

*République Algérienne Démocratique et Populaire*  
*Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique*  
Université A. MIRA - Bejaia

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie  
Département des Sciences Alimentaires  
Filière : Sciences Biologiques  
Spécialité : Sciences Alimentaires  
Option : Industrie des Corps Gras



Mémoire de Fin de Cycle  
En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

***Thème***

**Essai d'élaboration d'une  
margarine liquide au niveau de  
CO.G.B Labelle**

**Soutenu le : 15/06/2016**

Présenté par :

**Kheniche Djemai & Mehoued Atmane**

Devant le jury composé de :

Mme. HAMRIS.	MCA	Presidente
M. CHIKHOUNE A.	MCB	Encadreur
M. BACHIR BEY M.	MCB	Examineur
Mme. DJAAFRI K.		Invitée

**Année universitaire : 2015 / 2016**



## Dédicaces

Je dédie cet humble travail :

● A mes chers et respectueux parents

Vraiment aucune dédicace ne saurait exprimer mon attachement mon amour et mon affection. Je vous offre ce modeste travail en témoignage de tous les sacrifices et l'immense tendresse dont vous m'avez toujours su me combler ; Puisse dieu le tout puissant vous garder et vous procurer santé et bonheur ;

● A ma vaillante sœur ASSIA et son époux KAMAL, Mon frère HAKIM, son épouse SOUAD et mes deux neveux RABAH et DEHBIA ;

● A mon oncle SAID, Tante NABILA et leur petite fille AYA ;

● A mon grand père, à qui je souhaite une longue vie Nchallah;

● A ma grand-mère paix à son âme ;

● A toute ma famille sans exception ;

● A ma très chère future femme Sonia, que dieu puisse nous réunir dans le halal le plus tôt possible ;

● A tous mes amis et collègues que j'estime beaucoup ;

● A tous les enseignants qui m'ont enseigné du primaire jusqu'à ce jour ;

● A toute personne m'ayant aidé de près ou de loin a la réalisation de ce modeste travail.

*ASMANE*





## Dédicaces

J'ai le plaisir de dédier ce modeste travail :

A la mémoire de mon père TAYEB, que son âme repose en  
paix

A ma très chère mère a qui sans elle je ne serais ce que je suis  
aujourd'hui

A mes chers frères MOBARAK, ABD SLAM et FAOUZI

A mes chères sœurs

A toutes la famille KHENICHE

A la famille OUCHAN AMAR

A mon cher binôme et frère Athmane, ainsi qu'a toute sa  
famille

A ma meilleure amie Dydoucha

Ainsi qu'à toute la promotion de Master II Sciences  
Alimentaires 2015/2016

A tous les enseignants qui m'ont enseigné du primaire jusqu'à  
ce jour

A toute personne m'ayant aidé de près ou de loin a la  
réalisation de ce modeste travail

A tous mes amis.

DJEMAI



# Remerciements

Nous tenons à remercier tout d'abord le bon dieu le tout puissant de nous avoir donné la force nécessaire et la patience qui nous ont permis de mener à bien ce modeste travail ;

Nous remercions notre examinateur **M. M. BACHIR BEY** pour avoir accepté d'examiner notre travail, ainsi que la présidente **Mme.S. HAMRI** de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance à notre promoteur **M. A. CHIKHOUNE** pour son suivi, ces encouragements et sa disponibilité.

Nous remercions également notre encadreuse **Mme DJAAFRI** pour sa disponibilité et ses précieux conseils et l'ensemble du personnel du laboratoire qui a contribué au bon déroulement du stage au niveau de l'entreprise **COGB Labelle BEJAIA**.

Enfin, Nous tenons à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

**Atmane et Djemai**

## LISTE DES ABREVIATIONS

**E/H** : Eau/ huile

**EDTA** : Ethylène Diamine Tétracetate Disodique

**UI** : Unité International.

**CG** : Corps Gras

**AGL** : Acide Gras Libre

**pH** : potentiel d'Hydrogène

**AG** : Acide Gras

**CO.G.B** : Complexe des Corps Gras de Bejaia

**ISO**: International Standard Organization

**AOCS**: American Oil Chemist Society

**H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>**:peroxyde d'hydrogène

**IP** : Indice de peroxyde

**RMN** : Résonance Magnétique Nucléaire

**SFB** : Sélénite Acide de Sodium

**SFC**: Solid Fat Content

**MLC** : Margarine Liquide Commerciale

**MLF** : Margarine Liquide Formulée

**UFC** : Unité formant une colonie.

### Liste des Figures

- **Figure 1:** Classification des margarines disponibles sur le marché mondial ..... 7
- **Figure 2 :** Diagramme de fabrication de la margarine ..... 9
- **Figure 3 :** schéma général de la méthodologie de travail..... 13
- **Figure 4 :** Diagramme suivi de la fabrication de la margarine ..... 14
- **Figure 5 :** photographie de la RMN basse résolution..... 19
- **Figure 6 :** Taux d'humidité des margarines étudiées ..... 27
- **Figure 7 :** Taux de sel des deux margarines étudiées..... 27
- **Figure 8 :** Indice de peroxyde des deux margarines étudiées..... 28
- **Figure 9 :** Point de fusion des deux margarines étudiées ..... 29
- **Figure 10 :** L'acidité des deux margarines étudiées..... 30
- **Figure 11 :** Taux de solides (SFC) des deux margarines étudiées ..... 31
- **Figure 12 :** Evolution de l'acidité de la margarine formulée au cours du stockage.... 33
- **Figure 13 :** Evolution de l'indice de peroxyde de la margarine au cours du stockage  
..... 34
- **Figure 14 :** Résultats de l'évaluation de la texture des deux margarines ..... 35
- **Figure 15 :** Résultats de l'évaluation de la couleur des deux margarines ..... 36
- **Figure 16 :** Résultats de l'évaluation de la flaveur des deux margarines..... 36
- **Figure 17 :** Résultats de l'évaluation de l'impact des deux margarines..... 37

### Liste des figures de l'annexe

- **Figure 1 :** les constituants des deux phases ; aqueuse et grasse .....(Annexe I)
- **Figure 2 :** Préparation des solutions mère et résultats des analyses microbiologiques  
..... (Annexe III)
- **Figure 3 :** les bonnes pratiques de la margarine liquide .....(Annexe VII)
- **Figure 4 :** Organigramme des départements de production CO.G.B Labelle ...(Annexe VII)

### Liste des Tableaux

- **Tableau I** : Résultat du pH de la phase aqueuse de la margarine formulée ..... 26
- **Tableau II** : Résultats des analyses microbiologiques effectués sur la margarine ..... 32

### Liste des Tableaux en Annexe

- **Tableau I** : Résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sur les deux margarines .....(Annexe II)
- **Tableau II** : Résultats de l'indice de peroxyde et d'acidité de la margarine au cours du stockage ..... (Annexe II)
- **Tableau III** : Résultats des SFC des deux margarines ..... (Annexe II)
- **Tableau IV** : Résultats des analyses microbiologiques ..... (Annexe IV)
- **Tableau V** : Résultat de l'analyse sensorielle des deux margarines ..... (Annexe V)
- **Tableau VI** : la valeur nutritionnelle des deux margarines ..... (Annexe VI)

## Sommaire

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction ..... 1

### Partie théorique

#### Chapitre I : la margarine

I. Généralités sur la margarine .....	2
I.1. Historique .....	2
I.2. Définition .....	2
I.3. Composition globale.....	2
I.3.1. La phase grasse .....	3
I.3.2. La phase aqueuse .....	4
I.4. Caractéristiques .....	5
I.4.1. Physiques .....	5
I.4.2. Chimiques .....	5
I.4.3. Organoleptiques .....	5
I.4.4. Nutritionnels .....	5
I.5. Facteurs d'altération de la margarine .....	5
I.6. Typologie.....	6
I.6.1. Les margarines de table (tartinable).....	6
I.6.2. Les margarines pour l'industrie alimentaire .....	6
I.6.3. Margarine allégée.....	6
I.7. Processus de fabrication de la margarine .....	7
I.7.1. Préparation de la phase grasse .....	7
I.7.2. Préparation de la phase aqueuse .....	7
I.7.3. Préparation de l'émulsion .....	8
I.7.4. Cristallisation .....	8
I.7.5. Malaxage .....	8
I.7.6. Conditionnement .....	8

I.7.7. Stockage .....	8
II. Généralités sur la margarine liquide .....	10
II.1. Définition d'une margarine liquide .....	10
II.2. Fabrication de la margarine liquide .....	10
II.3. Les caractéristiques de la margarine liquide .....	10
II.4. Les avantages de la margarine liquide .....	10
II.5. Utilisations de la margarine liquide .....	11

## Partie pratique

### Matériel et méthodes

I. Méthodologie de travail .....	12
I.1. Préparation de la phase grasse .....	13
I.2. Préparation de la phase aqueuse .....	13
I.3. Formulation de l'émulsion (margarine) .....	14
II. Méthodes d'analyses.....	15
II.1. Analyses physicochimiques .....	15
II.1.1. Détermination du pH de la phase aqueuse.....	15
II.1.2. Le taux d'humidité .....	15
II.1.3. Teneur en sel (chlorure de sodium) .....	16
II.1.4. L'indice de peroxyde .....	17
II.1.5. Détermination du point de fusion .....	18
II.1.6. Acidité .....	18
II.1.7. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) .....	19
II.2. Analyses microbiologiques .....	20
II.2.1. Préparation de la solution mère .....	20
II.2.2. Dénombrement des germes aérobies .....	20
II.2.3. Dénombrements des levures et moisissures .....	21
II.2.4. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux .....	22
II.2.5. Recherche des <i>Staphylococcus aureus</i> .....	23
II.2.6. Recherche des salmonelles .....	24
II.3. Suivi de la margarine au cours du stockage.....	25
II.4. Analyse Sensorielle .....	25

## Résultats et discussion

I. Résultats et discussion .....	26
I.1. Analyses physicochimiques .....	26
I.1.1. Détermination du pH de la phase aqueuse .....	26
I.1.2. Teneur en eau (Humidité) .....	26
I.1.3. Teneur en sel (taux de sel) .....	27
I.1.4. Détermination de l'indice de peroxyde.....	28
I.1.5. Détermination du point de fusion .....	29
I.1.6. Acidité et indice d'acide .....	30
I.1.7. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) .....	31
I.2. Analyses microbiologiques .....	32
I.3. Suivi de la margarine au cours du stockage.....	33
I.3.1. Suivi de l'évolution de l'acidité.....	33
I.3.2. Suivi de l'évolution de l'indice de peroxyde .....	34
I.4. Analyse Sensorielle .....	35
I.4.1. La texture .....	35
I.4.2. La couleur .....	36
I.4.3. La flaveur .....	36
I.4.4. L'impact.....	37
Conclusion et perspectives .....	39
Références bibliographiques	
Annexes	

# ***Introduction***

### Introduction

Les corps gras ou lipides, qu'ils soient d'origine animale ou végétale, jouent un rôle important dans l'alimentation. Ce rôle est d'abord d'ordre nutritionnel grâce à leur apport d'énergie (environ 9 kcal/g), d'acides gras essentiels (acide linoléique, linoléique) et de vitamines liposolubles (vitamines A, D, E, K), puis d'ordre organoleptique, par leur contribution à la texture, à la sapidité et aux emplois culinaires des aliments (**Cheftel, 1976**).

La margarine est une émulsion plastique initialement formulée pour remplacer et suppléer le beurre trop cher et périssable. Sous sa forme standard, elle est constituée de deux phases essentielles grasses et aqueuses et contient, en outre, 2% d'auxiliaires de fabrication (**Bauer, 2004**).

La margarine a contribué de manière majeure dans l'amélioration du niveau de vie au cours du dernier siècle. Après la deuxième guerre mondiale, la margarinerie est devenue l'une des industries alimentaires les plus répandues dans le monde. Sa popularité auprès du consommateur, l'oblige à répondre aux normes homologuées et aux spécifications légales et réglementaires qui la concernent.

Parmi les composantes de qualité d'un produit alimentaire, la qualité d'usage ou le service. Le consommateur cherche un produit facile à utiliser ou à préparer, se referme et s'ouvre facilement, et se conserve long temps. Une qualité qu'on n'en trouve pas souvent dans certains produits alimentaires.

L'industrie de la margarine a connu un essor important à l'heure actuelle. De nouvelles et meilleures méthodes de production ont été introduites et ne cessent de faire croître leur intérêt et leur efficacité. Ce progrès technologique a permis l'élaboration de produits de qualité, avec moins de gras saturé, les margarines liquides qui répondent à l'attente des consommateurs, sont facile à utiliser ou à doser en matière de préparations culinaires, éclaboussent d'une manière contrôlée et réduite, confèrent un goût et une odeur raffinée aux plats et brunissent parfaitement.

Dans ce présent travail, nous nous sommes focalisés sur l'élaboration d'une margarine liquide stable à base d'huile de soja et une proportion d'huile de soja partiellement hydrogénée. Ensuite, une série d'analyses physicochimiques, microbiologiques et une évaluation sensorielle ont été menées sur le produit fini. Une étude comparative a été conduite afin d'évaluer la margarine liquide élaborée à l'échelle du laboratoire avec une margarine commerciale industrielle. Cette étude a été réalisée au sein de l'entreprise des Corps Gras de Bejaia (CO.G.B labelle).

# ***Partie Théorique***

***Généralités sur la  
margarine***

## I. Généralités sur la margarine

### I.1. Historique

La margarine a été développée en 1869, après que l'empereur Louis Napoléon III de France a offert un prix pour un produit de remplacement du beurre peu coûteux. La production beurrière trainait loin derrière la demande en raison d'un approvisionnement court en lait dans toute l'Europe occidentale. La migration des populations rurales vers les usines pendant la révolution industrielle avaient créé une demande du beurre que l'offre de lait ne pouvait combler, causant des prix du beurre exorbitants. La situation était particulièrement sérieuse en France parce que le pays était dans une dépression sociale et économique. Des tentatives avaient été entreprises durant des années pour créer un substitut au beurre.

Un pharmacien français dénommé : Hippolyte Mège-Mouriès réalisa une émulsion blanche résultant de graisse de bœuf fractionnée, de lait et d'eau baptisée « margarine » (du grec margaron : « blanc de perle »). Le brevet est déposé en 1872 et la commercialisation de la margarine s'est alors développée (**O'brien, 2009**).

Dans les années 1950, l'industrie de la margarine modernise l'image du produit fabriqué entre temps à base d'huiles végétales (**Chrysam, 1996**), en s'appuyant sur les nouvelles préoccupations des consommateurs : la santé et la diététique (**Roger, 1974**). Avec l'appui des laboratoires pharmaceutiques, les partisans plaident en faveur des acides gras insaturés (**Laia et al., 2000**) et de la réduction du cholestérol dans les aliments afin de réduire le nombre d'infarctus (**Baljit et al., 2002**).

### I.2. Définition

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile (E/H) qui correspond à deux phases essentielles : une phase continue qui constitue la phase grasse, et une phase dispersée qui constitue la phase aqueuse (**Karleskind, 1992**). C'est une préparation qui renferme de nombreux additifs (lécithine, sel, colorant, antioxydants, vitamines, etc.) répartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse (**Dimitrios et al., 2003**).

La définition complète de la margarine est donc celle d'un système polydispersé de corps gras à l'état solide et à l'état liquide, d'eau et/ou lait, d'ingrédients et quelquefois de bulles de gaz (**Karleskind, 1992**).

### I.3. Composition globale

La composition de la margarine varie beaucoup selon l'origine des graisses et le type d'huiles ainsi que l'usage auquel elles sont destinées. Des agents émulsifiants et stabilisants sont toujours ajoutés (**Alais et al., 2008**). En général, la margarine est composée de:

### I.3.1. Phase grasse

Cette phase est constituée d'un mélange d'huiles et des ingrédients liposolubles (**Graille, 2003**).

#### A) Le blend ou le mélange d'huiles :

Le blend est défini comme étant un mélange de graisse et d'huiles raffinées en l'état et/ou modifié par fractionnement, trans-estérification ou hydrogénation. Il représente la partie la plus importante de la margarine (80 à 82%) (**Kone Issa, 2003**).

#### B) Les ingrédients liposolubles

Ils regroupent les émulsifiants, arômes, vitamines, et colorants.

##### a. Les émulsifiants

Les émulsifiants ont un rôle important dans la rhéologie des émulsions. Ils permettent de réduire la tension entre deux liquides non-miscibles. L'émulsifiant doit aussi être plus soluble dans la phase continue que dans la phase aqueuse, sa solubilité étant reliée à sa polarité. Les émulsifiants ont un rapport hydrophilie/lipophilie compris entre 3,5 et 6. Le système d'émulsifiant utilisé généralement dans les margarines comprend deux types : la lécithine, les mono et di-glycérides.

La lécithine est habituellement ajoutée à des teneurs de 0,1 à 0,2%. Elle est connue pour son effet anti éclaboussant lors de l'émulsification. Elle permet une libération plus rapide du sel dans la bouche (**O'Brien, 2009**).

##### b. Les arômes

L'addition dans les margarines de parfums, d'essences, d'arômes chimiques artificiels ou autres similaires est interdite, à l'exception du di-acétyle. Ce dernier s'emploie à des doses très faibles, de l'ordre de 0,1 mg pour 100 g de produit (**O'Brien, 2009**).

##### c. Les vitamines

La fortification de la margarine avec de la vitamine A est obligatoire. Une margarine doit contenir pas moins 15.000 unités internationales (UI) par litre. L'utilisation de la vitamine D est facultative, mais une fois supplémentée, elle doit être présente à raison de 1500 (UI) par litre de margarine. Les antioxydants naturels présents dans les huiles végétales « tocophérols » sont des sources importantes de vitamine E (**O'Brien, 2009**).

##### d. Les colorants

La couleur de la margarine doit être assez voisine de celle du beurre. Elle est obtenue soit par addition d'huile de palme rouge riche en caroténoïdes, soit avec du  $\beta$ -carotène de synthèse (**Luterottietal., 2006**).

### **I.3.2. La phase aqueuse**

Elle représente une teneur comprise entre 16 et 18% du produit fini. Elle est constituée généralement d'eau et/ ou de lait. Elle comprend également les ingrédients hydrosolubles comme le sel et les correcteurs de pH (**Graille, 2003**).

#### **a. L'eau**

L'eau est le constituant le plus important de la phase aqueuse des margarines sans lait. Cette eau doit être hygiéniquement propre, neutre de gout et d'odorat. Elle ne devrait pas non plus contenir des sels de fer ou de manganèse (**O'Brien, 2009**).

#### **b. Le lait**

Concernant le lait, au départ, le lait de vache a été employé, mais ces derniers temps la poudre de lait à 0% de matière grasse est souvent la plus employée mélangée avec de l'eau. La présence du lait apporte à la margarine une saveur et un gout agréable voisin de celui du beurre (**Lefrancq et Roudaut, 2005**).

#### **c. Les ingrédients hydrosolubles**

Ils regroupent les conservateurs, le sel et les correcteurs de pH.

##### **i. Les conservateurs**

Les conservateurs de la margarine se répartissent en trois catégories : antimicrobien, antioxydants et chélateurs de métaux. Donc, on fait souvent le recours à l'acide ascorbique ou à ses sels de sodium ou de potassium. Il présente un effet fongistatique, et parfois bactériostatique. Les quantités à incorporer sont de l'ordre de 0,5 à 1,5 % sur la base du poids du produit fini (**O'Brien, 2009**).

##### **ii. Le sel (NaCl)**

Le chlorure de sodium est ajouté à la préparation pour donner une saveur au produit fini mais également comme étant un agent conservateur avec son rôle bactériostatique. Il est additionné à une concentration comprise entre 0,1 à 2% (**Kone Issa, 2003**).

##### **iii. Les correcteurs de pH**

Divers acides organiques tels que l'acide citrique, l'acide lactique et leurs sels de sodium, potassium et calcium sont ajoutés aux margarines avec une teneur maximale autorisée de 1g/kg. Ces acides peuvent être employés en tant que correcteur de pH ou stabilisateur de l'oxydation. Pour une bonne conservation du produit, le pH doit être maintenu entre 3 et 5,5 (**Faur, 1992**).

## **I.4. Caractéristiques**

#### **I.4.1. Caractéristiques physiques**

La margarine est caractérisée par sa plasticité, puisque elle contient une phase solide baignant dans une phase liquide.

Le point de fusion qui n'est en fait que le changement de l'état solide, doit être de l'ordre de 34 à 37°C puisque la margarine doit fondre dans la bouche. Elle peut être dure et sa dureté doit résister au travail mécanique qui sera exercé sur elle, ainsi que l'aptitude à l'étalement **(François, 1974)**.

#### **I.4.2. Caractéristiques chimiques**

Les caractéristiques chimiques des margarines varient selon les types de margarines, les pays producteurs, leur utilisation et les méthodes de fabrication...etc.

#### **I.4.3. Caractéristiques organoleptiques**

Parmi l'ensemble des caractères sensoriels de la margarine : le goût, la texture, la saveur et l'arôme. La dégustation de la margarine est liée, d'une part à la flaveur propre des constituants lipophiles (matières grasses), hydrophile (lait, amidon, sel) et aux agents aromatisants **(François, 1974)**.

#### **I.4.4. Caractéristiques nutritionnelles**

Les margarines sont avant tout des corps gras alimentaires à ce titre rien ne doit les différencier sur le plan nutritionnel des autres CG alimentaires. Elles apportent des éléments biologiquement liposolubles (A, D, E et des carotènes) **(Trimoliere et al., 1984)**.

#### **I.5. Facteurs d'altération de la margarine**

L'altération de la margarine peut être d'ordre chimique, bactériologique ou physique. La liaison ester et double liaison sont la cause des deux principales formes de l'altération des corps gras alimentaires qui sont : l'acidification et l'auto-oxydation **(Trémolieres, 1980)**.

- L'acidification résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides. Cette hydrolyse conduit à la formation d'acides gras libres (AGL) préjudiciable à la qualité du CG.
- L'auto-oxydation est accélérée par la lumière, la température et les métaux dits pro-oxydants (Cu, Fe, Mn principalement).

Des microorganismes présents dans la margarine sont généralement introduits par l'atmosphère ambiante, l'appareillage de traitement insuffisamment stérilisé, les contacts humains, les constituants de la phase aqueuse (eau, lait) surtout en présence d'amidon. Ils sont favorisés par certaines conditions de température et d'un pH du milieu supérieur à 5.

L'action de ces microorganismes a pratiquement pour résultat la formation d'enzymes génératrices d'AG, de produit d'oxydation d'aldéhydes et des cétones. Ce qui se traduit par des modifications d'apparence, de structure, de saveur et aussi par l'apparition de toxicité dans la margarine (**François, 1974**).

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

## **I.6. Typologie**

Il existe un grand nombre de margarines, qui se différencient par la composition de la phase grasse mais aussi par le type d'ingrédients ajoutés (**Karleskind, 1992**). Les différents types de margarines sont résumés ci-dessous :

### **1.6.1. Margarine de table (tartinable)**

C'est une margarine à usage domestique. Ce type de margarines doit être suffisamment ferme à 20°C, tartinable facilement et avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre. Elles sont le plus souvent préparées à partir des triglycérides riches en acides gras insaturés. Elles apportent 740Kcal pour 100g du produit (**Alias et Linden, 1987**).

Il est possible de formuler une large gamme de margarines à usages spécifiques (par exemple margarine frigotartinable, margarine pour pâtisserie...) (**Pagès-Xatart-Parès, 2008**).

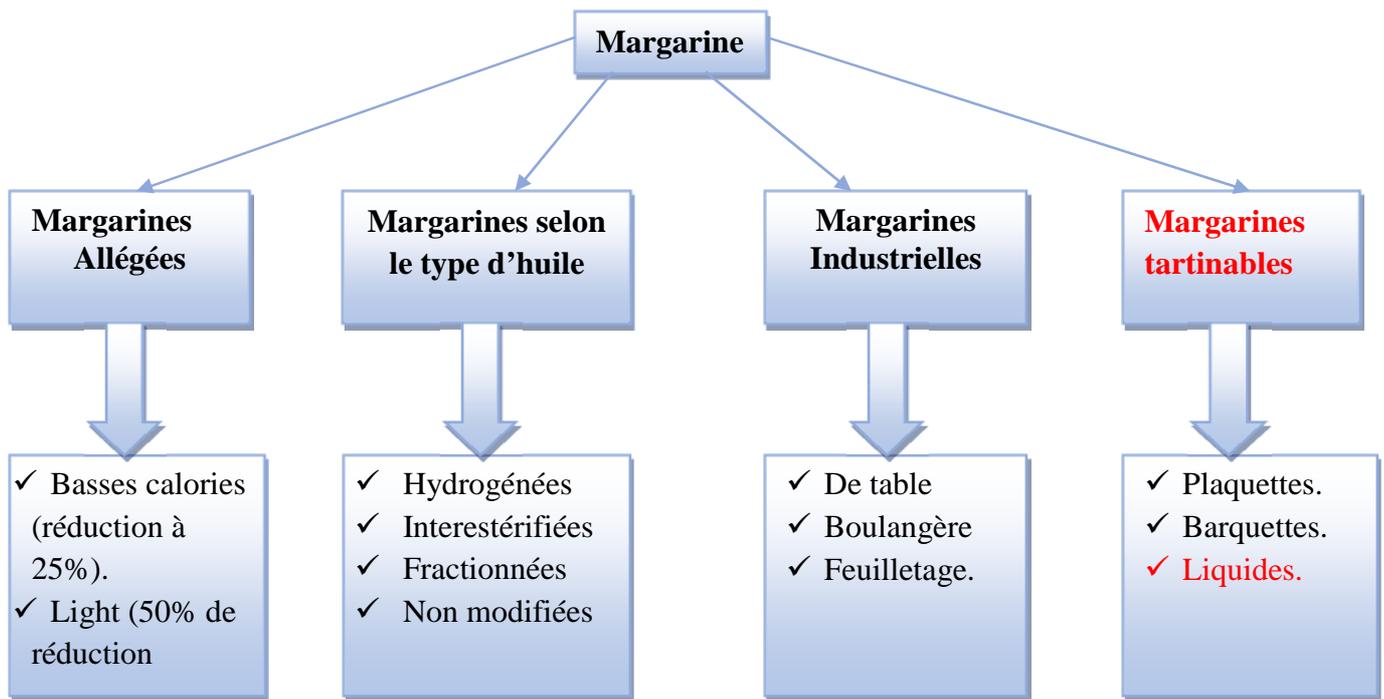
### **I.6.2. Margarine allégée**

Elle est facilement tartinable à la température du réfrigérateur. Ces produits à 50% d'eau sont stabilisés grâce à l'émulsifiant comme le phosphate disodique ou la gélatine.

### **I.6.3. Margarines pour l'industrie alimentaire**

Elles sont selon l'usage, soit stable à haute température (graisse pour la friture), soit présentant une bonne plasticité dans un large éventail de température (biscuiteries et pâtisseries). Ces produits ne doivent pas contenir d'acides gras libres et être résistant à l'oxydation. Il existe donc deux types de graisses à usage industriel : la margarine de feuilletage destinée à la fabrication des gâteaux, pâtisseries à pâte feuilletée et les graisses émulsifiables ou shortening (**Alais et al., 2003**).

Une classification des principales margarines retrouvées sur le marché sont résumées en figure 1(**O'brien, 2009**).



**Figure 1:** Classification des margarines disponibles sur le marché mondial (O'Brien, 2009).

## I.7. Processus de fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine comprend successivement les étapes suivantes :

### I.7.1. Préparation de la phase grasse

La phase grasse est constituée de corps gras dont les proportions sont définies selon la recette ainsi que des auxiliaires de fabrication, solubles dans les huiles végétales tels que l'émulsifiant, les vitamines, les arômes et le colorant. La préparation proprement dite de la phase grasse consiste à dissoudre les additifs dans le mélange de corps gras raffinés et chauffés à environ 60°C pendant quelques minutes. Le liquide limpide ainsi obtenu constitue la phase grasse complète (O'brien, 2008).

### I.7.2. Préparation de la phase aqueuse

Pour les margarines ne contenant pas de lait, la phase aqueuse est constituée d'eau et des additifs qui y sont solubles tels que : les conservateurs, les correcteurs de pH, le sucre et le sel destinés à la conservation et à la régulation de l'acidité (O'brien, 2008).

### **I.7.3. Préparation de l'émulsion**

Elle consiste en un mélange des deux phases grasse et aqueuse qui se fait en deux étapes :

#### **1. Mélange (pré émulsion)**

Durant cette étape, la phase grasse complète chauffée, et la phase aqueuse (sans la solution de sel) sont additionnées et remuées continuellement pendant 3 à 4 minutes (**Norton et al., 1999**).

#### **2. Emulsion**

C'est la réalisation d'un mélange homogène à partir de ces deux phases non miscibles, réduisant la taille des gouttelettes de l'émulsion sous l'action des émulsifiants (**Norton et al., 1999**).

### **I.7.4. Cristallisation**

La stabilité finale du produit est obtenue par cristallisation de la phase grasse au sein de l'émulsion. Cela consiste à déposer l'émulsion sur un tambour refroidi à 0°C qui provoque la cristallisation immédiate (**Vierling, 2008**).

### **I.7.5. Malaxage**

Le produit sort du cristallisateur sous forme d'un film qui est acheminé par trémie jusqu'au malaxeur qui assure le malaxage et élimine les mauvaises odeurs en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité (**Ahmad et Clyde., 2002**).

### **I.7.6. Conditionnement**

L'emballage utilisé peut être soit du papier sulfurisé, une feuille d'aluminium ou une feuille complexe plastifiée. Selon la structure de la margarine, le conditionnement peut se faire soit en pots (consistance dure) ou en plaquettes (consistance molle). Actuellement la commercialisation des pots en plastiques sont beaucoup plus pratique et nettement plus attrayante (**Tremolière et Dupain, 1984**).

### **I.7.7. Stockage**

La margarine conditionnée est stockée quelques heures en salle de conditionnement, à une température comprise entre 10 à 13°C (pour éviter une cristallisation brusque). Ensuite les produits finis jugés conformes sont stockés en chambre froide (5 à 7°C) (**Tremolière et Dupain, 1984**).

L'ensemble des étapes de fabrication de la margarine sont résumées dans la figure 2 :

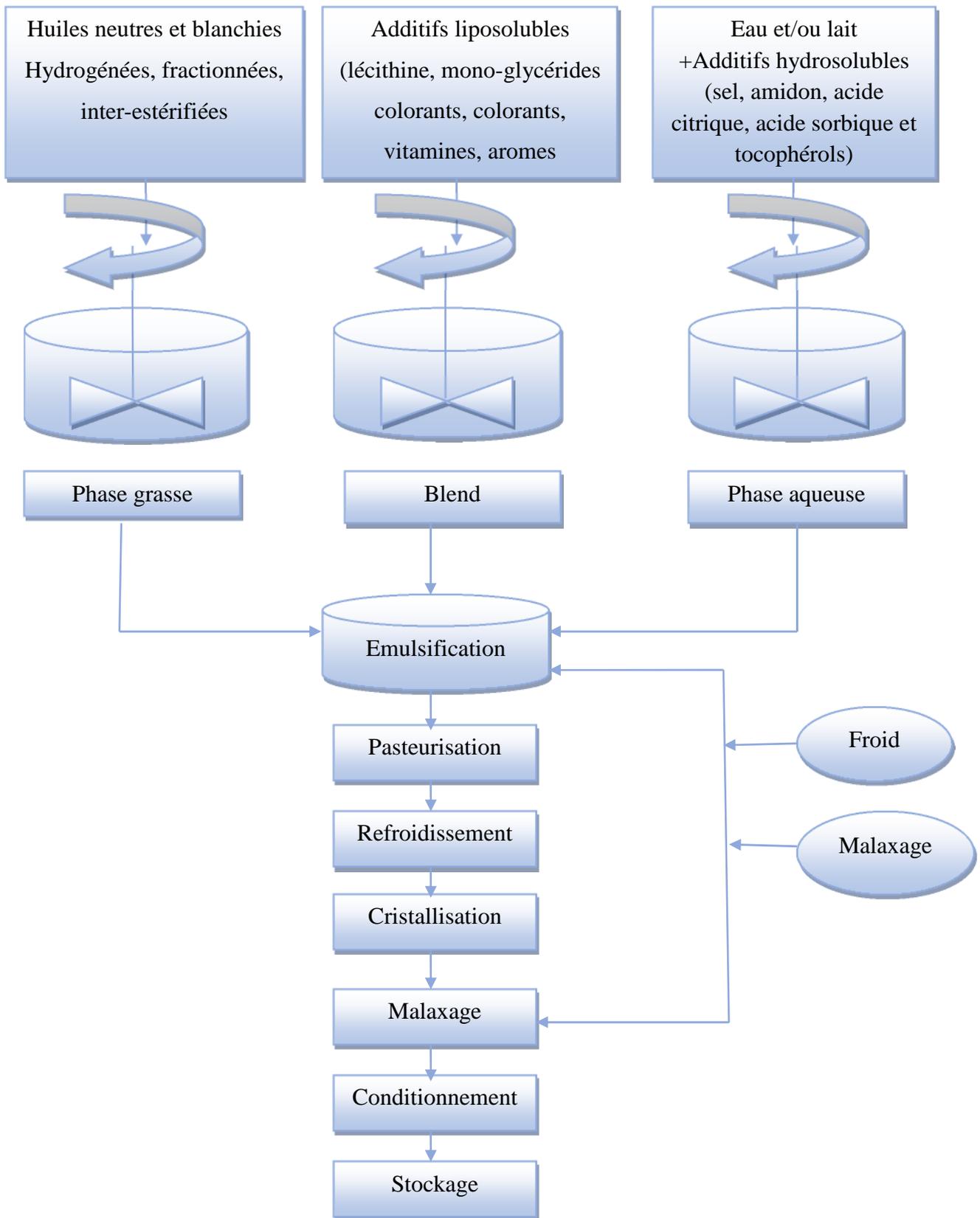


Figure 2 : Diagramme de fabrication de la margarine (Cossut *et al.*, 2002).

## II. Margarine liquide

### II.1. Définition

La margarine est une émulsion eau dans huile (W/O) fréquemment utilisée pour cuisson à la poêle. La margarine liquide consiste essentiellement en huiles végétales riches en acides gras insaturés, alors que la margarine dure contient plus de gras saturé (**Bente Kirkhus *et al.*, 2015**).

### II.2 Préparation

Une margarine liquide stable est préparée suivant plusieurs étapes. La phase grasse est préparée par mélange d'huiles végétales liquides ou hydrogénées, d'un agent épaississant et d'un émulsifiant. Le blend est ensuite ramené à un point où il se cristallise partiellement. Après il faut tenir le mélange partiellement cristallisé à un temps de repos d'environ 5 heures, puis l'agiter vigoureusement pour obtenir un état stable des cristaux. La phase aqueuse est ensuite additionnée à la phase grasse. Les deux doivent être ramenées approximativement à la même température pour les mélanger ensuite. La température de l'émulsion est réduite à environ -6 à 4°C. Finalement l'émulsion doit être bien fouettée et conditionnée (**Melnick *et al.*, 1969**).

### II.3. Les caractéristiques de la margarine liquide

Une margarine liquide est caractérisée par :

- Une composition 100% de graisses végétales liquides ;
- Une liquéfaction rapide dans la poêle, et arrive vite à température ;
- Une Bonne proportion entre acides gras saturés et insaturés ;
- Une faible teneur en sel (0,4%) et sans cholestérol.

### II.4. Les avantages de la margarine liquide

Une margarine liquide offre de nombreux avantages à savoir :

- Une stabilité thermique et saisit rapidement la viande ;
- Brûle et éclabousse de manière contrôlée même à très haute température, brunit parfaitement ;
- Confère un goût et une odeur raffinés aux plats grâce aux additifs équilibrés à l'arôme naturel de beurre de qualité ;
- Facile à doser, pour utiliser juste ce qu'il faut de matière grasse.

**II.5. Utilisations de la margarine liquide**

Cette graisse liquide pour cuire et rôtir est parfaite pour la préparation de légumes, viandes, volailles, pommes de terre ou d'un roux. Elle est utilisée en pâtisserie ou en remplacement du beurre, sur les légumes ou les pâtes.

Elles sont utilisées pour sauter, braiser, poêler ou pour confectionner des sauces (béchamel, roux, etc.). Elles sont également utilisées pour préparer des desserts raffinés et pour graisser les moules à pâtisserie et plaques de cuisson.

# ***Partie Pratique***



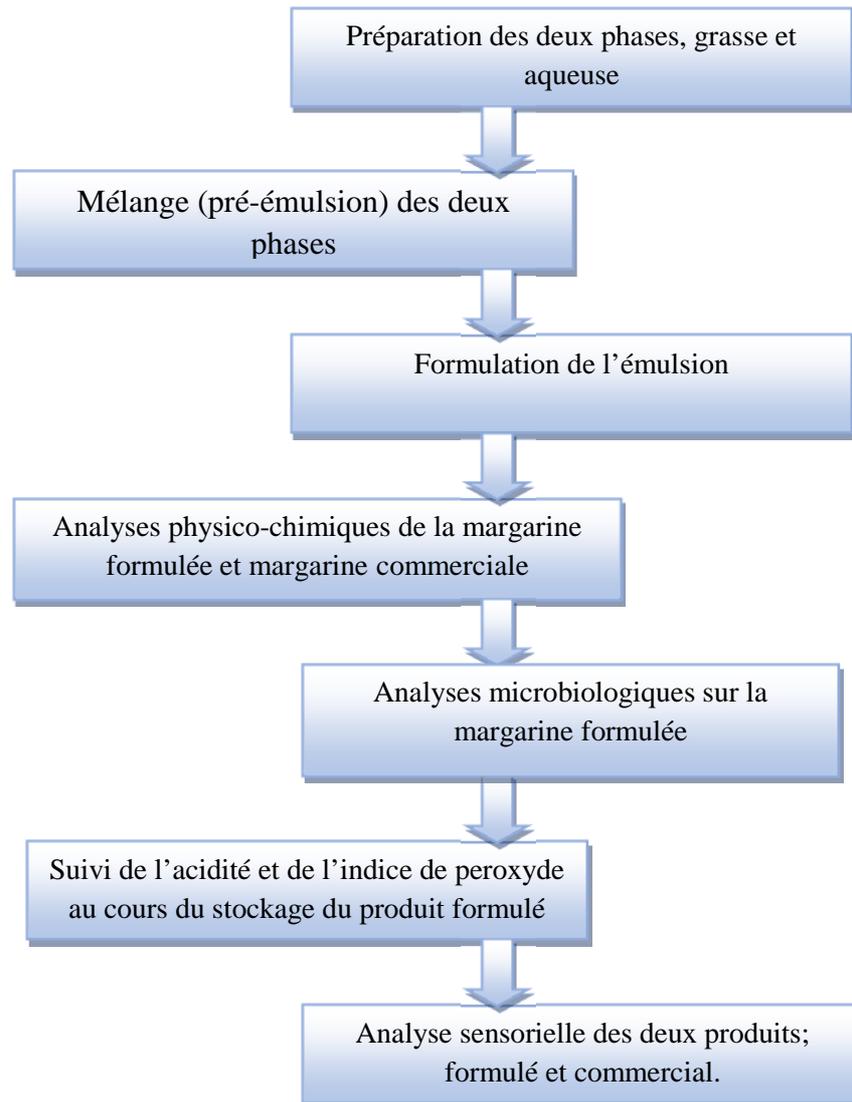
## ***Matériel et Méthodes***

## **Matériel et méthodes**

L'objectif de cette étude consiste à élaborer une margarine dite liquide stable et de qualité. L'ensemble des manipulations sont réalisées au niveau du laboratoire des huiles et margarines de l'entreprise CO.G.B Labelle de Bejaia (Annexe VII).

### **I. Méthodologie de travail**

Cette présente étude effectuée au complexe COGB Labelle vise à formuler une margarine liquide stable à l'échelle traditionnelle. Cette margarine sert essentiellement à cuire et rôtir des aliments. Elle est préparée à base d'huile de soja raffiné. Après élaboration de la margarine au niveau du laboratoire, nous avons procédé aux différents tests physico-chimique et microbiologique au sein du même laboratoire afin de vérifier leur conformité aux normes. Le produit élaboré a été également comparé à une margarine commerciale. Ensuite, une évaluation sensorielle est réalisée sur la margarine liquide formulée et sur la margarine liquide commerciale (Planta fin), une marque française née en 1976, sa composition et sa valeur nutritive sont représenté dans Annexe V. L'ensemble des étapes d'élaboration et d'analyse du produit sont résumées dans la figure 3.



**Figure 3** : schéma général de la méthodologie de travail

### **I.1. Préparation de la phase grasse**

La phase grasse est constituée du mélange d'huiles végétales et des additifs liposolubles suivants : émulsifiants (mono et di glycérides et lécithine de soja), un colorant naturel ( $\beta$ -carotène) et l'arôme du beurre artificiel (Di-acétyl) et un complexe vitaminique (A, D3, E).

### **I.2. Préparation de la phase aqueuse**

La phase aqueuse est constituée d'eau osmosée, et d'additifs hydrosolubles : un exhausteur de goût (NaCl), un conservateur (le sorbate de potassium), un régulateur d'acidité (l'acide citrique) et du lait en poudre pour donner un meilleur goût.

Les constituants des deux phases sont illustrés dans l'annexe I.

### I.3. Formulation de l'émulsion (margarine)

La margarine a été formulée à l'échelle artisanale au laboratoire des huiles et margarines de COGB Labelle Bejaia. Les étapes suivies sont :

#### a) Préparation de l'émulsion

Cette étape consiste à mélanger les deux phases et les malaxer pendant environ 2 minutes à l'aide d'un agitateur en hélice afin de créer l'émulsion.

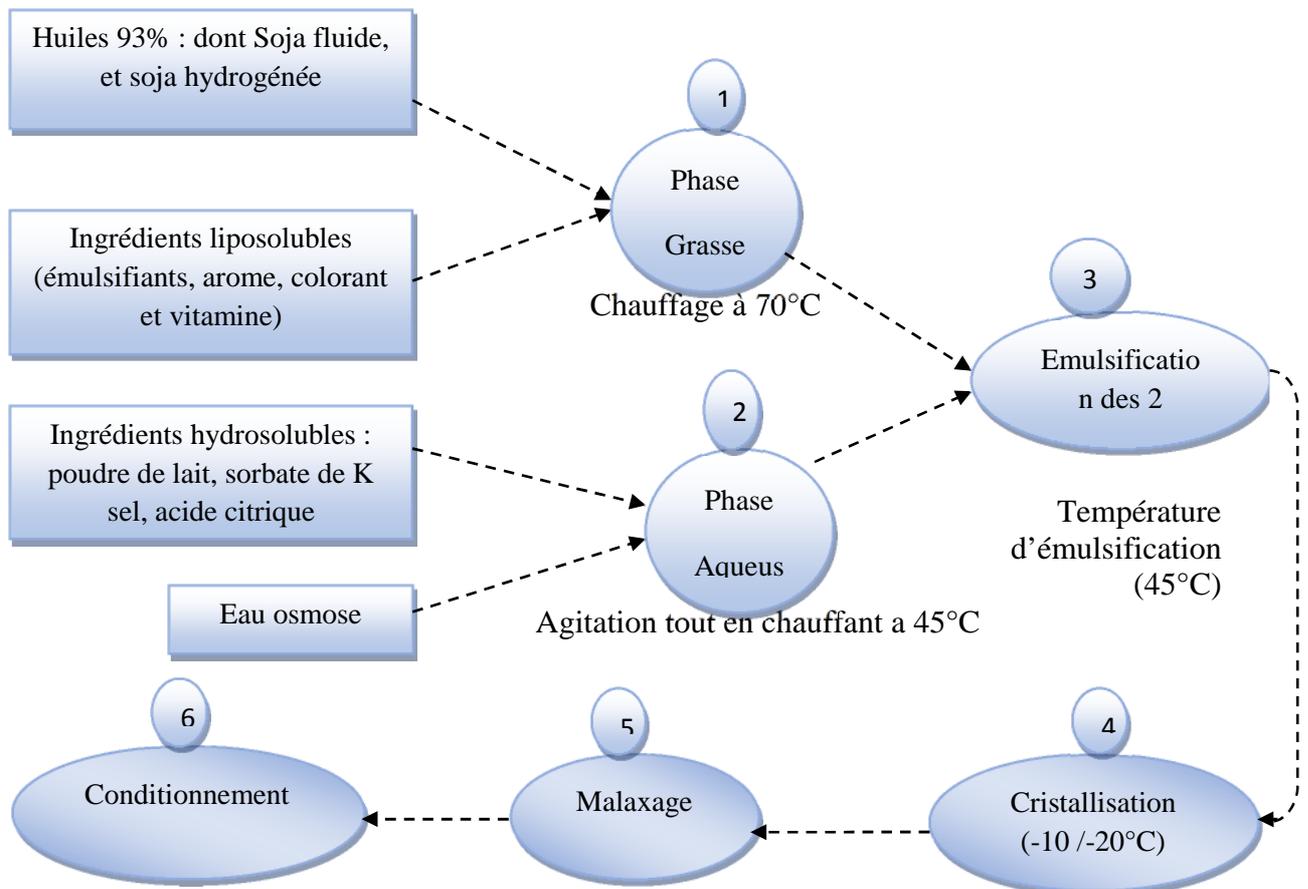
#### b) Cristallisation et mise au repos

Le mélange est mis au congélateur (température comprises entre -10 et -20 °C), dans un plat en inox pendant 30 minutes. Cette étape correspond permis la cristallisation du produit. A fin de cette étape, la pâte récupérée sera mise au repos pendant 15min afin de faciliter l'arrière cristallisation.

#### c) Malaxage et conditionnement

La pâte sera malaxée à l'aide d'un agitateur (2000 tours/min) pour environs une trentaine de minutes. Enfin le produit fini est conditionné dans des bouteilles en plastique.

Les différentes étapes de la formulation de notre margarine liquide sont élucidées dans la figure 4 :



**Figure 4** : Diagramme suivi de la fabrication de la margarine liquide

## II. Méthodes d'analyses

La margarine liquide formulée comparée à celle d'une margarine commerciale a subi plusieurs analyses à savoir :

- Les analyses physicochimiques ;
- Les analyses microbiologiques (margarine formulé uniquement);
- Le suivi de l'évolution du produit fini au cours du stockage (margarine formulé uniquement);
- Une analyse sensorielle.

### II.1. Analyses physicochimiques

#### II.1.1. Détermination du pH de la phase aqueuse

##### a. Principe

Cette mesure s'effectue avec un pH-mètre muni d'une électrode en verre. Cette dernière est plongée dans l'échantillon et le résultat est obtenu en lisant directement sur l'écran du pH-mètre.

##### b. Mode opératoire

La méthode utilisée pour la détermination du pH de la phase aqueuse est celle d'**ISO 7238 (2004)**. Elle repose sur les points suivants :

- Etalonner le pH mètre avec une solution tampon à pH=7 ;
- Introduire l'électrode dans la phase aqueuse à une température de 20 °C ;
- Lire la valeur numérique sur le pH mètre.

#### II.1.2. Le taux d'humidité

##### a. Principe

La détermination de la teneur en eau consiste en une évaporation de l'eau ainsi que les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur (plaque chauffante).

##### b. Mode opératoire

La méthode de détermination de l'humidité de la margarine utilisée est celle d'**ISO 662 (1998)**. Elle comprend les étapes suivantes :

- Peser le bécher vide ( $p_0$ ) ;
- Peser le bécher avec la prise d'essai ( $p_1$ ) ;
- Déposer le bécher contenant la margarine sur une plaque chauffante, tout en agitant soigneusement ;
- Peser le bécher après refroidissement, soit un poids ( $p_2$ ).

**c. Expression des résultats**

La teneur en eau est déterminée par la formule suivante :

$$H\% = (p_1 - p_2) / (p_1 - p_0) \times 100$$

Dont :

H% : Humidité exprimée en pourcentage massique ;

P<sub>0</sub> : poids du bêcher vide en gramme ;

P<sub>1</sub> : poids du bêcher contenant l'échantillon avant chauffage ;

P<sub>2</sub> : poids du bêcher contenant l'échantillon après chauffage.

**II.1.3. Teneur en sel (chlorure de sodium)****a. Principe**

Le principe de dosage des sels consiste en un titrage des chlorures avec des nitrates d'argent (0,171 N), en présence de chlorure de chromate de potassium comme indicateur coloré.

**b. Mode opératoire**

La méthode suivie pour la détermination du taux de sel est celle décrite dans **ISO 15648 (2004)**. Elle comprend les étapes suivantes :

- Peser 5g de margarine dans un Erlenmeyer ;
- Ajouter 100 ml d'eau distillée préalablement chauffée ;
- Agiter et laisser refroidir
- Ajouter quelques gouttes de chromates de potassium ;
- Titration avec la solution de Nitrate d'argent jusqu'au virage de la couleur vers le rouge brique.

**c. Expression des résultats**

La teneur en sel est déterminée par la formule suivante :

$$\text{NaCl (\%)} = V \times 58.5 \times N / 10P$$

Dont :

V : Le volume correspondant à la chute de la burette ;

58.5 : La masse molaire du Na Cl (g/mol) ;

N : La normalité de l'AgNO<sub>3</sub>(0.171) ;

P : La prise d'essai ;

#### II.1.4. L'indice de peroxyde

##### a. Principe

Il consiste en un traitement d'une quantité du corps gras en solution dans un mélange d'acide acétique et de chloroforme, suivie de l'addition d'une solution d'iodure de potassium (KI). En présence d'oxygène à liaison peroxyde, la solution libère de l'iode. Le titrage d'iode libéré se fait par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'empois d'amidon comme indicateur coloré.

##### b. Mode opératoire

La méthode employée pour déterminer l'indice de peroxyde de notre margarine liquide est celui de l'**ISO 3960 (2007)**. La méthodologie comprend les étapes suivantes :

- Peser de 2g de margarine dans un ballon séché et à l'abri de l'air ;
- Ajouter un mélange chloroforme/acide acétique (10/15, V/V), puis l'iodure de potassium saturé (KI) ;
- Agiter le mélange pendant une minute et à mettre à l'abri de la lumière pendant 5 minutes ;
- Ajouter 75 ml d'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon (indicateur coloré) ;
- Titrage à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N ;
- Lire sur la burette le niveau de la chute correspondante.

##### c. Expression des résultats

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

$$\text{IP (meq O}_2\text{/kg)} = N \times (V_1 - V_0) \times 1000 / p$$

Dont :

IP : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme ;

$V_0$  : volume de la solution de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml ;

$V_1$  : volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon en ml ;

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium 0.002N ;

P : prise d'essai en gramme ;

### II.1.5. Détermination du point de fusion

#### a. Principe

Il est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur, à une certaine température (maximum 37°C pour une margarine solide).

#### b. Mode opératoire

Selon **NA 2208 (1991)**, la méthode conçue pour la détermination du point de fusion comprend les étapes suivantes :

- Introduire la margarine à une hauteur de 1cm dans un tube capillaire en verre puis le mettre au réfrigérateur pendant 8 à 10 minutes ;
- Fixer le tube capillaire et le thermomètre avec une pince ;
- La pince est suspendue sur les côtés du bécher et le tube capillaire est immergé dans l'eau, ensuite le milieu est chauffé lentement (0,5°C/min) sur une plaque chauffante ;
- Noter la température à laquelle la margarine remonte sur les colonnes du tube qui correspond au point de fusion de la margarine.

### III.1.6. Acidité

#### a. Principe

Il repose sur le traitement d'une prise d'essai de la margarine par un mélange d'éthanol et d'oxyde diéthylnique, puis titrage d'acides gras libres présents à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de sodium.

#### b. Mode opératoire

Les étapes de détermination de l'acidité de la margarine suivant le protocole cité par **ISO 660 (2009)** sont résumées comme suit :

- Peser 10g de margarine dans un bécher ;
- Ajouter 50 ml d'éthanol neutralisé ;
- Ajouter quelques gouttes d'indicateur coloré (phénolphtaléine) ;
- Titrage avec NaOH jusqu'à apparition d'une coloration rose pale.

#### c. Expression des résultats

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

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

Où :

A : acidité exprimée en %.

N : normalité du NaOH utilisé (0.1 N).

V (ml) : volume du NaOH utilisé.

M : poids moléculaire de l'acide oléique (282 g/mole).

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

### II.1.7. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides)

#### a. Principe

Consiste à déterminer le taux de solide dans la matière grasse à une certaine température, réalisé par RMN (Résonance Magnétique Nucléaire)(Figure 5). Ce taux exprimé en pourcentage, constitue une caractéristique physique importante influençant beaucoup les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras : la texture.



**Figure 5:** photographie de la RMN basse résolution

#### b. Mode opératoire

Les étapes de détermination du taux de solide de la margarine suivant le protocole cité par **ISO 8292 (1995)** sont résumées comme suit:

- Faire fondre une quantité de margarine ;
- Récupérer la phase grasse ;
- Remplir les tubes à une hauteur de 3cm ;
- Mettre les tubes à 0°C pendant une heure ;
- Laisser un tube à 0°C et mettre les autres dans différentes températures ;
- Introduire chaque tube dans l'appareil et lire leur SFC sur l'écran.

## II.2. Analyses microbiologiques

Les phases grasses, pratiquement anhydres, après traitement de raffinage ne contiennent pas de bactéries ; par contre la phase aqueuse est beaucoup plus fragile, car l'eau qui en est la base renferme des éléments nutritifs pour les bactéries, levures et moisissures de telle sorte que l'aspect et le contrôle microbiologique est à considérer.

Selon le journal officiel de la république Algérienne N°35, les germes qui sont recherchés dans la margarine sont :

- ❖ Les aérobies totaux;
- ❖ Levures et moisissures ;
- ❖ Coliformes fécaux ;
- ❖ Staphylococcus aureus ;
- ❖ Les salmonelles.

### II.2.1. Préparation de la solution mère

Les étapes suivies pour cette préparation sont les suivantes :

- Peser 40 g de margarine liquide à analyser.
- Ajouter 34 ml de la solution Ringer dans un erlenmeyer bouché avec le coton cardé et papier aluminium.
- Porter le mélange en bain – marie à 45°C jusqu'à dissolution et séparation des deux phases.

Les études quantitatives et qualitatives sont réalisées à partir de la solution mère de la margarine et de ses dilutions décimales ( $10^{-1}$  et  $10^{-2}$ ). Ces dilutions sont réalisées par la méthode classique, en utilisant l'eau physiologique stérile.

### II.2.2. Dénombrement des germes aérobies (ISO 4833, 2003)

Les germes aérobies sont des microorganismes qui peuvent se trouver dans les produits alimentaires. Ils ont des exigences nutritives sur un milieu de culture dite gélose nutritive qui est un milieu d'isolement spécifique pour leur croissance.

Le milieu utilisé est la gélose PCA (Plate Count Agar) préalablement fondue au bain marie puis refroidie ensuite à 45°C.

#### a) Mode opératoire

- Préparer 07 boîtes de Pétri et ensemer en masse :
  - Une boîte avec 1ml de la solution mère ;

- Deux boites avec 1ml de chaque dilution ( $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ) ;
  - Une boite par le diluant Ringer (témoin) ;
  - Une boite est considérée comme témoin (PCA).
- Réaliser des mouvements circulaires pour homogénéiser l'ensemble.
- Incuber les boites à 30°C pendant 72h.

#### b) Expression des résultats

Après la période d'incubation, il ne sera compté que les boites présentant un nombre de colonies qui se situe entre 15 et 300 et le nombre de germes est calculé par la formule suivante :

$$\text{Nombre de germes/ml} = \frac{\sum \text{de colonies}}{(N_1 + 0.1N_2) d}$$

Où :

$\Sigma$  Des colonies : C'est la somme de colonies dans toutes les boites comptées.

$N_1$  : C'est le nombre de boites comptées à la première dilution.

$N_2$  : C'est le nombre de boites comptées à la seconde dilution.

D : Est la dilution à partir de laquelle les premiers dénombrements sont obtenus.

### II.2.3. Dénombrements des levures et moisissures (ISO 21527- 2,2008)

Pour rechercher les levures et moisissures, on utilise le milieu OGA (oxytétracycline glucosé agar) en surfusion, additionné d'oxytétracycline (antibiotique) à cette gélose pour inhiber la croissance des bactéries.

#### a) Mode opératoire

- Préparer 06 boites de Pétri stériles vides et ensemercer les en masse :
- Une boite avec 1ml de la solution mère.
  - Deux boites avec 1ml de chaque dilution ( $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ).
  - Une boite est utilisée comme témoin, couler la gélose directement sur la boite (Sans ensemencement).
- L'incubation des boites se fait à 30°C pendant 72°C.

Les résultats positifs se traduisent par l'apparition des colonies bombées blanches ou roses.

#### b) Expression des résultats

Dans le cas du dénombrement des levures sur des milieux solides, on ne prend en considération que les boites contenant un nombre compris entre 11 et 150.

La formule de calcul du nombre de levures est la même que celle utilisée pour le dénombrement des germes aérobies.

#### II.2.4. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux (ISO 7251, 2005)

##### a) Test présomptif

La recherche des coliformes fécaux s'effectue sur le milieu VBL (bouillon lactosé au vert brillant) muni d'une cloche de Durham pour la mise en évidence du gaz produit. Le vert brillant inhibe la croissance de la plus part des germes qui n'appartiennent pas aux entérobactéries.

###### ❖ Mode opératoire

A partir de chaque dilution préparée précédemment, on prélève 1ml et on ensemence aseptiquement trois tubes de milieu VBL. Ensuite on incube les tubes à 37°C pendant 48h.

###### ❖ Expression des résultats

Les résultats positifs se traduisent par un virage du milieu au jaune et par production de gaz dans la cloche.

Les tubes de VBL positifs (présence de gaz dans la cloche) lors du dénombrement des coliformes totaux feront l'objet d'un repiquage à l'aide de l'anse de platine.

##### b) Test confirmatif

###### ❖ Mode opératoire

Le test confirmatif comprend les étapes suivantes :

- Ensemencer un tube de VBL muni d'une cloche pour confirmer la présence des coliformes totaux.
- Ensemencer un tube d'eau peptonée exempte d'indole avec une goutte prélevée aseptiquement à l'aide de l'anse de platine stérile pour chaque tube trouvé positif.
- Incuber les tubes à 44°C pendant 24h.

###### ❖ Expression des résultats

Après l'incubation, on rajoute le réactif de Kovacs au tube d'eau peptonée exempte d'indole qui se traduit par l'apparition d'un anneau rouge en surface, ce qui indique la production d'indole. Ce test caractérise *Escherichia coli*.

#### II.2.5. Recherche des *Staphylococcus aureus* (ISO6888-1,2003)

La recherche des staphylocoques comprend deux étapes principales à savoir :

### 1. Enrichissement

L'enrichissement se réalise sur le milieu liquide de Giolitti et Cantoni additionnée de quelques ml de tellurite de potassium.

#### a) Mode opératoire

- A partir de chaque dilution, ensemercer trois tubes de milieu Giolitti et Cantoni,
- Ajouter une couche de paraffine pour sélectionner les *Staphylococcus* par rapport au *Micrococcus* qui sont aérobies strictes.
- Incuber à 37°C pendant 48h.

#### b) Expression des résultats

Les résultats positifs se traduisent par le noircissement des tubes de Giolitti et Cantoni, qui sont dues à la réduction de tellurite en tellure noir qui révèle donc la croissance des staphylocoques.

### 2. Isolement

#### a) Mode opératoire

- L'isolement est réalisé à partir des tubes noirs par ensemencement en stries, sur des boîtes contenant le milieu Baird-Parker.
- Le tellurite et jaune d'œuf sont apportés au moment du coulage.
- Incuber à 37°C durant 24h.

#### b) Expression des résultats

Après la période d'incubation, les *Staphylococcus* donnent des colonies noires avec un halo clair. Les colonies noires due à la réduction du tellurite en tellure. L'halo clair est dû à la protéolyse de protéines du jaune d'œuf, et éventuellement un liseré blanc opaque (précipitation des acides gras produit par la lécithinase qui hydrolyse la lécithine du jaune d'œuf) (Joffin, 1999).

## II.2.6. Recherche des salmonelles (ISO 6579,2002)

Leur recherche nécessite trois étapes:

### 1. Pré-enrichissement

#### a) Mode opératoire

- Prélever 25g de la margarine et la mettre dans un erlenmeyer. Ensuite on rajoute 225ml de la solution de Ringer (1/4). Puis boucher l'Erlenmeyer avec du coton cardé et papier aluminium.
- Placer l'ensemble dans un bain marie à 45°C jusqu'à la fusion de la margarine.
- L'incubation se fait à 37°C pendant 18 à 20h.

### 2. L'enrichissement

L'enrichissement des salmonelles (à partir de la phase aqueuse) est effectué sur le milieu SFB (bouillon de sélénite de sodium) simple concentration

#### a) Mode opératoire

- Dans trois tubes de bouillon d'enrichissement SFB de 10ml. Ensemencer avec 1ml de la culture de pré enrichissement.
- Chaque tube reçoit par la suite un disque d'additif SFB.
- Incubation à 37°C pendant 24h.

#### b) Expression des résultats

Le virage vers le rouge brique se traduit par un résultat positif, donc présence des salmonelles et le jaune indique un résultat négatif, donc absence des salmonelles. Si les résultats sont positifs, on effectue un isolement sur milieu Hektoen.

### 3. Isolement

#### a) Mode opératoire

- A partir des tubes SFB positifs, ensemencer par stries et à l'aide d'une anse de platine flambée, trois boîtes de milieu Hektoen.
- Incubation à 37°C pendant 24h.

#### b) Expression des résultats

Les résultats se traduisent par des colonies vertes à centre noir.

## II.3 Suivi de la margarine au cours du stockage

Afin d'évaluer la sensibilité de la margarine liquide formulée vis-à-vis des altérations, après utilisation et exposition à l'air, nous avons suivi l'évolution de deux paramètres physicochimiques à savoir l'acidité et l'indice de peroxyde pour une période de 60 jours. La margarine étant conservée au frais (4°C).

#### **II.4. Analyse Sensorielle**

L'évaluation sensorielle est la technique de choix pour étudier les propriétés organoleptiques des denrées alimentaires ou propriétés qui impressionnent les organes sensorielles. C'est ce test en particulier qui valide les méthodes instrumentales, donnant ainsi aux propriétés organoleptiques une image nécessairement indirecte. Elle repose sur la dégustation des produits et sur l'analyse des réponses sensorielles données par un groupe de sujets (jury).

L'analyse sensorielle de la margarine liquide étudiée, a été réalisée selon le protocole de (**Lumoretal., 2010**). Elle a été effectuée au sein du laboratoire de l'entreprise CO.G.B labellée par des experts en matière de margarine mais aussi au sein de l'université par quelques étudiants de fin de cycle. Ainsi un groupe de 60 personnes ont pris part à cette analyse sensorielle hédonique.

Les sujets sont invités à se prononcer sur les différentes caractéristiques des deux margarines notamment : la couleur, la flaveur, la saveur et la texture selon un questionnaire, contenant toutes les informations relatives aux paramètres de dégustation (Annexes IV). Pour se faire les deux échantillons analysés représentent la margarine liquide fabriquée (A), et l'autre étant une margarine liquide commerciale (B).

***Résultats et***



***Discussion***

### I. Résultats et discussions

#### I.1. Analyses physicochimiques

Les résultats des différents tests sont détaillés sous forme de tableaux en Annexe II.

##### I.1.1. Détermination du pH de la phase aqueuse

Le résultat du pH de la phase aqueuse est donné dans le tableau I :

**Tableau I** : Résultat du pH de la phase aqueuse de la margarine formulée.

	<b>pH de la phase aqueuse</b>	<b>Norme</b>
<b>pH</b>	<b>4,9</b>	<b>4-5,5</b>

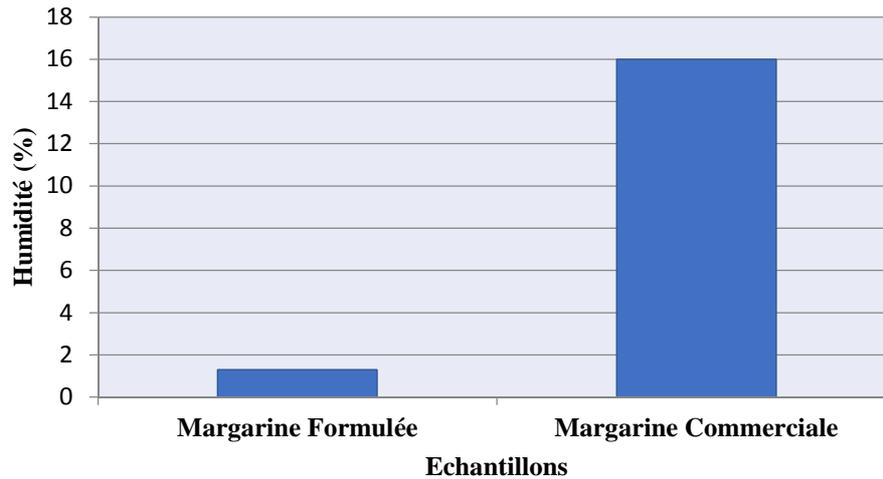
Le pH de la phase aqueuse de la margarine liquide formulée est de l'ordre de 4,9.

Nous remarquons que le pH de la phase aqueuse de la margarine se situe entre les deux valeurs minimale et maximale de la norme recommandée, ce qui donne une fraîcheur particulière à la margarine.

Le pH est l'un des principaux obstacles que la flore microbienne doit franchir pour assurer sa multiplication. D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, il est conseillé de contrôler le pH de la phase aqueuse. Une valeur basse de ce dernier freine les microorganismes. En général on fixe le pH entre 4,0 et 5,5. Tandis qu'une faible valeur de pH, conduit à une sensation acide. Cette dernière peut être refusée par les consommateurs.

##### I.1.2. Teneur en eau (Humidité)

Les résultats du taux d'humidité des deux margarines ; formulée et commerciale sont illustrés dans la figure 6.



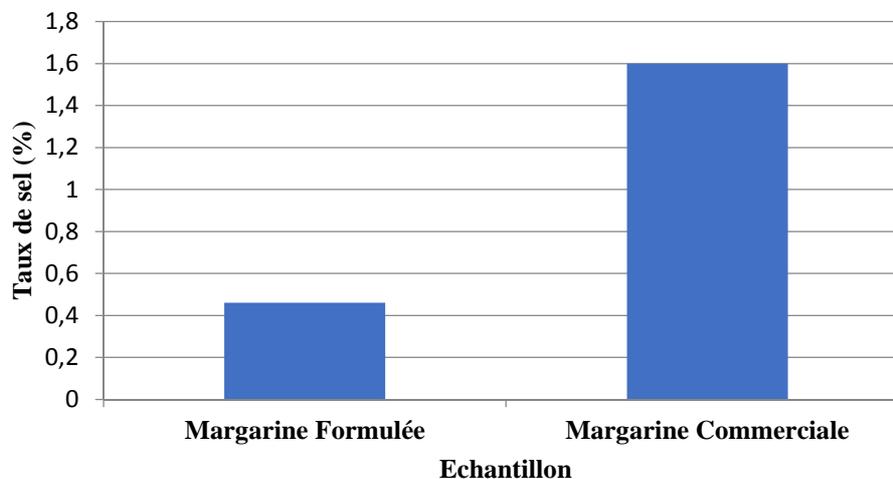
**Figure 6 :** Taux d'humidité des margarines étudiées

On remarque que la teneur en eau des deux formules est compatible avec la formulation initiale c'est-à-dire la recette de chaque formule. Les deux échantillons diffèrent dans leur composition en eau ; l'une étant une margarine à 1,6 % d'humidité et l'autre (commerciale) à 16%.

L'augmentation de la teneur en eau favorise le développement des microorganismes, l'hydrolyse enzymatique et l'oxydation de la margarine. La diminution de la teneur en eau influe sur l'homogénéité de la margarine c'est à dire la bonne dispersion de l'eau dans la phase grasse.

### I.1.3. Teneur en sel

Les résultats de la teneur en sel des deux margarines étudiées (formulée et commerciale) sont représentés dans la Figure 7.



**Figure 7 :** Taux de sel des deux margarines étudiées.

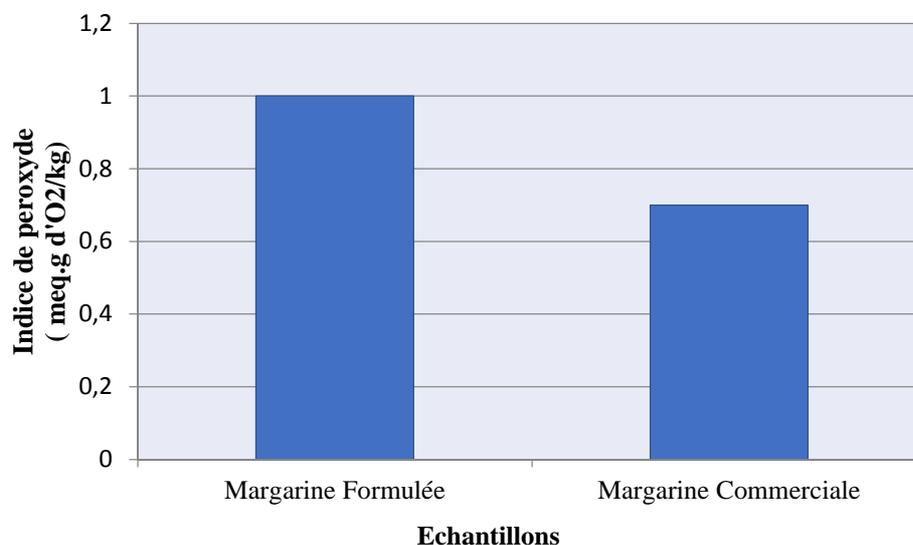
La teneur en sel de la margarine liquide formulée est de 0,46%. Cette valeur serait proche des normes recommandées qui se situent aux alentours de 0,1 à 0,5%. Par contre celle de la margarine commerciale étant de 1,6% qui est nettement élevée par rapport aux normes fixées.

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine et de sa texture. Elle est de l'ordre de 0,1 à 0,5%.

L'excès de sel dans l'organisme engendre l'augmentation de la pression sanguine et favorise l'hypertension. Or cette dernière est l'une des principaux facteurs du risque de maladies cardiovasculaires, mais selon les experts, le sel est impliqué également dans les cancers de l'estomac, l'ostéoporose, et le diabète. Par ailleurs, le sel qui entraîne un dessèchement des tissus, peut accélérer le vieillissement de la peau, au même titre que le soleil ou la cigarette (**Eustache, 2009**). Il est donc nécessaire de contrôler la teneur en sel des aliments consommés.

#### I.1.4. Détermination de l'indice de peroxyde

Les résultats d'analyse de l'indice de peroxyde (IP) des deux margarines sont illustrés dans la figure 8.



**Figure 8 :** Indice de peroxyde des deux margarines étudiées.

Les premiers produits formés par l'oxydation sont les peroxydes et les hydroperoxydes. Ces derniers évoluent vers des structures plus stables, produits volatils et produits non volatils (**Rahmani, 2007**).

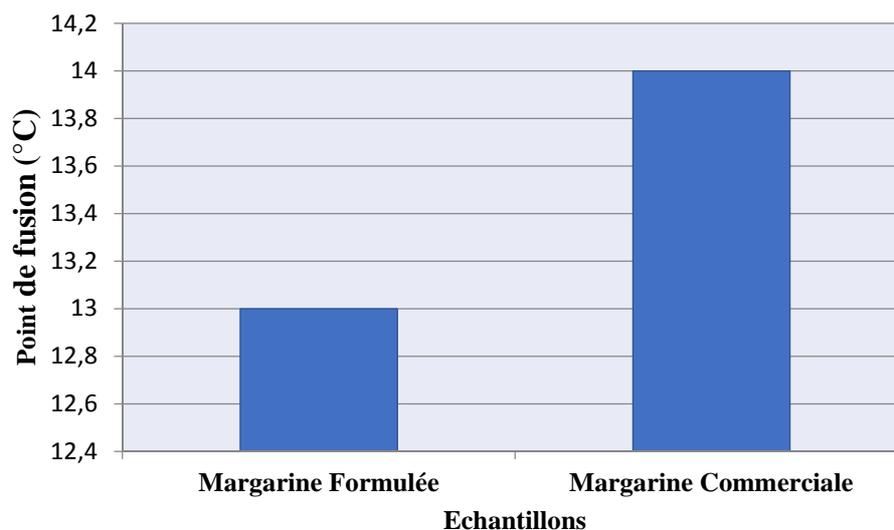
L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (**Karleskind et Wolff, 1992**).

D'après la figure 8, nous remarquons que les deux valeurs d'IP sont nettement inférieures au seuil supérieur de la norme (<10 meq.g d'O<sub>2</sub>/kg). Nous remarquons une légère oxydation de la margarine formulée comparée à la margarine commerciale.

Cette différence pourrait être expliquée par le fait que la margarine formulée en contient une quantité assez importante en acides gras insaturés, ce qui augmenterait sa sensibilité à l'oxydation.

### I.1.5. Détermination du point de fusion

Les résultats de la détermination des points de fusions des deux margarines liquides étudiées sont illustrés dans la figure 9.



**Figure 9** : Point de fusion des deux margarines étudiées.

Les points de fusion des deux margarines sont très bas vue leur richesse en huiles fluides donc en acides gras polyinsaturés. Comparativement aux margarines solides qui contiennent plus de gras saturé en plus des huiles utilisées pour leurs formulations (hydrogénées, inter-estérifiées ou fractionnées), leurs indices se situent entre 28 et 37°C.

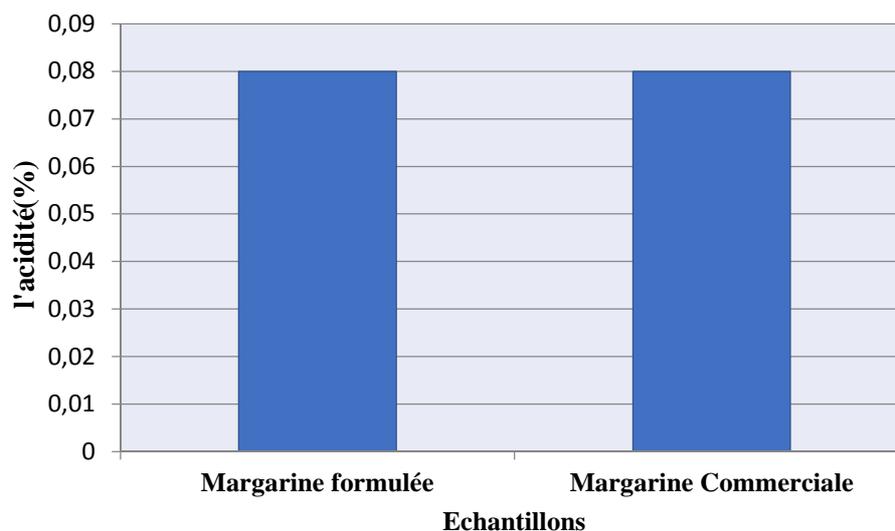
On remarque une légère différence de l'indice étudié entre les deux produits. Cette différence est due probablement à leur composition en huiles ou aux additifs additionnés.

D'après **Ghotra et al(2002)**, les graisses et les huiles contenant des acides gras saturés à longues chaînes ont des points de fusion plus élevés que les acides gras polyinsaturés ou à courte chaînes. Ainsi les points de fusions obtenus, nous renseignent sur la composition en AG des échantillons testés.

Selon **Zhang et al (2005)**, l'estimation du point de fusion donne une idée sur le comportement rhéologique et ne renseigne pas sur la cristallinité, car celle-ci peut être influencée par les additifs. Le point de fusion est toutefois fortement dépendant de la composition du corps gras en acides gras et triglycérides.

### I.1.6. Acidité

Les résultats d'analyse d'acidité des deux margarines liquides sont illustrés dans la figure 10.



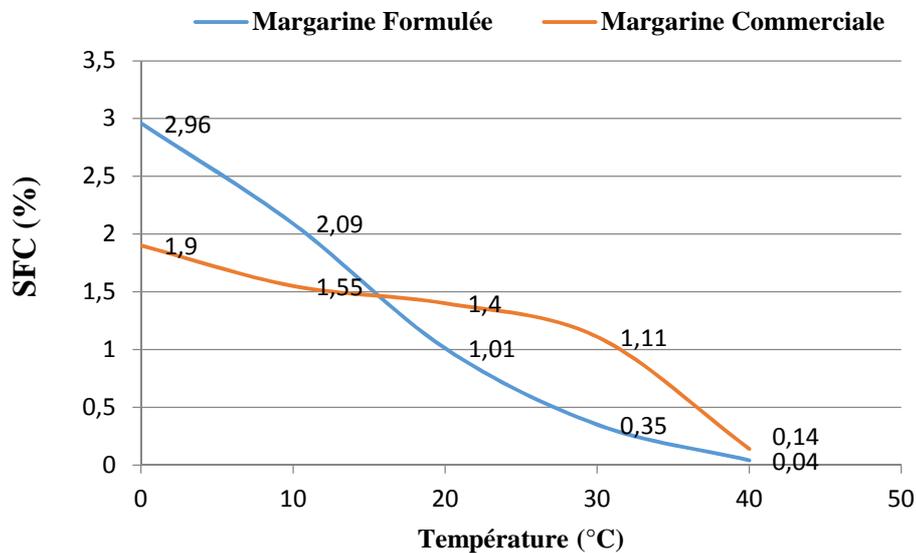
**Figure 10** : l'acidité des deux margarines liquides étudiées.

D'après la figure 10, l'acidité des deux margarines est conforme à la norme puisque les valeurs enregistrées sont nettement inférieures à 0,2%. Ce constat prédit la faible teneur en acides gras libres des deux échantillons analysés.

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, un corps gras est à l'abri de l'altération par hydrolyse, si son acidité est  $\leq 0,2\%$ .

### I.1.7. Détermination du taux de solide par RMN (SFC)

Les résultats des SFC des deux margarines liquides étudiées sont présentés en figure 11.



**Figure 11** : Taux de solides (SFC) des deux margarines étudiées.

L'information tirée à partir des courbes du taux de solide, permet de prévoir la compatibilité du corps gras, ainsi que les caractéristiques finales du produit. Les taux de solides à diverses températures fournissent de bonnes indications du comportement général du corps gras, information utilisée avant tout pour la formulation et le développement de nouveaux produits. En fait, à chaque type de margarine (cuisine, à tartiner, crémage, feuilletage) correspond un type de courbe de solide déterminé (Karleskind et Wolff, 1992 ; Ribeiro *et al.*, 2009).

D'après l'allure des courbes (figure 11), nous observons une diminution du taux du solide en partant de basses températures (0°C) vers de hautes températures (40°C). Le taux du solide est presque nul à 37°C ce qui indique que les deux formules sont sous forme liquide et fondent en bouche facilement.

Les deux premières valeurs de la margarine commerciale sont légèrement inférieures à celles de la margarine formulée, et ceci est dû probablement à la nature des huiles liquides utilisées, et même aux différents traitements de modifications auxquelles elles étaient soumises, également aux additifs additionnés.

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

Le SFC est un facteur essentiel, car il peut influencer sur plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général, l'exsudation d'huile et ses propriétés organoleptiques (**Noor Lida et al., 2002**). Pour les margarines à tartiner, le SFC ne doit pas dépasser 40% à 5°C, 6% à 37°C et 32% à 10°C (**Charteris et Keogh, 1991 ; De Greyt et Huyghebaert, 1993**).

### I.2. Analyses microbiologiques

Les résultats de l'analyse microbiologique de la margarine liquide formulée détaillés en Annexe III sont résumés dans le tableau II ci-dessous :

**Tableau II** : Résultats des analyses microbiologiques effectués sur la margarine.

	Résultats	Norme
<b>Germes aérobies mésophiles</b>	<10	<10 <sup>2</sup> UFC/ml
<b>Levures et moisissure</b>	Absence	10 UFC/ml
<b>Staphylocoques</b>	Absence	10 UFC/ml
<b>Coliformes fécaux</b>	Absence	Absence
<b>Salmonelles</b>	Absence	Absence

Les résultats des analyses microbiologiques effectuées, concernant la margarine liquide fabriquée au labo de COGB labelle, montrent que cette margarine est un produit de bonne qualité microbiologique, puisque les résultats des analyses effectuées sont conformes aux normes du **JORA N°35** du 24/01/1998.

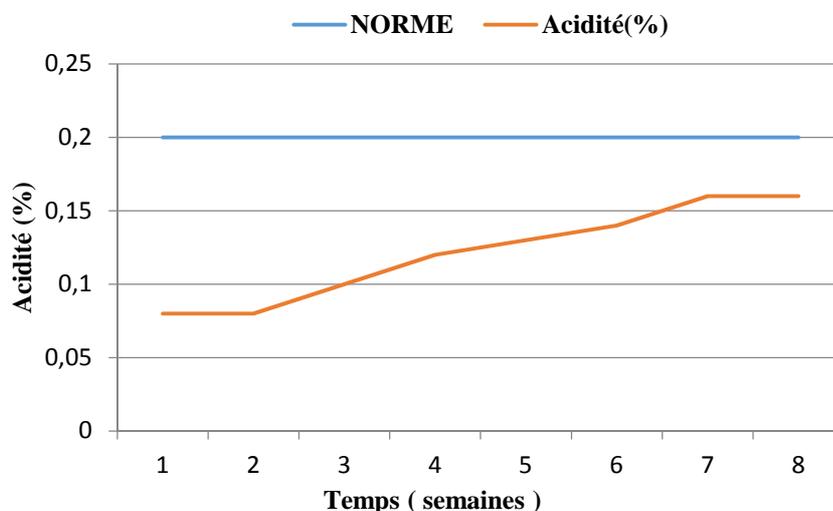
La bonne qualité microbiologique du produit analysé nous renseigne premièrement des bonnes conditions d'asepsie du milieu de travail (fabrication artisanale). A cela s'ajoute la composition chimique des margarines en générale et de la margarine liquide formulée qui contient plus de 93 % de matière grasse. Cet environnement pauvre en eau et riche en matière grasse constitue un milieu défavorable pour le développement des microorganismes. S'ajoute à cela l'utilisation de l'eau osmosée (2%) dispersée en fines gouttelettes au sein de la matière grasse qui est considérée comme étant une eau de bonnes qualités microbiologiques.

La présence des additifs tel que le sel, l'acide citrique, pourrait jouer un rôle important dans la prévention de la prolifération des microorganismes dans la margarine.

### I.3. Suivi de la margarine au cours du stockage

#### I.3.1. Suivi de l'évolution de l'acidité

Les résultats du suivi de l'évolution de l'acidité de la margarine produite au laboratoire pendant 8 semaines est illustré dans la figure 12.



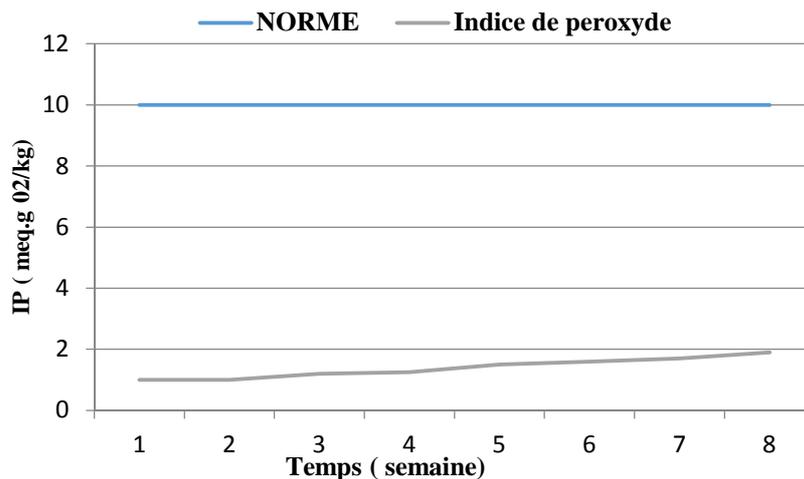
**Figure 12** : Evolution de l'acidité de la margarine formulée au cours du stockage

D'après le graphe de la figure 12, nous remarquons une augmentation graduelle de l'acidité à partir de la deuxième semaine pour se stabiliser à la septième semaine vers une valeur de 0,16 %. Les facteurs susceptibles d'influencer l'acidité de la margarine sont divers : la durée de stockage, l'exposition à l'air, la lumière et à la température. L'exposition à l'air de la margarine formulée, et les changements de température ont influencé sur l'acidité de ce produit.

L'acidité nous renseigne sur la bonne qualité et la fraîcheur d'une matière grasse. Si le produit dépasse un certain seuil, il s'altère rapidement et change de goût.

### I.3.2. Suivi de l'évolution de l'indice de peroxyde

Les résultats du suivi de l'indice de peroxyde pendant 8 semaines de stockage à 4°C sont représentés dans la figure 13.



**Figure 13 :** Evolution de l'indice de peroxyde de la margarine au cours du stockage.

Les résultats de la figure 13 montrent une légère stabilité de l'indice de peroxyde pendant les 4 premières semaines de stockage. Cette période dite « une stabilité oxydative » est une phase dans laquelle la margarine est stable et aucune oxydation ne se produit. Par la suite, une augmentation graduelle de l'IP est observée avec une moyenne de 0,1 meq.g d'O<sub>2</sub>/kg à partir de la 4<sup>ème</sup> semaine pour atteindre les 1,9 meq.g d'O<sub>2</sub>/kg à la fin de la période de stockage. Cette phase correspond peut être à la phase de l'oxydation active, où la formation des hydroperoxydes est accélérée. La formation des peroxydes à partir des acides gras insaturés dépendrait de leur libération lors de l'hydrolyse, ce qui explique l'augmentation de cet indice.

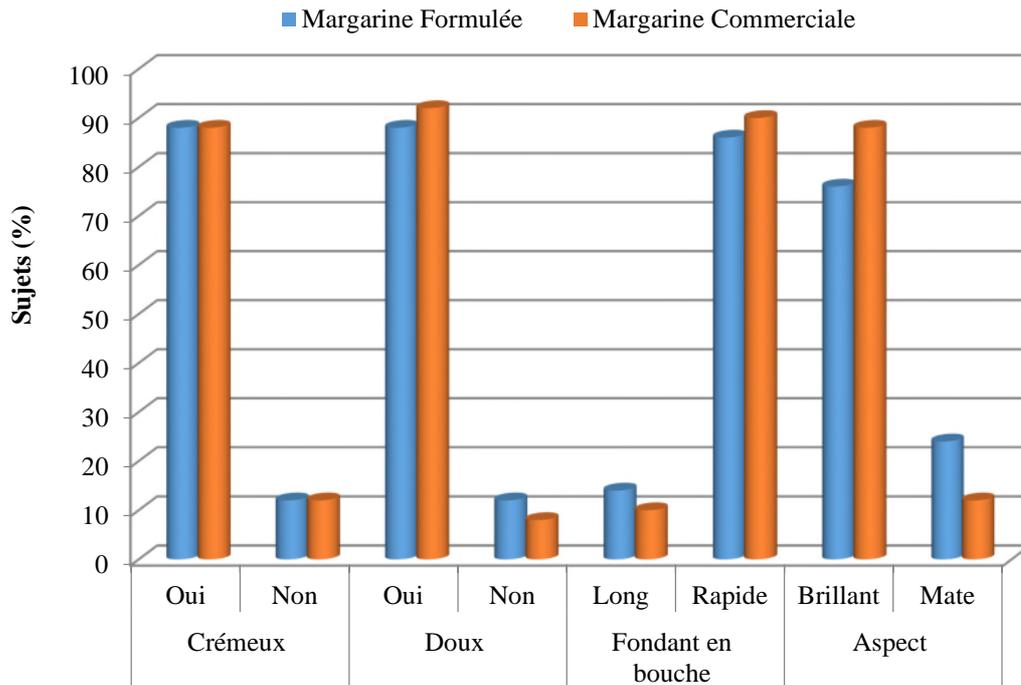
A l'issue de ces résultats, nous remarquons que l'indice de peroxyde reste loin du seuil limite d'altération (10 meq.g d'O<sub>2</sub>/kg). Ceci pourrait être expliqué par le bon respect des bonnes pratiques de fabrication et de conservation.

### I.4. Analyse Sensorielle

Les résultats de l'analyse sensorielle et hédonique (texture, couleur, flaveur et l'impact) de la margarine liquide formulée et de la margarine commerciale sont représentés dans les figures 14, 15, 16, et 17. Les résultats détaillés de l'analyse sont donnés en Annexe IV.

### I.4.1. La Texture

Les résultats de l'évaluation de la texture des deux margarines est illustrés dans la figure 14.

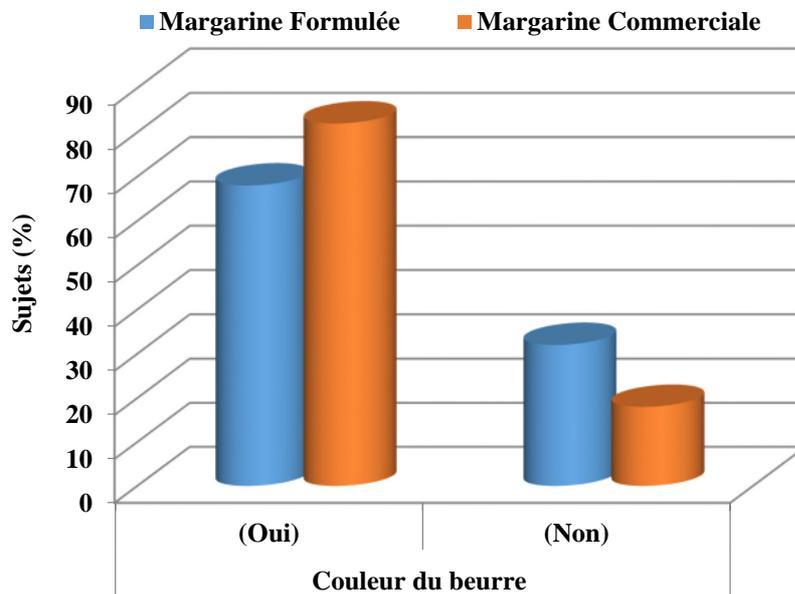


**Figure 14** : Résultats de l'évaluation de la texture des deux margarines.

Les paramètres définissant la texture : douce, crémeuse, et fondante en bouche des deux margarines sont très rapprochés, et l'aspect brillant de la margarine commerciale est légèrement supérieur à celui de la margarine fabriquée au laboratoire. Ce phénomène peut être dû à l'insuffisance de l'opération du malaxage de l'émulsion.

### I.4.2. La Couleur

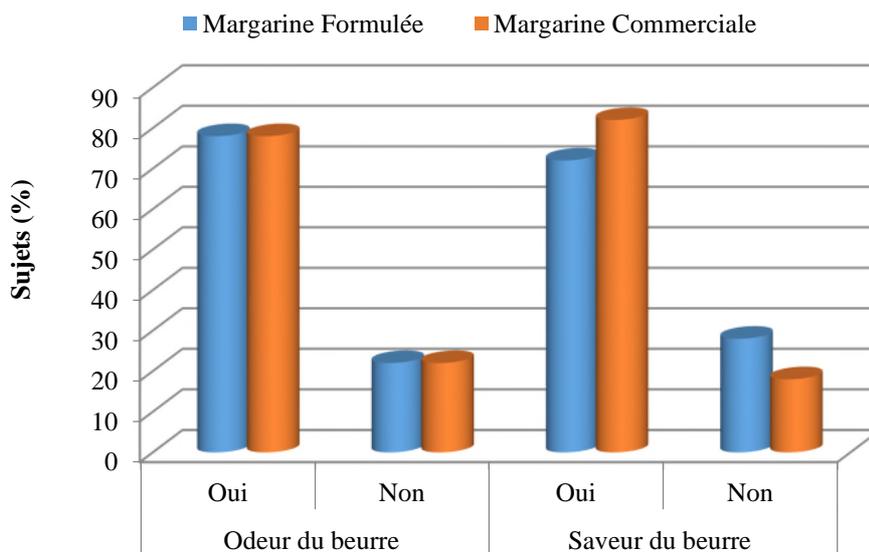
Les résultats de l'évaluation hédonique de la couleur des deux margarines sont représentés dans la figure 15.



**Figure 15 :** Résultats de l'évaluation de la couleur des deux margarines.

### I.4.3.1a Flaveur

Les résultats de l'évaluation hédonique de l'odeur et de la saveur des deux margarines sont représentés dans la figure 16.



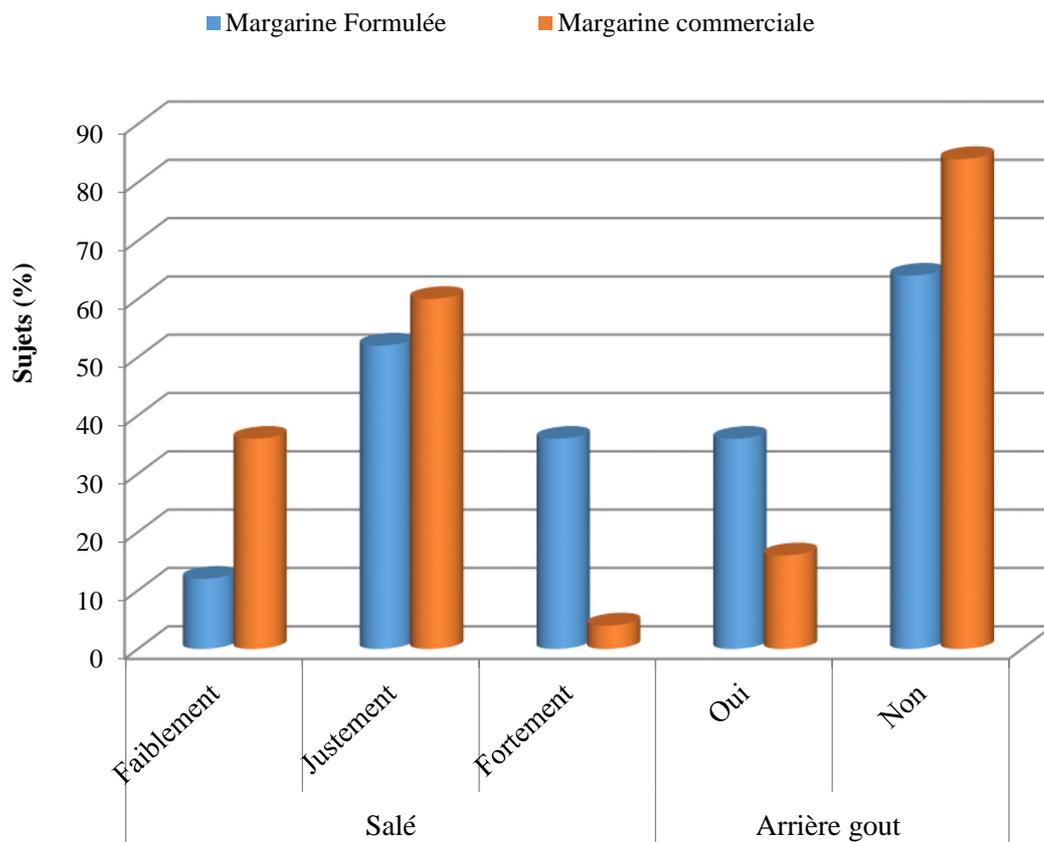
**Figure 16 :** Résultats de l'évaluation de la flaveur des deux margarines.

Pour les paramètres hédoniques (la couleur, la saveur, et l'odeur), les résultats des deux margarines se rapprochent des caractéristiques du beurre. La saveur de la margarine

commerciale est mieux appréciée par le panel de dégustation par rapport à la margarine formulée. Ce constat pourrait être expliqué par la nature, la quantité et la qualité d'huile utilisé lors de la formulation.

### I.4.4. L'impact

Les résultats de l'évaluation de l'impact des deux margarines sont représentés dans la figure 17.



**Figure 17** : Résultats de l'évaluation de l'impact des deux margarines.

L'impact des deux margarines représenté par le salé et l'arrière-gout, se traduit par divers choix, chacun selon ses préférences. Ces deux derniers paramètres sont étroitement liés à la nature et la qualité d'huile utilisée, et la quantité de sel additionnée, ainsi que sa composition en eau et en matière grasse.

Les résultats issus de l'analyse sensorielle et hédonique effectuées sur les deux margarines montrent une bonne acceptabilité globale des deux produits avec une perception

d'un arrière-gout. Les différents paramètres d'évaluation sont liés à la composition de la margarine.

D'une manière générale, la margarine liquide fabriquée à l'échelle artisanale au niveau du laboratoire des huiles et margarines de COGB Labelle présente des qualités sensorielles et hédonique acceptables.

***Conclusion***

### Conclusion et perspectives

Dans la présente étude, l'objectif majeur consiste à établir une margarine liquide stable à l'échelle du laboratoire, à base d'huile de soja fluide et une proportion d'huile de soja partiellement hydrogénée. Ensuite, un contrôle de qualité a été mené sur le produit fini par une série de tests physicochimiques, microbiologiques et une évaluation sensorielle.

La margarine liquide formulée a fait l'objet également d'une comparaison avec une margarine liquide commerciale (Planta fin). Enfin, l'évolution de certains paramètres physicochimiques de la margarine élaborée a été suivie au cours de son stockage au réfrigérateur (4°C).

Les résultats des tests physicochimiques effectués sur les deux margarines ont révélés une conformité aux normes. Le point de fusion et le profil SFC très bas des deux margarines, viennent confirmer la consistance molle de ces dernières. Un pH inférieur à 5,5 a donné une certaine fraîcheur à la margarine formulée. Tandis que les résultats de l'acidité et l'indice de peroxyde sont conformes aux normes.

Les tests microbiologiques de la margarine liquide élaborée ont montré une absence presque totale des germes recherchés, ce qui nous renseigne de la bonne qualité hygiénique du produit fini et au respect des bonnes pratiques d'hygiène lors de sa formulation.

Le suivi de l'évolution de l'acidité et l'indice de peroxyde de la margarine liquide formulée au cours de deux mois de stockage à 4°C, a révélé une légère variation des deux paramètres suivis mais restent toujours inférieurs aux normes.

L'analyse sensorielle et hédonique de la margarine liquide formulée ont donné des résultats satisfaisants. Ils se rapprochent de ceux enregistrés avec la margarine commerciale.

A la lueur des résultats recelés, le produit formulé est une margarine liquide, avec moins de gras saturé, d'une bonne qualité hygiénique et microbiologique, qui peut se conserver pendant une durée dépassant les deux mois, un peu trop salée, elle est facile à utiliser et très appréciée par les dégustateurs.

Dans la perspective de poursuivre et d'approfondir ce travail, il serait intéressant :

- D'élaborer plusieurs formules afin d'améliorer la texture de la margarine.
- De réaliser des tests rhéologiques par texturométrie et rhéométrie, nécessaire pour l'appréciation de la texture.

- D'étudier le polymorphisme par Diffraction des rayons X (DRX)
- De réaliser une caractérisation chromatographique des acides par CPG
- D'évaluer sa résistance à l'oxydation par le test d'oxydation accéléré « Rancimat »
- De réaliser des tests de cuisson ou de friture étude en comparaison aux huiles de fritures.



***Références  
Bibliographiques***

## Références Bibliographiques

---

- ❖ Ahmad M. et Clyde S. 2002. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. Ed : ASA American Soybean Association, 60p.
- ❖ Alais C., Linden G. et Miclo L. 2003. Biochimie alimentaire. Ed : 5. Dunod, 245 :pp51-71.
- ❖ Alais C., Linden G. et Miclo L. 2008. Biochimie alimentaire. Ed : 6. Dunod, Paris. pp241-250.
- ❖ Alias C. et Lindin G. 1987. Corps gras in : biochimie alimentaire. Masson, Paris. ISBN : 2-225-808880-5.p202-207
- ❖ AOCS, 1997. Official and tentative methods of the American Oil Chemists Society.
- ❖ Baljit S.G., Sandra D. et Suresh S.N. 2002. Lipid shortenings. Food Research
- ❖ Bente Kirkhus., Lamglait A., Ivar Storrø., Gjermund Vogt., Elisabeth Olsen., Frank Lundby. et Håkon Standal. 2015. The Role of Water in Protection Against Thermal Deterioration of Liquid Margarine. Journal American Oil Chemists Society 92:215–223.
- ❖ Bauer M. 2004. Cristallisation et polymorphisme Applications. Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. AF 3 642. 16p.
- ❖ Chateris W. et Keogh K. 1991. Fats and oil in table spread. Lipid Technology, (3) : 16-22.
- ❖ Cheftel J. C. 1976. Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Ed : Techniques et Documentations, Lavoisier. Paris. Vol 1, p 242-260.
- ❖ Chrysam M.M. 1996. Margarines and spreads. Ed: In Hui, Y. H. Bai – ley's industrial oil and fat products. New York. (3); pp307-326.
- ❖ Cossut J., Defrenne B., Desmedt C., Ferroul S., Garnet S., Humbert S., Roelstraete L., Vanuxeem M. et Vidal D. 2002. Les corps gras : entre tradition et modernité. Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille. 140 p.
- ❖ De Greyt W. O. et Huyghebaert A. 1993. Food and nonfood applications of milk fat. LipidTechnol., (5) : 138-140.
- ❖ Dimitrios T., Vasilios Z. et Haralambos K. 2003. Fatty acid content of margarines in the Greek market (including trans-fatty acids): à contribution to improving consumers information. International Journal of Food Sciences and Nutrition (54): 135–141.
- ❖ Eustache I. 2009. Overdose de sel dans l'alimentation in agence française de sécurité sanitaire des aliments (Afssa). Rapport et recommandation. P 2.

## Références Bibliographiques

---

- ❖ Faur L. 1992. Technologie des margarines, in : manuel des corps gras. Tec & doc, Lavoisier, Paris. Tome 2. ISBN : 285206 662 9. p 290-297.
- ❖ Faur L. 1996. Margarine technology. Oils and Fats Manual Karleskind, A. Vol. 2, Ed: Lovoisier Publishing, Paris: 938-987.
- ❖ François. 1974. Les industries des corps gras. Lavoisier. Ed. 283-291.
- ❖ Frasc-Melnik S., Norton I.T. et Spyropoulos. 2010. Fat crystal- stabilized W/O emulsions for controlled salt release. Food Engineering. 1-14.
- ❖ Genot C., Meynier A. et Riaublanc A. 2003. Lipid oxidation in emulsions. In: Kamal- Eldin, Ed. Lipid oxidation pathways. Champaign : AOCS Press, 190-234.
- ❖ Ghotra B.S., Dyal S.D. et Narine S.S. 2002. Lipid shortenings: à review. Food Research International. 35 : 1015-1048.
- ❖ Graille J. 2003. Lipides et corps gras alimentaires .Tec et Doc, Lavoisier, Paris. ISSN : 0243-5624. ISBN : 2-7430-0594-7. p1-183.
- ❖ ISO 15648. 2004 (IDF 179. 2004). Beurre -Détermination de la teneur en sel - Méthode potentiométrique (Ed: 1). International Standard Organisation, Genève, Suisse.pp.1-7
- ❖ ISO 21527- 2. 2008. Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des levures et moisissures - Partie 2 : technique par comptage des colonies dans les produits à activité d'eau inférieure ou égale à 0,95 (Ed : 1). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-9
- ❖ ISO 3960. 2007. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice de peroxyde - Détermination avec point d'arrêt iodométrique (Ed: 4). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-10
- ❖ ISO 4833. 2003. Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des micro-organismes - Technique de comptage des colonies à 30 °C (Ed : 2). International Standard Organisation.
- ❖ ISO 6321. 2002. Corps gras d'origines animale et végétale. Détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert (Ed : 2). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-11.

## Références Bibliographiques

---

- ❖ ISO 6579. 2002. Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour la recherche des *Salmonella* spp (Ed: 4). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-27.
- ❖ ISO 660. 2009. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de l'indice d'acide et de l'acidité (Ed : 2). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-9.
- ❖ ISO 662. 1998. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles (Ed : 2). International Standard Organisation.
- ❖ ISO 6888-1. 2003. Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive (*Staphylococcus aureus* et autres espèces) - Partie 1 : technique utilisant le milieu gélosé de Baird-Parker (Ed : 1). International Standard Organisation.
- ❖ ISO 7238. 2004 (IDF 104. 2004). Butter - Determination of pH of the serum - Potentiometric method (Ed: 2). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-5.
- ❖ ISO 7251. 2005. Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement d'*Escherichia coli* présumés - Technique du nombre le plus probable (Ed: 3). International Standard Organisation. Genève, Suisse.pp.1-13
- ❖ ISO 8292. 1995 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée (Ed : 2). International Standard Organisation.
- ❖ Joffin C. 1999. Microbiologie alimentaire. Ed : dictionnaire des tec, ISBN : 2-86617-342-2. pp132-139.
- ❖ JORA, Ramadhan 1418 correspondant au 24 janvier 1998 modifiant et complétant l'arrêté du 14 Safar 1415 correspondant au 23 juillet 1994 relatif aux spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires .Journal Officiel de la République Algérienne. N° : 35. p 7.
- ❖ Karleskind A. 1992. Manuel des corps gras. Tome2. Lavoisier. Ed : Tec Et Doc. 1571-1578.
- ❖ Karleskind A. et Wolff J.P. 1992. Manuel des corps gras. Ed : Tech et Doc. 1579p.
- ❖ Kone Issa B. 2003. La margarine.Volume1. Edition : BETJ. Micouleau, pp 8-22.
- ❖ Laia O.M., Ghazalia H.M., France C. et Chong C.L. 2000. Physical and textural properties of an experimental table margarine prepared from lipase-catalysed trans

## Références Bibliographiques

---

- esterified palm stearin: palm kernel olein mixture during storage. *Food Chemistry*. 71: 173-179.
- ❖ Lefrancq È. et Roudaut H. 2005. *Alimentation thiorique Biosciences et techniques*. Sciences des aliments. Edition : Doin, 303p.
  - ❖ Lumor S.E., Pina-Rodriguez A.M., Shewfelt R.L. et Akoh C.C. 2010. Physical and Sensory Attributes of a trans-Free Spread Formulated with a Blend Containing a Structured Lipid, Palm Mid-Fraction, and Cottonseed Oil. *Journal American Oil Chemists Society*. 87:69-74.
  - ❖ Luterotti S., Bicanic D. et Pojzgaj R. 2006. New simple spectrophotometric assay of total carotenes in margarines. *Analytica Chimica Acta*, pp. 466–473.
  - ❖ McClements D. J. et Decker E. A. 2000. Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. *Journal of Food Science*, 65(8): 1270–1281.
  - ❖ Melnick D., West E. et Edmund L. 1969. PROCESS FOR PREPARING LIQUID MARGARINE. Assignors to Corn Products Company, New York, N.Y., a corporation of Delaware No Drawing. United States Patent 3,472,661. Filed Oct. 21, 1966, Ser. No. 588,295.
  - ❖ NA 2208. 1991. Corps gras d'origines animale et végétale - Détermination du point de fusion en tube capillaire ouvert Ed : 1. Norme Algérienne.
  - ❖ Noor Lida H.M.D., Sundram K., Siew W.L., Aminah A. et Mamot S. 2002. TAG composition and solid fat content of palm oil, sunflower oil, and palm kernel olein blends before and after chemical interesterification. *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (79): 1137-1144.
  - ❖ Norton G., Whittinghill JM. et Proctor A. 1999. A Fourier Transform Infrared Spectroscopy Study of the Effect of Temperature on Soy Lecithin-Stabilized Emulsions. Ed : JAOCS, PP. 1393-1398.
  - ❖ O'Brien R.D. 2008. *Fats and oils: formulating and processing for applications*. Ed: 3 CRC Press, 680 P.
  - ❖ O'Brien R.D. 2009. *Fats and oils: formulating and processing for applications*. Ed: CRC Press, CRC Press, Taylor & Francis Group, Boca Raton London New York.744p.
  - ❖ Pagès-Xatart-Parès X. 2008. Technologies des corps gras (huiles et graisses végétales). Dans : *Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés*. F6070.19p. 18p.

## Références Bibliographiques

---

- ❖ Rahmani M. 2007. Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. LES TECHNOLOGIES DE LABORATOIRE. 2 : 18-21.
- ❖ Ribeiro A.P.B., Basso R.C., Grimaldi R., Gioielli L.A., dos Santos A.O., Cardoso L.P. et Guaraldo Gonçalves L.A. 2009. Influence of chemical interesterification on thermal behavior, microstructure, polymorphism and crystallization properties of canola oil and fully hydrogenated cottonseed oil blends. Food Research International. 42: 1153-1162.
- ❖ Roger F. 1974. Les industries des corps gras : biochimie-extraction – raffinage-nuisances et réglementation. Ed : technique et documentation-Lavoisier-paris. pp : 36-44.
- ❖ Tremolière J. et Dupain H. 1984. Manuel de l'alimentation humaine. Tec & doc, Lavoisier, Paris. Tome 1, tome 2. p 95, 125- 140.
- ❖ Trémolieres J. 1980. Manuel d'alimentation humaine. Les bases d'alimentation. Tome I. Ed. 17, 143-144.
- ❖ Vierling H. 2008. Biosciences et techniques, Aliments et boissons, Filières et produits. Ed : 3, Pays-Bas.
- ❖ Wolff J.P. 1968. Manuel d'analyses des corps gras. Ed. Azoulay, PARIS. PP. 524.
- ❖ Zhang H., Jacobsen C. et Adler-Nisen J. 2005. Storage stability study of margarines produced from enzymatically interesterified fats compared to margarines produced by conventional methods. I. Physical properties. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 107: 530-539.

# ***Annexes***

# Annexes I

## Les ingrédients des deux phases composant la margarine

B-Carotène (colorant)	Sel industriel (exhausteur de gout)
Acide citrique (régulateur d'acidité)	Lécithine de Soja (émulsifiant)
Arome de beurre ( diacetyl)	Sorbate de potassium (conservateur)
Poudre de lait	Mono et diglycéride (émulsifiant)

**Figure 1** : les constituants des deux phases ; aqueuse et grasse.

**Tableau I** : Résultats d'analyse physico-chimiques effectuée sur les deux margarines

Echantillons	Humidité (%)	Teneur en sel(%)	IP ( meq.gd'O2/Kg )	Point de fusion (°C)	Acidité (%)
ML du labo	1.3	0,46	1	13	0,08
ML commerciale	16	1,6	0,7	14	0,08

**Tableau II** : Résultats de l'indice de peroxyde et d'acidité de la margarine au cours du stockage

Echantillons	IP(meq.g d'O2/kg)	Acidité (%)
1 <sup>ère</sup> semaine	1	0.08
2 <sup>ème</sup> semaine	1	0.08
3 <sup>ème</sup> semaine	1.2	0.1
4 <sup>ème</sup> semaine	1.25	0.12
5 <sup>ème</sup> semaine	1.5	0.13
6 <sup>ème</sup> semaine	1.6	0.14
7 <sup>ème</sup> semaine	1.7	0.16
8 <sup>ème</sup> semaine	1.9	0.16

**Tableau III**: Résultats des SFC des deux margarines

T°C	SFC(%)	
	ML Du labo	ML commerciale
0	2.96	1.9
10	2.09	1.55
20	1.01	1.4
30	0.35	1.11
40	0.04	0.14

Tableau IV: Résultats des analyses microbiologiques

Germes recherchés incubation		Germes aérobies à 30 °C	Levures	Staphylococcus aureus	Coliformes fécaux	Salmonelle
24 h	Solution mère	<10	<b>Absence</b>			
	10 <sup>-1</sup>					
	10 <sup>-2</sup>					
48h	Solution mère	<10				
	10 <sup>-1</sup>					
	10 <sup>-2</sup>					
72h	Solution mère	<10				
	10 <sup>-1</sup>					
	10 <sup>-2</sup>					
Normes de JORA N° 35		<10 <sup>2</sup> UFC/ml	10 UFC/ml	10 UFC/ml	ABS	ABS

## *Fiche d'évaluation sensorielle pour la margarine*

Nom :  
Prénom :  
Sexe :  
Date :

A

### Paramètres de dégustation :

#### 1) La texture :

- Crémeux :  Oui  Non
- Doux :  Oui  Non
- Fondant en bouche :  Long  Rapide
- Aspect :  Brillant  Mate

#### 2) Analyse de couleur :

- Couleur du beurre :  Oui  Non

#### 3) Flaveur :

- Odeur du beurre :  Oui  Non
- Saveur du beurre :  Oui  Non

#### 4) Impact :

- Salé :  faiblement  justement  Fortement
- Arrière-goût :  Présence  Absence

## *Fiche d'évaluation sensorielle pour la margarine*

Nom :  
Prénom :  
Sexe :  
Date :

**B**

### Paramètres de dégustation :

#### 1) La texture :

- Crémeux :  Oui  Non
- Doux :  Oui  Non
- Fondant en bouche :  Long  Rapide
- Aspect :  Brillant  Mate

#### 2) Analyse de couleur :

- Couleur du beurre :  Oui  Non

#### 3) Flaveur :

- Odeur du beurre :  Oui  Non
- Saveur du beurre :  Oui  Non

#### 4) Impact :

- Salé :  faiblement  justement  Fortement
- Arrière-goût :  Présence  Absence

**Tableau V** : Résultat de l'analyse sensorielle des deux margarines

Analyse sensorielle	Paramètres sensoriels		MLF	MLC
Texture	Crémeuse (%)	Oui	88	88
		Non	12	12
	Douce (%)	Oui	88	92
		Non	12	8
	Fondante en bouche (%)	Long	14	10
		Rapide	86	90
	Aspect (%)	Brillant	76	88
Mate		24	12	
Analyse de couleur	Couleur du beurre (%)	Oui	68	82
		Non	32	18
Flaveur	Odeur du beurre (%)	Oui	78	78
		Non	22	22
	Saveur du beurre (%)	Oui	72	82
		Non	28	18
Impact	Salé (%)	Faiblement	12	36
		Justement	52	60
		Fortement	36	4
	Arrière-gout (%)	Oui	36	16
		Non	64	84

❖ **Composition globale de la margarine commerciale (Planta Fin)**

Huiles végétales 82% (colza en l'état et totalement hydrogénée, tournesol en proportion variable), eau, sel 1,5%, émulsifiant : lécithines (dont Soja), aromes, acidifiant : acide citrique, colorant : caroténoïdes, vitamine A et D.

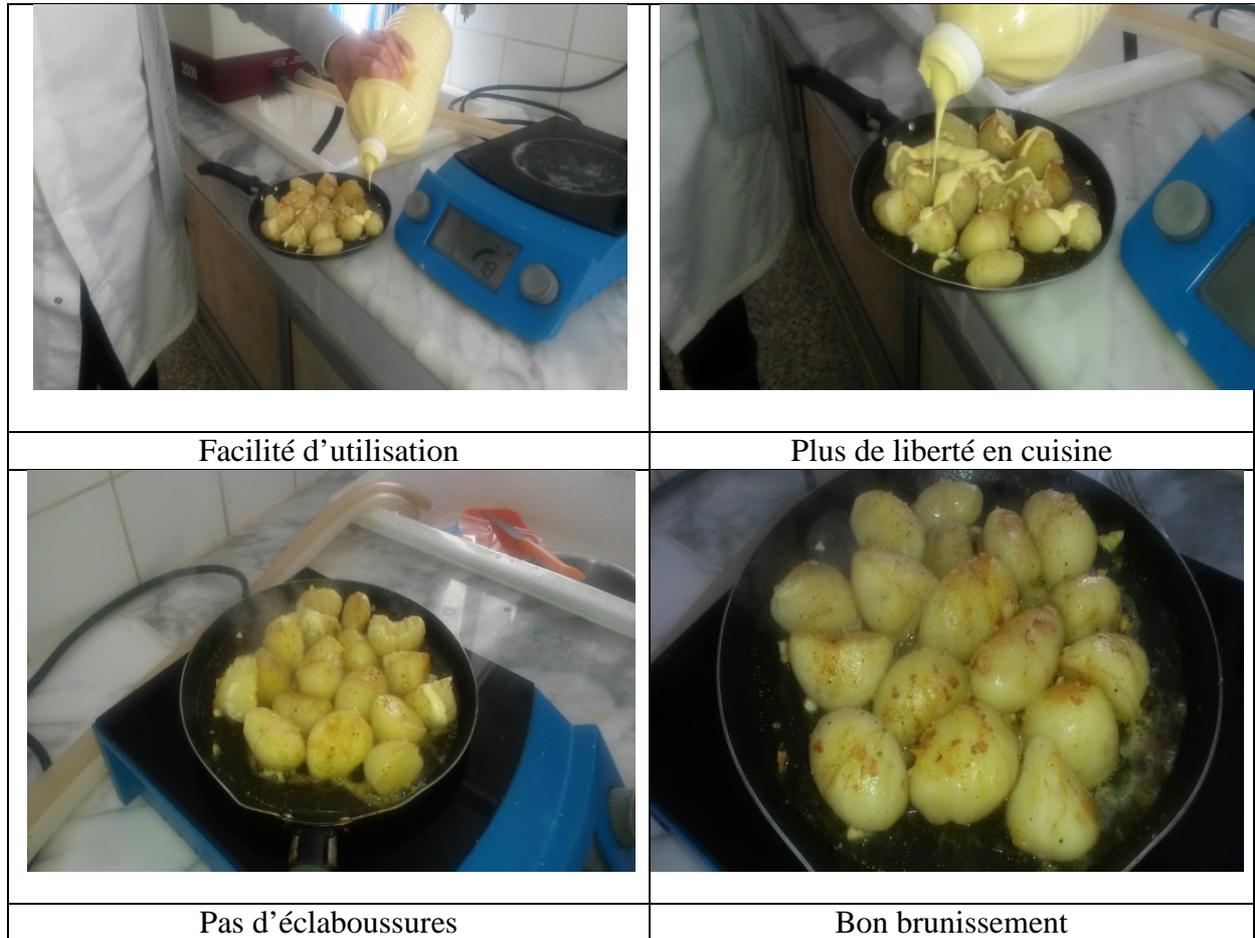
❖ **Valeur Nutritionnelle des deux margarines :**

La valeur nutritionnelle des deux margarines est illustrée dans le tableau ci-après :

**Tableau VI** : la valeur nutritionnelle des deux margarines

<b>La valeur nutritionnelle dans 100g de margarine liquide formulée :</b>	<b>La valeur nutritionnelle dans 100g de margarine liquide commerciale :</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Energie (Kcal) : <b>840 (3514 kj)</b></li> <li>• Lipides(g) : <b>97,62</b></li> <li>• Glucides(g) : <b>0,8</b></li> <li>• Protéines(g) : <b>0,39</b></li> <li>• Sel (g) : <b>0,4</b></li> <li>• Vitamine A(g) : <b>0,003</b></li> <li>• Vitamine D(g) : <b>0,003</b></li> <li>• Vitamine E(g) : <b>0,003</b></li> <li>• Vitamine C (mg) : <b>0,048</b></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Energie (kcal) : <b>667 (2745 kj)</b></li> <li>• Lipides (g) : <b>74</b></li> <li>• Glucides (g) : <b>&lt;0,5</b></li> <li>• Protéines (g): <b>0</b></li> <li>• Sel (g) : <b>1,3</b></li> <li>• Vitamine A (µg) : <b>724</b></li> <li>• Vitamine D (µg) : <b>6,8</b></li> </ul>

Les bonnes pratiques d'utilisation de la margarine liquide



**Figure 2:** les bonnes pratiques de la margarine liquide

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

#### **I.1. Historique et implantation géographique**

Le complexe CO.G.B est implanté dans la zone industrielle de Bejaia. Il s'étend sur une surface de 108,800 m<sup>2</sup> dont 56,500 m<sup>2</sup> sont couvertes.

Lancé au début du XX<sup>ème</sup> siècle sous le nom de S.I.A.N (Société Industrielle de l'Afrique du Nord), l'entreprise démarre par l'extraction de l'huile du grignon d'olive et la fabrication du savon.

C'est en 1940 qu'a démarré le raffinage de l'huile de colza et de l'huile de tournesol. De 1953 à 1967, la société se lance dans la fabrication du savon de ménage, de toilette ainsi que de leur conditionnement.

En 1974, il est procédé à la nationalisation de la S.I.A.N. Ainsi naquit la SO.GE.D.I.A (Société de gestion et de développement des industries alimentaires).

En 1982, fut créé l'E.N.C.G (Entreprise Nationale des Corps Gras) avec l'unité de production N°07 qui démarrera en 1988.

La C.O.G.B est née après la restructuration du complexe en 1997 et deux ans plus tard l'unité de fabrication de la margarine a été lancée.

En 2006, avec la privatisation partielle de CO.G.B, 70% passent sous la gestion de « la belle » SPA et 30% restent étatiques.

L'organigramme de l'unité est illustré dans la figure 21 (annexe VIII).

#### **I.2. Production de l'unité**

Le complexe COGB Labelle est conçu pour :

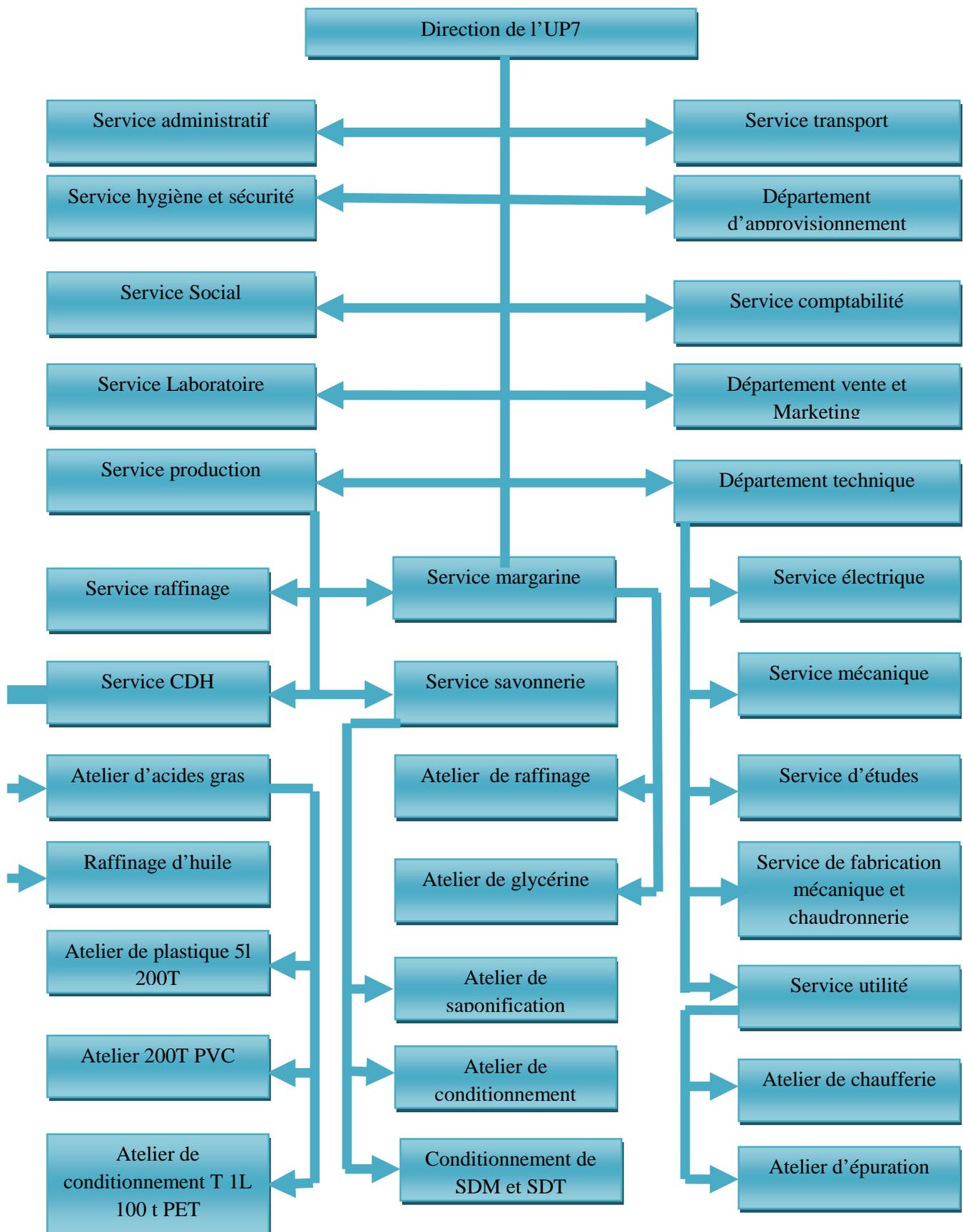
- La production de l'huile raffinée ;
- La fabrication de savon de ménage ;
- La fabrication de savon de toilette ;
- La production de glycérine pharmaceutique ;
- La production d'acides gras distillés ;
- **La fabrication de la margarine.**

#### **I.3. Présentation du service de contrôle de qualité**

Le service de contrôle de qualité a pour objectif d'améliorer la qualité des produits fabriqués au sein de cette unité. A cet effet, des analyses physico-chimiques sont effectués sur les matières premières et auxiliaires, sur les produits en cours de fabrication ainsi que les produits finis. Il est composé de 3 laboratoires :

- Laboratoire des huiles et margarines,
- Laboratoire de traitement des eaux,

- Laboratoire de savon.



**Figure 3 :** Organigramme des départements de production CO.G.B La belle

## Résumé

Notre travail a pour but la formulation et le contrôle de qualité d'une margarine liquide stable. Pour ce fait, deux types de margarines ; artisanale et industrielle sont étudiées. Quelques paramètres physico-chimique, microbiologiques et sensoriels ont été déterminés sur les deux produits. L'évolution de l'acidité et de l'indice de peroxyde de la margarine liquide formulée, a été suivie au cours d'un stockage à 4°C pendant 60 jours.

Les résultats des analyses effectuées montrent que les deux margarines sont conformes aux normes. Les paramètres physico-chimiques, microbiologiques et sensoriels ont révélés une qualité satisfaisante et acceptable de la margarine formulée.

**Mots clés :** Margarine liquide, acidité, indice de peroxyde, huile de soja, conservation.

## Abstract

The purpose of our work is the formulation and quality control of a stable liquid margarine. For this fact, two types of margarine; traditional and industrial are studied. Some physicochemical, microbiological and sensory parameters were determined on both products. The evolution of the acidity and peroxide value of formulated liquid margarine was followed during storage at 4°C for a period of 60 days.

The results of carried analysis show that both margarines are in conformity with the standards. The physicochemical, microbiological, and sensory parameters of the formulated margarine showed a satisfactory and acceptable quality of the margarine.

**Key words:** liquid margarine, acidity, peroxide value, soybean oil, storage.