

République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**Université Abderrahmane Mira de Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences Alimentaires**

Mémoire de Fin de Cycle

En vue d'obtention du diplôme de Master en Biotechnologies, Agro-Ressources, Aliment et Nutrition

Option : Corps Gras

Thème

Suivi de la qualité physico-chimique et microbiologique de la margarine de feuilletage « la parisienne » produite par Cevital spa

Présentée par :

*M. BEN ACHOUR Nassim
M^{elle} HIKEM Djedjiga*

Encadrée par :

M. BOUKHALFA F.

Membres de jury:

*Président : M. TACHERFIOUT M.
Examinatrice1 : M^{me} BOULKBACHE L.
Examinatrice2 : M^{elle} MEKHOUKHE A.*

Année universitaire : 2012-2013

remerciements

Nous remercions Dieux, le tout puissant pour nous avoir donné la foi qui nous a guidé jusqu'à la réalisation de ce modeste travail.

On tient à remercier en premier lieu M^r Boukhalfa .F pour avoir accepté de nous encadrer et de nous diriger ainsi pour ses discussions enrichissantes et ses conseils et pour son aide précieuse en nous accueillant au sein de laboratoire de M^r Mousli ou une partie de notre travail a été faite , qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude .

On tient à remercier aussi Mr Benchalal Sadek responsable de bureau méthode de l'unité margarinerie pour sa disponibilité et les facilité qu'il nous a prodigué tout au long de la réalisation de ce travail, sans autant oublier M^r Djameoune Lounis chef de laboratoire microbiologie de la margarinerie ainsi que toute son équipe pour leur disponibilité et leur conseils fructueux.

Et on tient à présenter toute notre gratitude envers le chef de laboratoire physico-chimique et son équipe qui nous admirablement orienté avec patience pour réaliser ce travail.

On tien à remercier aussi M^r Tacharfiout, M^{elle} Makhoukhe et M^{me} Boulekbache pour avoir honoré ce travail en acceptant de l'examiner.

Notre remerciement les plus vifs vont également à M^r Babassi Redewane responsable de service d'achat de l'entreprise Cevital et M^r Massinissa employeur au niveau de port de Bejaia pou leur aide précieuse pour réaliser ce travail à l'entreprise Cevital.

A tous nos amies qui ont contribué de prés ou de loin à la réalisation de ce manuscrit.

DJEDJI ET NASSIM

dedicace

A mes parents qui ont consenti d'énormes sacrifices pour que nous puissions bénéficier d'une bonne éducation.

A mes chers frères et soeurs : Farhat et razik, Saliha et Aldjia, Soyez assurés de mon affection profonde et de mon grand attachement.

A toute la famille Hikem : cousins et cousines.

A la mémoire de mon cousin Hassane, parti à la fleur de l'âge, tu resteras à jamais dans nos cœurs et tu occuperas nos pensées les plus profondes.

A Toute la famille Didouche en particulier ma grand-mère mon oncle son épouse ainsi que leurs enfants Djamila, Nacera, Hocine et Soufiane et aussi mes tantes.

A M^r Djamel Meki : Les mots ne sauraient traduire avec exactitude mon affection à ton égard. Ton soutien et tes encouragements ont toujours été constants, que Dieu fasse que tu suives le chemin du bonheur.

A ma très chère amie, sœur, copine Lydia et sa famille en particulier sa sœur Assia qui j'admire beaucoup. L'occasion m'est enfin donnée de vous exprimer mon attachement le plus profond, merci pour ton sincère amitié tu resteras à jamais ma préférée qui a arrivé à remplir ma vie que de joie et de bonheur.

A mes adorables copines Nima, Yasmine, kacia et Djamila et sa famille

A ma chère Kamilia et son fiancé Amirouche, et à ma chère amie Lynda et son fiancé Nassim

A tous mes amis intimes : karim, Hakim, Mebrouk, Riad, Takfa, Soufiane, Ghiles, Massi, Dico, Chawchi et Yazid qui m'ont toujours soutenu et ont fait preuve d'une amitié exceptionnelle.

A tous les êtres chers à mes yeux que je n'ai pas évoqués.

Djedji



dedicace

Je dédie ce modeste travail :

A ma mère et mon père pour leur soutien, leur aide, leur

patience et leur amour

A mon frère et mes sœurs

A Toute ma famille

Enfin, à tous mes amis et toute personne qui m'aime.

Nassim

Listes des abréviations

AGI : acide gras insaturé

AGS: acide gras saturé

AGT: acide gras trans

AGPI: acide gras polyinsaturé

Cl : Chlorure

GC : Giolitti Cantoni

NE : Normes d'entreprise

OGA :Oxytetracycline glucose agar

PH : potentiel d'hydrogène

TA : Titre alcalimétrique

TAC : Titre alcalimétrique complet

TH : Titre hydrométrique.

RMN : Spectrométrie de Résonance Magnétique Nucléaire

SFC : Solid Fat Content (Teneur en solides)

SFB : Bouillon au sélénite de sodium

TGEA:Tryptone glucose-yeast agar

UFC : unités colonies formants

MOB: mode opératoire de Bejaia.

ISO : international standard organisation

VF : viande foi.

VBL : vert bouillant lactosé.

UFC : unité formant colonie.

LISTE DES ANNEXES

Annexe I : Recherche et dénombrement des coliformes

Annexe II : Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux

Annexe III : Recherche des clostridium sulfito-réducteurs

Annexe IV: Préparation de la solution mère et des dilutions.

Annexe V : Dénombrement des germes aérobies totaux à 30°C

Annexe VI : Recherche de staphylococcus aureus.

Annexe VII : Recherche des salmonelles

Annexe VIII : l'indice de peroxyde de la margarine de feuilletage

Annexe IX : d l'acidité de la margarine de feuilletage

Annexe X : Taux de sel dans la margarine de feuilletage

Annexe XI : Croquis d'un combineur (cristallisation de la margarine)

Annexe XII : Perfector.

Annexe XIII : diagramme de fabrication de la margarine selon Cevital.

Annexe XIV : Variation des paramètres de la cristallisation selon le type de margarine produite.

Listes des figures

Figure 1 : Procés de fabrication de la margarine de feuilletage « *parisienne* »

Figure 2 : Polymorphisme des triglycerides

Figure 3: la teneur en TA et TAC pour l'eau osmosée

Figure 4 : la teneur en TH

Figure 5: la teneur en chlorures pour l'eau osmosée

Figure 6 : résultat du poids de la margarine de feuilletage pendant un mois

Figure 7 : la teneur en humidité pour la margarine de feuilletage pendant un mois

Figure 8: le PH de la margarine de feuilletage et de l'eau osmosée

Figure 9 : le point de fusion pour la margarine de feuilletage

Figure 10: la courbe de SFC

Figure 11 : l'indice de peroxyde pour la margarine de feuilletage

Figure 12 : le taux d'acidité pour la margarine de feuilletage

Figure 13 : l'indice d'iode pour la margarine de feuilletage

Figure 14 : le taux de sel pour la margarine de feuilletage

Figure 15 : Histogramme des résultats de germes aérobies totaux dénombrés pour l'eau osmosée à 37°C

Figure 16 : Histogramme des résultats de germes aérobies totaux dénombrés pour l'eau osmosée à 22°C

Figure 17: Histogramme des résultats de germes aérobies totaux dénombrés sur la margarine de feuilletage

Listes des Tableaux

Tableau I : les différentes opérations de raffinages des huiles végétales	6
Tableau II : les moyennes de taux en solide SFC(%) pendant 30 jours	30
Tableau III : résultats des germes recherchés (les salmonelles).....	37
Tableau IV : résultats des germes recherchés (<i>staphylococcus aureus</i>).....	38
Tableau V : résultats des germes recherchés (Les coliformes).....	39
Tableau VI : résultats des germes recherchés (Les Clostridium sulfito-réducteur).....	41
Tableau VII : résultats de germe recherché (Streptocoques fécaux)	42

Sommaire

Glossaire

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction1

Partie bibliographique

Chapitre I : La margarine

I.1. Historique de la margarine	3
I.2. Définition de la margarine et composition de la margarine	3
I.3.1. Le blend d'huile	3
I.3.1.1. les ingrédients liposolubles	3
1-3-1.1.1. les émulsifiants	3
1-3-1.1.2. les colorants	3
1-3-1.1.3. les arômes	4
1-3-1.1.4. les vitamines liposolubles	4
I.3.2. la phase aqueuse	4
I.3.1.1. l'eau	4
I.3.1.2. le lait	4
I.3.1.3. les ingrédients hydrosolubles	4
I.3.1.3.1. le sel	4
I.3.1.3.2. les conservateurs	4
I.3.1.3.3. correcteur de pH	4
I.4. Les différents types de la margarine	5
I.4.1 margarine pour usage domestique	5
I.4.2. Margarine diététiques ou spéciales	5
I.4.3. margarine enrichies en phytostérols	5

I.4.4. margarines pour l'industrie alimentaire	5
I.5. Processus de fabrication de la margarine feuilletage « parisienne» selon le complexe Cevital.....	5
I.5.1. Raffinage des huiles	5
I.5.2. Traitement d'huile raffinée.....	6
I.5.2.1. Hydrogénation.....	7
I.5.2.2. Intérestérification	7
I.5.2.3. Fractionnement.....	7
I.5.3. Préparation de la phase aqueuse.....	7
I.5.4. Préparation phase grasse	8
I.5.5. Préparation des émulsifiants	8
I.5.6. Préparation de l'émulsion	8
I.5.7. Cristallisation	8
I.5.8. Conditionnement	8
I.5.9. Conservation	8
I.6. Cristallisation et polymorphisme de la margarine.....	9
I.6.1. Polymorphisme	10
I.6.2. La dimension et la forme des cristaux.....	10
I.6.3. L'importance de la teneur en solide	10
I.7. Les caractéristiques de la margarine	11
I.7.1. Caractères physiques	11
I.7.2. Caractéristiques chimiques.....	11
I.7.3. Caractéristique biologique.....	11
I.7.4. Caractéristiques nutritionnels.....	11
I.7.5. Caractéristiques organoleptiques.....	12
I.8. Facteurs d'altération de la margarine	12

Partie expérimentale

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1. Présentation de l'unité margarinerie	13
II.2. Echantillonnage.....	13
II.3. Les analyses physico-chimiques	13

II.3.1. Détermination du potentiel hydrogène (pH).....	13
II.3.2. Détermination du titre Alcalimétrique (TA).....	14
II.3.3. Détermination du titre Alcalimétrique complet (TAC)	14
II.3.4. Détermination du titre hydrotimétrique (TH)	14
II. 3.5. Dosage des chlorures par la méthode de Mohr.....	15
II.3.6. Test de poids	15
II.3.7. La couleur	15
II.3.8. Taux d'humidité.....	15
II.3.9. Détermination du point de fusion	16
II.3.10. Détermination de taux de solide par RMN	16
II.3.11. Détermination de l'indice de peroxyde.....	16
II.3.12. Détermination de l'indice de l'acidité.....	17
II.3.13. Détermination de l'indice d'iode	17
II.3.14. Détermination de taux de sel dans la margarine	18
II.4. Les analyses microbiologiques de la margarine de feuilletage.....	18
II.4.1. Echantillonnage.....	18
II.4.2. Préparation de la solution mère.....	19
II.4.3. Préparation des dilutions.....	19
II.4.4. Recherche et dénombrement des germes aérobies à 30 ⁰ C.....	19
II.4.5. Recherche et dénombrements des levures	20
II.4.6. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux.....	20
II.4.7. Recherche et dénombrement des <i>staphylococcus aureus</i>	20
II.4.8. Recherche des salmonelles	21
II.5. Les analyses microbiologiques de l'eau osmosée.....	22
II.5.1. Échantillonnage.....	22
II.5.2. Préparation des dilutions.....	22
II.5.3. Dénombrement des germes aérobies	22
II.5.4. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux.....	22
II.5.5. Recherche des streptocoques fécaux.....	22
II.5.6. Recherche Des Clostridium-sulfito-réducteur	23

Chapitre III : Résultats et discussion

III. Résultats et discussions	24
III.1.résultats de suivi des paramètres physico-chimiques	24
III. 1. 1. Le titre alcalimétrique(TA) et le titre alcalimétrique complet (TAC).....	24
III-1.2. Le titre hydrométrique.....	24
III-1.3. La teneur en Chlorure.....	25
III-1.4. Les teneurs de poids	26
III-1.5. La couleur.....	26

III-1.6. La teneur en humidité.....	26
III-1.7.potentiel d'hydrogène (pH)	27
III-1.8.les teneurs de point de fusion	28
III-1.9. Le taux de solide (teneur en corps gras solides).....	29
III-1.10. L'indice de peroxyde.....	30
III-1.11. L'acidité	31
III-1.12. L'indice d'iode	32
III-1.13. Taux de sel	32
III-2. Résultats de suivi des analyses microbiologiques.....	33
III-2.1. Germes aérobies totaux	34
III-2.2. Les levures.....	36
III-2.3. Pour les salmonelles	37
III-2.4. Pour les <i>staphylococcus aureus</i>	38
III-2.5. Les coliformes	39
III-2.6. Les Clostridium sulfito-réducteur	40
III-2.7. Streptocoques fécaux.....	41
Conclusion	42
Références bibliographiques	
Annexes	

Introduction

Introduction :

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, utilisés pour leurs différentes propriétés depuis les périodes ancestrales, dans l'élaboration des savons et aussi bien les peintures et les produits cosmétiques (**Gornay, 2006**).

Occupant déjà une place très importante dans l'économie du secteur agricole et agroalimentaire, la production des huiles végétales est considérée depuis plusieurs années comme l'une des filières les plus prometteuses dans le domaine des applications nutritionnelles comme huiles d'assaisonnement, huile de cuisine ou pour la fabrication de margarine (**Kartika, 2005**).

Cette dernière est inventée en 1869 par Mège-Mouriés pour trouver une alternative économique au beurre (**Elisabeth, 2008**). L'impact nutritionnel des margarines a toujours fait l'objet de plusieurs études, vu qu'elles constituent l'une des sources énergétiques principale en alimentation humaine et aussi parce qu'elles sont d'excellente source de vitamines, d'acides gras essentiels et autres constituants mineurs, tous bénéfiques pour notre santé (**Poisson et Narce, 2003**).

Elle a su rapidement s'imposer dans la ration alimentaire, et la demande de consommateur est en augmentation de plus en plus en termes de quantité et surtout de qualité et vers d'autres nouvelles recettes.

L'entreprise *Cevital spa* est l'un des complexe agroalimentaires algériens qui ont vu le jour dès l'entrées de notre pays en économie de marché, connue et reconnue dans l'ordre national et international. Cette entreprise est spécialisée dans la production des huiles végétales ainsi la production des margarines, dont elle dispose de cinq lignes de production, afin de produire une gamme de produit très variables et de satisfaire la demande de consommateur.

Notre étude s'inscrit dans le but d'effectuer un suivi de procédé de production de la margarine de « feuillette, parisienne » produite par cette entreprise, à fin de découvrir les différentes étapes de sa fabrication, de mettre en évidence les multiples ingrédients qui entrent dans sa composition, et d'observer de très près les actions consacrées par le personnel en matière de savoir faire et de maîtrise.

Un suivi de la qualité hygiénique est primordial toute au cours de l'élaboration de la margarine jusqu'à son utilisation par le consommateur. Le contrôle de cette margarine de feuilletage « parisienne » est effectué pour la matière première, durant les étapes de fabrication et spécifiquement pour le produit fini qui ne sort de l'usine qu'après qu'il soit conforme aux normes de l'unité.

Partie bibliographique

The text 'Partie bibliographique' is rendered in a bold, italicized, blue serif font. Below the main text, there is a shadow effect consisting of multiple overlapping, semi-transparent copies of the text in a gold color, creating a sense of depth and movement.

I-1. Historique

La dénomination de margarines, utilisée pour les différencier du beurre dont elles présentent, l'aspect et peuvent avoir les usages, résultent des anciens textes législatifs. Elle a connue le jour en France dans l'année 1969, suite au concours ouvert par Napoléon III.

Le pharmacien français Mège-Mouriès (1817-1880) réalisa une émulsion blanche résultant de graisse de bœuf fractionnée, de lait et d'eau, baptisée Margarine (du grec margaron = blanc de perle). La margarine renferme la même quantité de matières grasses que le beurre environ de 82 %, et sa composition en acides gras dépend de la fraction des huiles utilisées lors de sa fabrication (Vierling, 2008).

I-2. Définition et composition de la margarine

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, c'est-à-dire constituée d'une phase grasse (80 %), contient une phase aqueuse dispersée (18%). Elle peut contenir d'autres ingrédients tels que le lait ou juste la matière grasse lactique et d'autres composants tels que les colorants, correcteurs d'acidité et conservateurs (Berthoud, 2008). Le point en commun de toutes les margarines est sa composition globale très proche, dont elle renferme :

- Une phase grasse contient 80% à 82% de lipide.
- Une phase aqueuse contient 16% d'eau et/ou lait.
- Additif, obligatoire ou facultatifs environ 2% (Djouab, 2007).

I-2.1. Le blend d'huile ou la phase grasse

La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, qui peut être d'origine végétal, animal, ou marine selon les performances souhaitées par la production. En effet, le choix des huiles de cette phase détermine les qualités de produit fini, notamment le point de fusion, la texture, la consistance et la stabilité, et par conséquent leur utilisation comme margarine de table, pâtes à tartiner, plats cuisinés, produits divers (Morin, 2005).

I.3.1.1. les ingrédients liposolubles

➤ Les émulsifiants

Les émulsifiants sont des composés dans la structure renferme à la fois des fonctions d'hydrophile et lipophiles, qui leur permet d'apporter à la margarine la stabilité et la texture (Whitehurst, 2004 ; Gerard L. et coll.2008)

➤ Les colorants

La couleur de la margarine est apportée souvent par l'emploi d'huiles fortement pigmentés et riches en β carotène. Des colorants synthétique sont utilisés tel que l'annatto (François, 1947)

➤ **Les arômes**

Les margarines sans lait sont souvent aromatisées avec le di-acétyl, constituant majoritaire de l'arôme de beurre. Le di-acétyl est un liquide jaunâtre à forte odeur qui donne à la margarine une odeur et un goût de beurre d'une manière permanente (**Faur, 1992**).

➤ **Les vitamines liposolubles**

Afin de réduire les risques de carences en vitamine A du fait du remplacement du beurre par la margarine et pour but hygiénique, certains pays européens encouragent à introduire 20 à 30 UI de vitamines A dans leur produit (**GrailleJ. 2003**).

I.3.2. la phase aqueuse

La phase aqueuse, représente environ de 16 à 18 % de la composition globale de la margarine, constituée généralement de lait, de l'eau ou bien d'un mélange de ces deux composés.

➤ **L'eau**

L'eau est considérée comme le constituant le plus important de la phase aqueuse. Elle doit être pure, et saine sur le point microbiologique (**Faur, 1992**)

➤ **Le lait**

Le lait doit être pasteurisé, écrémé et généralement additionné de ferment lactique qui développe un arôme agréable proche de celui de beurre.

I.3.1.3. les ingrédients hydrosolubles

➤ **Le sel**

Le sel est ajouté pour améliorer la sapidité mais également comme protecteur et agent bactériostatique qui empêche le développement des microorganismes (**Faur, 1992**).

➤ **Les conservateurs**

Les conservateurs les plus utilisés sont les acides faibles tels que l'acide sorbique E (200), qui possède un bon effet fongistatique, dont l'action inhibitrice est en fonction de la concentration de l'acide. L'acide sorbique est autorisé avec une teneur ajoutée de l'ordre de 2 g /Kg (**Denis, 1992**)

➤ **Les correcteurs de pH**

L'acide citrique est un antioxydant synergiste puissant (avec l'acide sorbique), permet le contrôle du pH de la phase aqueuse. Son utilisation est autorisée à des doses maximales de 0,1% (**Alaise et Linden-1997**).

I.4. Les différents types de la margarine

Il est difficile de donner une composition même typique des margarines tant celle-ci peuvent varier en fonction des utilisations, des saisons, des régions. De point de vue commercial, on peut distinguer plusieurs types de margarines (**Djouab, 2007**).

I.4.1 Margarine pour usage domestique

Les margarines a usage domestique sont préparées le plus souvent à partir de triacylglycérols riches en acides gras insaturés (**Djouab.A. 2007**). Elles doivent posséder les propriétés suivantes :

- Se laisser étendre aisément en tartine.
- Avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre.

I.4.2 Margarine diététiques ou spéciales (basses calories)

Les margarines dite diététiques, apportent des teneurs très réduites en calories sont spécialement fabriquées pour des gens particuliers : les sportifs, les enfants, les vieillards, et pour les régimes d'amaigrissement.

I.4.3. Margarine enrichies en phytostérols

Les margarines enrichies en phytostérols, visent à réduire de 15 à 20% le taux de cholestérol, correspondant à une réduction de plus de 40% des risques cardiovasculaires. Un enrichissement en certains composés, la phytostérols, stérols d'origine végétale, a une dose de 8% (**Djouab, 2007 ; Himed, 2011**).

I.4.4. Margarines pour l'industrie alimentaire

Les margarines a usage industriel sont, soit stables à haute température (graissages pour la friture), soit présentant une bonne plasticité dans un large éventail de température (biscuiterie et pâtisserie). (**O'Brien, 2009**).

I-5. Processus de fabrication de la margarine feuilletage « parisienne» selon le complexe Cevital

La fabrication de la margarine est une technologie connue et maîtrisée .Elle comprend successivement les étapes suivantes :

I.5.1. Raffinage des huiles

Le raffinage est une opération destinée à débarrasser les huiles alimentaires des impuretés présentes, on lui donnant un aspect limpide, un gout et une odeur agréable et d'améliorer les caractères organoleptiques. C'est une garanti de pureté, de stabilité et maintien des qualités nutritionnelles de l'huile et cela suivant plusieurs étapes (**Cheftel et cheftel, 1977**)

Tableau I : Les différentes étapes de raffinage des huiles végétales (Ahmad, 2002)

Opération	Composants introduits	Composants éliminés
Démucilagination	Acide citrique ou acide phosphorique+ l'eau	Mucilages, phosphatide, glycolipide et composés protidiques
Neutralisation	La soude(NaOH) + l'eau	Acides gras libres, phosphatides résiduels, composés de dégradation d'origine oxydatives, composés métalliques, matières colorantes réduites.
Lavage	Eau	Savon, trace de soude, phosphatides résiduels.
Séchage		eau
Décoloration	Terre décolorante ou charbon actif	Pigments (caroténoïdes et chlorophylliens essentiellement), savon, hydrocarbure polycyclique (si traitement ou charbon actif).
désodorisation	Vapeur d'eau	Acides gras libres, substance volatiles responsables de l'odeur et de gout, peroxyde, stérol tocophérol.

I-5.2. Traitement de l'huile raffinée

Les huiles et graisses présentent des caractéristiques de fusion spécifique, dont certaines huiles sont naturellement liquides à la température ambiante telle que les huiles de tournesol, colza, de soja, tandis que d'autre sont semi-solides comme l'huile de palme, et d'autre, sont totalement solides (huile de coprah).

Leur utilisation dans les produits alimentaires, peut nécessiter une adaptation de ces caractéristiques rhéologiques. Trois opérations réglementairement autorisés dans les domaines alimentaires, permettent à l'industriel de confectionner, par transformation, des matières grasses

définies pouvant entrer dans la formulation de ces produits. Ces transformations sont l'hydrogénation, le fractionnement et l'inter estérification.

➤ **L'hydrogénation**

L'hydrogénation est un procédé dans le qu'elle de l'hydrogène est ajouté au point d'instauration d'un acide gras. Leur système réactionnel compte trois phases : une phase gazeuse (hydrogène), une phase liquide (corps gras) et une phase solide (catalyseur).

L'objectif d'hydrogénation est de convertir les huiles liquides en corps gras semi-solide afin de pouvoir les transporter, les stocker et les cuisiner. En plus l'hydrogénation augmente la stabilité des corps gras à la chaleur et à l'oxygène (meilleure résistance à l'oxydation) (**Denise, 1992 ; E.Ucciani.A, Debal.1992**).

➤ **L'interestérification**

L'opération correspond à la modification de structure glyceridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol, ce qui entraîne des modifications importantes de comportement à la fusion d'un corps gras sans modifier la nature de ces acides gras (seul leur distribution sur le glycérol étant changée). Cette opération est réaliser également sur un mélange de deux huiles ou graisses déférentes, et elle est dite « transesteréfication ».

Deux voies sont possible pour remodeler les structures lipidiques, il s'agit d'une part de la voie chimique réagit en trois principales étapes : activation catalytique, le clivage des liaisons esters et l'inter échange des acides gras et d'autre part par la voie enzymatique qui utilise des lipases comme catalyseur de l'interestérification des corps gras.

L'interestérification permet une meilleure maitrise de la qualité à la fois fonctionnelle et nutritionnelle des matières grasses (**Cheftel et cheftel, 1977**)

➤ **Le fractionnement**

Le fractionnement est une opération industrielle qui a pour but de réaliser une séparation entre les constituants des huiles et des graisses a point de fusion élevé, souvent les glycérides riches en acides gras saturés, ou même ceux qui a point de fusion faible. Le fractionnement est réalisée le plu souvent selon trois méthodes de fractionnement : La chromatographie, la cristallisation fractionnée et l'extraction liquide /liquide (**Cossut et al. 2002**)

I-5.3 Préparation de la phase aqueuse

Cette phase consiste à préparer un mélange d'eau, d'acide lactique, de conservateurs, d'antiseptiques, de sels et de lait qui est préparé indépendamment (le lait est pasteurisé puis refroidi plusieurs fois de suite pour empêcher le développement des bactéries).

I.5.2. Préparation phase grasse

Elle consiste à préparer un mélange composé d'huile raffinée, d'émulsifiants, de mono glycérides, de colorants, d'arômes et de vitamines liposolubles.

I.5.3. Préparation des émulsifiants

Les émulsifiants : la lécithine, monoglyciride, monoglyciride-lactique sont mélangés, qui seront ensuite diluer avec l'arôme et le colorant. (**Robert J.Whitehurst. 2004**)

I.5.4. Préparation de l'émulsion

L'émulsion est le résultat de combinaison entre la phase aqueuse, la phase grasse et l'émulsifiant, qui seront par suite mélangées dans le bac d'émulsion. A l'aide d'une pompe d'émulsion, le mélange (émulsion) passe vers le pasteurisateur à une température de 80°. Ensuite, il passe vers le combineur sous une température de 45° grâce à la pompe de haute pression (**RobertJ.Whitehurst.2004**)

I.5.5. Cristallisation

La cristallisation est assurée par le combineur qui est composé de deux cylindres et un cristalliseur. Dans le cas où le produit est en plaquette, il passe d'abord vers le tube de repos ensuite vers le conditionnement, tandis que le produit en barquette passe directement vers le conditionnement.

I.5.6. Conditionnement

Les margarines ainsi cristallisées sont conditionnées selon la forme et le poids voulus.

I.5.7. Conservation

Les margarines étant des produits alimentaires, leurs durées de vie est limitées car elles peuvent subir un certain nombre d'altérations, par un rancissement du a l'oxydation. Pour éviter ces altérations, à la sortie des conditionneuses, le produit est stocké dans la chambre froide à une température de 10°C

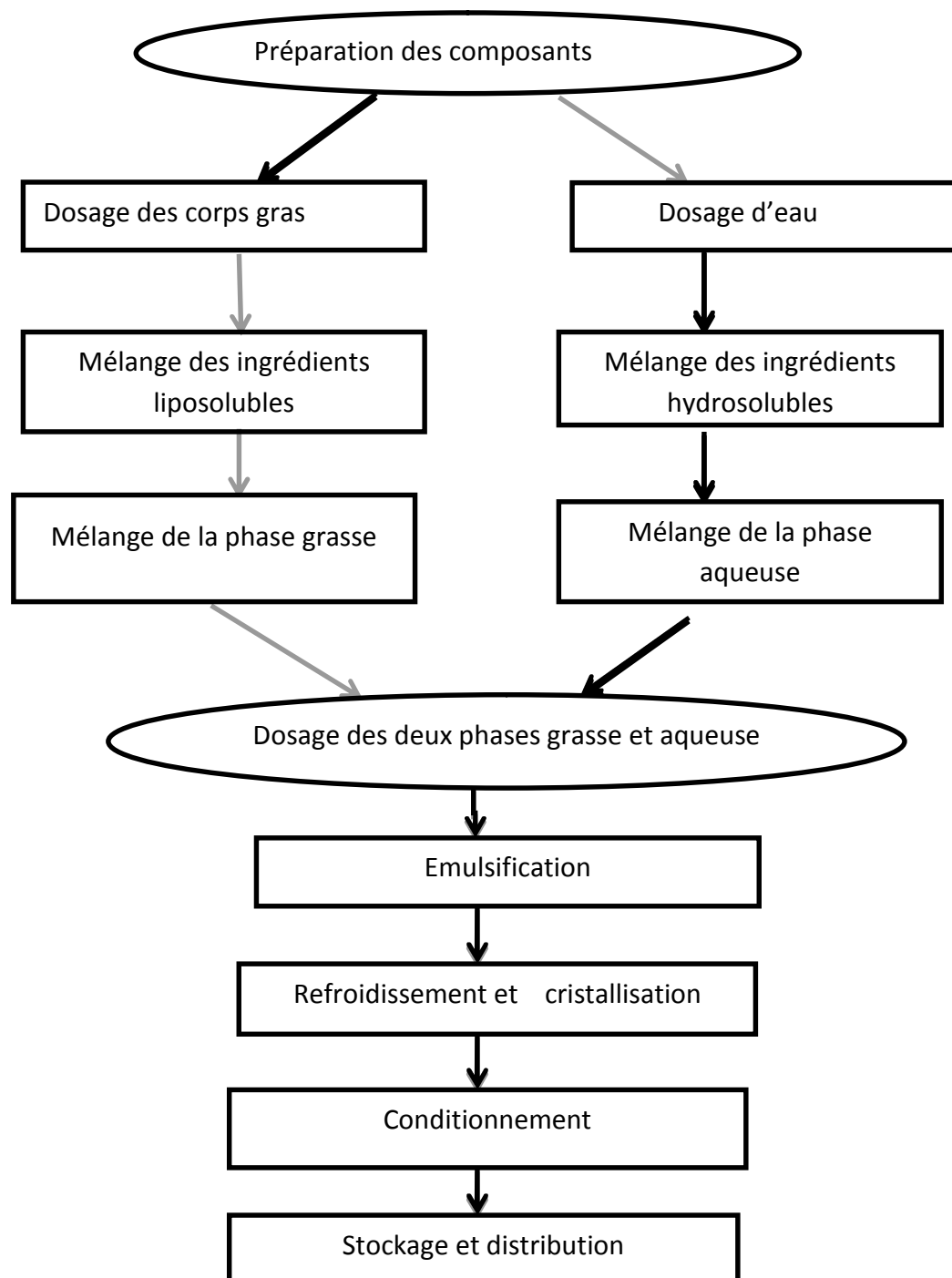


Figure N°1 : Principales étapes de la production de la margarine.

I.6. Cristallisation et polymorphisme de la margarine

Dans de nombreux produits alimentaires, la matière grasse se trouve dans un état cristallisé ou semi-cristallisé aux températures de stockage ou d'utilisation. L'aptitude des acides gras saturés ou insaturés et de leurs dérivés obtenus avec le glycérol à cristalliser sous différentes formes cristallines est connu depuis fort longtemps en industrie agroalimentaire.

La cristallisation de la matière grasse influence les propriétés rhéologiques et texturales des produits finis. Cette opération est caractérisée par différents phénomènes qui jouent un rôle aux cours de processus de fabrication de la margarine.

I.6.1. Polymorphisme des triglycérides

Les glycérides présentent trois formes de cristallisations ayant des points de fusion différentes (Thivilliers, 2007).

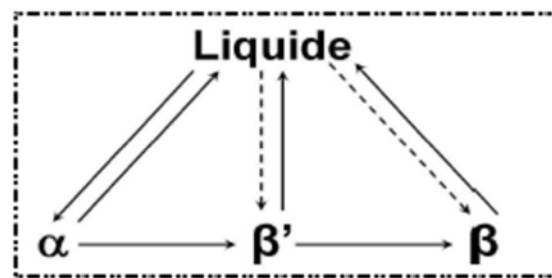


Figure N° 2: Polymorphisme des triglycérides

La forme α étant celle présentant le point de fusion le plus bas, la forme β ayant le point de fusion le plus élevé et la plus stable. C'est la forme la plus difficile à atteindre.

I.6.2. La dimension et la forme des cristaux

La consistance de la margarine englobe un ensemble de propriétés telles que la capacité à l'étalement, l'élasticité, l'exsudation huileuse, les sensations à l'appréciation orale. Ces propriétés sont en relation avec de nombreux facteurs entre autres, la quantité des cristaux en pourcentage du poids, le point de fusion de ces cristaux, la forme et la dimension de ces derniers ainsi que le type de liaison qui les réunit.

I.6.3. L'importance de la teneur en solide

La margarine contient une phase grasse en partie solide et en partie liquide, il est intéressant de connaître les taux de solide en fonction :

- de la température dans le domaine de la plage de fusion
- de la durée de refroidissement.

La teneur en graisse solide est importante car elle conditionne les propriétés rhéologiques, et les propriétés sensorielles.

I-7 Les caractéristiques de la margarine

I-7.1. Caractères physiques

Les caractéristiques physiques de la margarine sont liées à l'état de corps plastique de la margarine et à son état d'émulsion très fine (eau-huile). La margarine est plastique, revient à dire qu'elle n'est ni solide ni liquide (**Champetier, 1956**).

I-7.2. Caractéristiques chimiques

Ces derniers sont assez variables du fait qu'il y'a plusieurs sortes de margarines selon les emplois et méthodes de fabrication. Les valeurs intéressantes à connaître qui sont souvent et que déterminés sont :

- la composition centésimale du produit.
- la composition en acides gras de la phase grasse et, en particulier, la teneur en AG essentiels.
- la nature et la teneur en divers éléments non glycéridique (tocophérol).
- les indices du degré de fraîcheur : acidité, indice de peroxyde. (**Champetier, 1956**).

I-7.3. Caractéristique biologique

Comme tout produit alimentaire, les margarines risquent d'être contaminées par des microorganismes qui, en se développant provoquent une altération des qualités organoleptiques (flaveur, apparence, texture). Ainsi des contrôles des matières premières et le respect des règles d'hygiène et de propriété au cours de la fabrication et du stockage sont indispensables pour réduire sensiblement les risques de contamination (**Frey et Bach, 1992**).

I.7.4. Caractéristiques nutritionnels

Les margarines sont avant tout des corps gras alimentaires, qui apportent des éléments nutritifs importants, et une énergie métabolisable d'environ 7500cal/Kg. C'est une excellente source de vitamines liposolubles (vit A, E, D) et elles sont douée d'une bonne digestibilité, qui est expliqué par l'état d'émulsion dans lequel se trouve le produit, qui favorise notablement leur absorption et son utilisation.

Actuellement plusieurs types de margarines apparues sur le marché avec des propriétés diététique ou thérapeutique particulière : margarine à faible teneur en corps gras et margarine riche en acide linoléique (pour régime des maladies cardiovasculaires. (**Champetier, 1956 ; Guesnet al.2005, D.Gomez al. 2008**).

I-7.5. Caractéristiques organoleptiques

La nécessité essentielle d'un contrôle organoleptique, l'analyse sensorielle utilise les capacités de l'homme à percevoir et exprimer ses sensations propres, pour déterminer et définir la qualité de produit.

L'évaluation sensorielle a pour but l'étude systématique des réponses humaines aux propriétés physico-chimique et organoleptiques des aliments, qui sont généralement ; l'Apparence, la flaveur, La texture : la résistance et la consistance (**Faur. 1992**).

I.8. Facteurs d'altération de la margarine

Les facteurs d'altération de la margarine peuvent être d'ordres physique ou chimique et surtout bactériologique. La margarine, étant formée d'un taux élevé de matières grasses, est souvent exposée aux risques de l'oxydation. Cette dernière est à l'origine de l'odeur de rance, du gout désagréable, du changement de la couleur, ainsi que des pertes d'activités vitaminiques et de la valeur nutritive. L'oxydation est due le plus souvent à plusieurs facteurs :

- la lumière, en particulier les rayons UV qui exercent une action catalytique.
- la température élevée et la durée de stockage.
- le taux d'insaturation que contient la phase grasse.
- l'exposition de la margarine à l'oxygène atmosphérique.
- La présence de certains agents pro-oxydants comme les métaux (Fer, Cu, Mn ...) favorise la réaction d'oxydation.

La présence d'un taux élevé de matières grasses dans la margarine peut causer aussi des altérations par l'acidification résulte de l'hydrolyse d'une ou deux des trois liaisons esters des triglycérides. Cette hydrolyse conduit à la formation d'acide gras libre préjudiciable à la qualité du corps gras.

L'altération physique est due à la modification de la consistance de la margarine. Elle est due à son tour au phénomène de recristallisation qui conduit à la formation de nouveaux cristaux qui entraîne une perte de la qualité organoleptique de la margarine.

L'altération microbiologique est généralement causée par introduction de l'atmosphère ambiante, par l'appareillage de traitement insuffisamment stérilisé, par les emballages, par les contacts humains, par les insectes, par les constituants de la phase aqueuse (eau, lait), surtout en présence d'amidon et ils sont favorisés par certaines conditions de température et d'un pH du milieu supérieur à 5 (**Himed, 2011**).

Partie expérimentale

The image features the text "Partie expérimentale" in a blue, italicized, sans-serif font. Below the text is a brown shadow effect consisting of multiple horizontal lines that create a 3D, embossed appearance. The entire graphic is centered on a white background.

II.1. Présentation de l'unité margarinerie

L'entreprise *Cevital spa* est l'un des complexes agroalimentaires algériens qui ont vu le jour dès l'entrée de notre pays en économie de marché, connue et reconnue dans l'ordre national et international.

La margarinerie de *Cevital spa* est équipée de cinq lignes de production, afin de produire une gamme de produits très variables et de satisfaire la demande de consommateur :

- Les lignes (1, 2, 3) sont réservées pour la production des différents types de margarines *Matina et Fleurial*, margarine de feuilletage, beurre gourmand *Elio2*;
- Les lignes (4 et 5) sont réservées pour la production de graisses végétales, *SMEN el medina, Rania*.

L'unité est dotée de deux laboratoires d'analyses, pour assurer le bon déroulement des étapes de la fabrication et d'aboutir à la bonne qualité des produits finis; l'un destiné aux analyses physico-chimiques contribuant ainsi au suivi de la formulation et du bon déroulement des étapes de production, et l'autre spécialisé dans les analyses microbiologiques afin d'assurer une bonne qualité hygiénique et sanitaire des produits. Les différentes analyses physico-chimiques et microbiologiques sont portées sur les matières premières ainsi que l'eau du processus et de la formulation, les produits de différentes étapes de processus et sur les produits finis.

II. 2. Echantillonnage

Notre travail est consacré au suivi de la qualité de la margarine de type feuilletage, produite au niveau de l'unité margarinerie. Un échantillon représentatif est prélevé chaque lancement d'une production, en s'opérant régulièrement par des prélèvements au hasard et directement effectués à partir de la chaîne de production, à raison de cinq échantillons (pains de margarine de feuilletage de 500g) sont prélevés. Ces échantillons sont directement soumis aux analyses quotidiennes afin d'assurer un suivi et une maîtrise de la qualité produite.

Des analyses complémentaires de l'eau de formulation de la phase aqueuse de la margarine sont réalisées en même titre que le suivi de la qualité de produit fini.

II. 3. Les analyses physico-chimiques

II. 3.1. Détermination du potentiel hydrogène (pH)

Le pH est la mesure de l'activité des ions hydrogènes dans une solution, qui traduit son acidité ou son alcalinité. Ce paramètre est déterminé selon la méthode décrite par (NE. 1. 2.430,

1989) .Il est affiché directement au pH mètre, en plongeant l'électrode dans la solution d'échantillon.

II. 3.2. Détermination du titre Alcalimétrique (TA)

Le titre alcalimétrique (TA) est déterminé selon la méthode décrite par, **Jean Rodier et Coll, 2005**, qui consiste à ajouter quelques gouttes de la phénolphtaléine à l'échantillon de 50ml d'eau à analyser, dont l'apparition de la couleur rose, indique une valeur positive de ce titre, qui est déterminée par une titration avec une solution de HCL (0.1N) jusqu'à la décoloration total. Le titre alcalimétrique est exprimé par la formule suivante :

$$\text{TA} = V_1 \times 10 \quad (^\circ\text{F})$$

D'où :

V1 : volume d'acide chlorhydrique (0.1N) utilisé.

II. 3.3. Détermination du titre Alcalimétrique complet (TAC)

Le titre alcalimétrique complet (TAC) est déterminé selon la méthode décrite par, **Jean Rodier et Coll, 2005**, qui consiste à ajouter à l'échantillon dont on a servi pour la mesure de TA, quelques gouttes de méthyle orange qui donnera une coloration jaune foncée. L'ensemble est alors titré avec la solution HCL (0.1N) jusqu'à l'obtention d'une couleur jaune orangé, et le résultat est déterminé par la formule suivante :

$$\text{TAC} = (V_1 + V_2) \times 10 \quad (^\circ\text{F})$$

D'où :

V1 : volume (ml) d'acide chlorhydrique (HCL) utilisé pour la détermination de TA.

V2 : volume (ml) d'acide chlorhydrique (HCL) ajouté.

II. 3.4. Détermination du titre hydrotimétrique (TH)

Le titre hydrométrique de l'eau analysé est déterminé selon la méthode décrite par, **Jean Rodier et Coll, 2005**, qui consiste à ajouter au volume de 50ml de l'échantillon a analysé, 4ml de solution de tampon, et quelques gouttes d'une solution Noir Erichrome.

L'apparition, d'une coloration bleue indique une valeur nulle de ce titre (TH= 0), par contre une coloration violète, oblige à titrer l'ensemble avec une solution d'EDTA (0.01M) jusqu'au virage vers le bleu, et la valeur de TH est déterminé par la formule suivante :

$$\text{TH} = V_{\text{EDTA}} (\text{ajouté}) \quad (^\circ\text{F})$$

II. 3.5. Dosage des chlorures par la méthode de Mohr :

Ce paramètre consiste à introduire 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer auquel sont ajoutés quelques gouttes de bichromate de potassium ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) à 10%. L'ensemble est alors titré avec le nitrate d'argent (Ag NO_3) 0.1N jusqu' à virage rouge brique, et le volume nécessaire est noté. Les résultats sont exprimés comme suit :

$$V \text{ Ag NO}_3 \times 10 \times 3.55 \text{ mg/l de Cl}$$

V= volume titré

Le PH de l'échantillon doit être compris entre 6.5 et 10.5.

II. 3.6. Test de poids

Ce paramètre est évalué selon la méthode décrite par **MOB : 8242-9**. Il est important de vérifier le poids du produit fini, afin d'éviter la fraude et d'économiser les pertes de produits. Il consiste à la pesée du produit avec des balances analytiques au laboratoire sur des échantillons prélevés de manière aléatoire au cours de la production.

II. 3.7. La couleur

La couleur est mesurée selon la méthode **I.S.O. (1998)**, à l'aide d'un colorimètre « LOVIBOND », qui est constitué de deux séries de verres colorés : jaune et rouge, qui sert à déterminer la couleur de la margarine fondue mis dans la cuve de colorimètre, en la comparant avec celle obtenue par superposition de ces verres. La valeur de la couleur est donnée comme suite:

$$\text{La couleur} = X \text{ jaune } Y \text{ rouge}$$

Où les valeurs (X, Y) sont lues au LOVIBOND

II.3.8. Taux d'humidité

L'humidité de la margarine est déterminée selon la méthode décrite par (NE 1. 2-47, 1985), qui consiste à l'élimination d'eau dans une étuve isothermique à une température de $102 \pm 3^\circ\text{C}$ jusqu'à stabilité de poids.

Une prise d'essai de 2 à 3g de margarine, est mise dans l'étuve à température voulue, et des mesures de poids sont effectuées régulièrement jusqu'à poids constant. Le résultat est exprimé selon la formule suivante:

$$\text{Humidité (\%)} = (M_1 - M_2) / (M_1 - M_0) \times 100$$

Où:

M_1 : Poids du bécher et la prise d'essai avant chauffage.

M_2 : Poids du bécher et la prise d'essai après chauffage.

M_0 : Poids du bécher vide.

II. 3.9. Détermination du point de fusion (NE.1.2.91, 1988)

Le point de fusion est la température à laquelle une matière grasse solidifiée dans un tube capillaire se ramollit jusqu'à un point où elle remonte dans le tube. Il est déterminé selon la méthode décrite par NE, qui consiste à faire passer la matière grasse de l'état solide à l'état liquide, dans un tube capillaire, sous l'effet de la chaleur à une certaine température. La température notée correspond au point de fusion de la margarine exprimée en $^\circ\text{C}$.

II- 3.10. Détermination de taux de solide par RMN (NF EN ISO 8292 T60-250, 1995)

La teneur en solide est une mesure de la quantité de graisse à l'état solide dans une graisse à une certaine température, déterminée par spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée basse résolution.

La méthode indirecte consiste à faire remplir, à une hauteur d'environ de 3cm, des tubes d'échantillons de margarine fondue et bien mélangés, qui seront par suite incubés pendant des durées variables à différentes températures (15 min à 100°C), (5 min à 60°C), (60 min à 0°C), (30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40°C) en faisant la lecture à chaque température. Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides.

II.3.11. Détermination de l'indice de peroxyde (NE. 1. 2. 98, 1988)

L'indice de peroxyde est déterminé selon la méthode décrite par NE, qui consiste à ajouter à 5g de margarine fondue, 12ml de chloroforme, 18ml d'acide acétique et 10ml d'iodure de potassium. Après une incubation à l'abri de la lumière pendant une minute, 75ml de l'eau distillée et quelques gouttes d'empois d'amidon sont additionnés. Ensuite, le mélange est titré avec le thiosulfate de sodium à 0.01N jusqu'à décoloration totale. Parallèlement, un essai à blanc est effectué, dans les mêmes conditions. (**Annexe 8**) L'indice de peroxyde est donné par la formule suivante:

$$I_p (\text{Meqg d'O}_2 / \text{Kg}) = N \times (V_1 - V_0) \times 1000 / P$$

D'où :

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

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

V₀ (ml): Volume de la solution de thiosulfates de sodium pour l'essai à blanc;

N: Normalité de la solution de thiosulfates de sodium;

P: Prise d'essai en gramme.

II.3.12. Détermination de l'indice de l'acidité

L'acidité est déterminée selon la méthode décrite par (NE. 1. 2.97, 1988). Une prise de 10 g de margarine fondue est mélangée avec 75ml d'alcool neutralisé en présence de phénolphthaléines. Un chauffage est préconisé avant titrage des acides gras libres par une solution de NaOH (0.1N) afin d'avoir une meilleure dissolution. L'apparition de la couleur rose persistante (10seconde) indique l'arrêt de la neutralisation. (**Annexe 9**) Le volume de chute de la burette est noté.

$$A (\%) = M \times N \times V / P \times 10$$

Où:

A : Acidité de l'huile ;

N : Normalité de NaOH (0,1N) ;

V : Volume (la chute de Burette) de NaOH (0,1N) ;

M : Masse molaire de l'acide adapté pour l'expression, **M**=282g/mol pour l'acide oléique.

P : La prise d'essai.

II.3.13. Détermination de l'indice d'iode (NE. 1. 2. 96, 1988)

L'indice d'iode est déterminé par la méthode décrite par NE, qui consiste à dissoudre (5g) de margarine fondue dans 15ml de tétrachlorure de carbone, et lui additionner 25ml de réactif de Wijs.

Après une légère agitation, le mélange est placé à l'obscurité pendant une heure. Ensuite, l'ensemble est additionné de 20 ml d'iodure de potassium (10%) et 150 ml d'eau distillée, puis titrer avec le thiosulfate de sodium (0,1N), en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon. Un essai à blanc est réalisé exactement dans les mêmes conditions. L'indice d'iode est donné par la formule suivante :

$$I_i = N (V_0 - V) 12.69 / P$$

Où:

I_i: Indice d'iode;

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

V (ml): Volume de thiosulfate de sodium utilisé pour titrer l'excès d'iode ;

N: Normalité de thiosulfate de sodium;

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

P : Prise d'essai.

II.3.14. Détermination de taux de sel dans la margarine(NE. 1. 2.429, 1989)

La teneur en sel de la margarine est déterminée selon la méthode décrite par **NE**, qui consiste à titrer les chlorures contenus dans la prise d'essai, par une solution de nitrates d'argent (AgNO₃) et en présence d'indicateur coloré le chromate de potassium selon la méthode de Mohr (**Annexe 10**)

Pour une prise de 5g de l'échantillon, sont ajoutées 100ml d'eau distillé préalablement chauffée, et l'ensemble bien agité est refroidi. Après avoir ajouté quelque gouttes de chromate de potassium le mélange est titré avec une solution de nitrates d'argent jusqu'au virage de la couleur au rouge brique, et le taux de sel (ou teneur en sel) est calculé de la manière suivante :

$$T_s \% = \frac{N \times V \times \text{Eq. g NaCl}/100}{P} \times 100$$

D'où :

T_s : taux ou teneur en sel exprimée en % ;

N : Normalité d'AgNO₃ (0.1N) ;

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

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

p: prise d'essai en g.

II.4. Les analyses microbiologiques de la margarine de feuilletage

Dans notre étude, les analyses microbiologiques effectuées sur l'eau (phase aqueuse) utilisée pour l'émulsion et sur le produit fini (margarine) consistent au dénombrement des microorganismes et la recherche de certains germes pathogènes.

II.4.1. Echantillonnage

Des échantillons en vue d'analyse microbiologique ont été prélevés au hasard à partir de la margarine de feuilletage de 500g

II.4.2. Préparation de la solution mère

Une prise d'essai de 40g de la margarine est déposée stérilement dans un erlenmeyer, au quelle sont ajoutés 34ml de la solution du Ringer (1/4).L'ensemble est fermé hermétiquement avec coton cardé et du papier aluminium.

Le mélange est déposé au bain marie à 45°C jusqu'à la fonte totale, et la phase aqueuse est alors récupérée afin de suivre les analyses microbiologiques.

II.4.3. Préparation des dilutions

Une série de dilutions décimales est préparée, à partir de la solution mère (phase aqueuse), dont un volume est mélangé avec la solution du Ringer (1/4) stérile.

II.4.4. Recherche et dénombrement des germes aérobies à 30°C

La recherche et le dénombrement des germes aérobies sont réalisés selon la méthode décrite par **ISO4833/2003**. Le milieu utilisé est la gélose PCA (**Plat Count Agar**), préalablement fondue au bain marie à 95°C, et refroidie à 45°C.

Une série de boîtes de pétris sont ensemencés en masse, avec un volume d'environ de 1ml de la solution mère, et des dilutions décimales. Une boîte témoin est réalisée dans les mêmes conditions, ensemencée avec le diluant de Ringer. Les boîtes sont incubées à 30°C pendant 72h.

La lecture s'effectue en comptant les colonies qui apparaissent sur la boîte, avec un nombre qui oscille de 15 et 300 colonies. Le nombre de germes se calcule avec la formule suivante :

$$\text{Nombre de germes/ml} = \frac{\Sigma \text{ des colonies}}{(N1 + 0.1 \times N2)d}$$

Où :

Σ des colonies : c'est la somme des colonies comptées dans toutes les boites.

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

N_2 : c'est le nombre de boites comptées à la deuxième dilution.

d : c'est la dilution à partir de laquelle les premiers dénombrements sont obtenus.

II.4.5. Recherche et dénombrements des levures

La recherche des levures se fait selon la méthode décrite par **ISO-21527-2/2008**, dont le milieu utilisé est la gélose OGA (Oxytétracycline Glucosé Agar).

Une série de boites de pétris sont ensemencés en masse, avec un volume d'environ de 1ml de la solution mère, et des dilutions décimales. Une boite témoin est réalisée dans les mêmes conditions, ensemencée avec le diluant de Ringer. Les boites sont incubées à 30°C pendant 72h.

Les résultats positifs se traduisent par l'apparition des colonies bombées blanches ou roses, et le dénombrement se fait de même principe que les germes aérobies.

II.4.6. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux

La recherche et le dénombrement des coliformes fécaux sont réalisés selon la méthode décrite par **ISO7251/2005**, qui est basé sur un test présomptif suivie d'un test confirmatif.

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. A partir de chaque dilution préparée précédemment, un volume d'environ de 1ml est prélevé, et ensemencé aseptiquement trois tubes de milieu VBL. Les tubes sont alors incubés à 37°C pendant 48h.

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

Test confirmatif :

Les tubes de VBL positifs (culture et gaz dans la cloche) feront l'objet d'un repiquage, sur un tube VBL muni d'une cloche et sur un tube d'eau peptonée exempte d'indole, qui sont incubés à 44°C pendant 24h.

Après l'incubation, si les résultats sont positifs, quelques gouttes de réactif de Kovacs sont ajoutées au tube d'eau peptonée exempte d'indole qui se traduit par l'apparition d'un anneau rouge à la surface. Ce test caractérise *Escherichia coli*.

II.4.7. Recherche et dénombrement des *staphylococcus aureus*

L'enrichissement :

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

A partir de chaque dilution, ensemencer trois tubes de milieu Giolitti et Cantoni, ajouter une couche de paraffine pour sélectionner les *Staphylococcus* par rapport au *Micrococcus* qui sont aérobies strictes. L'incubation à 37°C durant 48h.

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.

L'isolement :

L'isolement est réalisé à partir des tubes noirs par ensemencement en surface de 0.1 ml. Prélever aseptiquement et étaler sur le milieu Chapman ou Baird Parker à l'aide d'un étaleur stérile. L'incubation est faite à 35 °C pendant 24 à 48 heures.

Expression des résultats

Sur le milieu Baird Parker :

Les colonies de *staphylococcus aureus* apparaissent noires avec un halo clair ; les colonies noires sont dues à la réduction de tellurite en tellure et le halo clair est dû à la protéolyse des protéines de jaune d'œuf avec un liseré blanc opaque (précipitation des acides gras par la lécithine qui hydrolyse la lécithine de jaune d'œuf).

Sur le milieu Chapman :

Les colonies de *staphylococcus aureus* apparaissent jaune dorées, sont dues à la fermentation de mannitol et un virage de rouge ou jaune de l'indicateur coloré (rouge de phénol).

II.4.8. Recherche des salmonelles

Prés-enrichissement :

On additionne 25 g de la margarine dans 225 ml de la solution Ringer (1/4) et on les met dans un erlen meyer, boucher l'erlen meyer avec de coton cardé et du papier aluminium. Placer l'ensemble dans un bain marie réglé à 50 °C pendant 30 minutes jusqu'à la fusion de la margarine (agiter de temps à autre) et à la fin le mélange est incubé dans une étuve à 37 °C pendant 24 heures.

Enrichissement sélectif :

Se fait sur le milieu SFB après avoir récupéré la solution mère, on procède à ajouter à chaque tube 1 ml de la solution mère prélevée à l'aide d'une pipette stérile après on ajoute un disque de SFB et on incube à 37 °C pendant 24 heures.

Isolement sur le milieu Hecktoen :

A partir des tubes SFB positifs (il Ya un virage de la couleur de milieu de jaune vers le rouge brique avec disparition du disque SFB), ensemencer par strie et à l'aide d'une anse de platine flambée, trois boites de milieu Hectoèn. Incubation à 37°C pendant 24h.

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

II.5. Les analyses microbiologiques de l'eau osmosée :**II.5.1.L'échantillonnage: (ISO 8199 : 1988)**

Les prélèvements sont effectués avec les précautions suivantes :

Les flacons résistants à la stérilisation répétée sans produire ni dégager des substances susceptibles d'inhiber ou de favoriser la croissance bactérienne ; il convient d'être très attentif pour éviter toute contamination accidentelle de l'échantillon durant le prélèvement et la manipulation ultérieur ;

L'échantillon doit être examiné dès que possible après le prélèvement, de préférence dans les six heures qui suivent ; et on fait le conserver à une température de 4°C

II.5.2. Préparation des dilutions :

A partir de la solution mère (eau osmosée), prélever 1ml et ensemencer un tube contenant 9ml d'eau physiologique stérile pour avoir une dilution 10^{-1} , puis à partir de ce dernier ensemencer avec 1ml le deuxième tube de 9ml d'eau physiologique stérile pour obtenir une dilution 10^{-2} et à partir de cette dilution on prépare la dilution 10^{-3} .

II.5.3. Dénombrement des germes aérobies :

Ensemencement d'un milieu de culture nutritif gélosé TGEA par un volume déterminé de l'échantillon ou de dilutions de l'échantillon. Incubation à 22°C pendant 24 à 48h et à 37°C pendant 72h.

II.5.4. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux :

Un dénombrement présomptif des coliformes peut être réalisé sur bouillon lactosé avec cloche en double et simple concentration. Les milieux sont incubés durant une période de 48h à une température de 37°C. Après l'incubation chaque tube positif présente un virage au jaune, gaz dans la cloche.

La confirmation s'effectue à partir des tubes positifs par le test de Mackenzie: ensemencement d'un tube d'eau peptone exempte d'indole et un tube de BCPL avec cloche et incubation à 44°C pendant 48h. La culture avec gaz sur BCPL indique que le test est positif. Ajouter quelques gouttes de réactif de Kovacs au tube d'eau peptone exempte d'indole. L'apparition d'un anneau rouge (indole) à la surface du tube caractérise la présence d'*Escherichia coli*.

II.5.5. Recherche des streptocoques fécaux :

Le dénombrement est basé sur l'utilisation de deux milieux liquide : présumptif et confirmatif. La numération présumptive est réalisée à l'aide de milieu à l'azide (milieu de Roth), azide de sodium comme agent sélectif. Après culture à 37°C pendant 48h. Les tubes positifs sont présumés contenir un entérocoque.

La confirmation est réalisée par une subculture pendant 24 à 48h à 37°C sur le milieu de Litsky (ce milieu contient d'azide de sodium et du cristal violet). La présence de streptocoques fécaux s'y traduit par un trouble et la formation d'une pastille violette au fond du tube qui est due au cristal violet.

II.5.6. Recherche Des Clostridium-sulfite-réducteurs :

La recherche des Clostridium réducteurs est basé pour la plupart des milieux de culture sur :

- Une croissance dans des milieux contenant de sulfite de sodium.
- Leur pouvoir de réduire le sulfite de sodium et de donner en présence de fer du sulfure de fer d'où une coloration noire.
- Leur dénombrement est réalisé en tubes de gélose profonde en utilisant des milieux tels que milieu VF (viande fois), sulfité ou milieu Wilson Blair, l'incubation se fait à 46° C pendant 48H.

III-Résultats et discussion

III-1. Résultats de suivi des paramètres physico-chimiques

Les résultats de la présente étude, correspondent aux résultats des analyses effectuées sur la margarine de feuilletage « parisienne » de poids net de 500g durant le processus de fabrication jusqu'à l'obtention de produit fini. Ces analyses sont effectuées au sein de laboratoire physico-chimique de complexe Cevital au cours d'une période d'un mois.

III-1.1. Le titre alcalimétrique (TA) et le titre alcalimétrique complet (TAC)

Les résultats obtenus, montrent que le titre alcalimétrique simple (TA) est nul pour l'ensemble des points de prélèvement car le pH est inférieur à 8.5, d'où l'absence des bases fortes.

Pour le titre alcalimétrique complet, les résultats obtenus montrent également des teneurs très faibles en alcalis : carbonates et bicarbonates. Les résultats obtenus sont conforme à l'exigence de la norme.

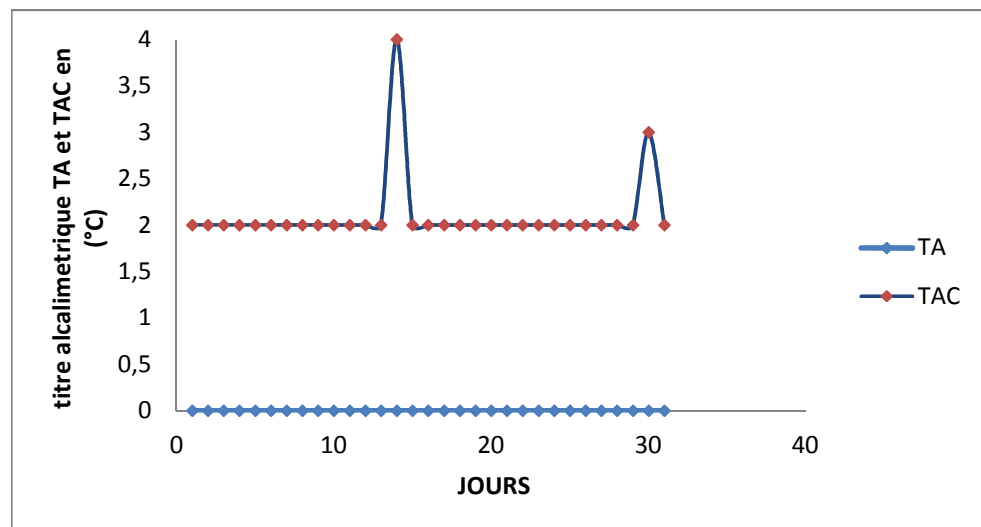


Figure N°03 : Teneur en TA et TAC pour l'eau osmosée

III-1.2. Le titre hydrométrique (TH)

La dureté totale, renseigne sur la charge de l'eau en éléments minéraux particulièrement le calcium et magnésium.

Les résultats obtenus montrent que les valeurs retournées au cours de suivi pendant un mois sont conforme à la norme (moins de 500mg/l), ce qui reflète que l'eau analysé est douce.

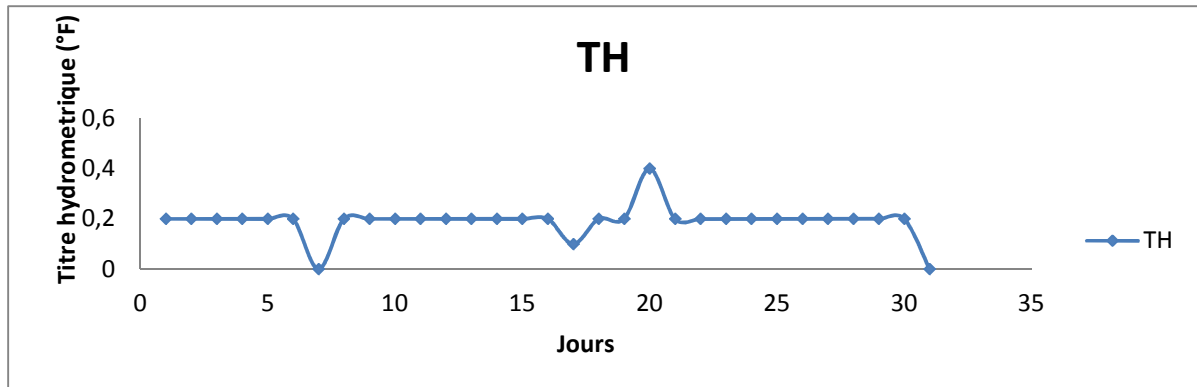


Figure N°04 : Valeurs de titre hydrométrique de l'eau osmosée

III-1.3. La teneur en Chlorure

La teneur des eaux en chlorures est extrêmement variée, et elle est liée à la nature des terrains qu'elles traversés. Elle nous indique sur la concentration de l'eau en ion (Cl⁻).

Les résultats obtenues, montrent que les taux de chlorure obtenus sont en moyenne de 200 à 500 mg/l. Ces résultats sont conformes au seuil des exigences de la norme de l'entreprise.

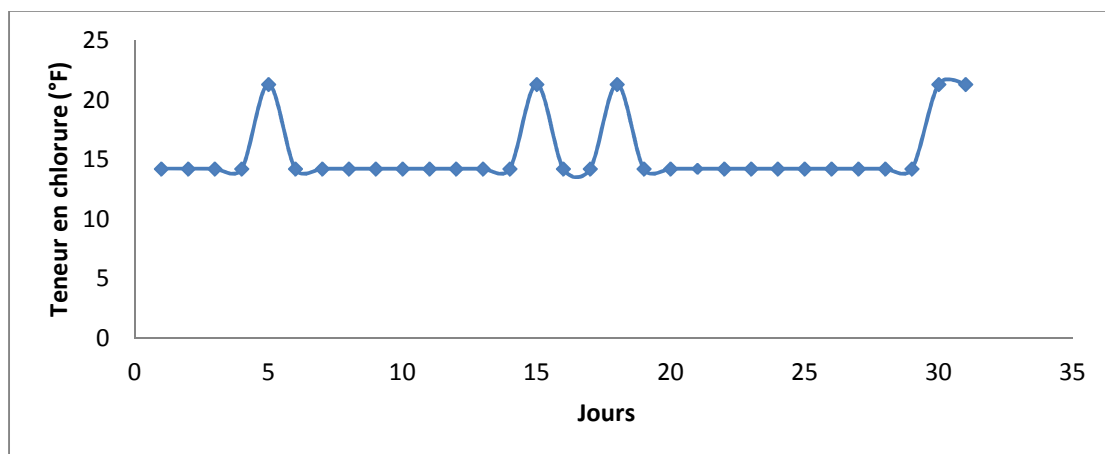


Figure N°05: Teneur en chlorure de l'eau osmosée

III-1.4. Le poids

La précision de poids de la margarine est un paramètre très important dans l'intérêt d'éviter les fraudes. Toutes erreurs peut entrainer soit des pertes financières pour l'unité (excédent de poids), soit être considérés comme une fraude au détriment du consommateur.

Les résultats de suivi de l'évolution de poids de la margarine pendant la durée d'un mois sont représentés dans la figure N° 06.

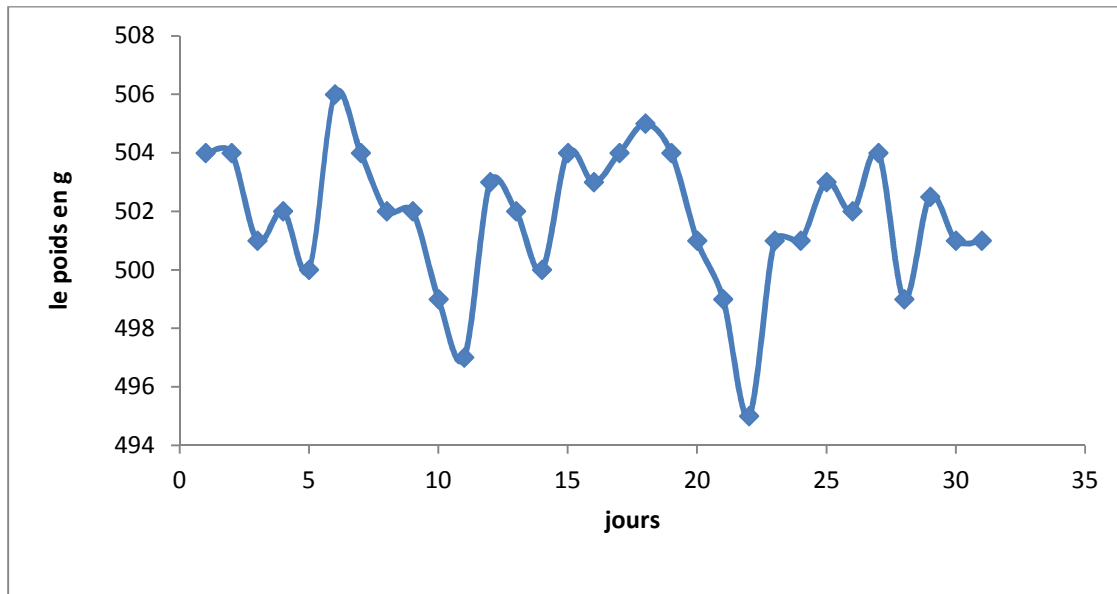


Figure N° 06: Suivi du poids de la margarine de feuilletage pendant un mois

Les résultats obtenus, montrent que le poids moyens de la margarine, établie par l'unité est de $500 \pm 10g$. Le résultat retrouvé est conforme à la norme visé par l'entreprise, ce qui confirme la bonne conduite des opérations de remplissage et d'emballage.

III-1.5. La couleur

Les résultats de suivi de la couleur de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, montrent que la margarine produite, possède une couleur teintée proche de celle du beurre (jaune pâle), qui est du à l'huile de palme naturellement colorée et l'addition des carotènes. Le résultat obtenu est conforme à l'exigence de l'entreprise.

III-1.6. La teneur en humidité

La détermination de la teneur en eau est très importante, car l'eau lui confère une consistance plastique et aspect brillant lors de la cristallisation. Les réactions d'hydrolyses

enzymatiques et l'oxydation se déroulent toujours en milieu aqueux, en plus de sa l'altération microbiologique est favorisée par la présence d'une forte teneur en humidité. Les résultats de suivi de l'humidité de la margarine de feuilletage sont représentés dans la figure N°07.

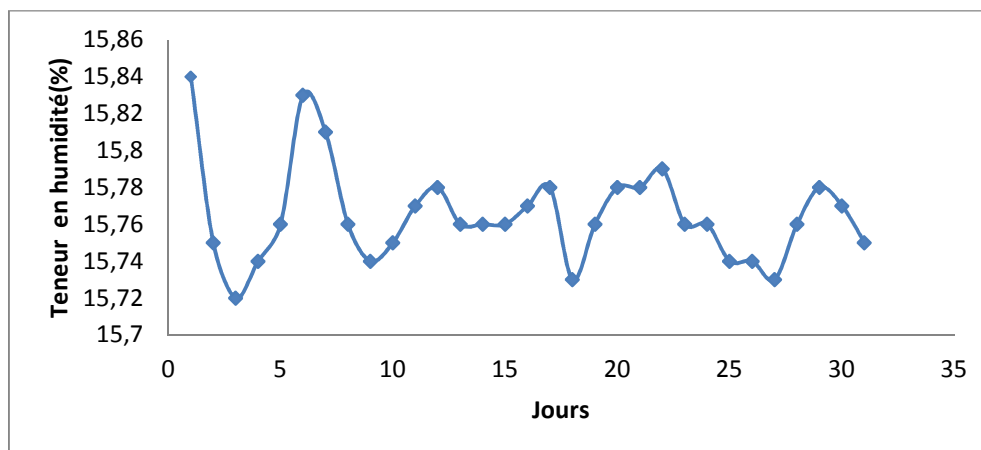


Figure N° 07: Teneur en humidité pour la margarine de feuilletage

Les résultats obtenus montrent que la teneur moyenne en humidité de la margarine étudié est de l'ordre de 15.76 %. Ce résultat indique la conformité à la norme exigée par l'entreprise qui est fixé aux alentours de 16 à 18%.

III-1.6.Potentiel d'hydrogène (pH)

Cette mesure concerne la phase aqueuse de la margarine et également l'eau osmosée utilisée pour la formulation de cette dernière. Sa détermination permet de prévoir le risque de contamination microbienne.

Les résultats de suivi de potentiel d'hydrogène (pH) de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N°08.

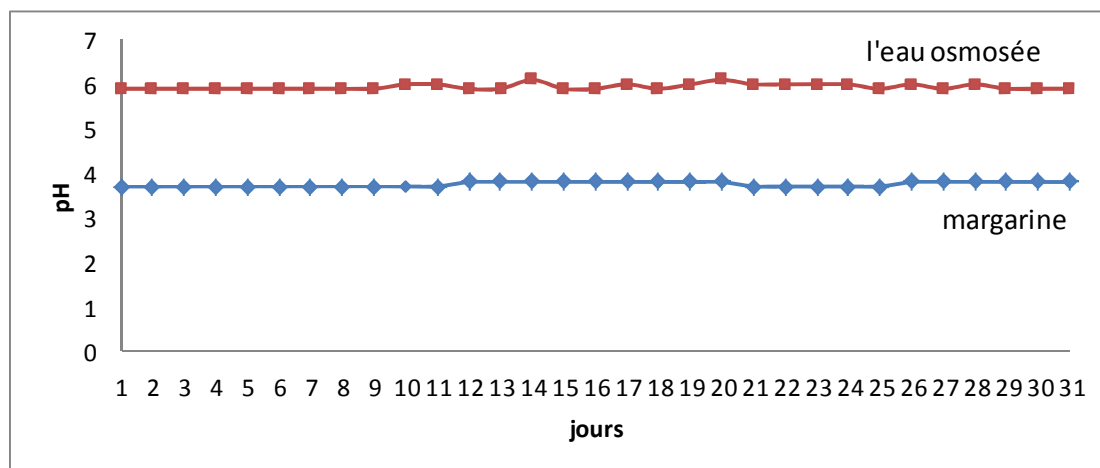


Figure N° 8: Evolution pH de la margarine de feuilletage et de l'eau osmosée

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs de (pH) de la margarine et de l'eau osmosée sont très stables au cours de temps, ce qui confirme la maîtrise de la technologie utilisée.

La valeur du (pH) de l'eau osmosée est en moyenne de l'ordre de 6. Cette valeur est conforme à la norme exigée par l'entreprise Cevital.

La valeur du (pH) de la margarine est en moyenne de l'ordre de 4. Cette valeur est conforme à la norme exigée par l'entreprise Cevital, qui est comprise entre 3,5 et 4,5.

Le but de recherché de cette acidité est d'empêcher le développement des microorganismes ou les faire ralentir.

III-1.7 Point de fusion

Les huiles végétales montrent des points de fusion élevés après interestirification. Alors que les corps gras d'origine animal (comme le beurre) ne manifestent que de légères modifications. Ceci s'explique en partie par la distribution intra position des acides gras au sein de triglycéride. Dans les huiles végétales, les acides palmitiques et stéariques sont distribués principalement sur les positions Sn-1 et -3 (Wolf, 1992).

Les résultats de suivie de point de fusion de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N° 09.

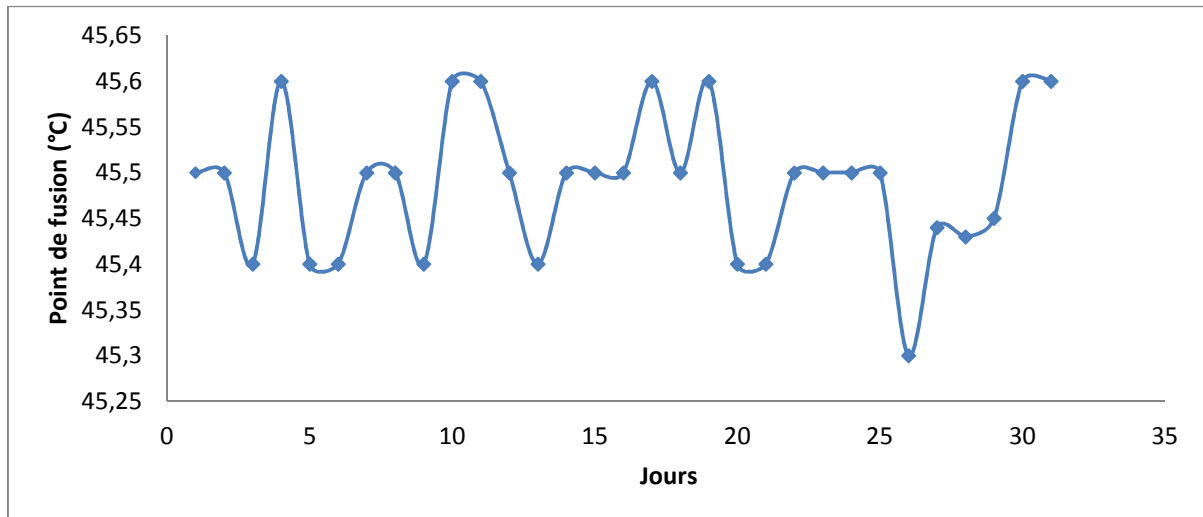


Figure N°09 : Evolution du point de fusion pour la margarine de feuilletage

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs du point des fusions obtenues sont de l'ordre 45,4 à 45,6, qui sont conformes à la norme fixée par l'entreprise.

Le point de fusion est en relation directe avec la composition en acides gras du la margarine.

III-1.8. Le taux de solide (corps gras solides)

Le taux en solide à diverses températures, présente des bonnes indications du comportement général de corps gras. Les résultats obtenus de suivie de taux de solide de la margarine étudié en fonction de la température sont représentés dans la figure n°10

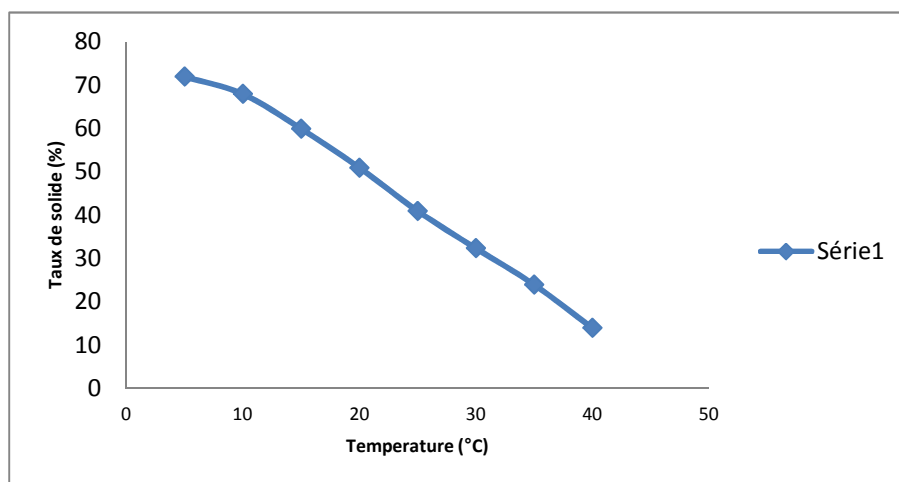


Figure N°10 : évolution de taux de solide de la margarine étudié en fonction de la température

D'après les résultats obtenus, le taux de solide de la margarine diminue avec l'augmentation de la température. Les moyennes des valeurs de taux de solides retrouvées pendant une période d'un mois sont représentées dans le tableau II.

Tableau II : Moyennes de taux en solide (SFC%) obtenues pendant 30 jours.

Température (°C)	5°C	10°C	15°C	20°C	25°C	30°C	35°C	40°C
Taux de solides (Moyenne des 30 jours)	72	68	60	51	41	32.4	24	14

La courbe de (SFC) obtenue permet de prévoir qu'à l'intervalle de 5°C à 25°C, une quantité importante de cristaux est formée (taux élevé en SFC), ce qui nous renseigne que le phénomène de l'hydrogénation est accéléré à cette intervalle dont la plus part des AGI sont transformés en AGS. Ce phénomène est la cause de passage de corps gras étudié de l'état liquide à l'état souhaitée (semi-solide), ce qui donne à la margarine sa plasticité et ces caractéristiques texturales.

La connaissance et la bonne maîtrise de ce paramètre est très important puisque il présente une opportunité à connaître et améliorer la formulation de produit commercialisé.

III-1.9. L'indice de peroxyde

Les premiers produits formés par oxydation sont les peroxydes ou les hydro-peroxydes qui évoluent vers des structures plus stables ; produits volatils et produits non volatils.

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

Les résultats de suivie de l'indice de peroxyde de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N°11

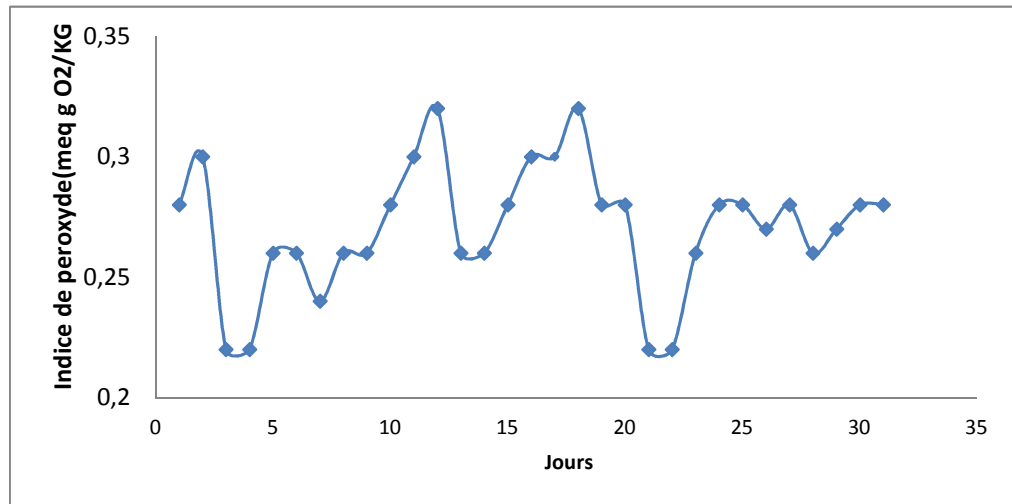


Figure N°11 : Evolution de l'indice de peroxyde de la margarine de feuilletage

Les valeurs de l'indice de peroxyde pour l'échantillon étudiée sont nettement inférieures à la norme utilisée comme référence qui est de 5 meq /Kg d'échantillon.

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs l'indice de peroxyde obtenues sont nettement inférieures à la norme fixée par l'entreprise qui de l'ordre de 5 meq /Kg d'échantillon.

III-1.10. L'acidité

L'acidité est le pourcentage d'acides gras libres exprimés conventionnellement selon la nature du corps gras en acide oléique pour les grandes majorités des corps gras, ou palmitique pour l'huile de palme ou laurique pour les graisses lauriques (Coprah, palmiste) (**Karleskind et Wolff, 1992**).

Les résultats de suivie de l'indice d'acidité de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N°12

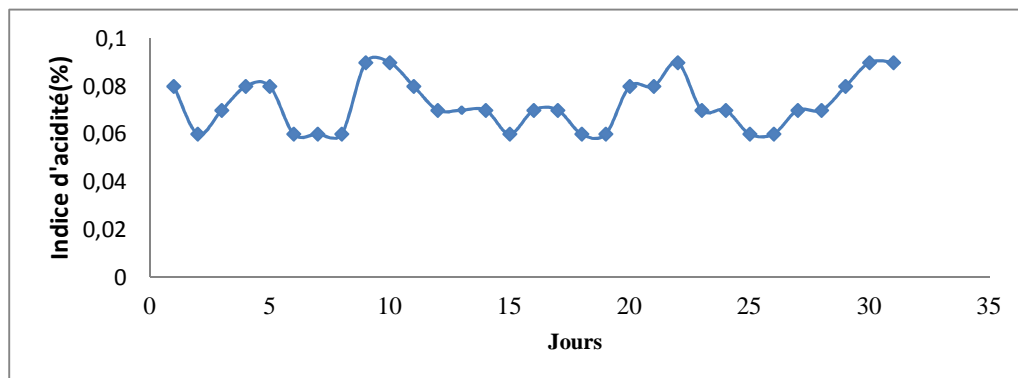


Figure N°12 : Evolution de l'indice d'acidité de la margarine de feuilletage

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs l'indice d'acidité obtenues varient de 0.04 à 0.09, avec une moyenne de l'ordre de 0.068 %. Ces résultats sont nettement inférieurs à la norme fixée par l'entreprise qui est inférieur ou égale 0.1%.

La faible acidité retrouvée peut être attribué au bon déroulement de raffinage des huiles utilisées dans la formulation de la phase grasse de cette margarine.

D'après **Karleskind et Wolff (1992)**, un corps gras est à l'abri de l'altération par hydrolyse si son acidité est $\leq 0.1\%$. Ce ci prouve que la margarine étudié est loin de risque de cette altération pour une bonne période si elle est conservée dans les conditions frigorifiques.

III-1.12. L'indice d'iode

L'indice d'iode est une appréciation de l'insaturation des acides gras et de leurs esters. Les résultats de suivie de l'indice d'iode de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N°13.

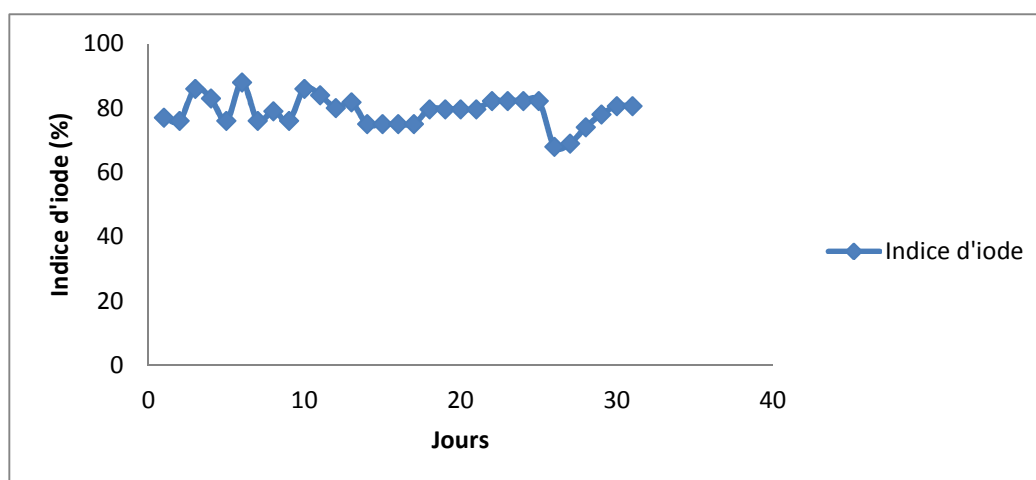


Figure N°13 : Evolution de l'indice d'iode de la margarine de feuilletage étudié.

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs de l'indice d'iode de la margarine de feuilletage étudié varient de 68 à 88 %, avec une moyenne de 83%. Ces résultats sont conformes a la valeur fixée pas l'entreprise Cevital.

III-1.11.Taux de sel

L'addition de sel à la margarine a pour but d'améliorer la sapidité et inhiber le développement de certaines bactéries, ce qui permet le prolongement de la durée de conservation.

Les résultats de suivi de taux de sel de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans la figure N° 14

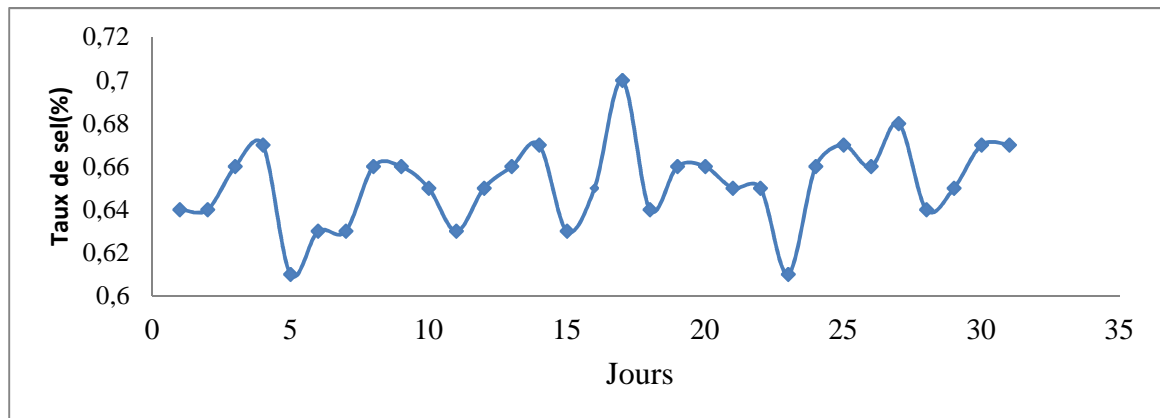


Figure N° 14: Evolution du taux de sel de la margarine de feuilletage étudié

Les résultats de la présente étude, montrent que les valeurs du taux de sel de la margarine de feuilletage étudié varient de 0,61 à 0,68 %, avec une moyenne de 0,65%. Ces résultats sont conformes à la valeur fixée par l'entreprise Cevital, qui est inférieure ou égale à 1%.

D'après **Karleskind et Wolff(1998)**, la teneur en sel varie de l'ordre de ($\leq 1\%$) pour la margarine de feuilletage.

Les résultats obtenus prouvent que le contrôle des paramètres physico-chimiques de ce produit est bien effectué, ce qui donne une qualité satisfaisante et cela dû à la compétence du personnel de laboratoire et aussi à la fiabilité des équipements utilisés.

III-2. Résultats de suivi des analyses microbiologiques

L'interprétation des résultats microbiologiques dépend de l'exploitation des résultats obtenus dans le but de vérifier que la qualité de l'aliment correspond aux objectifs que l'on s'est fixé (respect de la qualité sanitaire et de la qualité commerciale courante ainsi le contrôle et amélioration des fabrications). Elle dépend également de la méthode utilisée: plan à 3 classes ou plan à 2 classes pour les germes pathogènes (**selon la norme internationale spécifique pour chaque bactérie**).

III-2.1. Germes aérobies totaux

La flore mésophile aérobie totale est constituée d'un ensemble de microorganisme correspondant aux germes banals de contamination qu'il n'est pas toujours nécessaire de définir au plan taxonomique.

Ces germes ne possèdent pas de répercussion du point de vue qualitatif (altération du produit) et hygiénique (santé de consommateur) qu'au-delà de certains taux (**Guiraud et Rosec, 2004**).

Les résultats de suivie de la flore aérobie totale de l'eau osmosée, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans les figures suivantes

Tableau III : Taux de germes aérobies totaux retrouvés dans l'eau osmosée à 37°C.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	0	20
Echantillon 2	1	
Echantillon 3	0	
Echantillon 4	2	
Echantillon 5	1	

Tableau IV: Taux de germes aérobies totaux retrouvés dans l'eau osmosée à 22°C

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	0	100
Echantillon 2	0	
Echantillon 3	0	
Echantillon 4	0	
Echantillon 5	1	

Les résultats de suivi de la flore aérobie totale de la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans les figures suivantes.

Tableau V: Taux de germes aérobies totaux retrouvés à 30°C dans la margarine de feuilletage.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	09	10^2
Echantillon 2	06	
Echantillon 3	03	
Echantillon 4	06	
Echantillon 5	10	

La flore mésophile aérobie totale est constituée d'un ensemble de microorganisme correspondant aux germes banals de contamination qu'il n'est pas toujours nécessaire de définir au plan taxonomique.

Ces germes n'agissent pas et n'ont pas de répercussion du point de vue qualitatif (altération du produit) et hygiénique (santé de consommateur) qu' au-delà de certains quantité (**GUIRAUD ET ROSEC, 2004**).

La recherche et le dénombrement de ces germes est effectuée sur un milieu solide et selon la norme précisée (**ISO4833/2003**), en appliquant un plan à 3 classes dont les valeurs sont comprises entre **3m** et **10m**.

Sachant que : **m**= 10^2 UFC /g (cas de margarine de feuilletage et eau osmosée à 22°C) et **m**=20 UFC /g (eaux osmosées à 37°C), et les résultats sont calculés comme suit :

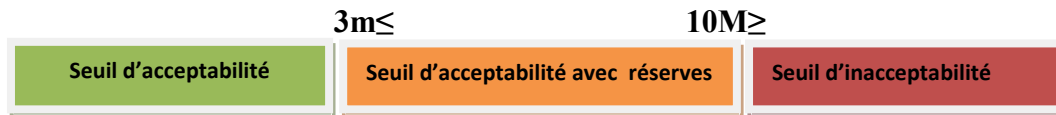
Pour la margarine de feuilletage à 30°C et l'eau osmosée à 22°C : **3m**= $3 \cdot 10^2$ (300) et **10m** (M)= $10 \cdot 10^2$ (1000 colonies /g)

Pour l'eau osmosée à 37°C: **3m**= $3 \cdot 20$ (60) et **10m** (M)= $10 \cdot 20$ (200 colonies /g)

Le produit est jugé acceptable sans réserve si les résultats sont \leq à $3 \cdot 10^2$ (300) UFC/g. pour la margarine de feuilletage à 30°C et pour l'eau osmosée à 22°C, et les valeurs doivent être \leq 20UFC/g pour l'eau osmosée à 37°C

Les produits est jugé acceptable avec réserve si les valeurs sont entre 300 colonies et 1000 colonies pour la margarine de feuilletage et entre 60et 200 pour l'eau osmosée.

Les produits est jugé Inacceptable si les résultats sont supérieur à 1000 colonies/g pour la margarine de feuilletage et supérieur à 200 dans le cas de l'eau osmosée



Germes aérobies

(Margarine de feuilletage +eau osmosée)

D'après les résultats obtenues pour les germes aérobies totaux à 37°C et à 22°C pour l'eau osmosée les valeurs retrouvées sont inférieures à la norme pour l'eau osmosée ce qui implique que cette eau utilisé dans la formulation de la margarine présente une faible charge microbienne qui est dû aux déférentes traitements appliqués tel que la désinfection avec des rayons UV.

Le résultat de la flore mésophile aérobie totale de la margarine de feuilletage est conforme à la norme ce qui montre le respect des bonnes pratiques de fabrication et l'ajout de certains ingrédients tel que le sel qui possède la capacité de capté l'eau et d'empêcher la croissance des microorganismes.

III-2.2. Les levures

Les résultats de dénombrement de levures dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau VI : Résultats de dénombrement de levures dans la margarine étudiée.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	0	10
Echantillon 2	0	
Echantillon 3	0	
Echantillon 4	0	
Echantillon 5	0	

Les levures sont des eucaryotes hétérotrophes faisant partie des champignons chez lesquels la forme unicellulaire est prédominante, elles se distinguent aisément des bactéries par leur taille plus grande et par leur reproduction végétative. Elles sont généralement acidophiles et mésophiles, se multipliant à des pH compris entre 3 et 7.5 et à des températures optimales voisinant les 25 et 28°C. (Bourgeois et Larpent, 1996).

Le dénombrement est effectué sur milieu solide donc les valeurs sont comprises entre **3m** et **10m**.

La norme exigée par l'organisation **ISO (21527-2/2008)** est de 10 UFC/g, donc les résultats sont : **3m** = 3.10 et **10m (M)** = 10 .10 (100 colonies /g), dont l'interprétation est comme suit :

- le produit est jugé acceptable sans réserve si le résultat est \leq à 3.10(30)/g colonies
- le produit est jugé acceptable avec réserve si les valeurs sont entre 30 colonies et 100 colonies
- le produit est jugé Inacceptable si les résultats sont supérieur à 100 colonies/g



Levures dénombrés sur la margarine de feuilletage

D'après les résultats obtenues pour le dénombrement des levures sur la margarine de feuilletage on constate l'absence de ces dernières sur le produit analysé ce qui implique que ce produit est satisfaisant par rapport au taux de levures exigé par la norme cela ne peut être expliqué que par l'application d'un traitement thermique efficace (pasteurisation), le respect de la chaîne de froid et la présence de certains ingrédients qui ont des propriétés fongistatique et bactériostatique.

III-2.3. Pour les salmonelles

Les résultats de la recherche de salmonelles dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau VII : Résultats des recherches des salmonelles dans la margarine étudiée.

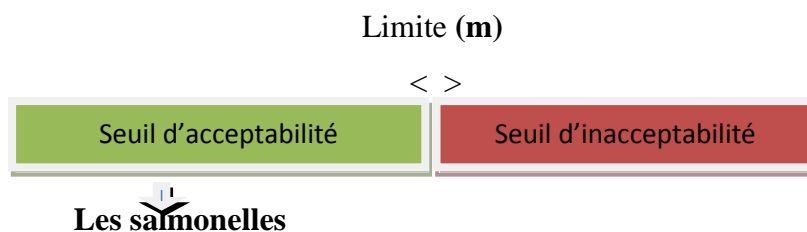
Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	Absence	Absence
Echantillon 2	Absence	
Echantillon 3	Absence	
Echantillon 4	Absence	
Echantillon 5	Absence	

Les salmonelles sont des bactéries pathogènes leur recherche et leur identification permet de prévenir le danger possible d'un produit. Elles sont la cause principale des troubles digestifs de type gastro-entérite (vomissement, diarrhées, douleurs abdominales, etc.) avec frisson fièvre. La contamination se fait soit par des porteurs sains ou malades mais les germes sont très sensibles à la chaleur (Gledel, 1996).

L'interprétation des résultats obtenus, pour cette catégorie des bactéries, cible leur absence ou leur existence dans le produit analysé (margarine de feuilletage) et cela exige d'étudier son cas dans le plan à 2 classes ($n=5$, $c=0$).

Les résultats retrouvés montrent clairement leur absences dans tout les échantillons de margarines analysés, ce qui prouve la conformité avec la norme internationale **ISO (6579/2002)**.

L'absence des salmonelles dans le produit analysé peut être due à l'application d'un traitement thermique efficace (pasteurisation) et l'addition des ingrédients qui ont des propriétés fongistatiques et bactériostatiques.



III-2.4. Pour les *staphylococcus aureus*

Les résultats de la recherche de *staphylococcus aureus* dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau VIII : Résultats des recherches de *staphylococcus aureus* dans la margarine étudiée.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	Absence	10 UFC/ml
Echantillon 2	Absence	
Echantillon 3	Absence	
Echantillon 4	Absence	
Echantillon 5	Absence	

Staphylococcus aureus est un germe appartenant au groupe des cocci Gram positif, immobile, asporulés et pousse en amas. Ils sont catalases (+), mésophiles, le type respiratoire étant aérobie ou anaérobie sur gélose viande foie. Ce sont des saprophytes de la peau et des muqueuse des êtres vivants ce qui en ont fait des agents de contamination par manipulation (De Buyser, 1996).

Le résultat qu'on a eu (absence dans ce produit « margarine » après son interprétation à un plan à 3 classes, avec un dénombrement sur un milieu liquide) est satisfaisant. ($n=5$, $c=0$) (ISO 6888-1/2003).



Staphylococcus aureus

L'absence du noircissement dans le milieu GC, qui est le résultat du non réduction de tellurite au tellure. Ce résultat est attribué aux mesures prise lors du processus de fabrication qui comporte l'addition de conservateur tels que l'acide ascorbique qui inhibe la croissance des microorganismes aérobies, en jouant sur le pouvoir oxydatif du milieu. Ainsi que la température d'entreposage qui constitue un facteur extrinsèque inhibant le développement des bactéries mésophiles et thermophiles.

III-2.5 Les coliformes fécaux

Les coliformes fécaux sont des bacilles à Gram négatif, non sporulés, oxydase négatif, aérobies ou anaérobies facultatifs, capables de se multiplier en présence de sels biliaires ou d'autre agents de surface ayant des propriétés équivalentes et ils sont capables de

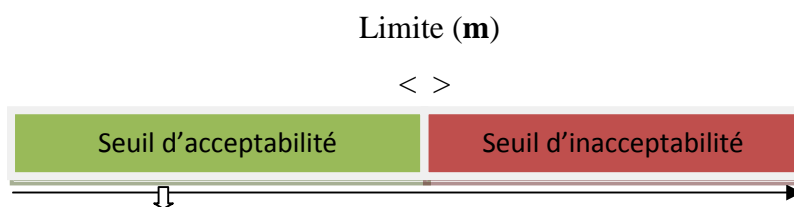
fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 48h à une température de 35° et 37°C (**Bourgeois et Larpent, 1990**).

Les résultats de la recherche des coliformes fécaux dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau IX: Résultats des recherches de coliformes fécaux dans la margarine étudiée.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	Absence	Absences
Echantillon 2	Absence	
Echantillon 3	Absence	
Echantillon 4	Absence	
Echantillon 5	Absence	

L'interprétation de résultat de cette catégorie se base sur l'étude de son présence ou son absence dans le produit (l'eau osmosée et la margarine), ce qui permet de répartir ces bactéries à un plan à 2 classe qui désigne d'évaluer le résultat comme satisfaisant (**n=5, c=0**) et cela d'après ce que précise la norme (**ISO7251/2005**).



Les coliformes fécaux

Les coliformes fécaux ont la capacité de fermenter le lactose et de produire le gaz dans le milieu BCPL. L'absence de virage au jaune et de production de gaz (pas de fermentation de lactose et de production de gaz) confirme l'absence de ces bactéries, indiquant ainsi la bonne pratique d'hygiène pendant tout le processus de fabrication.

III-2.6. Les Clostridium sulfito-réducteurs

Les Clostridium sont des bacilles Gram positif, souvent de grande taille, isolés ou en chaînettes. Les cultures âgées peuvent apparaître Gram négatif. Ces bactéries sont généralement mobiles et sporulées. La forme des spores a une grande importance taxonomique. Les Clostridium sont catalase négatif et anaérobies strictes. Cependant quelques

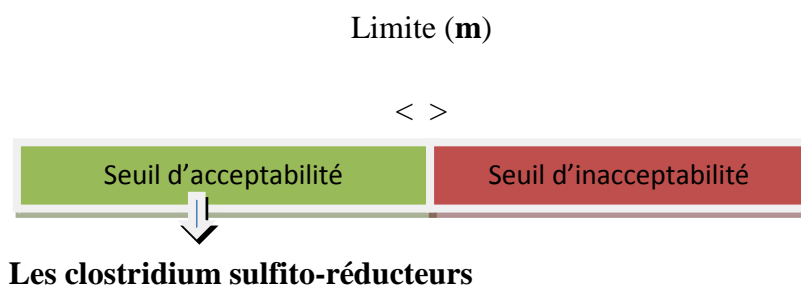
rare espèces sont aérotolérantes. Ils sont en général mésophiles et supportent des variations assez importantes de pH et de température. Quelques espèces sont thermophiles.

Les résultats de la recherche des clostridium sulfito-réducteurs dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau X: Résultats des recherches de clostridium sulfito-réducteurs dans la margarine étudiée.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	Absence	Absences
Echantillon 2	Absence	
Echantillon 3	Absence	
Echantillon 4	Absence	
Echantillon 5	Absence	

Les Clostridium sulfito-réducteurs sont recherchés seulement dans l'eau osmosée. Les résultats obtenus sont interprétés en se basant sur un plan à 2 classes ($n=5$, $c=0$), qui sont négatif et ne présente aucune tolérance.



Les résultats obtenus, indiquent l'absence totale de ces germes dans le produit analysé, ce qui reflète l'efficacité des traitements appliqués pour la destruction des germes pathogènes dans l'eau osmosée utilisée pour la formulation de la margarine.

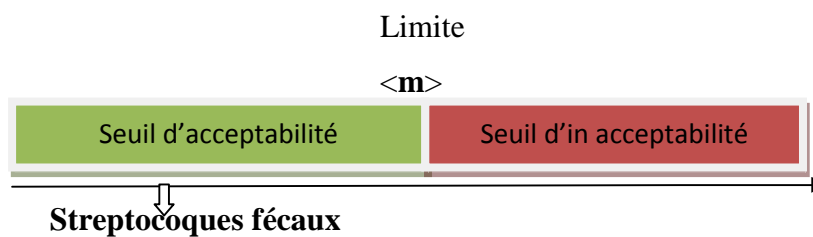
III-2.7. Streptocoques fécaux

Les streptocoques fécaux sont des bactéries aérobies, arrondies, Gram positif. Les streptocoques se présentent en chaînes ou par paires et certains groupes sont pathogènes pour l'homme. Parmi les infections à streptocoques, on trouve : l'angine, la scarlatine, l'érysipèle, la fièvre puerpérale et certaines pneumonies (**Pierre Guiraud, 1998**).

Les résultats de la recherche des streptocoques fécaux dans la margarine de feuilletage parisienne, pendant la durée d'un mois, sont représentés dans le tableau suivant.

Tableau XI: Résultats des recherches de streptocoques fécaux dans la margarine étudié.

Echantillons	Résultat	La norme
Echantillon 1	Absence	Absences
Echantillon 2	Absence	
Echantillon 3	Absence	
Echantillon 4	Absence	
Echantillon 5	Absence	



Leur interprétation cible le plan à 2 classes ($n=5$, $c=0$). Les résultats obtenus, montrent l'absence totale de ces germes dans le produit analysé. C'est résultat sont conforme à la norme qui prouve la bonne qualité de l'eau utilisé de point de vue sanitaire et hygiénique.

Au vu des résultats et leur correspondance aux normes, la margarine qui a fait l'objet de nos différentes analyses, s'avère, selon **la norme internationale ISO** spécifique pour chaque bactérie, un produit de qualité microbiologique satisfaisante.

Conclusion

Conclusion

A l'ère de la mondialisation, les exigences du consommateur ne cessent d'augmenter. Il est devenu primordial à toute entreprise agroalimentaire ayant comme objectif de conquérir le marché et de fidéliser le consommateur à ces produits ; d'acquérir les outils qui garantissent la qualité de ces produits commercialisés.

Le présent travail a pour objectif d'évaluer la qualité de la margarine de feuilletage « la parisienne » produite par le complexe *Cevital*, cela en consacrant au contrôle des paramètres physico-chimiques tels que l'acidité, point de fusion et taux de l'humidité...et aux différentes analyses microbiologiques effectuées sur ce produit afin de dénombrer et rechercher les différents germes. Cela en évitant l'altération (du à l'auto-oxydation accélérée et à l'hydrolyse des triglycérides) et la contamination (présence de germes pathogènes « salmonelles ») qui peut toucher à la fois la qualité de produit et la santé de consommateur.

Les résultats des analyses physico-chimiques et microbiologiques obtenus sont tous conformes à la norme ce qui montre le respect des paramètres technologiques de fabrication, et au respect des règles d'hygiène au niveau de toutes les étapes de fabrication ainsi que la compétence du personnel de l'unité de margarinerie.

Afin d'assurer une bonne qualité du produit du point de vue nutritionnel et hygiénique, il est nécessaire de respecter les règles d'hygiène au niveau de toutes les étapes de fabrication. Il est également recommandé d'effectuer des contrôles réguliers sur la phase grasse, la phase aqueuse et sur les ingrédients.

En termes de perspective, et afin de compléter la présente étude, il serait intéressant :

- De disposer de salle de dégustation équipée d'installations nécessaires à réaliser les analyses sensorielles.
- De réaliser des tests rhéologiques complémentaires par texturo-métrie et rhéomètre, nécessaire pour l'appréciation de la texture.
- De Déterminer la composition quantitative et qualitative en acides gras, par l'étude de l'aspect toxicologique des divers additifs dont l'utilisation ne cesse d'évoluer ainsi que le dosage des composés volatils.

- élaborer autres types de margarine par l'exploitation des écorces des agrumes comme le citron, orange...

Références bibliographiques

A

Ahmade M. et Clyde S. (2002). Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. ASA Américain Soybeau association.

Alais C. et Linden G. (1997). Corps gras. In «Abrégé de biochimie alimentaire». Masson, Paris. 231. ISBN : 2-225-82853-9. (p : 234-241).

Anny Frey et Andr~ C. Bach. (1993). Les lipides structures à base d'acides gras à chaine moyenne. Actualité et perspectives en nutrition artificiel Laboratoire de la Clinique Médicale A, Hôpital civil, Strasbourg.

B

Benassayag C. al (1978). Glucide-Lipides. Edition Marketing. Groupe Sigma. P: 245.

C

Cecile C. (1997). Microbiologie alimentaire-Technique de laboratoire. ISBN-2-7430—0155-0. Lavoisier, paris. P :465.

Charles A, GuyL., Laurent.M. (2003). Biochimie alimentaire. Dunod. Paris.

Champetier G. (1956). Les industries des corps gras. Lavoisier.F.75008. Paris. P : 283-285-286-288.

Cheftel J-C. et Cheftel H. (1977). Les principaux systèmes biochimiques alimentaires-comportement au cours des traitements. In «Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments». Tec et Doc-Lavoisier, Paris.1 : 254-255, 264. ISBN : 2-85206-827-3. P : 254-257.

Chikhoune A. (2011). Textured'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestirifiées). Université Mentouri-Constantine.

Ciquial F.F.N. (1987). Répertoire générale des aliments. Edition instituts national de la recherche agronomique 145, rue de l'université F75007 Paris. P : 11.

D

Danielle G. al. (2008). Nutrition lipidique, santé et sport. (73) : 57-62.

Denise J. (1992). Raffinage des corps gras. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 2 : 793, 806, 810. ISBN : 2-85206-662-9. P : 790-793.

De Buyser M-L. (1997). les staphylococcus.Aureus.in: microbiologie alimentaire-technique de laboratoire. Lavoisier. Paris. P : 267.

Diatta T. (1998).contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal : les huiles végétales. Université Cheikh Anta Diop de Dakar.

Djouab A. (2007). Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Mémoire de Magister : Génie alimentaire-Boumerdes.

E

Elisabeth V. (2008). Aliment et boisson : Filières et produits. Wolters Kluwer France. P : 200.

F

Faur L. (1992).Transformation des corps gras à des fins alimentaires. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 2 : 938, 948, 950, 954, 957-961, 980, 984. ISBN : 2-85206-662-9.

François R. (1974). Margarine. In «Les industries des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 290-291.

G

Gerard L. al (2008). Food Emulsifiers and Their applications. ISBN: 978-0-387-75283-9 e-ISBN: 978-0-387-75284-6. DOI: 10.1007/978-0-387-75284-6. Library of Congress Control Number: 2008922727.

Giraud J.P et Roec J.P. (2004). Pratique des normes en microbiologie alimentaire. ISBN : 2-12-4452-11-8. (P : 113 -165).

Gledel J. (1996). *Salmonella* in : microbiologie alimentaire. Lavoisier. Paris. P : 62.

Gornay J. (2006). Transformation par voie thermique de triglycérides et acide gras. Application à la valorisation chimique des déchets lipidique. RP2E-E.N.S.I.C.NANCY.

Graille J. (2003). Lipides et corps gras alimentaire. Lavoisier. Paris. ISSN : 0243. ISBN : 2-7430.0594-7. P : 183.

H

Hanser D., Sebald M. (1996). Les clostridiums in : microbiologie alimentaire. Lavoisier. Paris. P : 122.

Himed L. (2011). Evaluation de l'activité antioxydante des huiles essentielles de Citrus Limon : application à la margarine. Université Mentouri-Constantine.

J

Jari A, Ann-Charlotte A. (2007). Vegetable oils and fats. ISBN 978-91-633-1420-9.

Jen Rodier et Coll, (2005). L'analyse de l'eau, 8eme édition DUNOD.

Juliette C. al (2002). Les Corps Gras : Entre Tradition et Modernité. Projet réalisé dans le cadre du DESS QUALIMAPA.

K

Karleskind A. et Wolff J.P. (1992). Manuel des corps gras. Ed: Tech et Doc. 1579p.

Kartika I-A. (2005). Le tournesol pour la production d'huile: situation des connaissances. In «Nouveau procédé de fractionnement des graines de tournesol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l'huile de tournesol». Thèse doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse. P : 44.

L

Linden G. et Lorient D. (1994). «Biochimie agroindustrielle : valorisation alimentaire de la production agricole». Masson, Paris. 96. ISBN : 2-225-84307-4

Louisot P. (1980). Lipides et dérivés isopréniques. In «Biochimie». SIMEP SA – Villeurbanne, France. 2 : 262. ISBN : 2-85334-162-3.

M

Morin O. (2005). Acide gras trans récents de développements. Monge, parc industriel F 33600 Pssac.

P

Pagès-Xatart-Parès X. (2008). Technologies des corps gras (huiles et graisses

Végétales). Dans : Techniques de l'ingénieur, traité de Génie des procédés. F 6 070. 19p. 18p.

Poisson J-P. et Narce M. (2003). Corps gras alimentaires : aspects chimiques, biochimiques et nutritionnels. In «Lipides et corps gras alimentaires». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 2-3, 21-22. ISBN : 2-7430-0594-7.

R

Richard D., O'Brien. (2009). Fats and oils. CRC press, Taylor et Francis group.

Robert J., Whitehurst. (2004). Emulsifiers in food technology. Blackwell publishing Ltd.

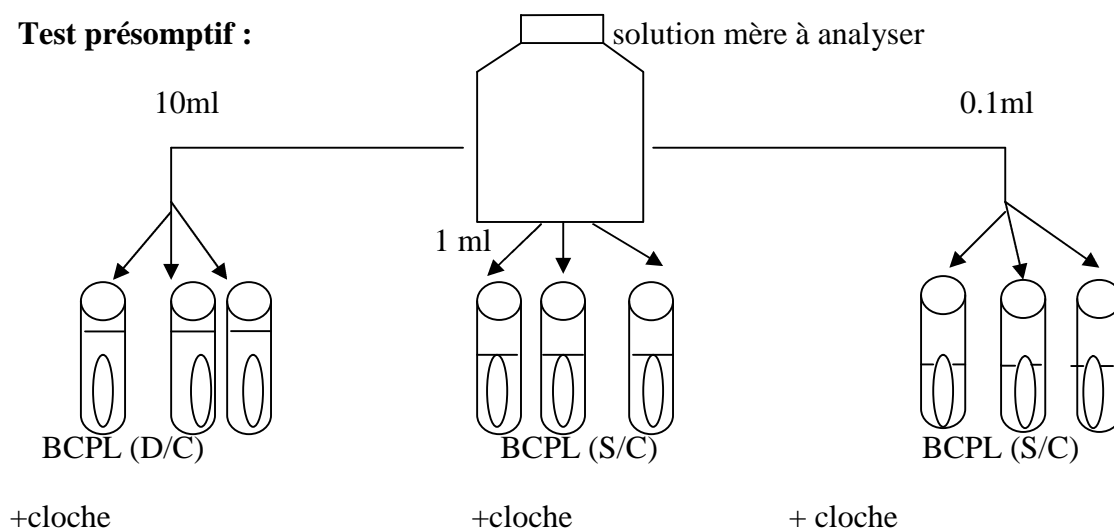
T

Thivilliers F. (2007). Gels d'émulsions à base d'huiles cristallisables : mécanismes de formation et propriétés rhéologiques. École doctorale des sciences chimiques, Université Bordeaux 1.

U

Ucciani E. et Debal A. (1992). Propriétés chimiques des corps gras. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 1 : 330. P : 318-424.

Test présomptif :



Incubation 37°C/48 heures

➤ Le test est positif

- virage du milieu au jaune
- production de gaz

⇒ Présence des coliformes totaux



1 à 2 gouttes de tube positif



De BCPL

Schubert +cloche

Incubation 44°C/24 heures

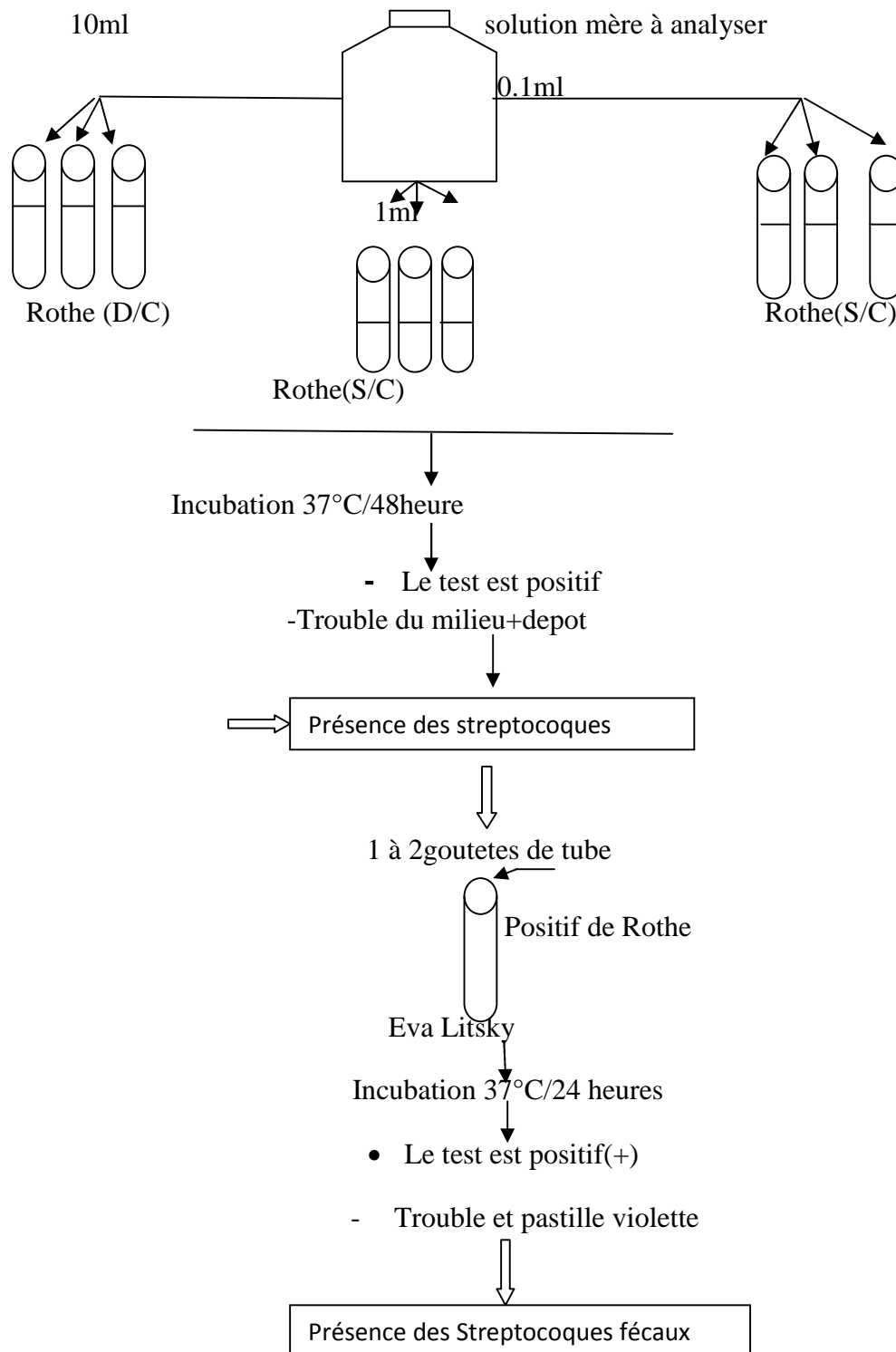
- Le test est (+) : trouble +production de gaz



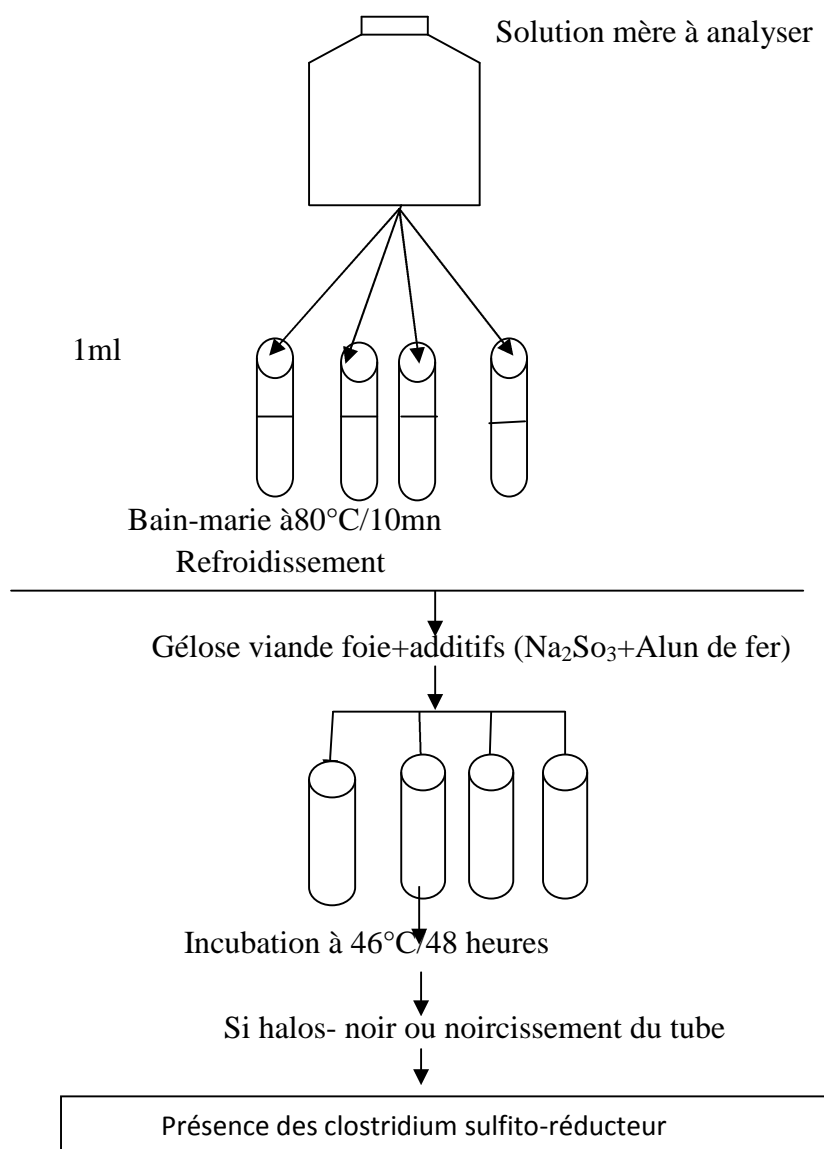
Quelques gouttes de réactif
de Kovacs



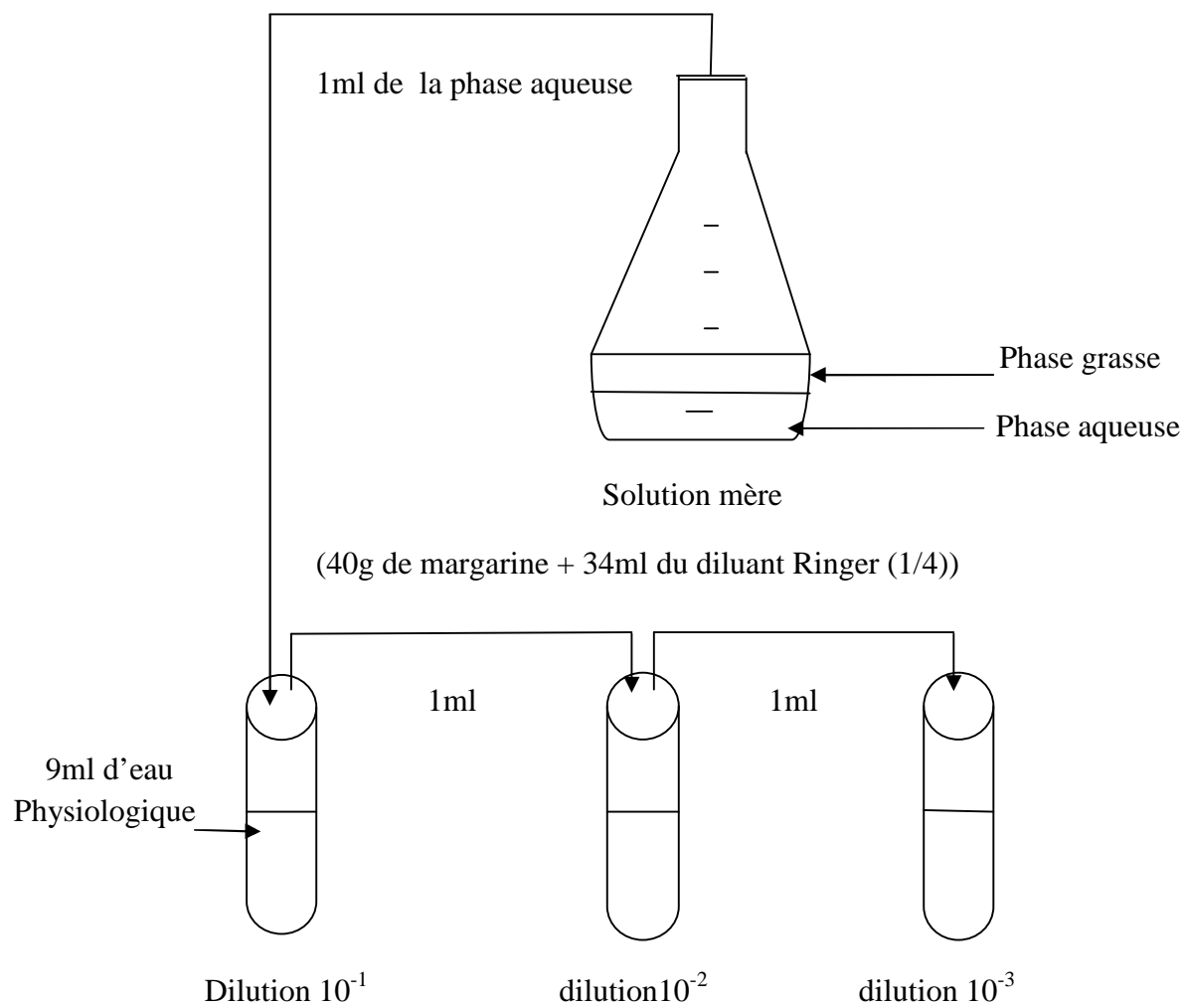
Anneau rouge à la surface ⇒ indole(+) → **présence d'E. Coli**



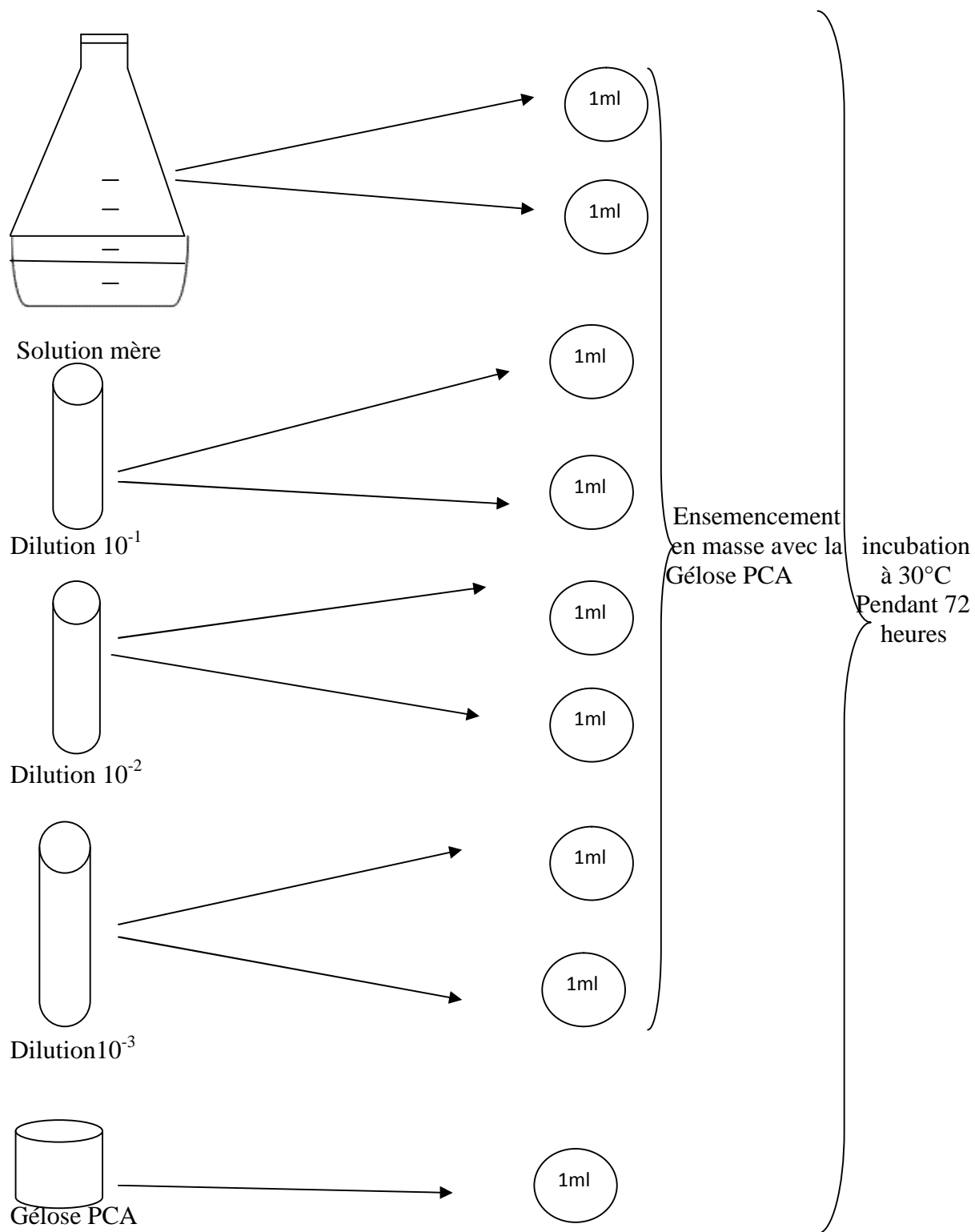
Annexe II : Recherche et dénombrement des Streptocoques fécaux



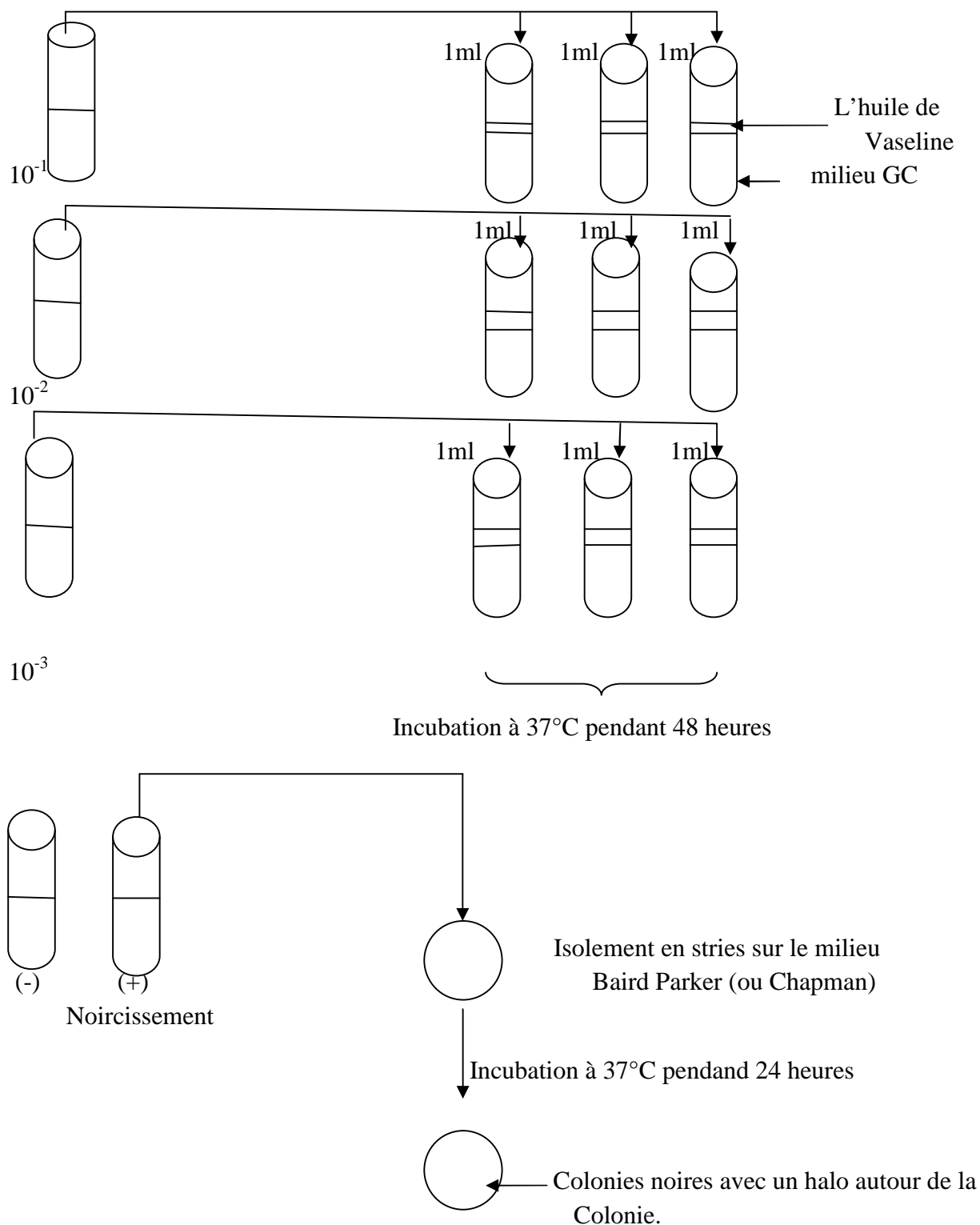
Annexe III : Recherche des clostridium sulfito-réducteurs



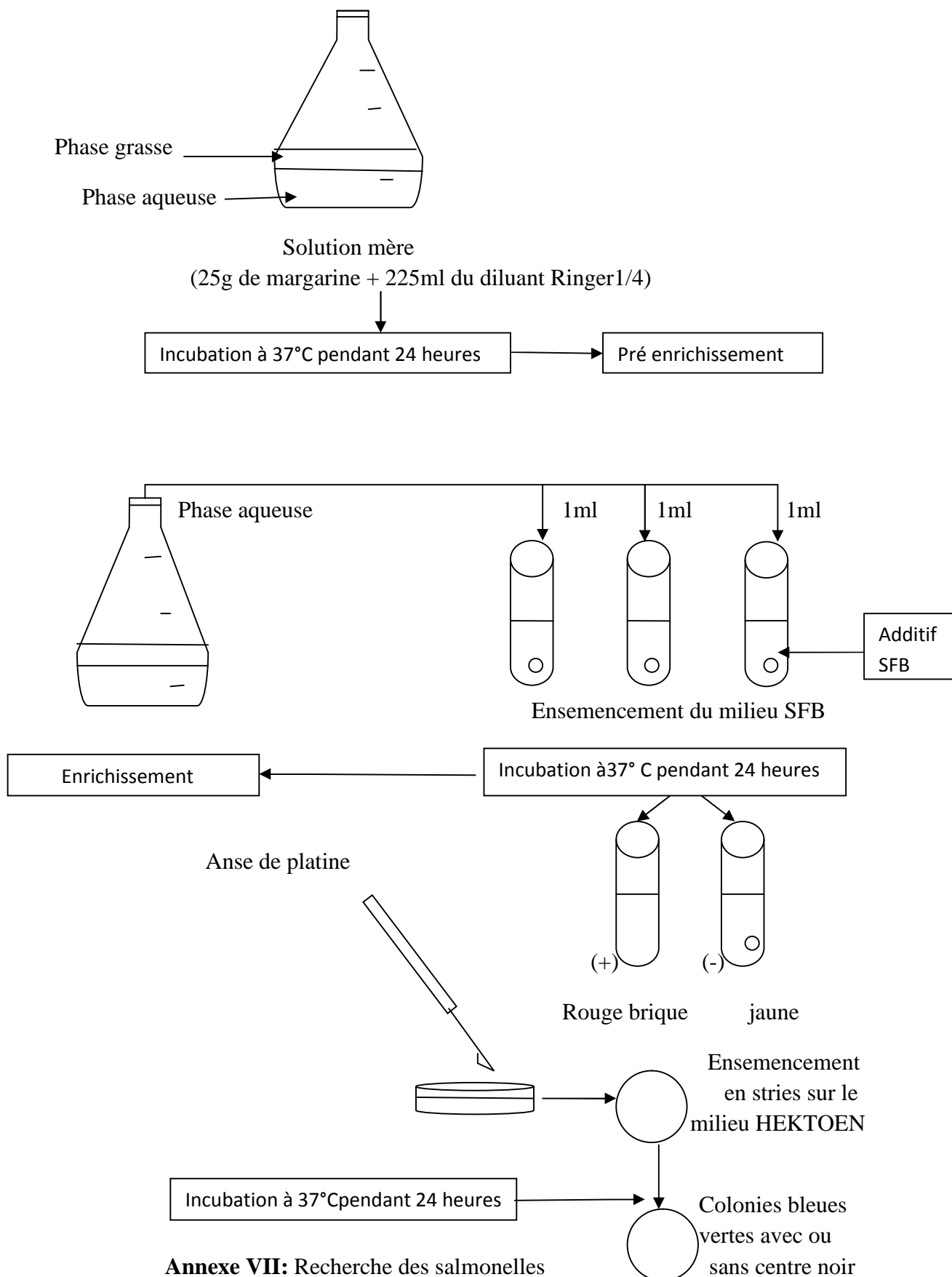
Annexe IV: Préparation de la solution mère et des dilutions.



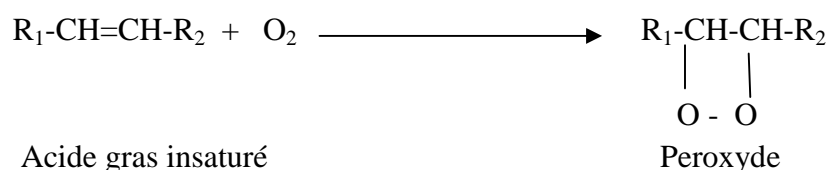
Annexe V : Dénombrement des germes aérobies totaux à 30°C



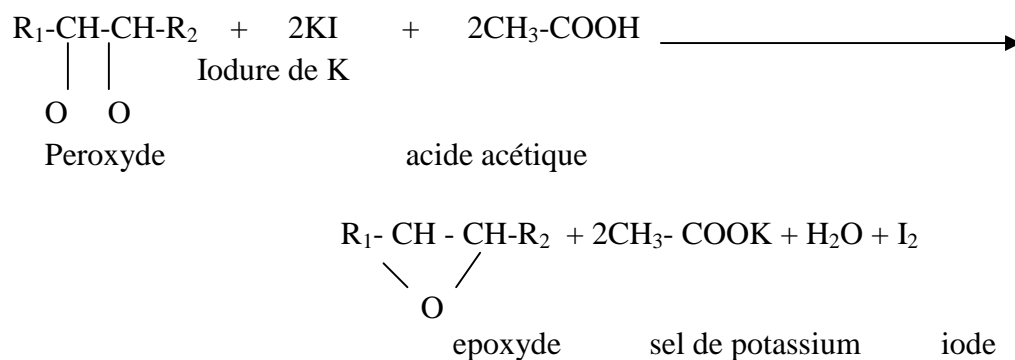
Annexe VI: Recherche de *staphylococcus aureus*.



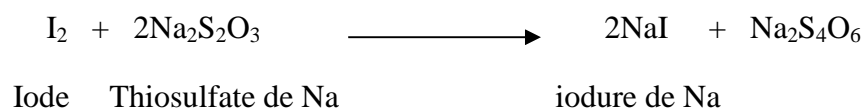
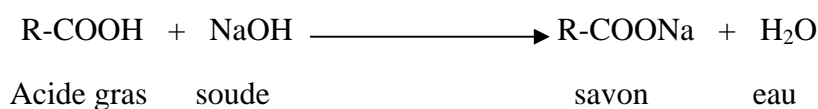
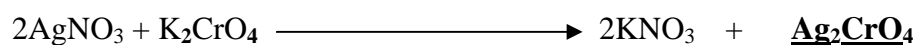
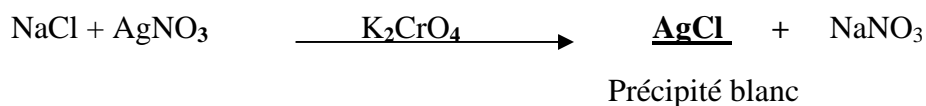
✓ Réaction de formation de peroxyde :



✓ Réaction d'iodure de potassium en milieu acide :

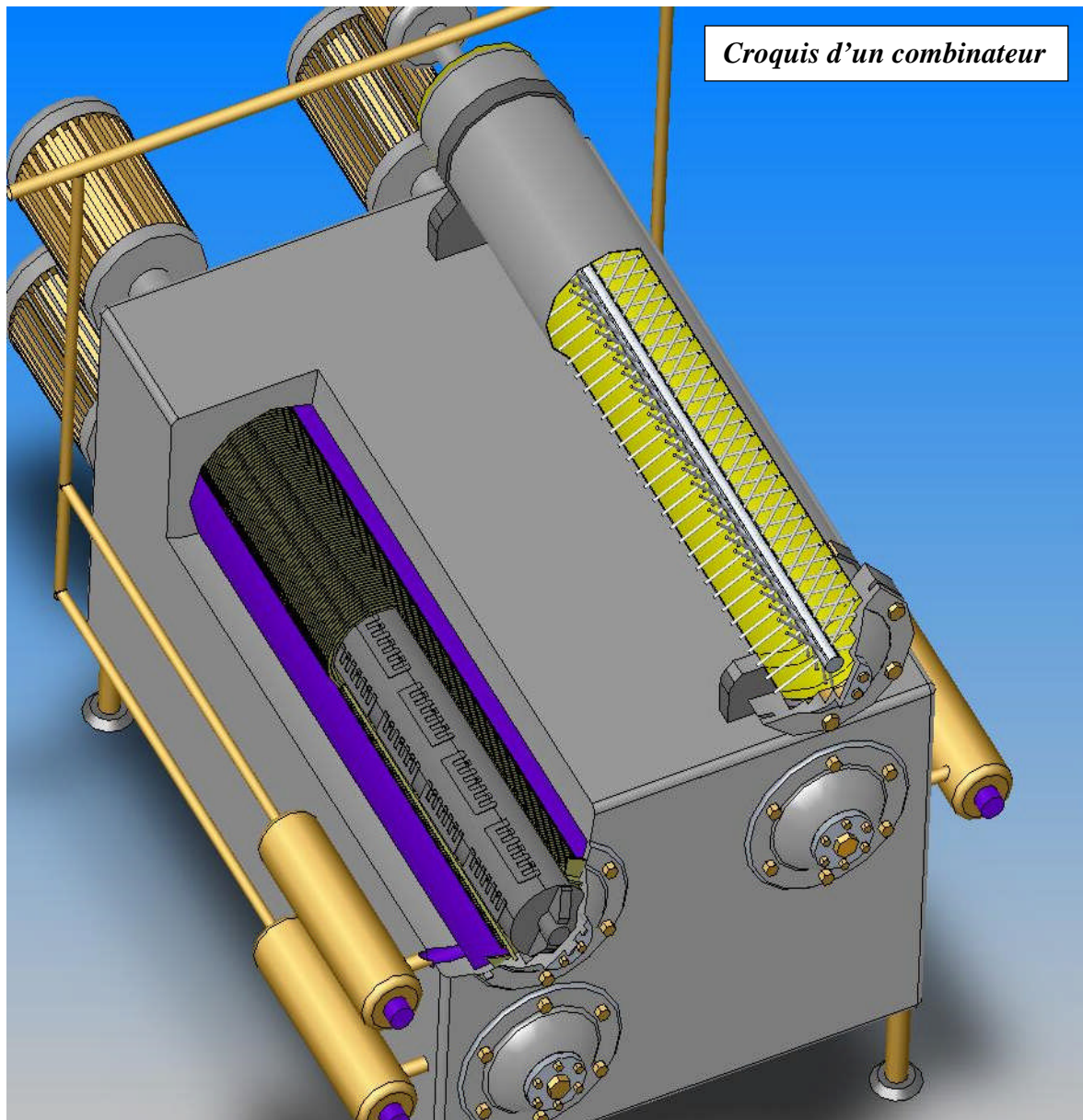


✓ L'iode libéré va agir sur le thiosulfate de sodium :

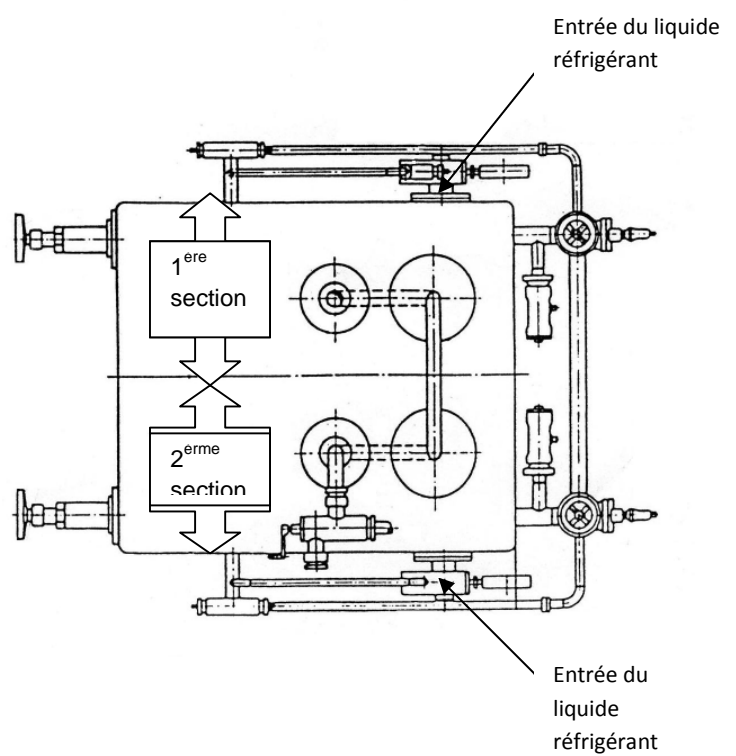
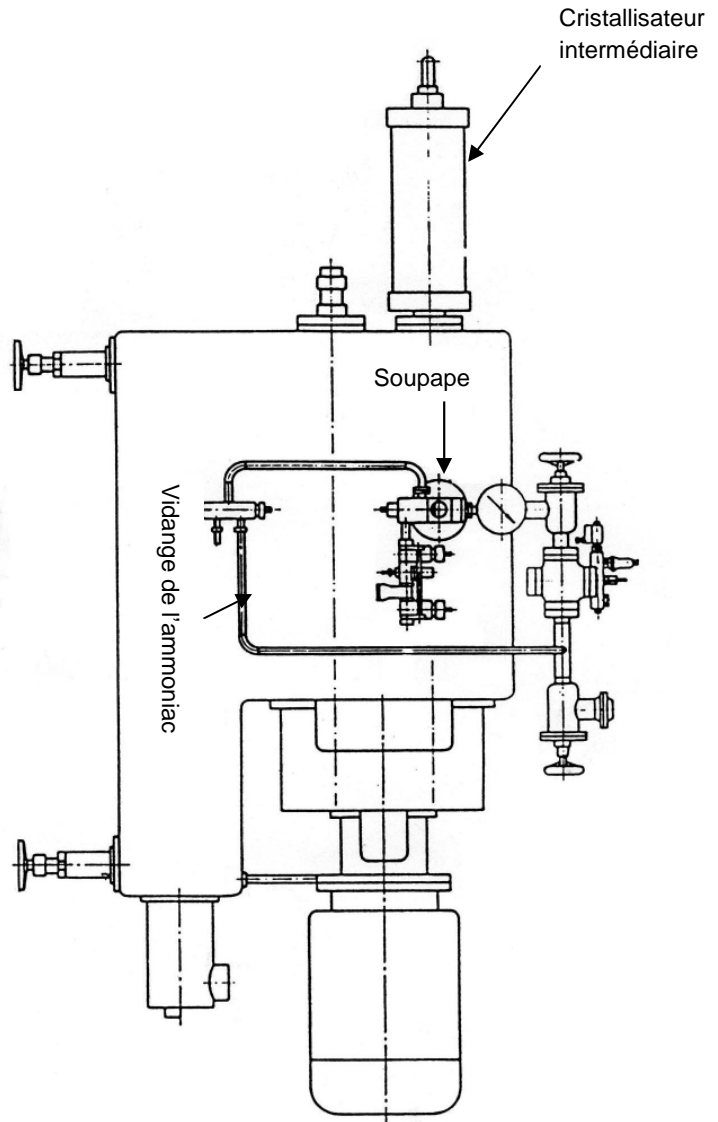
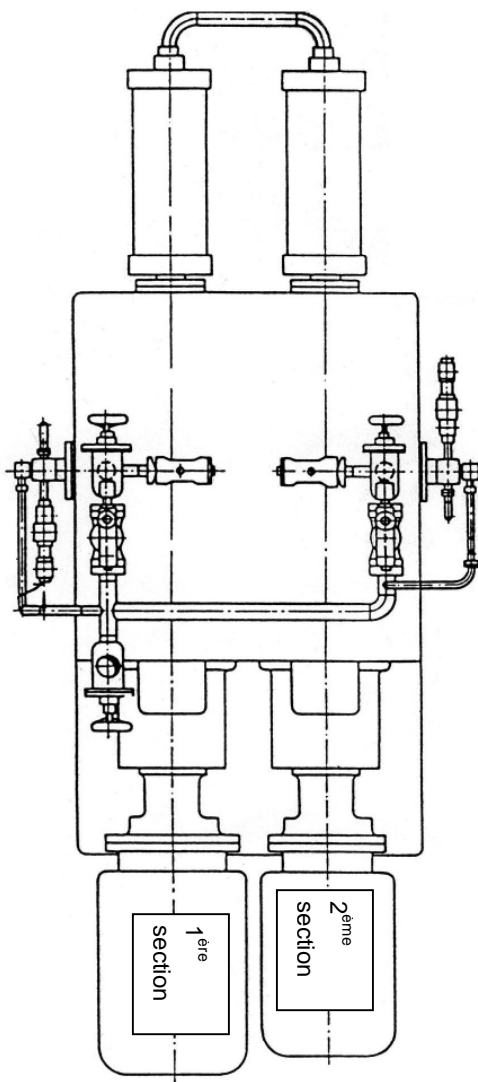
**Annexe VIII: l'indice de peroxyde de la margarine de feuilletage****Annexe IX: d l'acidité de la margarine de feuilletage**

Coloration rouge brique

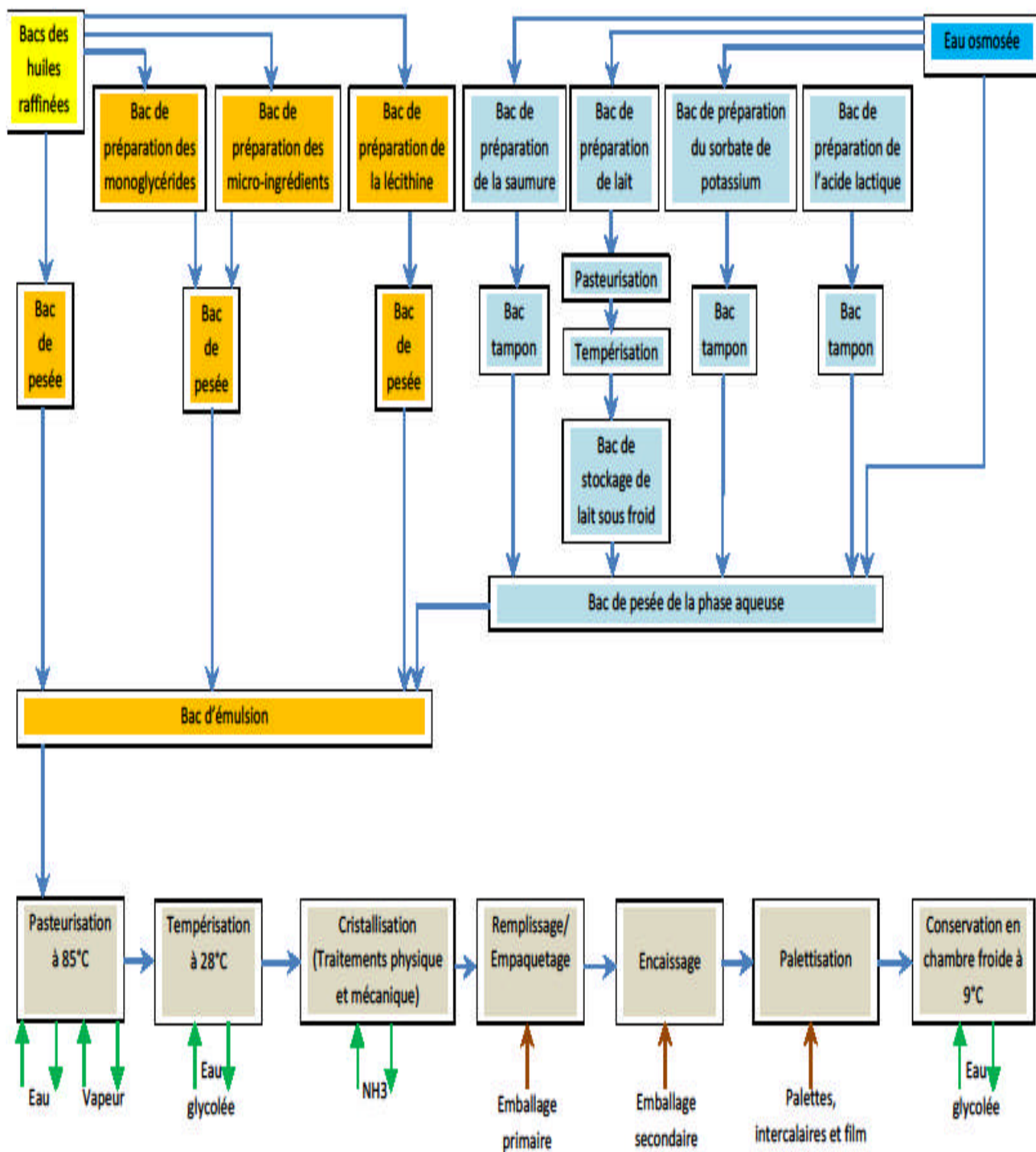
Annexe X : Taux de sel dans la margarine de feuilletage



Annexe XI: Croquis d'un combineur (cristallisation de la margarine)



Annexe XII : Perfector.



- DIAGRAMME DE FABRICATION DE LA MARGARINE -

Annexe XIII : diagramme de fabrication de la margarine selon Cevital.

	Margarine de feuilletage		Margarine de table	
		T° du Produit (°C)		T° du produit (°C)
Pression de pompage (bar)	23		25	
T° d'entrée au perfector	—	50	—	40
T° de l'ammoniac dans la première section du perfector	-16	25 – 30	-15	22 – 25
T° dans la machine à bâton	Eau tiède	29 – 34	Eau tiède	26 – 29
T° de l'ammoniac dans la deuxième section du perfector	Entre -10 et -12	18 – 22	Entre -12 et -15	10 – 12
T° dans le tube à repos	Eau tiède	20 – 24	Eau tiède	12 – 14

Annexe XIV : Variation des paramètres de la cristallisation selon le type de margarine produite.

Resumé

La margarine est un corps gras alimentaire élaboré pour être un alternatif au beurre, elle est généralement constituée d'une phase aqueuse de 16 à 18% dispersé dans une phase gars majoritaire de 80 à 82% avec l'ajout des ingrédients qui ne dépasse pas les 2%.

Le processus technologique de margarine « de feuilletage» peut rencontrer des problèmes particulièrement liés à l'altération (phénomène de l'oxydation et l'hydrolyse enzymatique) ou à la contamination liée à la présence de germes pathogènes dans ce produit donc une série d'analyse physico-chimique et microbiologique est nécessaire à fin de présenter un produit de qualité satisfaisante.

Mots clés : margarine de feuilletage, émulsion, raffinage des huiles, cristallisation, analyses, normes, qualité.

Abstract

The margarine is a food greasy substance worked out to be alternate with butter; it generally consists of an aqueous phase from 16 to 18% dispersed in a phase majority guy from 80 to 82% with the addition of the ingredients which does not exceed the 2%.

The technological process of margarine "of feuilletage" can encounter problems particularly involved in deterioration (phenomenon of oxidation and the enzymatic hydrolysis) or on the contamination related to the presence of pathogenic germs in this product thus a series of analysis physicochemical and microbiological is necessary to end to present a product of satisfactory quality.

Key words: margarine of feuilletage, emulsion, refining of oils, crystallization, analyses, standards, quality.