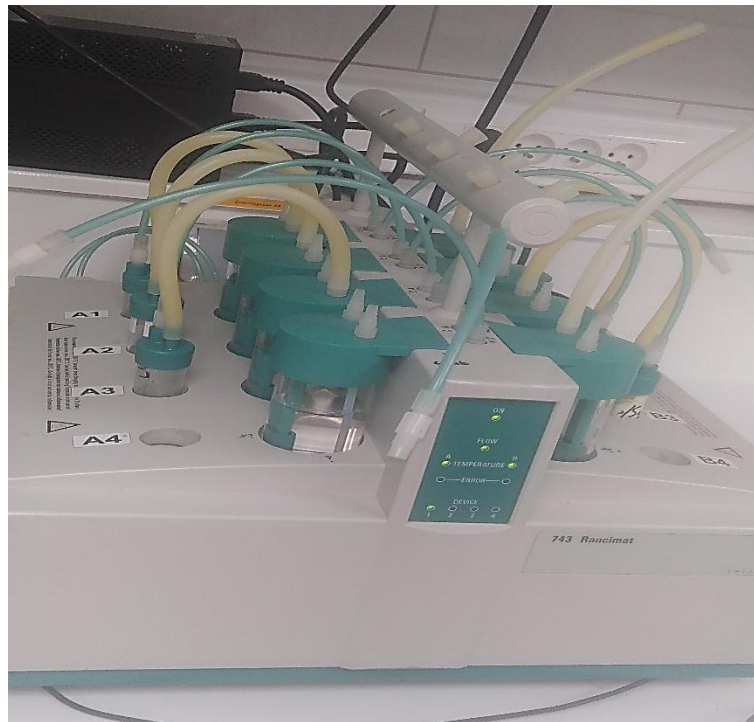


Figure 6 L'appareil de l'oxydation accélérée Rancimat

2.5 Analyses physiques

Diffraction des rayons X (DRX)

Principe

La diffraction des rayons X (DRX) permet d'analyser la structure cristalline des matériaux solides. Lorsqu'un faisceau de rayons X est dirigé sur un échantillon, les plans cristallins diffractent les rayons selon la loi de Bragg. L'intensité des pics diffractés, enregistrée en fonction de l'angle de diffraction (2θ), permet de déterminer la nature et le degré de cristallinité (Wang *et al.*, 2019). L'analyse est réalisée avec l'appareil de la DRX (figure 7).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe VIII.



Figure 7 L'appareil de la DRX

2.6 Analyses spectroscopiques

2.6.1 Détermination du taux de solide par RMN

Principe

L'évaluation de la quantité de matières grasses solides se fait à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) (figure 8). Ce taux exprimé en pourcentage, constitue une caractéristique physique importante influençant les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras. (Méthode n° 8292 ; ISO, 2008)

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe VIII.



Figure 8 Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire

2.6.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

Principe

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet d'identifier les groupes fonctionnels présents dans les matériaux organiques à partir de l'absorption des rayonnements infrarouges par les liaisons chimiques. Le mode ATR permet d'analyser directement les échantillons sans préparation, en utilisant une réflexion interne atténuée à travers un cristal. L'appareil utilisé est un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier (figure 9)

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe X.



Figure 9 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

2.7 Analyses chromatographiques

2.7.1 Détermination du profil en acides gras par chromatographie en phase gazeuse

Principe

La chromatographie sous toutes ses formes représente un moyen de séparation, d'identification et de quantification. Très efficace fréquemment utilisée pour l'analyse quantitative et qualitative des huiles alimentaires.

2.7.1.1 Préparation des esters méthyliques d'acides gras

Les esters méthyliques se forment par transestérification dans une solution méthanoïque d'hydroxyde de potassium comme phase intermédiaire avant la saponification (point 5 de La méthode ISO 5509 :2000, point 5 de la méthode IUPAC 2.301).

Mode opératoire

Le mode opératoire est détaillé en annexe XI.

2.7.1.2 Analyse des esters méthyliques d'acides gras par chromatographie en phase gazeuse (CPG)

Les analyses chromatographiques ont été effectuées à l'aide d'un chromatographe en phase gazeuse à régulation électronique de Pression, de type TRACE GC Ultra de marque fennigan 1300. On a utilisé une colonne capillaire en silice fondue de type Rtx -2330 (10% phenylcyanopropyl polysiloxane) de 30 m de longueur, 0,25 mm de diamètre et 0,25 µm d'épaisseur de film, d'un détecteur à ionisation de flamme réglé à 260°C et alimenté par un mélange de gaz H₂/air et d'un injecteur Split splitless réglé à 250°C. Le gaz vecteur est l'azote à 1.5 ml/min. Le mode d'injection est split (Rapport de fuite de 1/50. La température de la colonne est programmée de 150°C (2min) à 230°C à raison de 3°C/min, puis maintenue à 230°C pendant 1 minute. La quantité d'échantillon injectée est de 01 µl. La détermination des acides gras détectés ont été identifiés par comparaison des temps de rétention des pics enregistrés à ceux des étalons disponibles.

2.8 Analyse statistique

Le traitement statistique des résultats des analyses physico-chimiques (indice de peroxyde, acidité, teneur en sel, humidité, test Rancimat, point de fusion et taux de solides avec 3 répétitions pour chaque analyse) est réalisé par l'utilisation du logiciel SPSS 29. Il est effectué par l'application du test ANOVA qui consiste en une analyse de la variance et le test de comparaison des moyennes (Tukey). Le seuil de signification est de 0,05.

Chapitre 3

Résultats et discussion

3.1 Teneur en eau

Les résultats de la teneur en eau des échantillons analysés sont représentés dans la figure 6.

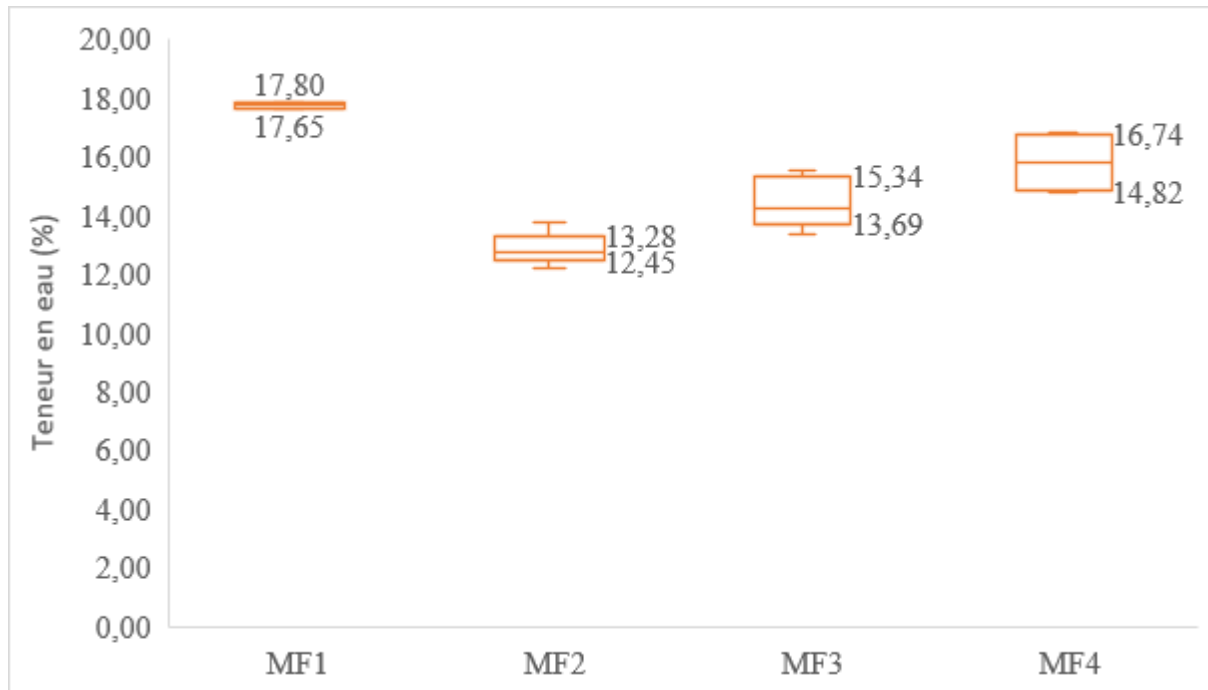


Figure 10 La teneur en eau (%) des margarines analysées

La teneur en eau des margarines analysées varie entre 12,84 % et 17,74 %. Ces valeurs sont inférieures à la norme interne applicable à Cévitall qui est de 18% pour les margarines de feuilletage.

L'analyse de la variance a révélé une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes de Tukey démontre qu'il y a quatre groupes homogènes. La margarine MF2 présente significativement la teneur en eau la plus basse (12,84 %) et MF1 la teneur en eau la plus élevée (17,74 %).

3.2 Teneur en sel

Le sel est traditionnellement employé comme ingrédient dans le processus de transformation des aliments. En effet, outre son impact sur la saveur du produit, il contribue significativement à la texture et à la durée de conservation (Gonçalves et *al.*, 2017).

Les résultats de la teneur en sel estimés pour les margarines étudiées sont représentés dans la figure 7

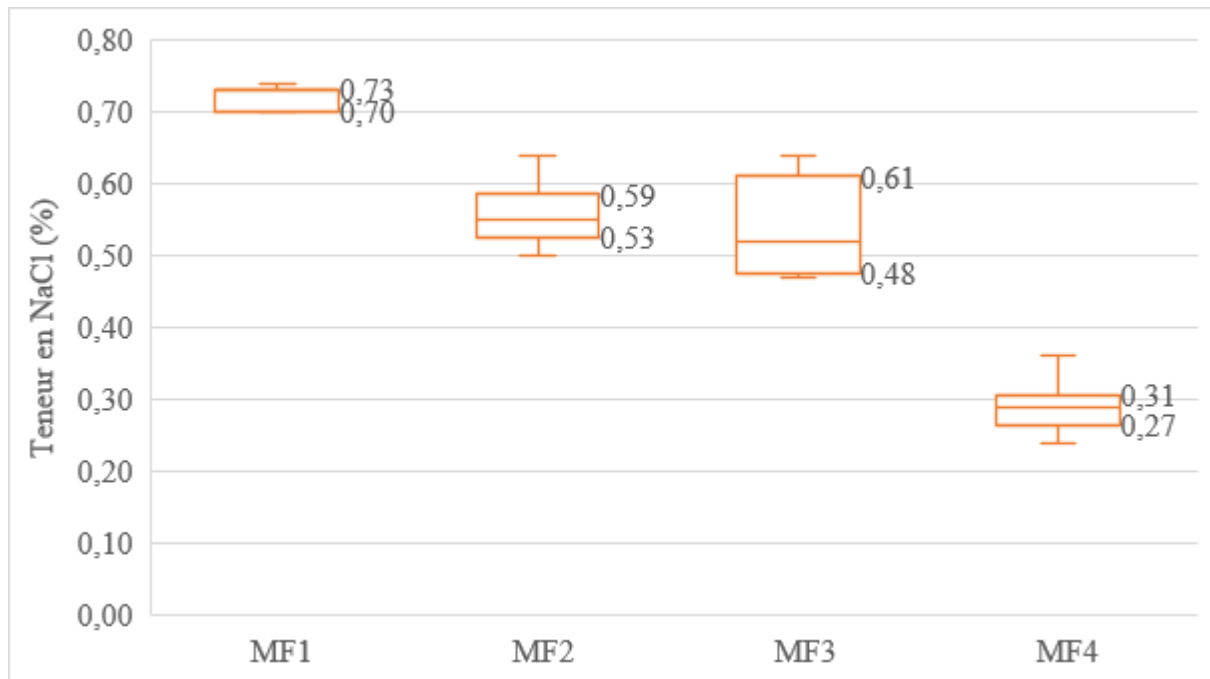


Figure 11 La teneur en sel (%) des margarines analysées.

La teneur en sel des margarines étudiées (MF1, MF2, MF3, MF4) varie entre 0,29 % et 0,72 %. Elles correspondent aux valeurs préconisées par Karleskind, (1992) qui varie entre 0,1% et 1%, voire même 2%.

L'analyse de la variance révèle une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes de Tukey démontre qu'il y a 3 groupes homogènes. La margarine MF4 présente significativement le taux de sel le plus bas (0,29 %) et MF1 le taux de sel le plus élevé (0,72 %).

3.3 Indices de la qualité

3.3.1 Acidité

L'acidité reflète la quantité d'acides gras libres produits par hydrolyse des triglycérides, souvent accélérée par la présence d'eau et d'enzymes (lipases). Une augmentation significative de cette valeur signale une altération des caractéristiques organoleptiques (rancissement) et une dégradation des lipides (Alipour et al., 2023).

Les résultats de l'acidité des margarines étudiées sont représentés dans la figure 8.

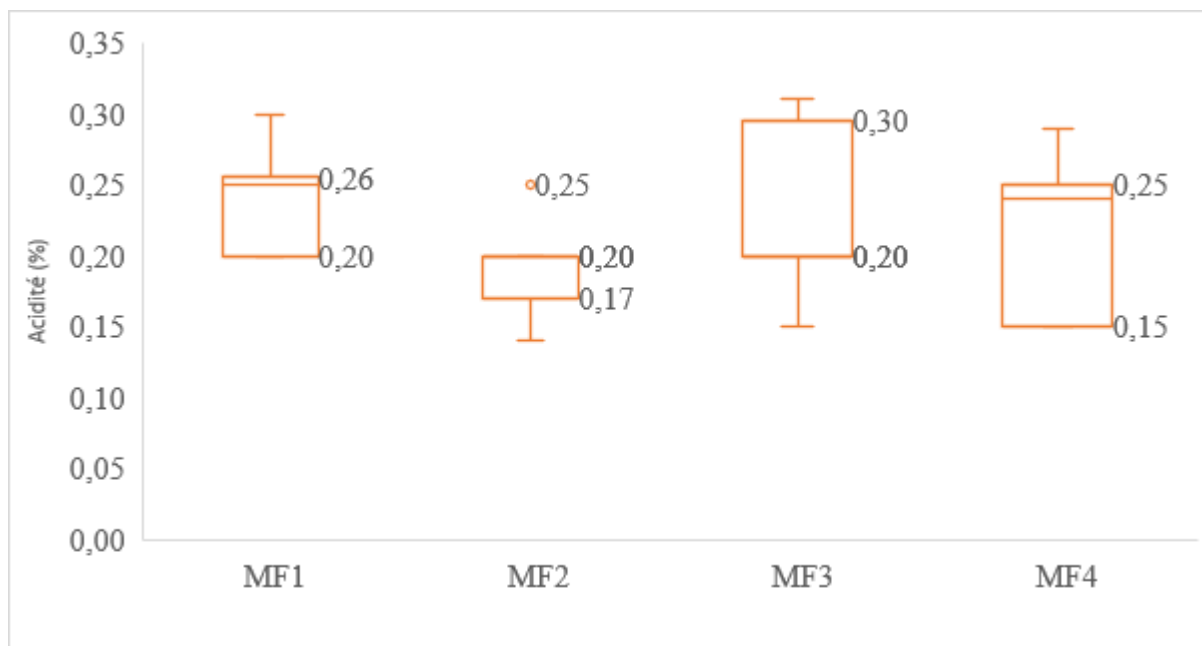


Figure 12 L'acidité (%) des margarines analysées

Mis à part MF2, les margarines analysées présentent une acidité légèrement supérieure à la valeur préconisée par (Karleskind & Wolff 1992) qui est de 0,2 %. Ces valeurs varient entre 0,19 % et 0,25 % et sont comparables à celles trouvées par Hamidchi et Mazi, 2018. (Bentayeb ait lounis et al., 2018)

Cette légère élévation dans l'acidité serait probablement due à la conservation des échantillons à température ambiante.

L'analyse de la variance révèle une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes de Tukey démontre qu'il y a 3 groupes homogènes. La margarine MF2 présente significativement l'indice d'acidité le plus bas (0,19%) et MF1 l'indice d'acidité le plus élevé (0,25%).

3.3.2 Indice de peroxyde (IP)

L'un des facteurs majeurs de la détérioration des lipides est l'oxydation et les hydroperoxydes qui en résultent suite à la réaction entre l'oxygène et les acides gras insaturés représentent les produits principaux de ce mécanisme. Les hydroperoxydes sont dépourvus de saveur et d'odeur, cependant, ils se dégradent rapidement en aldéhydes qui ont une saveur et une odeur prononcées et désagréables. Le niveau de concentration de peroxydes, souvent appelé indice de peroxydes, est un indice de degré d'oxydation ou de rancissement dans ses phases

initiales et c'est l'un des tests chimiques couramment utilisé afin de déterminer la qualité des graisses et des huiles (O'Brien, 2009).

Les résultats de l'indice de peroxyde des margarines étudiées sont représentés dans la figure 9.

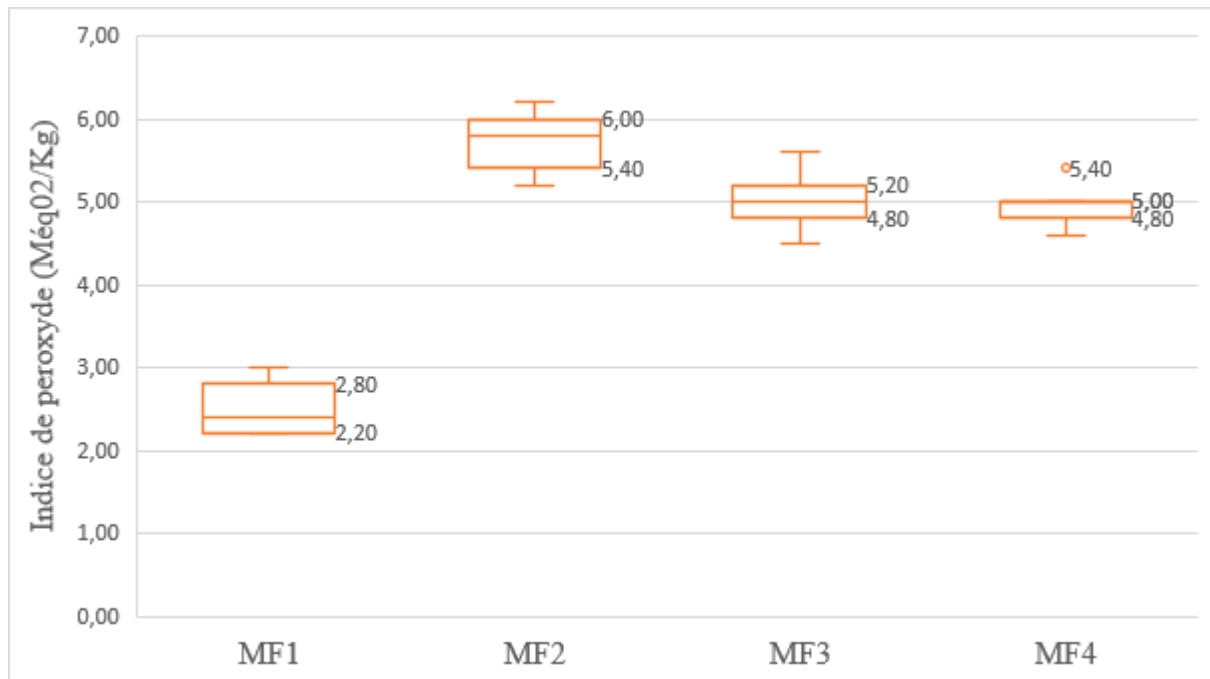


Figure 13 L'indice de peroxyde (MégO₂/Kg) des margarines analysées

L'indice de peroxyde des margarines analysées varie entre 2,49 mégO₂/kg et 5,73 mégO₂/kg. Ces valeurs sont inférieures à la norme interne applicable à Cévital pour les margarines de feuilletage, qui est de 10 mégO₂/kg.

Les margarines analysées sont riches en acides gras saturés plutôt qu'en acides gras insaturés, ce qui expliquerait leur faible niveau d'oxydation. En effet, c'est la présence d'acides gras insaturés qui est à l'origine de la dégradation des arômes et de la faible stabilité oxydative. Plus une huile est insaturée, plus sa vitesse d'oxydation est élevée (Meziani et al., 2021).

L'analyse de la variance a révélé une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes démontre que la margarine MF1 présente significativement l'indice de peroxyde le plus bas (2,49%) et MF2 la teneur la plus élevée (5,73%).

3.4 Point de fusion

La température à laquelle le triglycéride le plus bas fond est le point de fusion (Pf). Celui-ci est influencé par la longueur de la chaîne (un Pf élevé correspond à une chaîne plus longue), le degré d'insaturation (plus l'insaturation est forte plus le Pf est faible) et la proportion d'acides

gras *trans* (les acides gras *trans* présentent un Pf plus élevé par rapport aux acides gras *cis*) (Miskandar et al., 2005).

Les résultats du point de fusion des margarines étudiées sont représentés dans la figure 10



Figure 14 Point de fusion (°C) des margarines analysées

Les margarines étudiées représentent des points de fusion qui varient entre 44,60°C et 51,6°C qui sont conformes aux normes appliquées dans les industries (44°C à 52°C).

L'analyse de la variance révèle une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes de Tukey démontre qu'il y a 4 groupes homogènes. La margarine MF2 présente significativement le point de fusion le plus bas (44,60°C) et MF1 le point de fusion le plus élevé (51,6°C).

3.5 Taux de solides

Les propriétés d'une graisse plastique prête à l'usage sont déterminées par la formulation du mélange ainsi que par les traitements thermiques et mécaniques qu'elle a subis. La composition de la phase grasse est non seulement le facteur le plus déterminant des propriétés rhéologiques, mais aussi celui sur lequel les modifications peuvent être appliquées plus aisément. Effectivement, la composition qualitative et quantitative de la phase grasse influence principalement le rapport solide/liquide, peu importe la température (Karleskind & Wolff, 1992).

Le SFC (solid fat content) est responsable de diverses propriétés des margarines et des graisses, comme leur apparence, l'exsudation d'huile et les caractéristiques organoleptiques.

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 (Ribeiro et al., 2009).

Les résultats des taux de solides des margarines étudiées sont représentés dans la figure 11.

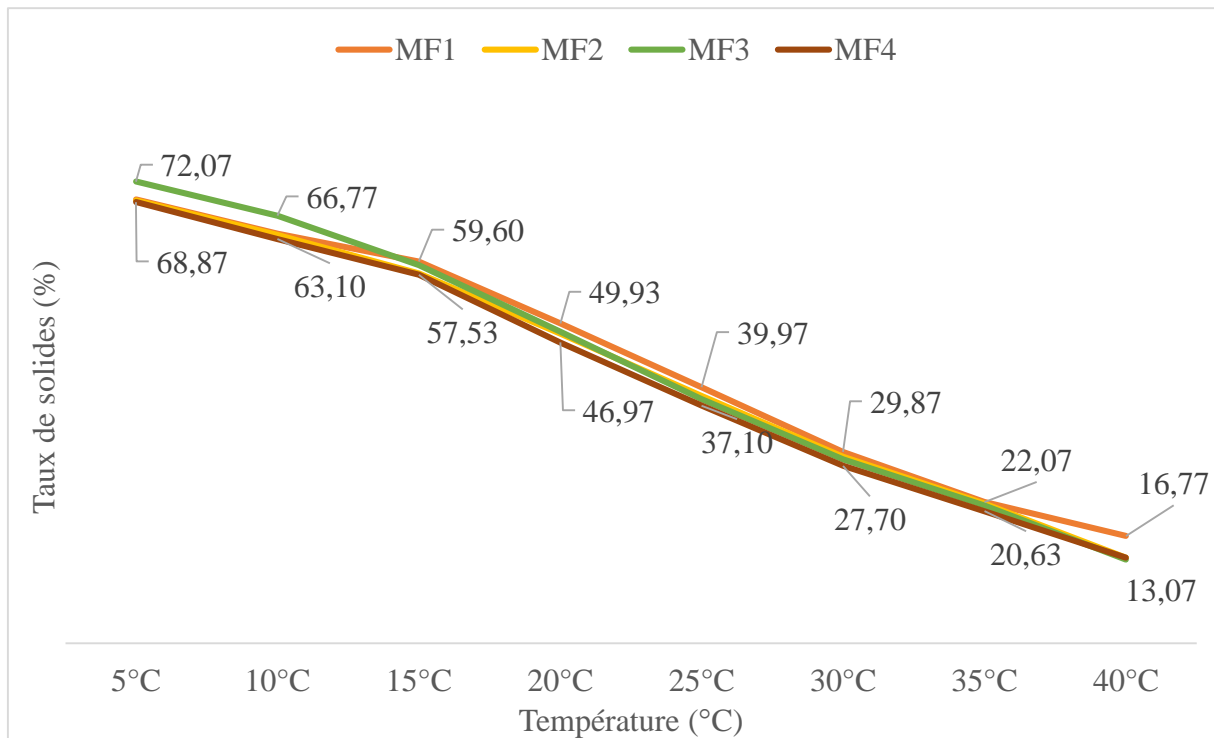


Figure 15 Taux de solides (%) des margarines étudiées.

MF2, MF3 et MF4 se rapprochent à 40°C avec un taux de solides qui varie entre 13,07% et 13,37%, tandis que MF1 atteint un taux de solides de 16,77% à 40°C. Cette différence est due au point de fusion cité précédemment (51,6 pour MF1, 44,6 pour MF2, 45,8 pour MF3 et 44,63 pour MF4).

Les margarines de feuilletage présentent un taux de solides élevé, cette élévation pourrait être le résultat d'une forte concentration en acides gras saturés et mono-insaturés à longue chaîne. C'est une caractéristique souhaitable dans les margarine de feuilletage qui doit être très malléable pour une stratification fine sans rupture, ne pas se liquéfier trop vite à la température de cuisson et avoir la capacité de maintenir les cellules d'air pendant la cuisson afin de produire des produits de boulangerie plus volumineux (Karabulut & Turan, 2006). Ces résultats sont comparables à ceux trouvés par Bentayeb, 2012.

A 10°C, 20°C et 25°C, les margarines ont presque le même taux de solides. A ces températures on définit la plasticité des échantillons. Un SFC élevé à des températures basses peut engendrer des difficultés sur la fermeté de la margarine et par la suite sur la manipulation de la pâte (Šoronja- Simović, *et al.*, 2017).

3.6 Stabilité oxydative/Test d'oxydation accéléré (Rancimat)

Lors de l'évaluation de la stabilité oxydative des lipides, le facteur le plus déterminant est la température, en raison du lien exponentiel entre l'augmentation de la température et le taux d'oxydation (Gunstone, 2011).

Le test au Rancimat est une technique fréquemment employée pour évaluer la stabilité oxydative des huiles et des graisses dans des conditions normalisées en termes de température stable et de débit d'air. Dans ces conditions de stress, une grande quantité de composés volatils est formée (Macciola & De Leonardis, 2022).

Les résultats du Rancimat des margarines étudiées sont représentés dans les figures en annexe XII sous forme de graphes et dans la figure 12.

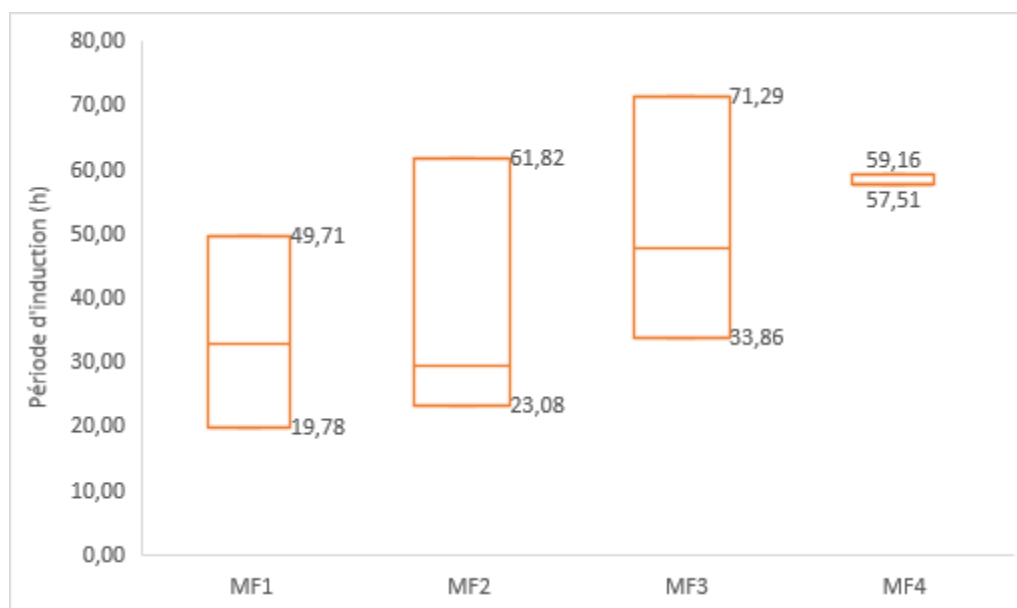


Figure 16 Période d'induction (h) du test d'oxydation accéléré (Rancimat) des margarines étudiées.

MF1 présente la période d'induction la plus courte (PI) qui est de 34,14h, tandis que pour MF2, MF3 et MF4 leurs périodes d'induction varient respectivement entre 38,08h, 50,98h et 58,07h.

La période d'induction (PI) reflète la capacité de la margarine à résister à l'oxydation, ainsi plus cette durée est longue plus la margarine est stable comme le cas de MF4 qui possède la période d'induction la plus longue (58,07h). Généralement, les margarines qui contiennent une grande quantité d'acides gras *trans* (AGT) et d'acides gras saturés (AGS) présentent des périodes d'induction les plus étendues, ce qui est confirmé par l'étude de Serra *et al.*, (2024). Selon l'étude menée par (Martínez *et al.*, 2025), les margarines reformulées avec des huiles et graisses hydrogénées représentent des niveaux élevés d' α -tocophérol, qui est un antioxydant, ce qui explique la longueur des périodes d'induction de MF2, MF3, MF4 par rapport à MF1.

L'analyse de la variance révèle une différence très hautement significative. Le test de comparaison des moyennes de Tukey démontre qu'il y a 3 groupes homogènes. La margarine MF1 présente significativement la période d'induction la plus courte (34,14h) et MF4 la période d'induction la plus longue (58,07h).

3.7 Diffraction des rayons X (DRX)

Le polymorphisme est généralement observé dans les composés à longue chaîne, une caractéristique fréquemment présente dans les graisses et les lipides, due à la présence des triglycérides. Le polymorphisme d'un triglycéride, qui affecte son comportement cristallin y compris le taux de cristallisation, la dimension des cristaux, le réseau qu'ils créent la morphologie cristalline et la cristallinité est déterminé par sa structure moléculaire ainsi que par différents éléments externes tels que la température, la pression et les impuretés. Les triglycérides cristallisent généralement sous les formes α et β' malgré que la forme β est la plus stable. Ce phénomène est lié au fait que la forme β a une énergie libre d'activation plus importante pour la nucléation (Ribeiro *et al.*, 2009).

La structure cristalline des graisses joue un rôle crucial dans la préparation des margarines et des shortenings, car chaque forme cristalline présente des caractéristiques distinctes en ce qui concerne la plasticité, la texture, la solubilité et l'aération (Ribeiro *et al.*, 2009).

Dans l'étude du polymorphisme des lipides, la méthode la plus puissante est la technique de diffraction des rayons X. C'est en effet la seule qui, à une température donnée, mène directement à l'arrangement spatial des atomes plutôt qu'à leurs mouvements (spectroscopies) (Ringuette, 1999).

Les diffractogrammes des margarines de feuilletage analysées sont présentés dans les figures 17, 18, 19 et 20 pour MF1, MF2, MF3 et MF4, respectivement.

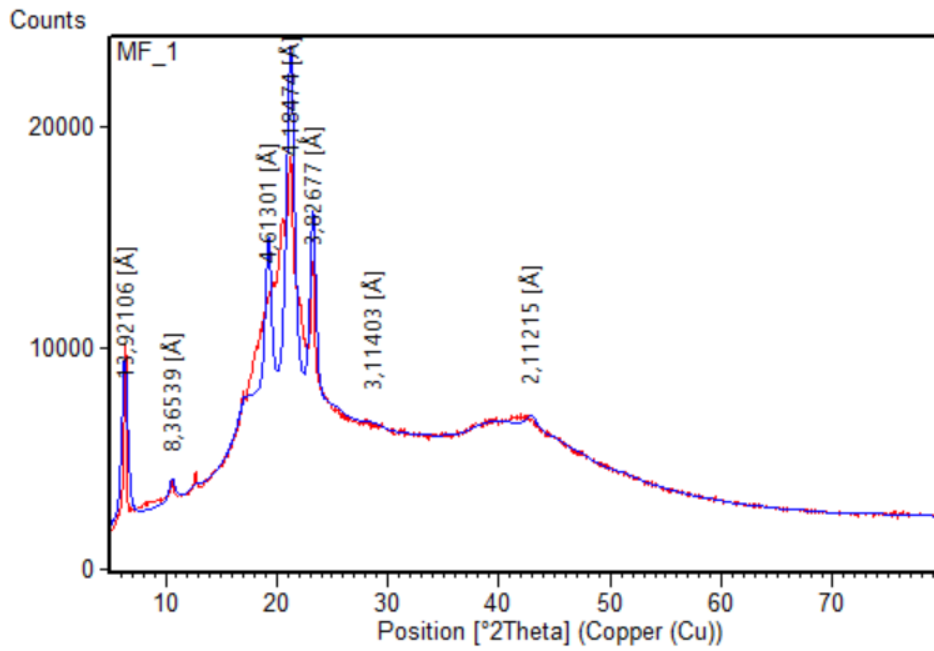


Figure 17 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF1.

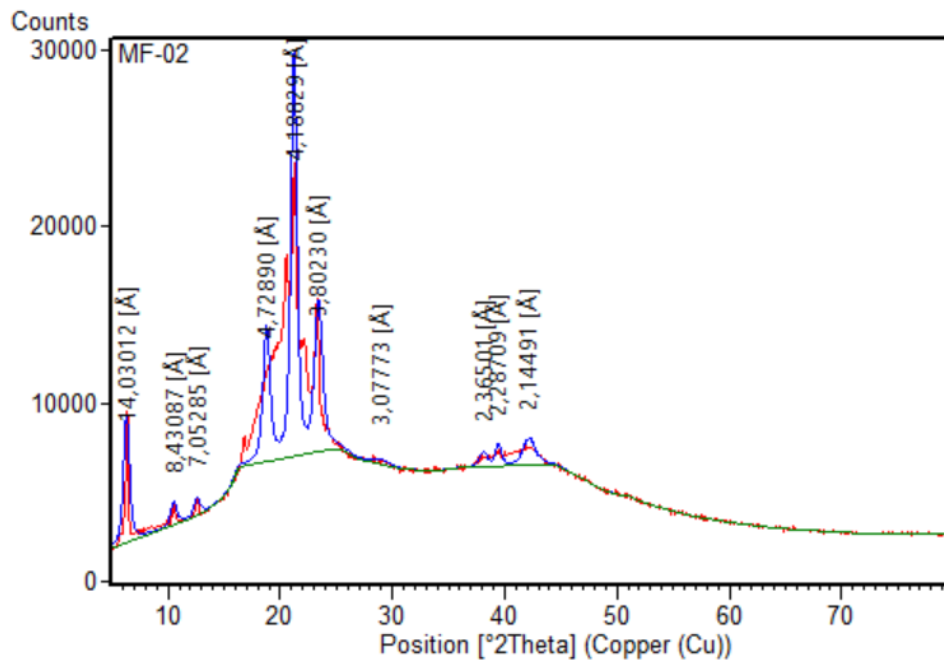


Figure 18 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF2.

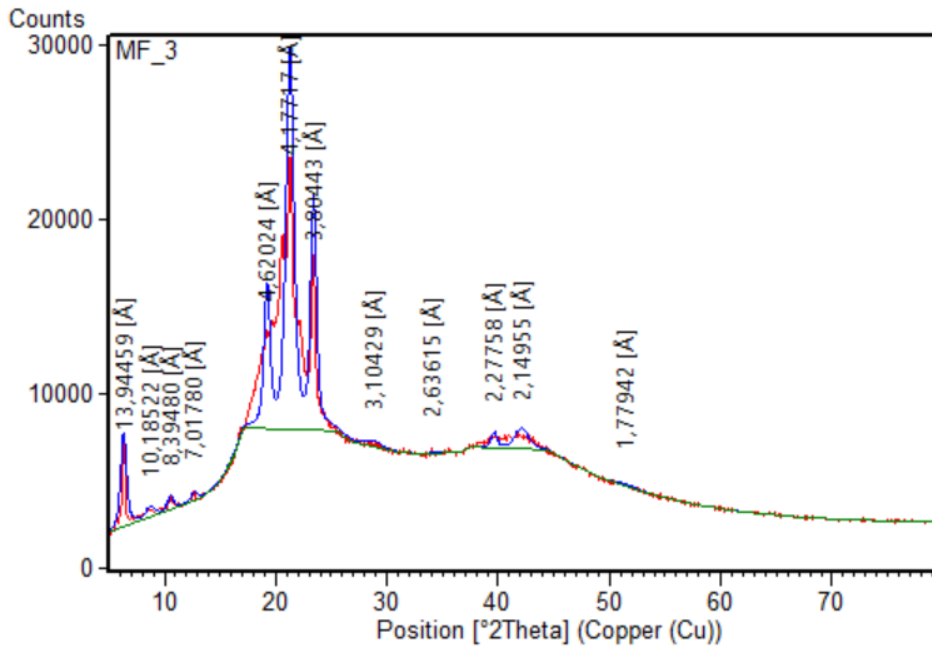


Figure 19 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF3.

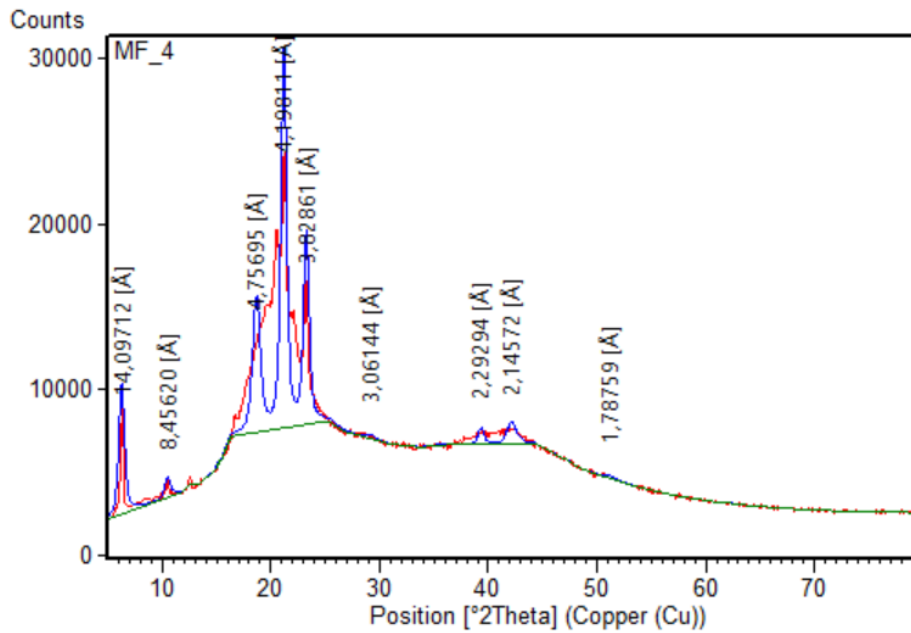


Figure 20 Diffractogramme de la margarine de feuilletage MF4.

L'identification des formes polymorphiques des margarines de feuilletage analysées est réalisée par le traitement et l'analyse des diffractogrammes. Ceci a permis de déterminer la présence des différents types de cristaux comme suit :

- forme β à 4,61 Å, forme β' à 4,18 Å et forme β'' à 3,82 Å pour MF1,
- forme γ à 4,73 Å, forme β' à 4,19 Å et forme β'' à 3,80 Å pour MF2,
- forme β à 4,62 Å, forme β' à 4,18 Å et forme β'' à 3,80 Å pour MF3,
- forme γ à 4,75 Å, forme β' à 4,20 Å et forme β'' à 3,83 Å pour MF4.

On observe une similitude par paire entre les résultats des margarines MF1 et MF3 d'une part, et ceux de MF2 et MF4 d'autre part. Cette identification indique l'existence d'un mélange des formes polymorphiques β' et β dans la première paire et un mélange des deux formes polymorphiques β' et γ (sous forme) dans la deuxième paire.

La forme des cristaux β' domine dans toutes les margarines. Ceci est comparable aux résultats trouvés par Chikhoun, (2011) qui a analysé deux formulations de margarines à tartiner.

Liu et *al.*, (2010) ont analysé par diffraction des rayons X deux margarines commerciales à base d'huile de palme, l'une considérée comme ayant une dureté excessive et l'autre, considérée comme ayant une dureté acceptable. Leurs résultats ont révélé que les deux margarines ont des polymorphes β' et β avec une dominance de la forme β dans la seconde margarine. Selon ces auteurs, plus les cristaux β sont présents dans une margarine, plus celle-ci est dure.

Les graisses contenant des cristaux en forme de β' offrent une fonctionnalité supérieure dans le produit, car elle lui confère une texture plus homogène, favorisant une aération optimale et des caractéristiques crémeuses intéressantes. A l'inverse, la forme polymorphique β a tendance à générer d'importants cristaux granulaires provoquant une texture sableuse dans le produit réduisant ainsi son aération, compromettant ainsi ses propriétés macroscopiques. Par conséquent, le polymorphe β' est celui qui est privilégié pour la fabrication des margarines de table et de feuilletage, ainsi que pour les produits de pâtisserie (Ribeiro et *al.*, 2009).

La forme β' est généralement associée à des triglycérides asymétriques, c'est-à-dire lorsque les positions 1,2 ou 2,3 sont occupées par deux acides gras saturés ou insaturés. Les cristaux β sont observés avec des triglycérides symétriques, c'est-à-dire lorsque les trois positions sont occupées par des acides gras similaires ou que les positions 1,3 sont occupées par des acides gras similaires (D'Souza et *al.*, 1990).

D'après les résultats de Szydłowski et *al.*, (2005), la composition en acides gras est un facteur déterminant qui influence la stabilité polymorphe des margarines. Un mélange d'huiles qui contient plus d'acide palmitique n'a pas d'impact sur le taux de transition $\beta' \rightarrow \beta$

tandis que la stabilité de la forme β' s'accroît par la présence d'acides gras *trans* ainsi que l'acide stéarique, d'où la texture lisse et crémeuse des mélanges d'huiles.

Les études réalisées au cours des 20 dernières années ont montré que la cristallisation des triglycérides peut être affectée par les conditions de traitement, telles que la vitesse de refroidissement, la température de cristallisation et l'agitation, ainsi que par la présence de composants mineurs. En général, ces études ont montré que les vitesses de refroidissement rapides, de l'ordre de 5-15°C/min, génèrent de petits cristaux et des réseaux cristallins durs, tandis que les vitesses de refroidissement lentes, de l'ordre de 0,1°C/min, génèrent des réseaux cristallins plus doux avec des cristaux plus gros et plus purs qui fondent sur une plage de température plus étroite. Les vitesses de refroidissement lentes favorisent également la formation de formes polymorphes plus stables (Da Silva & Martini, 2024).

L'importance du processus de cristallisation ne se limite pas aux étapes de transformation, car des changements dans le réseau cristallin peuvent se produire pendant le stockage. La recristallisation de nombreux produits à base de matières grasses comprend des changements dans les formes polymorphes telles que le post-durcissement dans les margarines et les shortenings à l'huile de palme, et le ramollissement pendant le stockage en raison des fluctuations de température (Da Silva & Martini, 2024).

Pour garantir la stabilité des produits à base de matières grasses pendant le stockage, l'étape de cristallisation doit être correctement conçue pour que le produit atteigne l'équilibre thermodynamique. En outre, les conditions de transport et/ou de stockage, en particulier la température, doivent être contrôlées (Da Silva & Martini, 2024).

Certaines stratégies pour résoudre ces problèmes comprennent l'ajout d'inducteurs de cristallisation en tant que composants mineurs (Domingues *et al.* 2022), l'ajustement des conditions de traitement (Nguyen *et al.*, 2020) ou l'utilisation de nouvelles technologies telles que les ultrasons à haute intensité (HIU) (Da Silva *et al.*, 2021).

3.8 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

La spectroscopie FTIR, qui exploite la corrélation entre le mouvement vibratoire des atomes et la structure moléculaire correspondante, s'est avérée être une technique viable qui présente les avantages d'être non destructive, rentable et respectueuse de l'environnement, d'exiger une petite quantité d'échantillon et une procédure de préparation simple, et d'être appliquée avec succès dans de nombreuses études et divers domaines, y compris l'industrie des matières grasses et des huiles (Li *et al.*, 2019).

Chaque groupe fonctionnel ou liaison spécifique entre atomes d'une molécule présente une fréquence vibratoire unique, qui peut ensuite être utilisée pour déterminer les groupes fonctionnels présents dans un échantillon. Lorsque les effets de tous les différents groupes fonctionnels sont combinés, il en résulte une "empreinte" moléculaire unique qui peut être utilisée pour confirmer l'identité d'un échantillon (Franca & Oliveira, 2011).

Dans les spectres infrarouges, les bandes de $4000-2500\text{ cm}^{-1}$ sont attribuées à la vibration d'étirement de O-H, C-H ; la région de $2000-1500\text{ cm}^{-1}$ pour la vibration d'étirement de C=C, C=O et la zone d'empreinte de la molécule entière de $1500-400\text{ cm}^{-1}$ (Li et al., 2019).

Une FTIR a été réalisée pour les quatre échantillons étudiés dans le domaine spectral allant de 500 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} qui correspond au moyen IR. Les différentes bandes IR obtenues pour les margarines sont représentées dans la figure 21.

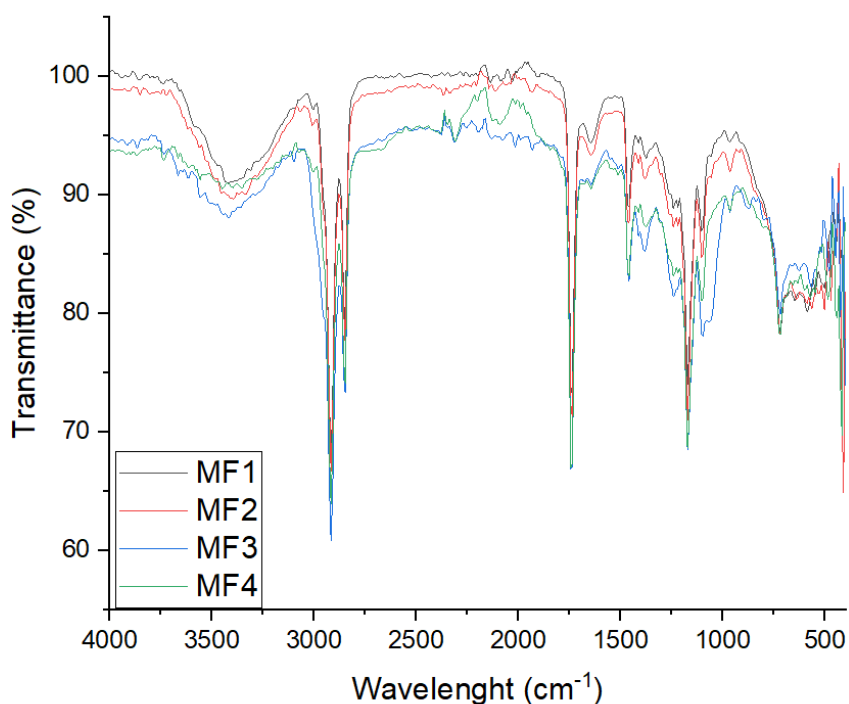


Figure 21 Les spectrogrammes de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier des margarines de feuilletage.

Les bandes suivantes ont été identifiées :

- ✓ Une large bande autour de 3400 cm^{-1} correspondant à la vibration de liaison O-H (Rexhepi et al., 2019; Ariza-Ortega et al., 2023).
- ✓ Une bande observée à 3006 cm^{-1} qui est caractéristique de l'étirement de la liaison =C-H (cis) présente dans les acides gras insaturés (Li et al., 2019; Rexhepi et al., 2019).

- ✓ Deux bandes intenses observées pour l'ensemble des échantillons aux alentours de 2916 et 2846 cm^{-1} . D'après Rexhepi et *al.*, (2019) et Tachie et *al.*, (2024), celles-ci peuvent être attribuées respectivement à l'étirement asymétrique $-\text{CH}(\text{CH}_2)$ et la seconde à l'étirement symétrique $-\text{CH}(\text{CH}_2)$.
- ✓ La bande intense des triglycérides qui présente un pic maximal à 1743 cm^{-1} est identifiée dans tous les échantillons. Elle est causée par les vibrations d'étirement du groupe carbonyle (C=O) dans les liaisons ester d'acide gras du glycérol (COOR) (Tachie et *al.*, 2024).
- ✓ Une bande à 1644 cm^{-1} a été observée dans toutes les margarines de feuilletage, probablement en raison de l'ajout de lécithine, qui exerce un effet émulsifiant et antioxydant. Selon Rexhepi et *al.* (2019) et Tachie et *al.* (2024), la bande entre 1640-1690 cm^{-1} correspond à l'étirement dans le groupe fonctionnel C=N.
- ✓ Une bande observée à 1463 cm^{-1} correspond à la courbure $-\text{C}-\text{H}$ dans les groupements CH_2 and CH_3 .
- ✓ Une bande à 1458 cm^{-1} . Selon Franca & Oliveira, (2011), une bande située entre 1350-1470 cm^{-1} correspond à la vibration des liaison C-H- dans les groupements CH_2 et CH_3 .
- ✓ Une bande à 1381 cm^{-1} . Selon Franca & Oliveira, (2011), une bande située entre 1370-1390 cm^{-1} correspond à la vibration des liaison -C-H dans le groupement méthyle CH_3 .
- ✓ Une bande à 1237 cm^{-1} . Il correspond aux vibrations d'étirement des groupes esters C-O (RCOOR') (Rexhepi et *al.*, 2019).
- ✓ Une bande à 1173 cm^{-1} . Selon Rexhepi et *al.*, (2019), une bande aux alentours de 1163 cm^{-1} qui correspond aux vibration d'étirement des groupes esters -C-O.
- ✓ Une bande à 1095 cm^{-1} , ce qui correspond à l'étirement $-\text{C}-\text{O}$ du groupe carbonyle (RCOH) (Rexhepi et *al.*, 2019; Ariza-Ortega et *al.*, 2023).
- ✓ Une bande à 968 cm^{-1} , notamment dans MF2, MF3 et MF4 est caractéristique de la liaison $-\text{HC}=\text{CH}-$ présente dans un acide gras insaturé avec des doubles liaisons *trans* (Li et *al.*, 2019; Ariza-Ortega et *al.*, 2023). L'intensité des bandes de déformation de $=\text{CH}$ *trans* est directement proportionnelle au nombre de ces liaisons. La bande à 968 cm^{-1} est par conséquent considérée comme un marqueur pour la détermination des graisses *trans* (Chikhoun, 2011).

L'analyse FTIR des quatre margarines de feuilletage met en évidence une composition majoritairement lipidique, dominée par des triglycérides. On observe à la fois des acides gras insaturés de type *cis*, naturellement présents dans les huiles végétales, et des acides gras *trans*, issus de procédés de transformation comme l'hydrogénation partielle. On note la présence d'eau

et d'agents émulsifiants tels que la lécithine, cette dernière jouant un rôle dans la stabilité du produit. Dans l'ensemble, les spectres présentent un profil similaire entre les différents échantillons, traduisant une composition chimique globalement comparable.

3.9 Chromatographie en phase gazeuse

Avant l'apparition de la chromatographie en phase gazeuse (CPG), l'identification des graisses et huiles reposait sur des mesures globales peu spécifiques comme l'indice d'iode, la densité ou la saponification. Aujourd'hui, la CPG offre une méthode rapide et précise pour analyser la composition en acides gras, essentielle en développement de produits et contrôle de qualité. Elle permet, en une seule analyse, d'identifier et quantifier les acides gras, d'évaluer leur degré de saturation, de détecter les isomères (*cis*, *trans*...), de déterminer l'origine et les procédés de transformation des huiles, qu'elles soient raffinées ou non (O'Brien, 2009).

Les résultats de la composition en acides gras en pourcentage des esters méthyliques sont représentés dans le tableau III. Les AG identifiés correspondent à des nombres de carbones allant de 12 (acide laurique C12:0) à 24 (acide lignocérique C24:0).

Tableau III Le profil en acides gras des margarines de feuilletage analysées.

Composition en acides gras (en % des esters méthyliques d'acides gras totaux) des margarines				
Acides gras	MF1	MF2	MF3	MF4
C12 : 0	0,78	0,33	5,85	0,26
C14 : 0	1,25	0,96	2,59	0,9
C16 : 0	50,08	42,47	39,39	40,05
C16 : 1 n-7	0,07	0,06	0,05	0,09
C17 : 0	0,1	0,09	0,05	0,09
C 18 : 0	5,05	8,53	9,44	9,92
C18 : 1t	-	3,96	4,2	2,33
C18 : 1 n-9	29,63	28,96	26,34	3,53
C18 : 2t	-	0,02	0,04	0,02
C18 : 2 n-6	11,88	12,69	10,16	11,58
C18 : 3t	-	0,12	0,63	0,05
C18 : 3 n-3	0,14	0,93	0,4	0,89
C20 : 0	0,33	0,33	0,17	0,36
C20 : 1	0,11	0,13	0,13	0,13
C22 : 0	0,2	0,1	0,16	0,09
C24 : 0	0,02	0,07	0,09	0,09
AGS	57,81	52,88	57,74	52,66
AGMI	29,81	29,15	26,52	3,75
AGPI	12,02	13,62	10,56	12,47
AGT	-	4,1	4,87	2,4

Les résultats de l'analyse montrent la présence d'acides gras *trans* particulièrement le C18 :1t est l'acide gras *trans* le plus dominant dans les trois échantillons : MF3 avec 4,2%, MF2 3,96 % et MF4 avec 2,33 %. Ceci est en accord avec les résultats des margarines iraniennes étudiées par Mohammadi-Nasrabadi et *al.* (2024) où l'AGT le plus abondant est le C18 : 1t avec un taux de 0,32 %.

On note l'absence de cet acide gras dans MF1 car elle est formulée avec des huiles et des graisses interésterifiées. Les AG *trans* résultent principalement de l'hydrogénation des huiles végétales qui convertit chimiquement les acides gras insaturés en présence d'un catalyseur, réduisant le degré d'insaturation des huiles les transformant en graisses solides pour améliorer leur stabilité à l'oxydation (Umayangani et *al.*, 2025).

Le C18 : 2t et le C18 :3t sont également présents dans les trois échantillons MF2, MF3, MF4 mais en très faible quantité, leurs valeurs varient entre 0,02 % à 0,63 %.

Le contenu élevé en AGS dans les margarines est dû aux proportions élevées en acide palmitique C16:0 : MF1 (50,08 %), MF2 (42,47 %), MF3 (39,39%), MF4 (40,05%)

Le C18 :0 est également présent dans les quatre échantillons variant entre 5,05 % et 9,92% car il est utilisé pour améliorer la stabilité des margarines qui requièrent les propriétés de la matière grasse solide (Punvichai et *al.*, 2023).

Les AGPI et les AGMI sont également présents dans les quatre margarines étudiées avec des proportions allant de 10,56% à 13,62% et 3,75% à 29,81%, respectivement.

Nos résultats ne sont pas en accord avec ceux trouvés dans les margarines serbes selon l'étude menée par Šoronja- Simović, et *al.* (2017) qui ont trouvé le C18 :0 avec une teneur qui varie entre 14,95% et 44,1 % tandis que la teneur en acides gras *trans* varie de 5,4 % à 21,8% et indiquent que la composition de la phase grasse de la margarine a une influence significative sur les changements des niveaux de cholestérol total et LDL.

Plusieurs pays comme le Chili, l'Autriche, Singapour, la Hongrie, l'Equateur , l'Islande , l'Iran et la Norvège ont fixé la limite de la présence des acides gras *trans* dans les huiles et dans les produits alimentaires à moins 2% (Umayangani et *al.*, 2025). Ce n'est pas le cas des margarines analysées, dont le taux d'acides gras *trans* dépasse la limite fixée par les pays cités précédemment.

Ces dernières années, les acides gras *trans* sont beaucoup plus utilisés parce qu'ils sont généralement moins chers que les matières grasses plus saines et en raison de certaines de leurs propriétés chimiques et physiques. Par exemple, ils sont solides à température ambiante, ce qui permet de les utiliser pour la préparation de différents produits alimentaires transformés (WHO, 2024).

Les mesures prises dans plusieurs pays montrent que les acides gras *trans* produits industriellement peuvent être remplacés par des huiles plus saines. Le coût de la mise en œuvre des interventions fondées sur les meilleures pratiques (l'instauration de limites réglementaires de la teneur en acides gras *trans*) est bien inférieur aux seuils de rentabilité communément acceptés. L'OMS recommande donc l'élimination des acides gras *trans* dans les pays à revenu faible ou intermédiaire en raison de la rentabilité de cette mesure. En investissant peu, les gouvernements peuvent éliminer la cause de 7 % des cas de maladies cardiovasculaires dans le monde (WHO, 2024).

La situation dans plusieurs pays montre que les mesures à caractère obligatoire sont beaucoup plus efficaces que les mesures dont l'application est facultative pour réduire la quantité d'acides gras *trans* dans l'alimentation (WHO, 2024).

Conclusion et perspectives

Conclusion et perspectives

Dans cette étude, nous nous sommes intéressées à la caractérisation physico-chimique et structurale des margarines de feuilletage.

Les analyses physico-chimiques (teneur en eau, teneur en sel, indice de peroxyde et point de fusion) ont révélé que les margarines analysées sont pour la plupart conformes aux normes en vigueur.

L'estimation de l'acidité a révélé que la plupart des échantillons présentent une acidité légèrement supérieure à la norme, cela serait probablement dû à la conservation des margarines à température ambiante. Les résultats du test d'oxydation accélérée sont en corrélation avec le degré d'insaturation des margarines étudiées.

Le taux de solide (SFC) a révélé que les échantillons présentent un SFC élevé à 40 °C, particulièrement MF1, ce qui reflète une forte teneur en acides gras saturés et mono-insaturés, favorisant une bonne plasticité et performance en boulangerie, bien que des taux élevés à basse température puissent compliquer la manipulation.

L'analyse des margarines par diffraction des rayons X (DRX) a permis d'identifier différentes formes cristallines dans les margarines de feuilletage à savoir β , β' et γ . La forme β' domine dans tous les échantillons. Les résultats révèlent une similarité entre les types de cristaux présents dans MF1 et MF3 d'une part et entre MF2 et MF4, d'autre part. Cette répartition met en évidence deux groupes distincts de comportements polymorphiques parmi les échantillons.

L'analyse FTIR des quatre margarines de feuilletage analysées montre une prédominance de composés lipidiques, notamment des triglycérides, ainsi que la présence d'acides gras insaturés de type *cis* et *trans*. Les profils sont globalement semblables, suggèrent une composition chimique équivalente, incluant également de l'eau et des émulsifiants comme la lécithine.

La détermination du profil en acides gras montre une présence notable d'acides gras *trans*, notamment le C18:1*t*, dominant dans les échantillons MF2, MF3 et MF4, mais absent dans MF1 suite à l'utilisation de graisses interésterifiées. Les margarines analysées présentent aussi des taux élevés en acide palmitique (C16:0), contribuant à leur stabilité. Toutefois, les niveaux d'AG *trans* dépassent la limite réglementaire de 2 % fixée dans plusieurs pays, soulignant la nécessité de réglementations plus strictes pour protéger la santé publique.

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 des triglycérides par une chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC).
- ✓ La caractérisation du comportement thermique des graisses par une calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
- ✓ Observation de la microstructure de la matière grasse par une microscopie électronique à balayage (MEB).

Références bibliographiques

Alipour, A., Marhamatizadeh, M. H., & Mohammadi, M. (2023). Studying the shelf life of butter containing fucoïdan, by evaluating sensory and chemical properties. *Food Science & Nutrition*, 11(6), 2956-2963. <https://doi.org/10.1002/fsn3.3277>

Anonyme. (2024, aout). Taille du marché de la margarine industrielle, prévisions de l'industrie 2024-2032. Global Market Insights Inc. <https://www.gminsights.com/fr/industry-analysis/industrial-margarine-market>

Ariza-Ortega, J. A., Ramos-Cassellis, M. E., Vargas Bello Pérez, E., Betanzos Cabrera, G., Molina Trinidad, E. M., Alanís García, E., Suárez Diéguez, T., & Díaz-Reyes, J. (2023). Lipid authentication of butter and margarine using Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). *Measurement: Food*, 11, 100095. <https://doi.org/10.1016/j.meaf00.2023.100095>

Bentayeb ait lounis, S., Mekimène, L., Mazi, D., Hamidchi, T., Hadjal, S., Boualit, S., & Benalia, M. (2018). Nutritional quality and safety of algerian margarines : Fatty acid composition, oxidative stability and physicochemical properties. *Mediterranean Journal of Nutrition and Metabolism*, 11(3), 331-342. <https://doi.org/10.3233/MNM-18208>

Bentayeb, S. (2012). Profil En Acides Gras De Certains Produits Alimentaires Commercialisés En Algérie [Thèse de magister]. ENSA.

Chikhoun, A. (2011). Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées) [Thèse de magister] .INATAA.

Da Silva, T. L. T., Danthine, S., & Martini, S. (2021). Palm-based fat crystallized at different temperatures with and without high-intensity ultrasound in batch and in a scraped surface heat exchanger. *LWT*, 138, 110593. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110593>

Da Silva, T. L. T., & Martini, S. (2024). Recent Advances in Lipid Crystallization in the Food Industry. *Annual Review of Food Science and Technology*, 15(1), 355-379. <https://doi.org/10.1146/annurev-food-072023-034403>

De Kock, J., De Greyt, W., Gibon, V., & Kellens, M. (2005). Développements récents en matières de raffinage et de modifications : Élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réduction du taux d'acides gras trans. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 12(5-6), 378-384. <https://doi.org/10.1051/ocl.2005.0378>

Dewi, M. S. T., Husnun, F., Karyantina, M., & Widanti, Y. A. (2024). Characteristics of margarine based on VCO (Virgin Coconut Oil) with the addition of white guava leaf extract (*Psidium guajava* L.). *BIO Web of Conferences*, 99, 02008. <https://doi.org/10.1051/bioconf/20249902008>

D'Souza, V., deMan, J. M., & deMan, L. (1990). Short spacings and polymorphic forms of natural and commercial solid fats : A review. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 67(11), 835-843. <https://doi.org/10.1007/BF02540502>

Fallahasgari, M., Barzegar, F., Abolghasem, D., & Nayebzadeh, K. (2023). An overview focusing on modification of margarine rheological and textural properties for improving physical quality. *European Food Research and Technology*, 249(9), 2227-2240. <https://doi.org/10.1007/s00217-023-04282-1>

Faur, L. (1992). *Transformation des corps gras à des fins alimentaires (Lavoisier)*. Tec et Doc.
Franca, A., & Oliveira, L. (2011). Potential uses of fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) in food processing and engineering. *Food Engineering*, 211-258.

Fredot, E. (2005). *Connaissance des aliments : Base alimentaire et nutritionnelles de la diététique*. Tec et Doc Lavoisier.

Ghotra, B. S., Dyal, S. D., & Narine, S. S. (2002). Lipid shortenings : A review. *Food Research International*, 35(10), 1015-1048. [https://doi.org/10.1016/S0963-9969\(02\)00163-1](https://doi.org/10.1016/S0963-9969(02)00163-1)

Glibowski, P., Zarzycki, P., & Krzepakowska, M. (2008). The Rheological and Instrumental Textural Properties of Selected Table Fats. *International Journal of Food Properties*, 11(3), 678-686. <https://doi.org/10.1080/10942910701622599>

Gonçalves, C., Rodrigues, J., Júnior, H., Carneiro, J., Freire, T., & Freire, L. (2017). Sodium reduction in margarine using NaCl substitutes. *Anais Da Academia Brasileira de Ciências*, 89, 2505-2513. <https://doi.org/10.1590/0001-3765201720150618>

Graille, J. (2003). *Lipides et corps gras alimentaires*. Lavoisier Tec et Doc. <https://agritrop.cirad.fr/514710>

Greenfield, H., & Southgate, D. A. T. (2007). *Données sur la composition des aliments : Production, gestion et utilisation*. Food & Agriculture Org.

Gunstone, F. D. (2011). *Vegetable Oils in Food Technology Composition, Properties and Uses*. Karabulut, I., & Turan, S. (2006). Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. *Journal of Food Composition and Analysis*, 19(1), 55-58. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2004.06.016>

Karleskind, A. (1992). *Manuel des corps gras*. Technique et Documentation-Lavoisier.

Karleskind, A & Wolff, J.-P. (1992). *Manuel des corps gras*. Tec et Doc Lavoisier.

Laia, O. M., Ghazalia, H. M., Cho, F., & Chong, C. L. (2000). Physical and textural properties of an experimental table margarine prepared from lipase-catalysed transesterified palm stearin : Palm kernel olein mixture during storage.

Laventurier, M. (2013). Impact des formulations de margarines sur le process en boulangerie et pâtisserie artisanales et industrielles. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, 20(3), 160-164. <https://doi.org/10.1051/ocl.2013.0504>

Li, Q., Chen, J., Huyan, Z., Kou, Y., Xu, L., Yu, X., & Gao, J.-M. (2019). Application of Fourier transform infrared spectroscopy for the quality and safety analysis of fats and oils : A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 59(22), 3597-3611. <https://doi.org/10.1080/10408398.2018.1500441>

Liu, Y., Meng, Z., Zhang, F., Shan, L., & Wang, X. (2010). Influence of lipid composition, crystallization behavior and microstructure on hardness of palm oil-based margarines. *European Food Research and Technology*, 230(5), 759-767. <https://doi.org/10.1007/s00217-010-1217-7>

Macciola, V., & De Leonardis, A. (2022). Exceptional long-term durability of Coratina monovarietal extra virgin olive oil evaluated through chemical parameters and oxidative stability test. *OCL*, 29, 24. <https://doi.org/10.1051/ocl/2022014>

Marangoni, A. (2025). Perspective : Margarine as an emulsion-filled colloidal oleogel. *Physics of Fluids*, 37. <https://doi.org/10.1063/5.0245856>

Martínez, E., Ferreira, D. M., Nunes, M. A., Oliveira, M. B. P. P., Pardo, J. E., & Álvarez-Ortí, M. (2025). Reformulation of Puff Pastry Using Oils from Agri-Food Residues, Chia, and Poppy Seeds to Produce a Functional Spanish Cake : ‘Miguelitos de la Roda’. *Agriculture*, 15(4), Article 4. <https://doi.org/10.3390/agriculture15040399>

Meziani, S., Menadi, N., Haoud, K., Mehidda, H., Benattouche, Z., & Benali, M. (2021). *Inhibition de l'oxydation de l'huile de Tournesol produite en Algérie par les produits de Maillard*. 13(1), 72-80.

Miskandar, M. S., Man, Y. C., Yusoff, M. S. A., & Rahman, R. A. (2005). *Quality of margarine : Fats selection and processing parameters*.

Mohammadi-Nasrabadi, F., Rashidimehr, A., Khoshtinat, Kh., Alhouei, B., Massomian, A., Rashidian, M., & Esfarjani, F. (2024). A Comparative Analysis of Butter, Ghee, and Margarine and Its Implications for Healthier Fat and Oil Group Choices : SWOT Analysis. *Food Science & Nutrition*, 12(12), 10123-10135. <https://doi.org/10.1002/fsn3.4557>

Moll, M. & Moll, N. (1998). *Additifs et auxiliaires utilisés dans les industries agroalimentaires*. Tec et Doc.

Nguyen, V., Rimaux, T., Truong, V., Dewettinck, K., & Van Bockstaele, F. (2020). Fat crystallization of blends of palm oil and anhydrous milk fat : A comparison between static and dynamic-crystallization. *Food Research International*, *137*, 109412. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109412>

Nwanna, E. K. P., Olaoye, O., Ubadire-agua, C., Anyiam, C. A., & Cynthia, A. C. (2025). Microbiological and sensory evaluations of probiotic-enriched bio-margarine from vegetable oils. *Journal of Research in Agriculture and Food Sciences*, *2*(4), 96-96.

O'Brien, R. D. (2009). *Fats and Oils : Formulating and Processing for Applications, Third Edition* (3^e éd.). CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781420061673>

Pages, X., Morin, O., Birot, C., Gaud, M., Fazeuilh, S., & Gouband, M. (2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants. *Oléagineux, Corps gras, Lipides*, *17*(2), 86-99. <https://doi.org/10.1051/ocl.2010.0302>

Pajin, B., Šoronja-Simović, D., Šereš, Z., Gyura, J., Radujko, I., & Sakač, M. (2011). Physicochemical and textural properties of puff pastry margarines. *European Journal of Lipid Science and Technology*, *113*(2), 262-268. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201000293>

Punvichai, T., Wachiratreeyakul, T., Chanasriphum, A., Kritsanapuntu, S., Chotimarkorn, C., & Detarun, P. (2023). Developing a soft margarine with modified fatty acid profile having low trans fatty acids. *International Journal of Food Science & Technology*, *58*. <https://doi.org/10.1111/ijfs.16692>

Régis, J., Joffre, F., & Fine, F. (2016). Impact de la trituration et du raffinage sur la teneur en micronutriments des huiles végétales de colza, soja et tournesol. *OCL*, *23*(3), D302. <https://doi.org/10.1051/ocl/2016010>

Rexhepi, F., Kurti, G., Ferati, F., & Shala, S. (2019). FTIR-spectroscopy study of microwave and conventional heating on the degradation of margarine and butter. *European Journal of Materials Science and Engineering*, *4*(1), 3–10 <https://doi.org/10.36868/ejmse.2019.04.01.003>

Ribeiro, A. P. B., Basso, R. C., Grimaldi, R., Gioielli, L. A., & Gonçalves, L. A. G. (2009). Instrumental Methods for the Evaluation of Interesterified Fats. *Food Analytical Methods*, *2*(4), 282-302. <https://doi.org/10.1007/s12161-009-9073-4>

Ringuette, S. (1999). *Études des triglycérides et de leurs mélanges par calorimétrie et diffraction des rayons X*. Laval.

Serra, J. J., Fagoaga, C., Mura, J., Sempere-Ferre, F., & Castellano, G. (2024). Effectiveness of natural antioxidants on oxidative stability of margarines. *LWT*, *214*, 116997. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2024.116997>

Silva, T. J., Barrera-Arellano, D., & Ribeiro, A. P. B. (2021). Margarines : Historical approach, technological aspects, nutritional profile, and global trends. *Food Research International*, 147, 110486. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110486>

Simovic, D. S., Pajin, B., Seres, Z., & Filipovic, N. (2009). Effect of low- *trans* margarine on physicochemical and sensory properties of puff pastry¹. *International Journal of Food Science & Technology*, 44(6), 1235-1244. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.01953.x>

Šoronja-Simović, D., Šereš, Z., Nikolić, I., Šimurina, O., Djordjević, M., & Maravić, N. (2017). Challenges related to the application of high and low *trans* margarine in puff pastry production. *Journal of Food Processing and Preservation*, 41(6), e13265. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13265>

Szydłowskaczerniak, A., Karlovits, G., Lach, M., & Szlyk, E. (2005). X-ray diffraction and differential scanning calorimetry studies of *l*-transitions in fat mixtures. *Food Chemistry*, 92(1), 133-141. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.07.010>

Tachie, C. Y. E., Obiri-Ananey, D., Alfaro-Cordoba, M., Tawiah, N. A., & Aryee, A. N. A. (2024). Classification of oils and margarines by FTIR spectroscopy in tandem with machine learning. *Food Chemistry*, 431, 137077. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2023.137077>

Tavella, M., Peterson, G., Espeche, M., Cavallero, E., Cipolla, L., Perego, L. H., & Caballero, B. (2000). *Trans* fatty acid content of a selection foods in Argentina. *Food Chemistry - FOOD CHEM*, 69, 209-213. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(99\)00257-5](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(99)00257-5)

Umayangani, S., De Silva, I., Munasinghe, D., Deshika, C., Chandrapala, J., & Silva, M. (2025). Elimination of *Trans* Fatty Acids from Foods Using Novel Technologies. *Food Reviews International*, 1-29. <https://doi.org/10.1080/87559129.2025.2502439>

Wang, X., Chandrashekhara, K., Lekakh, S. N., Van Aken, D. C., & O'Malley, R. J. (2019). Modeling and Simulation of Dynamic Recrystallization Behavior in Alloyed Steel 15V38 during Hot Rolling. *Steel Research International*, 90(4), 1700565. <https://doi.org/10.1002/srin.201700565>

WHO. (2024). *Acides gras trans*. World Health Organisation. <https://www.who.int/fr/news-room/fact-sheets/detail/trans-fat>

WHO. (2024, juin). *WHO 5-year milestone report on global trans fat elimination illustrates latest progress up to 2023*. <https://www.who.int/news/item/24-06-2024-WHO-5-year-milestone-report-on-global-transfat-elimination-illustrates-latest-progress-up-to-2023>

Wickramarachchi, K. S., Sissons, M. J., & Cauvain, S. P. (2015). Puff pastry and trends in fat reduction : An update. *International Journal of Food Science & Technology*, 50(5), 1065-1075. <https://doi.org/10.1111/ijfs.12754>

Annexes

Annexe I : Photographies des produits analysés



MF1



MF2



MF3



MF4

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

- Maintenir le vase contenant la prise d'essai durant 1 h dans l'étuve réglée à 103 °C
- Laisser refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante, puis peser à 0,001 près
- Répéter les opérations de chauffage, de refroidissement et de pesée, mais avec des séjours successifs dans l'étuve de 30 min chacun, jusqu'à ce que la perte de masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 2 mg ou 4 mg, selon la masse de la prise d'essai.

Annexe III Mode opératoire pour la détermination de la teneur en sel

- Peser 5g de l'échantillon dans un Erlenmeyer
- Ajouter 100ml d'eau distillé préalablement chauffée
- Agiter l'eau distillée chauffée et la margarine puis laisser refroidir
- Ajouter quelques gouttes de chromates de potassium
- Titrer avec la solution de nitrates d'argent jusqu'au virage de la couleur (obtention d'une couleur rouge brique).

Annexe IV 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 V Mode opératoire pour la détermination de l'indice de peroxyde

- Peser 5 g d'huile à 0.01 mg près dans un erlenmeyer
- Ajouter 12 ml de chloroforme + 18 ml d'acide acétique + 1 ml de la solution d'iode de potassium (1 ml d'eau distillée + 0.5 g d'iodure de potassium)
- Agiter durant 1 mn et laisser 1 mn 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 0.01 N
- Parallèlement à la détermination, effectuer un essai à blanc.

Annexe VI : Mode opératoire pour la détermination du point de fusion

- Introduire 2 tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1cm, dans la phase grasse de l'échantillon, préalablement filtrée
- Refroidir au congélateur pendant 20 mn
- Fixer les 2 capillaires avec une pince en bois et suspendre sur un bécher afin qu'ils soient immergés dans l'eau
- Chauffer lentement sur une plaque chauffante ($0.5^{\circ}\text{C}/\text{mn}$)
- Observer attentivement et noter la température à laquelle le corps gras commence à monter dans le tube capillaire.

Annexe VII Mode opératoire pour la détermination de la stabilité à l'oxydation ou test au Rancimat (743 Rancimat Motrhom)

- Fixer la pompe à membrane pour gaz et régler le débit à 10 l/h exactement. Puis arrêter à nouveau la pompe
- Amener le bloc chauffant à la température voulue (100°C en général) à l'aide du thyristor et du thermomètre à contact. La température doit être maintenue constante à $\pm 0,01^{\circ}\text{C}$ près pendant la durée de l'essai
- Remplir les cellules de mesure de 50 ml d'eau distillée ou déminéralisée à l'aide d'une pipette de mesure
- Vérifier les électrodes et régler leurs signaux à l'aide du potentiomètre d'étalonnage de façon à ce qu'elles soient sur l'axe zéro du papier de l'enregistreur
- A l'aide d'une pipette peser, à 0,01g près, 3,00g de l'échantillon et les introduire dans le flacon d'oxydation à l'air
- Mettre en marche la pompe à membrane pour gaz et régler à nouveau le débit sur 10 l/h exactement. Relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement
- Introduire le flacon d'oxydation à l'air muni de son bouchon hermétique dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant ou dans le bain chauffant, qui doivent être tous deux à la température requise

- Arrêter les mesures au moment où le signal a atteint 100% de l'échelle de l'enregistreur (Généralement 200 μ S/cm).

Annexe VIII Mode opératoire pour la diffraction des rayons X (DRX)

- Utiliser un échantillon solide ou en poudre, dans notre cas c'est de la margarine
- Déposer l'échantillon dans le porte-échantillon du diffractomètre à rayons X, en tassant légèrement sans créer de fissures.
- Régler les paramètres de balayage :
- Plage d'angle (2θ) : 5° à 40°
- Pas de balayage : 0,02°
- Temps par pas : 1–2 secondes
- Rayonnement : Cu K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$)
- Lancer le balayage et enregistrer le diffractogramme.
- Identifier les pics caractéristiques
- Calculer éventuellement l'indice de cristallinité à partir de l'aire des pics cristallins et amorphes.

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

- Faire fondre la margarine dans un bécher à 70°C
- Filtrer sur un papier filtre, préalablement séché, contenant du sulfate de sodium anhydre
- Remplir trois tubes propres et secs à 2cm et les mettre dans un bain marie à :
15 mn à 100°C, 05 mn à 60°C, 60 mn à 0°C
- 30mn à 5°C
- Placer les tubes dans l'appareil RMN et lire la première valeur en % à 5 °C
- Réchauffer les tubes dans le bain marie pendant 30mn à :
10°C, 15°C, 20°C, 25°C, 30°C, 40°C
- Placer les tubes, chaque 30mn dans l'appareil RMN (Minispec mq 20), et faire la lecture correspondante à chaque température
- Tracer la courbe de SFC (%) en fonction de la température (°C).

Annexe X Mode opératoire pour la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

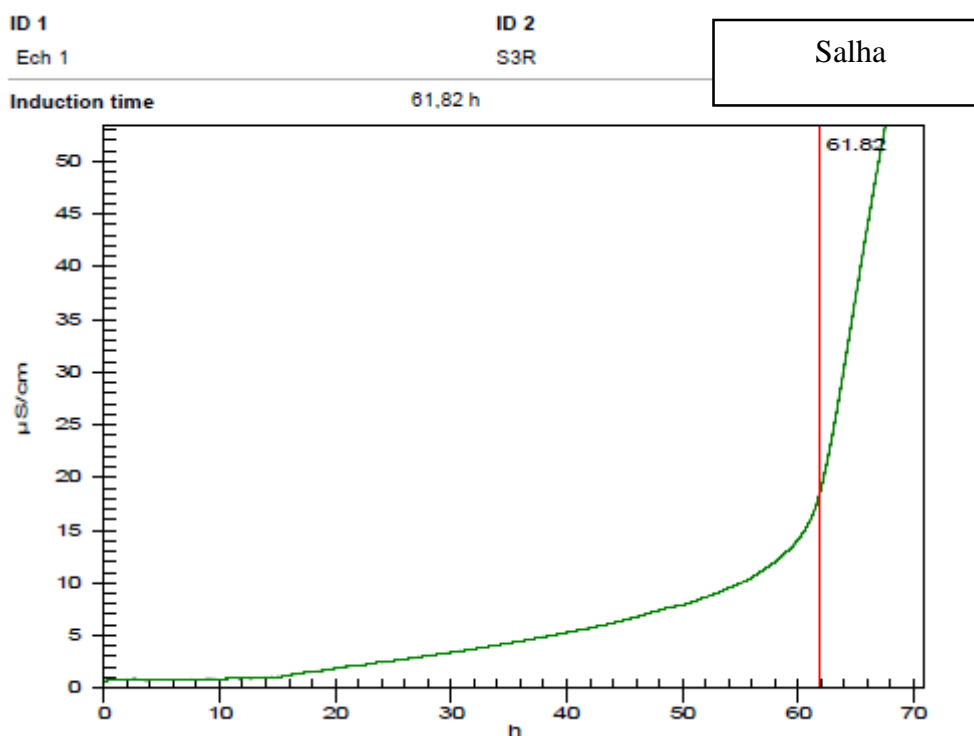
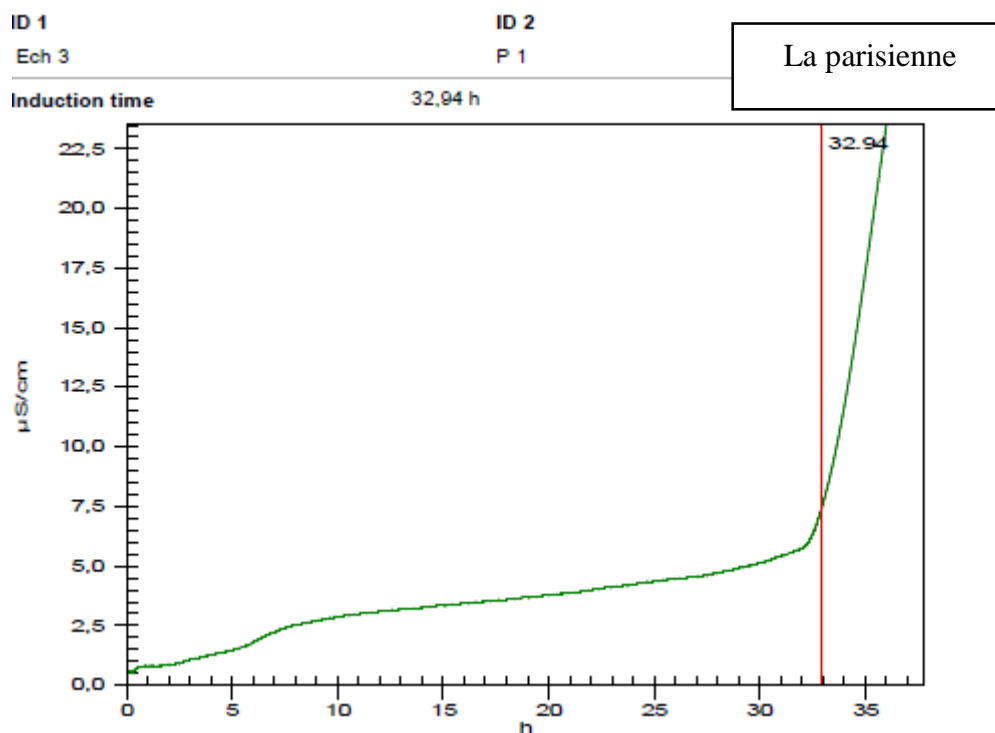
- Allumer l'appareil FTIR (IRAffinity-1S, Shimadzu).
- Nettoyer le cristal ATR avec de l'éthanol.
- Déposer directement une petite quantité de margarine sur le cristal.
- Abaisser le bras de pression pour assurer un bon contact.

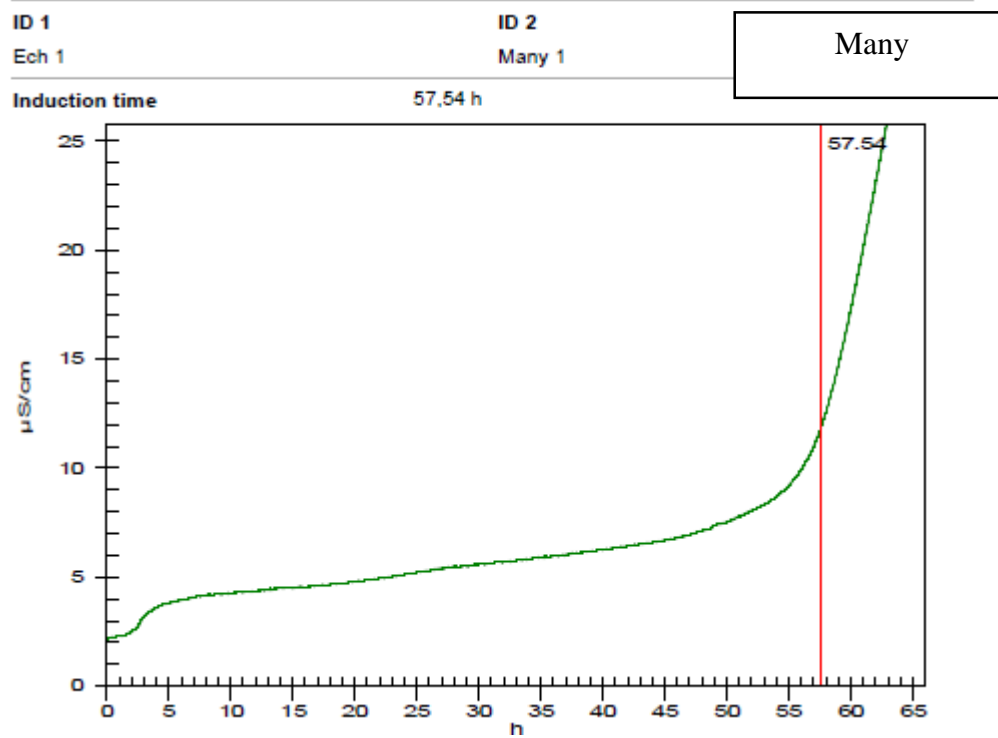
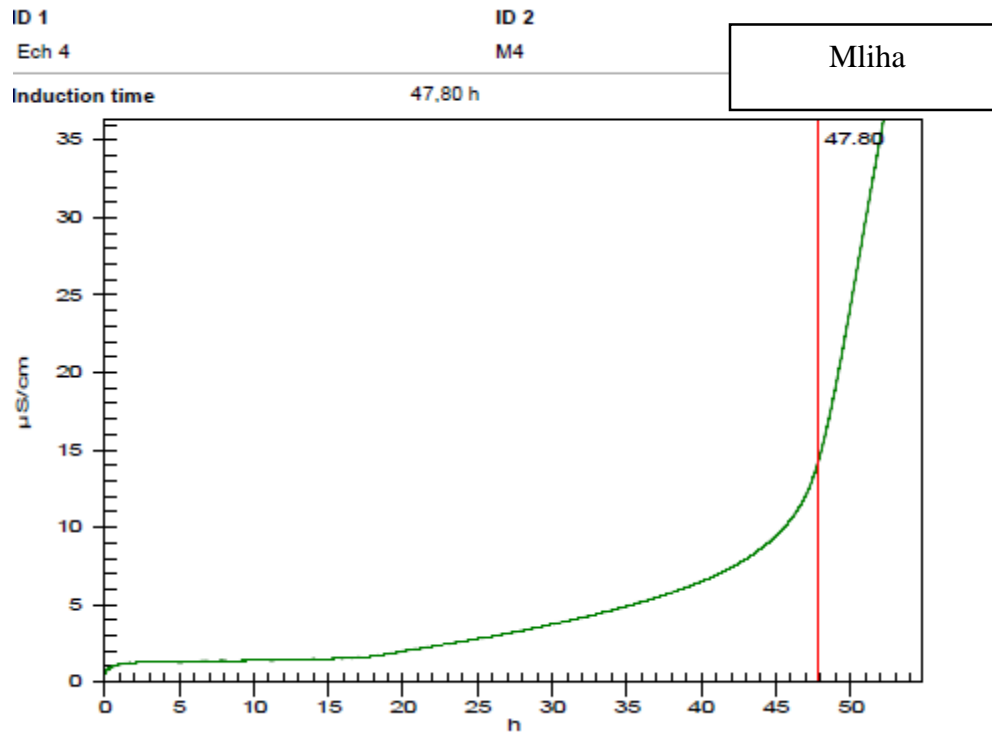
- Lancer l'analyse sur la plage de 4000 à 400 cm^{-1} , avec 24 scans et une résolution de 4 cm^{-1} .
- Une fois l'analyse terminée, nettoyer le cristal avec de l'éthanol avant de passer à l'échantillon suivant.

Annexe XI Mode opératoire pour La préparation d'esters méthyliques pour la Chromatographie en Phase Gazeuse (CPG)

- Dans un Tube à bouchon vissant de 5 ml, peser environ 0,1 g de la matière grasse.
- Ajouter 2 ml d'heptane ou Hexane et agiter.
- Ajouter 0,2 ml de la solution méthanolique 2 N d'hydroxyde de potassium, boucher à l'aide du bouchon muni d'un joint en PTFE.
- Bien fermer et agiter énergiquement pendant 01 mn.
- Laisser reposer jusqu'à ce que la partie supérieure de la solution devienne claire.
- Décanter la couche supérieure, qui est celle qui contient les esters méthyliques.
- La solution d'heptane est prête pour l'injection dans le chromatographe.
- Il est conseillé de maintenir la solution au réfrigérateur jusqu'au moment de l'analyse chromatographique.
- Il n'est pas recommandé de stocker la solution pendant plus de 12 heures.

Annexe XII Courbes de la stabilité oxydative au test Rancimat des échantillons





Résumé

La margarine de feuilletage, riche en graisses, est formulée pour la fabrication des pâtes feuilletées, mais peut contenir des composants aux effets néfastes sur la santé. L'objectif de cette étude est une caractérisation physico-chimique et structurale de différentes margarines de feuilletage. Un échantillonnage aléatoire stratifié a été réalisé pour le prélèvement des échantillons et les analyses ont été réalisées à l'aide de méthodes physico-chimiques, chromatographiques et structurales. Les analyses physico-chimiques ont montré une conformité globale aux normes. La stabilité oxydative observée est en lien direct avec le degré d'insaturation des matières grasses. L'étude du SFC a révélé un taux de solides élevé, favorable à la plasticité et à la tenue. L'analyse par diffraction des rayons X a révélé deux groupes polymorphiques : β' et β dans MF1 et MF3 et β' et γ dans MF2 et MF4. L'analyse FTIR a mis en évidence une composition lipidique similaire entre les échantillons, dominée par les triglycérides, avec présence d'acides gras cis, trans, d'eau et d'émulsifiants. Enfin, le profil en acides gras montre l'absence des AG *trans* dans MF1, leur présence dans MF2, MF3 et MF4, les taux dépassent la limite de 2 % fixée par plusieurs pays, soulignant la nécessité de réglementations plus strictes.

Mots clés : margarine, feuilletage, polymorphisme, acide gras, SFC

Abstract

Puff pastry margarine, rich in fats, is formulated for the manufacture of puff pastry, but may contain components with adverse effects on health. The aim of this study is to characterize the physicochemical and structural properties of different puff pastry margarines. Samples were collected using stratified random sampling, and analyzed using physico-chemical, chromatographic and structural methods. The physico-chemical analyses showed overall compliance with standards. The oxidative stability observed was directly related to the degree of unsaturation of the fats. The SFC study revealed a high solids content, favorable to plasticity and strength. X-ray diffraction analysis revealed two polymorphic groups: β' and β in MF1 and MF3 and β' and γ in MF2 and MF4. FTIR analysis revealed a similar lipid composition between samples, dominated by triglycerides, with the presence of cis and trans fatty acids, water and emulsifiers. Finally, the fatty acid profile showed the absence of trans fatty acids in MF1, their presence in MF2, MF3 and MF4, with levels exceeding the 2% limit set by several countries, underlining the need for stricter regulations.

Keywords: margarine, puff pastry, polymorphism, fatty acid, SFC