

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



Réf :.....

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

MASTER

Thème

**Analyses physicochimiques et microbiologiques
de margarine de table au niveau de Cevital.**

Présenté par :

AIT MENSOUR Nabila&DJENADI Lynda

Soutenu le : **19 Juin 2017**

Devant le jury composé de :

| | | |
|-----------------------------|------|---------------|
| Mme. FELLA née TEMZI Samira | MAA | Présidente |
| M. MOUSSI Kamal | MAA | Encadreur |
| Mme. BRAHMI Fatiha | MAA | Examinatrice |
| Mme. BEUALIT Samia | DUEA | Co-promotrice |

Année universitaire : 2016 / 2017

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail

A celle qui m'a comblé d'amour, de soutien et de tendresse. A vous mon signe de joie et de bonheur, ma fierté et mon honneur : Ma Mère

A celui qui a sacrifié toute sa vie pour me guider et m'encourager avec ces précieux conseils et son soutien tout au long de mes études : Mon Père

A la mémoire de mon grand-père «vava Abdelkader» que Dieu l'accueille dans son vaste paradis.

A mes grande mère « yama Thassâdith », « taty Taklith » et mon grand-père « papy Idir » que dieu nos les garde en santé.

A celui qu'avec lui, je partagerai le meilleur et le pire mon futur mari Djidji.

A ceux qu'avec eux j'ai partagé mon enfance ma chère sœur Helima et mes frères : Ferhat, Idir, Yacine et Moussa. Que Dieu les garde pour moi.

A mes très chères tantes, oncles, cousines, cousins.

A ma belle mère « nana Malika » et mes belle sœurs.

A ma binôme Nabila ainsi que toute sa famille, je leurs souhaite tout le bonheur du monde.

A mes ami(e)s Lila, Hassiba , Fifa ,Ouanissa, didouha, djidji, Coûtta, Nora, Nabila, Samia, Nacira, Thiziri, Lamia , Mounia, Massi et Belhak,

Lynda

DEDICACES

J'ai l'honneur de dédier ce modeste travail

A celle qui attendue avec patience les fruits de sa bonne éducation, qui m'a tout donné, qui a toujours été là pour moi, à celle qui tient le paradis sous ses pieds, à mon ange, « ma mère » que Dieu te de donne santé et de langue vie.

A la mémoire de mon très cher papa qui a guidé mes premiers pas à l'école, qui fus tout au long de sa vie le soutien des tiens, Tu me manqueras toujours ; Que la paix soit avec toi dans la maison de l'éternelle.

A mes cher oncles en particulièrement oncle Farid Pour l'amour, leurs sacrifices, leurs soutiens tout au long de ma vie ; et pour m'avoir permis d'être devenu ce que je suis aujourd'hui. Et que le Bon Dieu me le garde

A mes sœur Samia, Sonia les quelles j'ai partager avec eux meilleurs moments.

A mon chers frère Nabil, je te souhaite une réussite dans ta vie toi et ta femme Mina,

A mon petit frère Nadjim je te souhaite aussi une bonne réussite dans tes études

A ma petites chère que j'aime beaucoup ma nièce « NILIA ».

A celui qu'avec lui, je partagerai le meilleur et le pire, mon futur mari Cherif ainsi que ma belle-mère Zouina et mes sœurs.

A ma grande mère « ima 3adja » que dieu nos la garde avec santé.

A mes très chères tantes et Merci pour les précieux conseils qui ne cessent de m'accorder.

A mes amis, Pour tous les merveilleux moments passés ensemble. et A ma chère binôme Lynda et toutes sa famille.

Nabila

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier en premier lieu le bon Dieu, qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier vivement notre promoteur : M. MOUSSI Kamal, d'avoir accepté de nous encadrer. Nous remercions aussi pour son aide, ces conseils, ses orientations et pour sa patience, sa disponibilité intellectuelle qui a contribué à améliorer notre réflexion.

Nos remerciements vont également à la présidente du jury Mme FELLA, ainsi que à l'examinatrice Mme BRAHMI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous adressons aussi nos plus vifs remerciements à M. OUZANI Mourad de nous avoir accordé un stage au niveau Cevital pour la réalisation de notre mémoire.

Nous remercions vivement tout le personnel du laboratoire de physico-chimie de la margarinerie «Cevital», particulièrement Mme BEUALIT Samia, Mme Yanat Linda et M. Hamou pour leurs précieuses aides et leurs disponibilités, ainsi que M. Djamoune Lounis responsable du laboratoire microbiologique et son équipe, Faissal Farid et Nassim pour leurs aides et leurs disponibilités.

Nous remercions tous les membres de nos familles pour leurs soutiens et encouragements, en particulier nos parents.

Dans le souci de n'oublier personne, nous remercions vivement tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de nos études.

REMERCIEMENTS

Au terme de ce travail, nous tenons à remercier en premier lieu le bon Dieu, qui nous a donné le courage, la force et la volonté pour accomplir ce modeste travail.

Nous tenons à remercier vivement notre promoteur : M. MOUSSI Kamal, d'avoir accepté de nous encadrer. Nous remercions aussi pour son aide, ces conseils, ses orientations et pour sa patience, sa disponibilité intellectuelle qui a contribué à améliorer notre réflexion.

Nos remerciements vont également à la présidente du jury Mme FELLA, ainsi que à l'examinatrice Mme BRAHMI d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous adressons aussi nos plus vifs remerciements à M. OUZANI Mourad de nous avoir accordé un stage au niveau Cevital pour la réalisation de notre mémoire.

Nous remercions vivement tout le personnel du laboratoire de physico-chimie de la margarinerie «Cevital», particulièrement Mme BEUALIT Samia, Mme Yanat Linda et M. Hamou pour leurs précieuses aides et leurs disponibilités, ainsi que M. Djamoune Lounis responsable du laboratoire microbiologique et son équipe, Faissal Farid et Nassim pour leurs aides et leurs disponibilités.

Nous remercions tous les membres de nos familles pour leurs soutiens et encouragements, en particulier nos parents.

Dans le souci de n'oublier personne, nous remercions vivement tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de nos études.

LISTE DES ABREVIATIONS

BEA :Bile-Esculine-Azide.

EC : *Escherichia coli*.

EDTA : Ethylène-Diamine-Tétracétique.

MKTTn : Müller-Kauffmann au Tetrathionate-Novobiocine.

PCA : Plat Count Agar.

ppm : partie par million.

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire.

RVS : Rappaportvassiliadis avec soja.

SFC : Solid Fat Content.

SM : Solution Mère.

SS: *Salmonella Shigella*.

TA : Titre Alcalimétrique

TAC : Titre Alcalimétrique Complet.

TH : Titre Hydrotimétrique.

UFC : Unités Formant Colonies.

VRBL : Violet Red Bile Lactose.

XLD: Xylose-Lysine-Désoxycholate.

LISTE DES FIGURES

| | |
|---|----|
| Figure 1 : Composition panoramique des corps gras et importance relative de principaux composés | 4 |
| Figure2 : Triglycérides homogènes (à gauche) et hétérogène (à droite), R ₁ , R ₂ et, R ₃ sont des acides gras. | 5 |
| Figure 3 : Etapes de la trituration de graines oléagineuses | 6 |
| Figure 4 : Composition de margarine..... | 10 |
| Figure 5 : Différentes huiles et graisses utilisées pour la formulation de margarines..... | 10 |
| Figure 6 : Spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution (minispec mq 20, Germany)..... | 20 |
| Figure 7 : Taux de solide (SFC) représente le pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes. | 33 |
| Figure 8 : Taux de solides (SFC) de la margarine Fleurial et Matina. | 34 |
| Figure 9 : Taux d'humidité des deux margarines Fleurial et Matina..... | 34 |
| Figure 10 : Point de fusion des deux margarines Fleurial et Matina..... | 35 |
| Figure 11 : Indice de peroxyde des deux margarines Fleurial et Matina. | 36 |
| Figure 12 : pH des deux margarines Fleurial et Matina. | 36 |
| Figure 13 : Taux de sel des deux margarines Fleurial et Matina..... | 37 |
| Figure 14 : Plan à deux classes (à gauche) et à trois classes (à droite) | 39 |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|---|----|
| Tableau I : Résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process. | 30 |
| Tableau II : Résultats d'analyses physico-chimiques du lait. | 31 |
| Tableau III : Résultats d'analyses physico-chimiques du lait. | 32 |
| Tableau IV : Résultats d'analyses physico-chimiques de la margarine Matina (400g)..... | 32 |
| Tableau V : Résultats des tests organoleptiques. | 37 |
| Tableau VI : Résultats d'analyse microbiologique de margarine Matina..... | 40 |
| Tableau VII : Résultats d'analyse microbiologique de margarine Fleurial..... | 40 |
| Tableau VIII : Résultats d'analyse microbiologique de l'eau..... | 41 |
| Tableau IX : Résultats d'analyse microbiologique du lait..... | 41 |

Sommaire

| | |
|--------------------|---|
| Introduction | 1 |
|--------------------|---|

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : généralité sur les corps gras

| | |
|--|---|
| I.1. Définition | 2 |
| I.2. Classification des corps gras | 2 |
| I.3. Corps gras alimentaires | 3 |
| I.4. Composition des corps gras | 3 |
| I.5. Obtention des corps gras | 5 |
| II. Raffinage des huiles et traitement de modification | 7 |
| II.1. Raffinage | 7 |
| II.2. Étapes de raffinage | 7 |
| II.3. Traitement de modification | 8 |

Chapitre II : margarine

| | |
|--|----|
| II.1. Définition | 9 |
| II.2. Composition de margarine | 9 |
| II.3. Différentes huiles et graisses utilisées dans la margarine | 10 |
| II.4. Qualité de la margarine | 11 |
| II.5. Valeur nutritionnelle | 11 |
| II.6. Types de margarine | 11 |
| II.6.1. Margarine semi-grasse | 12 |
| II.6.2. Margarine de sante (diététique) | 12 |
| II.6.3. Margarines domestique | 12 |
| II.6.4. Margarine douce battue | 12 |
| II.6.5. Margarines spéciales | 12 |
| II.7. Facteurs de détérioration de la margarine | 13 |
| II.8. Processus technologique de fabrication de margarine | 13 |
| II.8.1. Préparation de la phase aqueuse | 13 |
| II.8.2. Préparation de la phase grasse | 14 |
| II.8.3. Préparation de l'émulsion | 14 |
| II.8.4. Pasteurisation et refroidissement | 14 |

| | |
|--|----|
| II.8.5. Cristallisation..... | 14 |
| II.8.6. Conditionnement et emballage | 14 |

PARTIE EXPERIMENTALE

Matériel et méthodes

| | |
|---|----|
| I. Analyses physicochimiques | 16 |
| I.1. Analyse de l'eau de process | 16 |
| I.1.1. Titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet..... | 16 |
| I.1.2. Dosage de chlorures (méthode de Mohr)..... | 17 |
| I.1.3. Dureté de l'eau (TH)..... | 18 |
| I.1.4. Mesure du pH..... | 18 |
| I.2. Analyse du lait | 19 |
| I.2.1. Mesure de l'acidité Dornic..... | 19 |
| I.2.2. Mesure du pH..... | 19 |
| I.2.3. Test du goût..... | 19 |
| I.3. Analyse de la margarine(Fleurial et Matina) | 19 |
| I.3.1. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides) | 19 |
| I.3.2. Teneur en eau (Humidité) | 21 |
| I.3.3. Détermination du point de fusion | 21 |
| I.3.4. Détermination de l'indice de peroxyde..... | 22 |
| I.3.5. Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique..... | 23 |
| I.3.6. Taux de sel | 23 |
| I.3.7. Tests organoleptiques..... | 24 |
| II. Analyses microbiologiques..... | 24 |
| II.1. Margarine (Fleurial et Matina) | 24 |
| II.1.1. Préparation de la solution mère | 24 |
| II.1.2. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale..... | 25 |
| II.1.3. Recherche et dénombrement d' <i>E. coli</i> | 25 |
| II.1.4. Dénombrement de <i>Staphylococcus aureus</i> | 26 |
| II.1.5. Dénombrement des levures | 27 |
| II.1.6. Recherche des salmonelles | 27 |
| II.2. Eau de process | 28 |
| II.2.1. Recherche d' <i>E. coli</i> | 28 |
| II.2.2. Recherche de Clostridia sulfito -réducteurs..... | 28 |

| | |
|---|----|
| II.2.3. Recherche des entérocoques | 28 |
| II.3. Lait..... | 29 |
| II.3.1.Flore mésophile totale | 29 |
| II.3.2. Recherche d' <i>E. coli</i> | 29 |
| II.3.3. Recherche de <i>Staphylococcus aureus</i> | 29 |
| II.3.4. Coliformes totaux | 29 |

Résultats et discussion

| | |
|---|----|
| I.Analyses physicochimiques | 31 |
| I.1. Analyses de l'eau de process | 31 |
| I.2. Analyses du lait..... | 32 |
| I.3. Analyse de la margarine..... | 32 |
| I.3.1. Taux de solide par RMN..... | 34 |
| I.3.3. Teneur en eau (Humidité) | 35 |
| I.3.4. Point de fusion | 36 |
| I.3.5. Indice de peroxyde | 36 |
| I.3.5. pH..... | 37 |
| I.3.7. Taux de sel | 38 |
| II. Analyses microbiologiques..... | 39 |
| Conclusion..... | 43 |

Références bibliographiques

Annexes

INTRODUCTION

Introduction

L'histoire de la margarine a commencé avec son invention par le chimiste français H. Mège-Mouries (Bouvet., 1946;Gunstone et al.,1994; Q.A.I.,1996) en 1869, à la suite d'un concours lancé par Napoléon III, pour produire un substitut de beurre peu coûteux et stable (Gunstone et al.,1994;Q.A.I.,1996).Ce produit fut commercialisé à partir de 1872, en utilisant d'abord le suif raffiné, puis on se servit d'huile végétale après la découverte de précédé de l'oxydation des huiles.La margarine ne connaît pas un succès instantané, elle remplaça graduellement le beurre(Q.A.I.,1996).

En 1975, la production mondiale de margarine était environ $5,7 \times 10^6$ tonnes, ensuite elle atteindra $9,2 \times 10^6$ tonnes en 1992 (Gunstone et al., 1994) et de 10,1 million tonnes en 2003 (Herreman.,2005). Cette croissance rapide a été rendue possible par un certain nombre de développement technique et des innovations dans le domaine d'utilisation de la matière première, de traitement et aussi par la diversification de produit (Gunstone et al., 1994). En Algérie, la consommation de la margarine est environ de 45 000t/an et est plus élevée trois fois que celle du beurre (Anonyme 1).

Les margarines à forte capacité évolutive doivent répondre à des besoins nutritionnels, fonctionnels et aux attentes des consommateurs (Jean et François., 2000). L'oxydation des lipides est une cause majeure de dégradation de la margarine lors de sa fabrication et de sa conservation, en conduisant à l'apparition d'odeur désagréable(Himed.,2011), ainsi la prolifération microbienne peut conduire à une détérioration de l'aliment et provoque des maladies d'origine alimentaire.En effet, le contrôle de la qualité microbiologique est d'une importance majeure dans l'industrie (Guy et al., 1970).

La présente étude est inscrite dans le cadre des analyses physico-chimiques et microbiologiques pour le lait, l'eau de process et le produit fini (margarines Fleurial et Matina) au niveau de l'unité margarinerie de Cevital.

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES CORPS GRAS

I.1. Définition

Les corps gras sont essentiellement constitués des lipides, ils comprennent les huiles et les graisses d'origine animale et/ou végétale. Leur principale caractéristique nutritionnelle est leur haute valeur énergétique (Uzzan., 1992). La distinction entre huiles et les graisses repose sur leur point de fusion, les premières sont fluides à la température ambiante, les secondes sont concrètes (Diatta., 1998). Les corps gras sont insolubles dans l'eau et solubles dans la plupart des solvants organiques (Brisson., 1982 ; Belcher et al., 2006).

I.2. Classification des corps gras

Les lipides sont des esters d'acides gras et d'un alcool ou d'un polyol, sont des substances hydrophobes et parfois amphiphiles, solubles dans les solvants organiques apolaires ou peu polaires, non volatiles, on parle d'huiles fixes, par opposition aux huiles essentielles, on distingue habituellement :

- **Lipides simples**

Sont des esters d'acide gras et d'un alcool qui peut être le glycérol, constitutif des triacylglycérols ou triglycérides, et d'alcool aliphatique de masse moléculaire élevée, constitutives des cérides (Bruneton., 2009).

- **Lipides complexes**

Constituée des lipides simples et groupe polaire et peuvent être scindée en trois groupes sur la bases de leurs structures :

- ✓ **Les phospholipides** : lipides phosphorés formés sur la base d'un diacylglycerol ou d'un céramide avec un groupe phosphate et une base azotée ou un sucre.
- ✓ **Les aminolipides complexes** : lipides non phosphorylés avec trois constituants dont une base azotée combinée avec les acides gras, des alcools gras ou du glycérol.
- ✓ **Les glycolipides complexes** : des lipides glycosylés parfois phosphorylés (Leray., 2010).

I.3. Corps gras alimentaires

Les huiles et les graisses alimentaires sont subdivisées en:

- Huiles végétales fluides : huiles d'arachide, de colza, de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, de noix de coco, de pépins de raisin.
- Huiles végétal concrètes(ou graisses) : coprah(provenant de la noix de coco),huiles de palme et de palmiste.
- Huiles et graisses d'origine animale : saindoux (graisses du porc), suif (graisses de bœuf ou de mouton), huile de cheval, graisses d'oie (Uzzan., 1992 ; Ahmad et Clyde., SD).
- Graisses à base de lait : proviennent du lait des animaux domestiques et sont presque similaires en composition.
- Huiles marines : Les huiles de poisson obtenues à partir de plusieurs espèces de poisson de petite taillecomme les sardines, le hareng et le menhaden (Ahmad et Clyde., SD).

I.4. Composition des corps gras

Un corps gras (huile ou graisse) est composé d'une grande variété de constituants (figure 1). Les triglycérides sont très largement majoritaires (95-99 %) : ils sont composés de glycérol (3-5 %) et d'acides gras (90-95 %). D'autres constituants sont naturellement présents en plus faible quantité : des lipides à caractère polaire tels que les phospholipides (0,1-0,2 %) et des composés dits insaponifiables appartenant à une fraction non glycéridique (0,1- 3 %) principalement représentés par les stérols et les tocophérols et tocotrienols, mais contenant également des caroténoïdes, des alcools terpéniques, du squalène, des composés phénoliques, etc.(Morin., 2012).

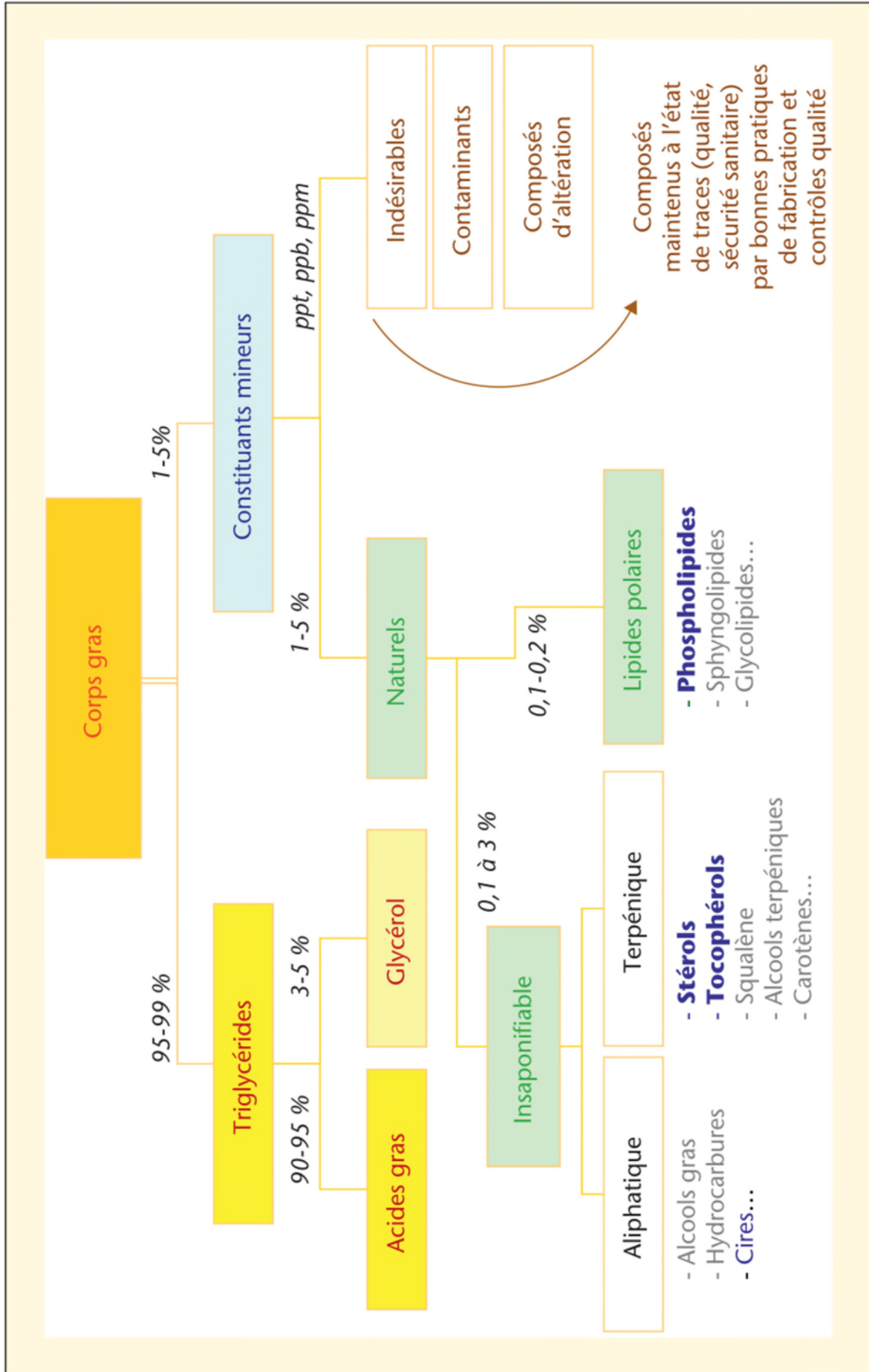


Figure1 : Composition panoramique des corps gras et importance relative des principales de composés (Morin., 2012).

Les triglycérides sont composés de trois acides gras attachés à une molécule de glycérol. elle peut être homogène si les trois acides gras sont identique et hétérogène (mixte) si les acides gras sont différents (Belcher et al., 2006).

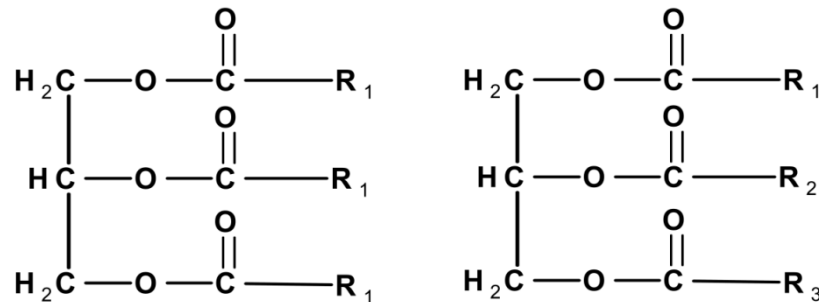


Figure2 : Triglycérides homogènes (à gauche) et hétérogène (à droite), R₁, R₂ et, R₃ sont des acides gras (Belcher et al., 2006).

Les insaponifiables sont des substances non volatiles à 100-105°C, obtenus par extraction avec un solvant organique (dioxyc de d'éthyle) à partir d'une solution après saponification (Bruneton., 2009). Les matières insaponifiables renferment généralement les familles chimiques telle que les composés terpéniques (Stérols, alcools triterpéniques, tocophérols, tocotriénols et les caroténoïdes) et les familles de composé aliphatique (les alcools gras, les hydrocarbures saturés et insaturés et les cires) (Belcher et al., 2006 ; Didier., 2011).

✓ Les lipides polaires

Les lipides polaires peuvent être de deux types : Les phosphoglycérides, lipides où un des acides gras du triglycéride est remplacé par un ester de phosphate (liaison O-acyl) et les sphingolipides, lipides où l'acide gras est lié à l'azote d'une molécule de sphingosine (liaison N-acyl). La sphingosine peut être liée à des sucres (cérébrosides, gangliosides, etc.), des phosphates, etc. Ces lipides polaires peuvent aussi être classés selon la présence d'une molécule de phosphate ou de sucre, en phospholipides ou glycolipides (Kragten et al., 2014).

I.5. Obtention des corps gras

L'extraction des huiles de graines ou de fruits oléagineux ou trituration regroupe les opérations mécaniques et/ou chimiques (figure 3) (Morin., 2012; Bosque et Badey., 2010) qui vont conduire au déshuilage en optimisant le rendement et la qualité de l'huile obtenue. Si le procédé n'emploie que des opérations mécaniques (pression), les huiles peuvent être de qualités vierges ; elles peuvent aussi être ultérieurement raffinées partiellement (Morin., 2012). Les graisses du lait sont extraites avec un mélange d'éther d'éthyle et l'éther de pétrole. La graisse est obtenue par le séchage de l'extrait. La procédure n'utilise pas seulement

les deux solvants, mais aussi l'ammoniac et l'éthanol. L'ammoniac est utilisé pour dissoudre la caséine et réduire la viscosité du produit, et l'éthanol pour empêcher la gélification du lait et l'éther de pétrole pour faciliter la séparation de la phase eau-éther. Ether éthylique et l'éther de pétrole servent comme solvants pour les lipides, en particulier l'éther de pétrole diminue la solubilité de l'eau dans la phase éther éthylique (Nielsen., 2010).

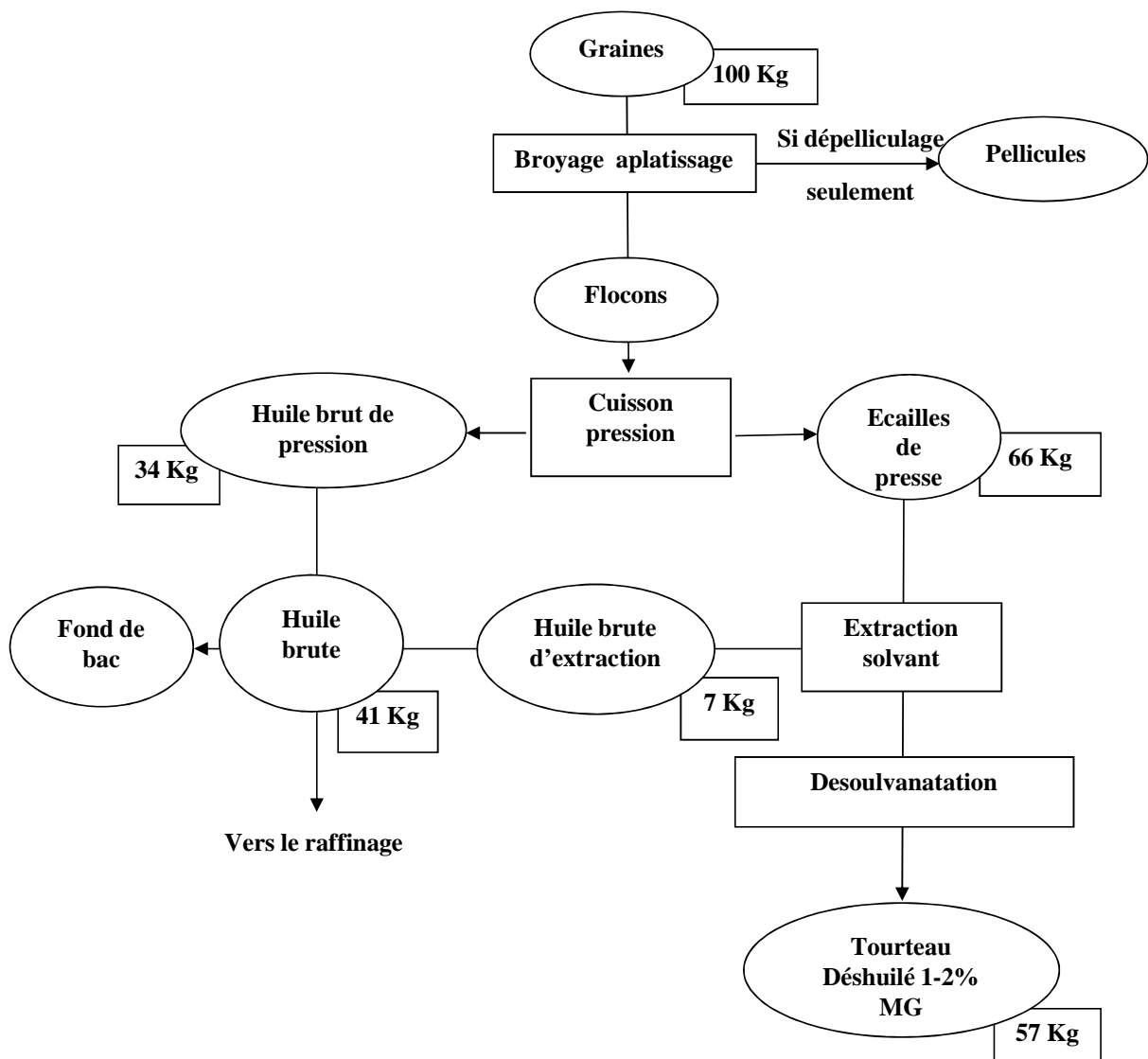


Figure 3 : Etapes de la trituration de graines oléagineuses (Bosque et Badey., 2010).

II. Raffinage des huiles et traitement de modification

II.1. Raffinage

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras. Pour ce faire, il met en œuvre plusieurs étapes pour éliminer des composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques et composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières (Morin., 2012).

II.2. Étapes de raffinage

- **Démucilagination**

La première étape dans le raffinage de l'huile, utilisée pour éliminer les sels métalliques, les phosphatides et les matières mucilagineuses susceptibles de se précipiter pendant le stockage, en provoquant des modifications de goût et d'odeur. Bien que certains des phospholipides, comme la phosphatidylcholine qui sont bénéfiques pour la santé, ne sont pas souhaitables dans le produit final, en raison de leurs précipitations et de leur noircissement (annexe 1) (Nurhan.,2004).

- **Neutralisation**

A pour but d'éliminer les acides gras libre dont la teneur dans l'huile brut dépasse 2,5% avec une solution de lessive de soude à 80-90 °C. La pâte de neutralisation entraîne une partie des pigments et des impuretés de l'huile. En plus, les traces de sels de sodium contenues dans l'huile neutre sont éliminées par lavage (annexe 1) (Ballerini., 2011).

- **Décoloration**

Consiste à traiter les huiles raffinées par de petite quantités de terres activées souvent mélangées avec de charbon actif à une températures d'environ 100°C pendant 15 -30 minutes, afin d'éliminer la pluparts des pigment résiduels (caroténoïdes, chlorophylles et gossypol). Les acides gras se décomposent pour donner des composés conjugués (annexe 1) (FAO and OMS., 1981).

- **Désodorisation**

La désodorisation de graisses et des huiles est simplement l'élimination des composés relativement volatils, en utilisant la vapeur. Ceci est faisable à cause des grandes différences de volatilité entre les substances qui donnent les saveurs, les couleurs et les odeurs aux graisses et aux huiles. La désodorisation est effectuée sous le vide pour faciliter l'élimination des substances volatiles, éviter l'hydrolyse excessive des graisses et faire l'utilisation la plus efficace de la vapeur (annexe 1) ([Belcher et al., 2006](#)).

II.3. Traitement de modification

- ✓ **Hydrogénation**

L'hydrogénation consiste à saturer au moyen d'hydrogène tout ou une partie des doubles liaisons des acides gras non saturés ([Charles et al., 2003](#)).

- ✓ **L'interestérisation**

L'interestérisation (anciennement dite transestérisation) correspond à la modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol, sans modifier la nature de ses acides gras, seule leur distribution sur le glycérol étant changée ([Chikhouné., 2010](#)). Pour éviter la formation des matières grasses trans dans les stocks de base, des enzymes (lipases) et les produits chimiques (méthylate de sodium) peuvent être appliqués ([Morten et Pearce. 2004](#)).

- ✓ **Fractionnement**

Le fractionnement a pour but de réaliser une séparation entre les constituants des huiles et des graisses qui ont un point de fusion élevé (acylglycérols riches en acides gras saturés) et ceux qui ont un point de fusion faible ([Charles et al .,2003](#)).

CHAPITRE II : MARGARINE

II.1. Définition

La margarine est un produit aromatisé contenant 80% de matière grasse mélangée à de l'eau, contenant des vitamines et d'autres ingrédients, initialement développée pour remplacer le beurre du lait (Frank., 2002). Selon la norme codex, la margarine est un aliment sous la forme d'une émulsion plastique ou fluide, principalement du type eau dans l'huile, produite principalement à partir de graisses et huiles comestibles, qui ne proviennent pas principalement du lait (FAO., 1981). La margarine de table doit contenir une teneur minimale en matières grasses de 80% et 16% d'eau. Elle peut être utilisée pour la propagation, la friture et la cuisson, adaptée à la fabrication de gâteaux des boulangeries et industrielles (Christopher et al., 2012). En outre, elle contient 2% d'auxiliaires de fabrication (ingrédients liposolubles et hydrosolubles) utilisés pour des raisons technologiques (émulsifiants), sensorielles (sucres, arômes, colorants), de conservation (correcteurs de pH, antioxydants ...) nutritionnelles (vitamines) et de législation (révélateurs) (Djouab., 2007).

II.2. Composition de margarine

La margarine est considérée comme une émulsion eau dans l'huile dans laquelle la phase aqueuse est finement dispersée sous forme de gouttelettes dans la phase continue de graisse (Pesce et Wiley., 2007). La phase huileuse est composée de mélange de matières grasses (mélange de graisses et d'huiles différentes), et des ingrédients mineurs tels que les émulsifiants, les arômes, les colorants et les antioxydants, et la phase aqueuse contient une variété d'ingrédients alimentaires solubles dans l'eau et des additifs tels que des fractions de protéines du lait, de sel, de sucre, d'arômes, de colorants alimentaires et de conservateurs (Kilcast et Subramaniam., 2000 ;Pesce et Wiley., 2007), les composants de cette phase doivent être stables et combinés les uns avec les autres afin de s'assurer qu'ils ne limitent pas inacceptablement la durée de conservation de la margarine (figure 4) (Kilcast et Subramaniam., 2000).

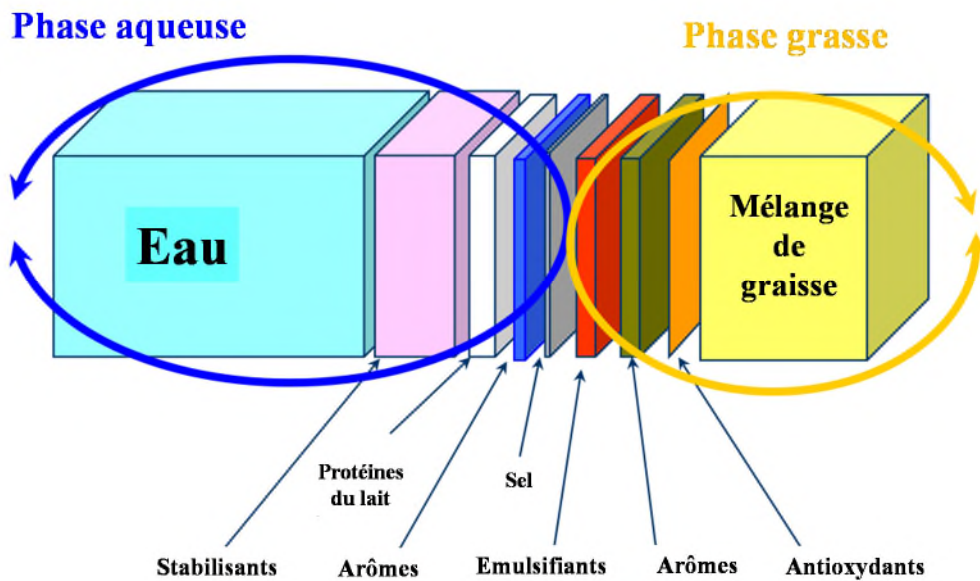


Figure 4 : La composition de la margarine (Miroslav., 2005).

II.3. Les différentes huiles et graisses utilisées dans la margarine

Les huiles et graisses raffinées utilisées couramment sont des graisses animales telles que le beurre, le suif (origine bovine), le saindoux (origine porcine) ; des huiles végétales (fluides à température ambiante) telles que le colza, le tournesol, le soja en particulier ; des graisses végétales telles que le palme (graisse provenant de la pulpe du fruit du palmier), le coprah (provenance noix de coco) et le palmiste (graisse du noyau du fruit du palmier) (figure 5) (Laventurier., 2013).

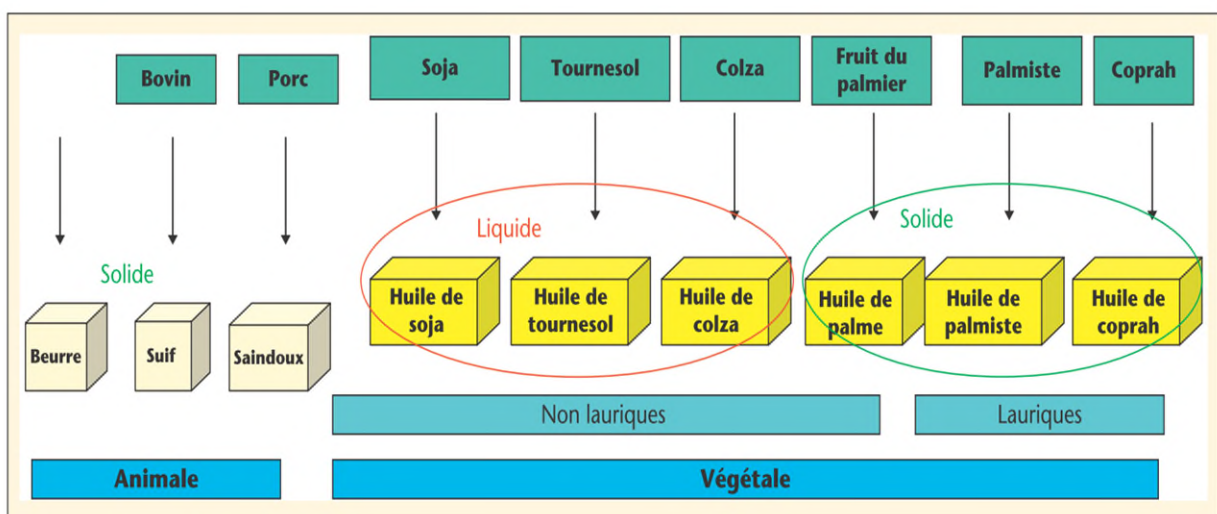


Figure 5 : Les différentes huiles et graisses utilisées pour la formulation de margarines (Laventurier., 2013).

II.4. Qualité de la margarine

Les propriétés des margarines dépendent des caractéristiques de l'huile formant l'ingrédient majeur du produit. La teneur en matières solides de l'huile à une gamme de températures est un indicateur des propriétés de cristallisation du produit fini (Frank., 2002)

Une bonne margarine ne doit pas subir de séparation de l'huile, de la décoloration, du durcissement, de la granulométrie et de la séparation de l'eau. Les huiles et graisses, les conditions de traitement et les procédés de manutention utilisés doivent être choisis de manière à ne pas produire un réseau de cristal fort, la migration et la transformation des cristaux de β' au β . L'effort majeur dans la margarine, le produit devrait être dans la forme β' -cristal, car il serait alors lisse, crémeux et homogène. Contrairement à la forme β -cristal, qui donne un produit post-durcie, fragile, granuleux, sablonneux, huilé et gras (Miskandar et al., 2005).

II.5. Valeur nutritionnelle

Comme le beurre, la margarine est un aliment riche en matière grasse et préférable de la consommer modérément, elle est riche en matière grasse, en énergie et renferme la même quantité de gras et de calorie que le beurre (soit 11 g de gras et 100 calories pour 15ml selon la variété de la margarine) (Fortine., 2008).

Les margarines contenant des niveaux élevés d'acides gras oméga-3 qui sont diététiques et pourrait avoir un effet bénéfique (Pesce et Wiley., 2007). Les margarines modernes sont des fournisseurs de bonnes graisses essentielles contenant plus d'acide gras polyinsaturés et moins d'acides gras saturés que le beurre et sont les supports d'une contribution significative à l'apport journalier de vitamines A, D et E. Les margarines modernes ne contiennent pas de quantités significatives de gras trans, contiennent des limites de quantités de sel et peuvent porter des actifs fonctionnels nutritifs sur mesure comme le phytostérols (phytostanol) pour la réduction des taux de cholestérol sanguin (Elvers., 2017).

II.6. Types de margarine

Aujourd'hui il existe un grand nombre de margarines qui se différencient par la composition de la phase grasse, mais aussi par le type d'ingrédients ajoutés. Il est difficile de donner une même composition typique des margarines tant celles-ci peuvent varier en fonction des utilisations, des saisons et des régions (Zidani., 2008).

II.6.1. Margarine semi-grasse

La teneur en matières grasses réduite de moitié. Ce type n'est pas adapté à la cuisson et à la friture (Belitz et al., 2009).

II.6.2. Margarine de sante (diététique)

Des margarines enrichies en phytostérols permettraient de réduire de 15 à 20% le taux de mauvais cholestérol (correspondant à une réduction de plus de 40% des risques cardiovasculaires) (Djouab., 2007), présente dans le marché, elles tendent à combattre l'absorption intestinale de cholestérol. Ces produits ont été autorisés par la commission européenne en 2000, les margarines allégées avec une teneur en matières grasses inférieure à 62% sont naturellement proposées dans le cadre d'une lutte contre l'obésité (Claude., 2013).

II.6.3. Margarines domestiques

Qui doivent être suffisamment fermes à 20°C, tartinable facilement et avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre, sont le plus souvent préparées à partir de triacylglycérols riches en acide gras insaturés. On peut distinguer les nombreuses variétés selon la teneur en acide gras polyinsaturés (Charles et Guy., 2003). On les retrouve sous formes de margarine riche en acide linoléique (30% d'acide linoléique, 40% d'acide mono-insaturés, 15 à 30% d'acide gras trans) (Himed., 2011). On distingue des margarines standards avec 50% de l'huile végétale (le reste est de la graisse animale) et des margarines végétales qui présentent 98% de l'huile végétale avec au moins 15% d'acide linoléique (Belitz et al., 2009). Une margarine de table de haute qualité se fond rapidement avec une sensation de refroidissement en bouche. Les saveurs et les composants salins de la phase aqueuse sont immédiatement perceptibles par les papilles gustatives (Young., 2008).

II.6.4. Margarine douce battue

Contenant jusqu'à 50% d'air injecté, disponible aux Etats-Unis sous forme de six paquets emballés dans du papier aluminium, et enveloppés hermétiquement dans un carton d'aluminium laminé (Djouab., 2007).

II.6.5. Margarines spéciales

Caractérisées par une large gamme de plasticité, et une capacité à prendre de l'air sous la forme de bulles finement divisées, elles sont fabriquées en mélangeant des graisses de haut point de fusion avec une bonne quantité d'huile liquide, utilisées pour les biscuits industriels.

(Kill et Ranken.,2012). Les margarines fondues ou fusionnées sont pratiquement exemptes d'eau et de protéine, sont aromatisées à base de diacétyle et d'acide butyrique, consistances souples, avec de gros cristaux, elle a une structure granuleuse. En plus, elles sont utilisées dans la cuisson et la friture (Belitz et al., 2009). La margarine destinée à être utilisée dans une pâte courte ne contient pas d'émulsifiants, avec seulement environ 4% d'humidité (Kill et Ranken., 2012). Les margarines crémeuses qui sont légèrement aromatisées et à consistance douce contiennent une teneur élevée en huile de noix de coco et environ 10% en volume d'air (Belitz et al.,2009).

II.7. Facteurs de détérioration de la margarine

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

- La lumière : en particulier les rayons UV qui exercent une action catalytique ;
- La température élevée et la durée de stockage ;
- La présence des germes lipolytiques ;
- Le taux d'insaturation que contient la phase grasse ;
- L'exposition de la margarine à l'oxygène atmosphérique (Himed., 2011).

L'altération physique est due à la modification de la consistance de la margarine liée à son tour au phénomène de recristallisation. La formation de ces cristaux entraîne la réduction de la phase liquide par rapport à la phase solide et conduit en général à la perte de la texture, la saveur et l'apparence recherchées (McClement et Decker., 2000).

II.8. Processus technologique de fabrication de margarine

Le schéma général du processus de fabrication de la margarine est récapitulé dans l'annexe 2.

II.8.1. Préparation de la phase aqueuse

La phase aqueuse est souvent préparée par lots dans le réservoir phase de l'eau. L'eau devrait être de bonne qualité. Si l'eau potable n'est pas garantie, l'eau peut être soumise à un prétraitement par exemple un système UV ou filtration. Autre l'eau, la phase aqueuse peut consister en sel ou en saumure, protéines du lait (ajoutées à la margarine de table et aux pâtes à tartiner à faible teneur en matières grasses), sucre (bouillie), stabilisants, conservateurs et les arômes hydrosolubles (SPX.,2012).

II.8.2. Préparation de la phase grasse

La phase huileuse se compose généralement de la graisse et d'huile raffinée désodorisées, ainsi que d'autres ingrédients, y compris les vitamines A et D, les arômes de beurre synthétiques et naturels, les colorants (par exemple le β -carotène) et de petites quantités de conservateurs pour assurer un attrait visuel, une texture douce et une fraîcheur. Comme l'huile et l'eau ne se mélangent pas, des émulsifiants, comme la lécithine de soja, sont ajoutés pour garder le mélange stable (AOF., 1999).

II.8.3. Préparation de l'émulsion

La préparation de l'émulsion consiste à ajouter lentement la phase aqueuse à la graisse fondue ensuite la viscosité du mélange augmente rapidement et la conception du système mélangeur doit assurer la dispersion de la phase aqueuse non seulement pour éviter une surconcentration localisée, mais aussi pour éviter un cisaillement excessif, ce qui peut provoquer une inversion de phase (Applewhite., 1993). Les émulsifiants les plus couramment utilisés dans la margarine sont des monoglycérides distillés ou des mélanges de mono- et de diglycérides, comme on peut ajouter la lécithine de soja avec l'émulsifiant pour améliorer les effets de ce dernier (Pesce et Wiley., 2007).

II.8.4. Pasteurisation et refroidissement

L'émulsion crémeuse est ensuite pasteurisée pour tuer les microbes. Ceci se fait en chauffant rapidement le mélange à 85°C (AOF., 1999), ensuite un processus de refroidissement à une température de 45-55°C. La température finale dépend du point de fusion de la phase grasse, plus le point de fusion est élevé, plus la température est élevée (SPX., 2012).

II.8.5. Cristallisation

La cristallisation s'est produite plus tôt dans le refroidisseur de tubes, provoquant la cristallisation minimale qui n'est pas homogène, en conduisant à la formation de cristaux plus grands (Miskandar et al., 2005), ensuite l'émulsion circule à travers des tubes réfrigérés équipés des lames rotatives qui aident à produire une texture douce et lisse (AOF., 1999).

II.8.6. Conditionnement et emballage

La consistance du produit est très différente si elle est produite pour être emballée ou remplie, il est évident qu'un produit emballé doit présenter une texture plus ferme qu'un

produit rempli (SPX., 2012). Le mélange résultant est emballé dans des bacs (ou d'autres conteneurs, selon l'utilisation du produit), ou dans des cartons empilés sur des palettes et placés dans un entrepôt frigorifique à 5°C. La margarine est ensuite livrée directement à l'entrepôt frigorifique d'une chaîne de supermarchés et atteint habituellement le consommateur en quelques semaines de production, elle est également exportée (AOF., 1999).

PARTIE EXPERIMENTALE

MATERIEL ET METHODES

I. Analyses physicochimiques

I.1. Analyse de l'eau de process

I.1.1. Titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet

Le titre alcalimétrique TA exprime la teneur en OH^- et la moitié de la teneur en carbonate et le titre alcalimétrique complet (TAC) exprime la teneur en OH^- , en carbonates et bicarbonates (Audisio et Béranger., 2010 ; NF 90-036).

✓ Principe

Détermination des volumes successifs d'acide fort en solution diluée nécessaires pour neutraliser le pH de l'eau à 8,3 pour le titre alcalimétrique (TA), ensuite à pH 4,3 pour le titre alcalimétrique complet (TAC). En effet, le TA est inclus dans TAC. Ces deux mesures sont déterminées soit en présence d'indicateurs colorés, soit en utilisant un pH mètre (AFNOR., 1977).

✓ Mode opératoire

• Mesure de TA

Prélever 50 ml d'eau à analyser dans un Erlenmeyer de 250 ml, ajouter 1 à 2 gouttes de phénophtaléine. Une coloration rose doit alors apparaître ; dans le cas contraire le TA est nul, ce qui se produit en général pour les eaux naturelles dont le $\text{pH} < 8,3$. Verser ensuite doucement l'acide sulfurique (N/10) dans la capsule à l'aide d'une burette, en agitant constamment et ceci jusqu'à décoloration complète de la solution, qui indique que le pH est de 8,3 (AFNOR., 1977).

Soit V_1 le nombre de ml d'acide utilisée ou chute de burette pour obtenir la décoloration. Les résultats exprimés en degré français ($^{\circ}\text{F}$).

• Mesure de TAC

Utiliser l'échantillon traité précédemment ou le prélèvement primitif s'il n'y a pas de coloration. Ajouter 2 gouttes de méthylorange (hélianthine) et titrer de nouveau avec le même acide jusqu'au virage du jaune au jaune orangé, en indiquant que le pH est de 4,3 (AFNOR., 1977).

Soit V_2 le nombre de millilitres d'acide versés depuis le début du dosage. Le virage du méthyle orange se produit dès que le $\text{pH} < 4,4$, c'est-à-dire dès qu'il apparaît un excès d'acide

fort dans le milieu, on mesure donc la somme des ions OH^- , CO_3^{2-} et des HCO_3^- ; cette détermination correspond au TAC (AFNOR., 1977). Les résultats exprimés en degré français (°F).

✓ **Expression des résultats**

$$TA = \frac{V_1 \times N \times 1000}{V} \quad ; \quad TAC = \frac{V_2 \times N \times 1000}{V}$$

Où V : le volume en millilitres de la prise d'essai

V₁ : le volume d'acide en millilitre lu à la burette.

V₂ : le volume d'acide en millilitres lu à la burette.

N : la normalité de la solution acide.

I.1.2. Dosage de chlorures(méthode de Mohr)

Dans la méthode de Mohr, le chromate de sodium sert d'indicateur pour le dosage argentimétrique des ions chlorure, bromure et cyanure. Les ions argent réagissent avec le chromate pour former un précipité rouge brique de chromate d'argent (Ag_2CrO_4) au point d'équivalence. La méthode de Mohr ne s'utilise que rarement parce que le Cr (VI) est cancérigène (Skoog et West., 2015).

✓ **Principe**

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent (ISO., 9297.1989(F)).

✓ **Mode opératoire**

On introduit dans un Erlenmeyer 50 ml d'eau à analyser préalablement filtrée, 0,2 g de carbonate de calcium et 3 gouttes de chromate de potassium à 10%. On verse alors au moyen d'une burette la solution de nitrate d'argent jusqu'à l'apparition d'un précipité de teinte rougeâtre ; cette couleur doit persister.

Soit V le nombre de millilitres de nitrates d'argent 0,1 N utilisés pour le titrage (ISO9297.1989(F)).

✓ Expression des résultats

Teneur en $\text{Cl}^- = V_{\text{AgNO}_3} \times N_{\text{AgNO}_3} \times 1000 \times M_{\text{Cl}} / V'$ (prise d'essai).

I.1.3. La dureté de l'eau (TH)

La dureté totale d'une eau ou titre hydrotimétrique (TH) est la teneur en sels de Ca et Mg (CTCE., 1973).

✓ Principe

Les ions des éléments alcalino-terreux présents dans l'eau forment un complexe de type chélate avec le sel de l'acide éthylène-diamine-tétracétique (EDTA). La disposition des dernières traces d'éléments libres à doser est décelée par le virage de l'indicateur spécifique de la dureté totale (noir d'eriochrome). La méthode permet de doser la somme des ions de calcium et de magnésium (CTCE., 1973).

✓ Mode opératoire

Prendre 50 ml d'eau à analyser à l'aide d'une pipette de 100 ml et les transférés dans un Erlenmeyer de 500 ml, et on ajoute 10 gouttes de la solution tampon et quelque mg de l'indicateur. On titre alors avec la solution de l'EDTA jusqu'au virage du rouge violacé au bleu. Les résultats exprimés en degré français (°F).

✓ Expression des résultats

$\text{TH} = V \times 2$, avec V est le volume de la chute de l'EDTA dans la burette.

I.1.4. Mesure du pH**✓ Mode Opératoire**

Étalonner le pH-mètre avec la solution étalons. Prendre 100 ml d'échantillon à analyser dans un bécher, introduire la sonde et lire directement le résultat.

I.2. Analyse du lait

I.2. 1. Mesure de l'acidité Dornic

Un degré Dornic correspond à la présence de 0,1g d'acide lactique par litre de lait (Pierre et Alain., 2011).

✓ Principe

Titration de l'acidité par l'hydroxyde de sodium en présence de phénolphtaléine comme indicateur (MC. N° 10. 96. 01).

✓ Mode opératoire

Dans un bêcher, mettre 10ml du lait ou peser environ 10 g du lait additionnés de 2 gouttes de phénolphtaléine. Le titrage a été réalisé en ajoutant une solution d'hydroxyde de sodium, jusqu'au virage au rose facilement perceptible par rapport à la solution témoin (lait sans phénolphtaléine). On considère que le virage est atteint lorsque la coloration rose persiste pendant une dizaine de secondes, avant la décoloration (MC. N° 10. 96. 01). Les résultats sont exprimés en degré dornic (°D).

✓ Expression des résultats

$$V_1 = \frac{N_{NaOH} \times 1000}{V_0}$$

V_0 : Le volume en ml de la prise d'essai.

V_1 : Le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1N.

I.2.2. Mesure du pH

L'analyse du pH du lait a été réalisée à l'aide du pH-mètre de la même manière que celle de l'eau citée en haut.

I.2.3. Test du goût

Après l'étape de pasteurisation, le lait reconstitué est soumis à un test du goût.

I.3. Analyse de la margarine (Fleurial et Matina)

I.3.1. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras solides)

Les huiles et graisses sont composées majoritairement de triglycérides (95 à 99 %), alors les margarines ont des compositions en différents triglycérides qui possèdent des

cinétiques de cristallisation différentes. En effet, à une température donnée, la matière grasse est caractérisée par un niveau de cristallisation par rapport à celle qui est à l'état liquide (Laventurier., 2013).

La teneur en corps gras solide est définie comme un pourcentage en masse de corps gras à l'état solide à une température donnée, mesurée par résonance magnétique nucléaire pulsée, qui consiste à la mesure des signaux de croissance de l'aimantation émis par des protons de corps gras liquides et solides, avec calcul et affichage automatique de la teneur en corps gras solides, en utilisant des substances d'étalons fournies par le constructeur de l'appareil (ISO., 1991).

Dans la présente étude, la teneur en corps gras solides a été analysée en utilisant le spectromètre de résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution (minispec mg 20, Germany) (Figure 6).



Figure 6 : Spectromètre à résonance magnétique nucléaire (RMN) pulsée à basse résolution (minispec mq 20, Germany).

✓ **Principe**

Le taux de solide est déterminé à différentes températures (5,10, 15, 20, 25, 30, 35, 40°C). Après équilibrage électromagnétique du spectromètre RMN et l'application d'une impulsion de radiofréquence à 90°, le signal de décroissance de magnétisation des protons dans la phase liquide uniquement est mesuré et les corps gras solides sont calculés en utilisant un étalon constitué entièrement de corps gras liquides (ISO., 1991).

✓ **Mode opératoire**

La margarine a été bien fondue et débarrassée de sa teneur en eau à 100°C pendant 15 min, suivi de refroidissement à 60°C pendant 5 min, ensuite des tubes ont été remplis à hauteur de 3 cm. Après refroidissement à 0°C pendant 60 min, des incubations ont été réalisées pendant 30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35 et 40°C. La lecture pour chaque

température a été réalisée par le spectromètre RMN pulsée à basse résolution. Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides (ISO., 1991).

I.3.2. Teneur en eau (Humidité)

C'est la perte en masse d'un produit chauffé à 103 ± 2 °C jusqu'à l'élimination complète de l'eau (NE 1. 2-47, 1985). En effet, la margarine a été soumise à une évaporation complète de l'eau.

✓ **Mode opératoire**

Après la pesée du bécher à vide (p_1), le poids de la prise d'essai ($p_2 = 2$ g) a été soumis à une évaporation complète de l'eau à 103 °C, suivi de refroidissement dans un dessiccateur et ensuite la pesée du bécher contenant la matière sèche (P).

✓ **Expression des résultats**

La teneur en eau est déterminée par la formule suivante :

$$H(\%) = \frac{(P_1 + P_2) - P}{P_2} \times 100$$

H (%) : humidité exprimée en pourcentage massique ; **p1** : poids du bécher vide en gramme (**g**) ; **p2** : poids de la prise d'essai en grammes (**g**) ; **p** : poids du bécher contenant l'échantillon après chauffage (**g**).

I.3.3. Détermination du point de fusion

Le point de fusion est généralement défini comme le point où un matériau passe d'un solide à un liquide (O'Brien., 2008).

✓ **Principe**

Pour la matière grasse, la méthode utilise des tubes capillaires (1 mm de diamètre intérieur) qui sont remplis à une hauteur de 10 mm avec de la graisse fondue et ensuite tempérée pour obtenir une graisse solide. Le point de fusion est déterminé par le chauffage dans un bain en augmentant la température de 0,5 °C/min (O'Brien., 2008).

✓ **Mode opératoire**

Après avoir fait fondre une quantité de margarine, on obtient un mélange de deux phases (grasse et aqueuse). La phase grasse est récupérée, dans laquelle on introduit deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 10 mm, suivi de refroidissement au réfrigérateur de 8 à 10 min. Les tubes avec la graisse solide sont immergés dans un bain qui contient de

l'eau osmosée, ensuite la température est augmenté de 0,5°C/min. La température de fusion est prise au moment que l'huile commence à remonter dans les deux tubes (NE. 1.2.91/1988).

I.3.4.Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est la quantité du produit présent dans l'échantillon exprimée en meq g d'O₂ actif par 1000g du corps gras dans les conditions opératoires décrites (NE. 1. 2. 98, 1988 ; O'Brien., 2008 ; AACC., 1999).

✓ Principe

C'est le traitement d'une prise d'essai en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Titrage de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (NE. 1. 2. 98, 1988).

N.B : la fusion de la matière grasse ne doit pas se réaliser à une température supérieure à 70°C max.

✓ Mode opératoire

Préparer un ballon bien séché et à l'abri du contact avec l'air, 12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique sont ajoutés, ensuite 5 g de l'échantillon à analyser ont été additionnés. Une solution d'iodure de potassium (KI) (0,5 g ajusté à 1,5 g avec l'eau distillée) a été ajoutée, suivi d'une incubation à l'obscurité pendant 1 min. Un blanc a été préparé dans les mêmes conditions en ajoutant tous les réactifs, mais sans l'ajout de l'échantillon à analyser. Après incubation, 75ml d'eau distillée (afin d'arrêter la réaction) et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré ont été ajoutés, ensuite un titrage à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N (dans burette) a été réalisé. La lecture exprimée en fonction de la chute dans la burette.

✓ Expression des résultats

Les résultats sont calculés selon la formule suivante :

$$I_p = \frac{(V_1 - V_0) \times N}{m} \times 1000 = chute \times 2$$

I_p : l'indice de peroxyde en meq d'O₂/kg de matière grasse, **V₁** : volume de chute de la burette en ml de l'échantillon analysé, **V₀** : le volume de chute de la burette en ml pour le blanc et **m** : la masse de l'échantillon analysé.

I.3.5. Détermination du pH de la phase aqueuse par la méthode potentiométrique

Le pH de la phase aqueuse de la margarine est la différence de potentiel à la température de mesure, entre deux électrodes immergées dans la phase aqueuse de la margarine et exprimé en unité du pH (NE. 1. 2.430/1989).

✓ Principe

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

✓ Mode opératoire

Introduire les électrodes dans la phase aqueuse à la température de mesure, la lecture est effectuée lorsque la valeur devient constante.

I.3.6. Taux de sel

C'est la teneur en chlorures de sodium (NaCl), autrement dit c'est la quantité de sel contenue dans la margarine (NE. 1. 2.429/1989).

✓ Principe

Après avoir fondre la margarine par l'adjonction d'eau bouillante, on titre le chlorure du mélange avec une solution titrée de nitrate d'argent (AgNO₃) en présence de chromate de potassium selon la méthode de Mohr (NE. 1. 2.429/1989).

La réaction globale de la précipitation du chlorure d'argent (AgCl) est donnée selon la réaction :



Lors du titrage, afin de repérer la fin de la réaction de précipitation d'AgCl, on introduit dans la solution des ions Chromate CrO₄²⁻ obtenus par ajout à la solution à titrer du sel de chromate de potassium (K₂CrO₄).



✓ Mode opératoire

Dans un Erlenmeyer peser 5g de l'échantillon puis ajouter 100 ml d'eau distillée préalablement chauffée, agiter la margarine puis laisser refroidir, après on ajoute quelques

gouttes de chromates de potassium, suivi de titrage avec la solution de nitrates d'argent jusqu'au virage à la couleur rouge brique ([NE. 1. 2.429/1989](#)).

✓ **Expression des résultats**

Le calcul de taux de sel est donné par la formule suivante :

$$Ts(\%) = \frac{N \times V \times Eq. g NaCl/100}{P} \times 100$$

Ts : 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.

I.3.7. Tests organoleptiques

Les deux margarines sont soumises à des tests organoleptiques (l'odeur, saveur, couleur et texture).

II. Analyses microbiologiques

II.1. Margarine (Fleurial et Matina)

Les analyses microbiologiques ont été effectuées sur la phase aqueuse (solution mère) à l'exception des salmonelles (analyses directe de la margarine). Ces analyses visent à faire un dénombrement des microorganismes et à la recherche de certains germes pathogènes dans le produit fini « Margarine ».

II.1. 1. Préparation de la solution mère

Peser dans un flacon stérile préalablement taré, une prise d'essai d'une masse de 40g, prélevée aseptiquement à partir de l'échantillon à contrôler, à l'aide d'une spatule stérile. Ajouter 34 ml de diluant (solution Ringer 1/4). Ce volume a été calculé pour tenir compte des 16% d'humidité que contiennent les margarines. Dans le cas de Matina, la prise d'essai est de 50g et de 36 ml de diluant. Placer les flacons au bain marie, réglé à 45 ± 1°C jusqu'à fusion complète du produit. Ce temps ne doit pas excéder 20 min. Agiter jusqu'à l'obtention d'une émulsion homogène. Laisser reposer à température ambiante, afin d'obtenir une bonne séparation de la phase grasse et de la phase aqueuse (solution mère (SM)) ([ISO 6887-4/2003](#)).

II.1.2. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale

C'est le dénombrement des micro-organismes aérobies (bactérie, levures, et moisissures) dans les produits alimentaires destinés à la consommation humaine ou l'alimentation animale, par énumération des microorganismes sur milieu solide PCA à 30 °C (Delarras., 2014 ; ISO 4833/2003).

L'ensemencement a été réalisé dans la masse par la mise de 1 ml de la suspension mère au fond de la boîte Pétri, suivie de l'ajout de la gélose PCA en surfusion ($45 \pm 1^\circ\text{C}$) et des mouvements en huit pour bien mélanger la suspension avec la gélose. Une boîte témoin a été préparée pour vérifier la stérilité du milieu. Après refroidissement les boîtes ont été incubées à $30 \pm 1^\circ\text{C}$, pendant 72h. La lecture des résultats a été réalisée par dénombrement des colonies à l'aide d'un compteur de colonies des boîtes contenant 15 à 300 colonies. Le nombre de germes (N) est exprimé en UFC/g du produit, en utilisant l'équation suivante :

$$N = \frac{\sum C}{(n_1 + 0,1 n_2)d}$$

$\sum C$: est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues ; n_1 : est le nombre de boîtes retenues à la première dilution ; n_2 : est le nombre de boîtes retenues à la seconde dilution ; d : est le taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

II.1.3. Recherche et dénombrement d'*E. coli*

Escherichia coli est un bâtonnet à Gram négatif aérobie ou anaérobie facultative, fermente le lactose, sa température de croissance optimale est à 35-37 °C, mais elle peut croître à une température de 44,5 °C (CDAEQ., 2013), elle réduit le nitrate en nitrite et métabolise le tryptophane en indole (Trystram et Sougakoff., 2013).

La détection et le dénombrement d'*Escherichia coli* présumés, se réalise au moyen de la technique de culture en milieu liquide (lauryl sulfate simple concentration), avec calcul du nombre le plus probable (NPP), après incubation à 37 °C, puis à 44 °C sur Bouillon EC (milieu d'enrichissement sélectif) (ISO 7251/2005). Pour la confirmation on utilise l'eau peptonée exempte d'indole.

L'ensemencement a été réalisé par l'ajout de 1 ml de la suspension mère à 9 ml du bouillon lauryl sulfate simple concentration, dans des tubes à cloches de Durham préalablement dégazifiés, suivi d'incubation à 37 °C pendant 24h. S'il n'y a pas de production de gaz et de trouble, l'incubation sera prolonger jusqu'à 48 h.

S'il y a un résultat sur lauryl sulfate, le bouillon de confirmation (EC) est ensemencé à partir des tubes qui présentent un trouble ou un dégagement gazeux, suivi d'incubation pendant 24-48h à 44 °C. Les tubes positifs (dégagement gazeux visible) sont soumis à la recherche d'indole par ensemencement des tubes d'eau peptonée. Après incubation à 44°C /24-48h, on ajoute quelques gouttes du réactif de Kovacs. La réaction positive (production d'indole) est constatée par l'apparition d'un anneau rouge dans les tubes d'eau peptonée (ISO 11866-1 /1997).

II.1.4. Dénombrement de *Staphylococcus aureus*

Les *Staphylococcus aureus* est une bactérie à Gram positif sous forme de coques organisés en grappes, par paires ou en cellules individuelles compte tenu de l'âge de la culture (CDAEC., 2016). Possède une catalase et un Coagulase (ANSES., 2011).

Le dénombrement est réalisé par le comptage des colonies obtenues sur milieu gélosé Baird Parker, après incubation à 37 °C. Le test de confirmation est réalisé par l'ajout du plasma de lapin dans une culture sur bouillon cœur-cerveille (ISO 6888-1/2003).

L'ensemencement de la SM a été réalisé en surface sur gélose Baird Parker et incubée pendant 24h, puis ré-incubée pendant 24 h supplémentaires dans les étuves à 37°C. Après 24h et 48h d'incubation, la lecture est faite par le marquage sur le fond des boîtes les colonies caractéristiques et/ou non caractéristiques noires ou grises, brillantes, convexes et entourées d'une auréole d'éclaircissement. Après au moins 24h d'incubation, peut apparaître dans cette zone claire un anneau opalescent au contact des colonies (ISO 6888-1/2003).

Le test de confirmation est réalisé par l'ensemencement de tube de bouillon cœur-cerveille avec une colonie sélectionnée ; suivie d'incubation à 37°C pendant 24 h. 0,1ml de chaque culture sur bouillon cœur-cerveille est ajouté à 0,3 ml de plasma du lapin dans des tubes stériles à hémolyse et incubé à 37°C dans un bain marie. En inclinant le tube, la coagulation du plasma est examinée après 4h à 6h d'incubation. Si le test est négatif, réexaminer après 24 h d'incubation. A titre de contrôle négatif, un témoin est préparé par l'ajout du plasma dans bouillon cœur-cerveille stérile à la quantité recommandée de plasma de lapin et faire incubé sans ensemencement (ISO 6888-1/2003).

Calcul du nombre a de staphylocoques à coagulase positive identifiés pour chaque boîte retenue, selon l'équation suivante (ISO 7218 : 2007) :

$$a = \frac{b_c}{A_c} \times C_c + \frac{b_{nc}}{A_{nc}} \times C_{nc}$$

A_c: nombre de colonies caractéristiques soumises au test de la coagulase.

b_c : nombre de colonies caractéristiques qui ont répondu positivement au test de la coagulase.

A_{nc}: nombre de colonies non caractéristiques soumises au teste de la coagulase.

b_{nc} : nombre de colonies non caractéristiques qui ont répondu positivement au test de la coagulase.

c_c : nombre total de colonies caractéristiques repérées sur la boîte.

c_{nc} : nombre total de colonies non caractéristiques repérées sur la boîte.

II.1.5. Dénombrement des levures

Les levures sont des microorganismes aérobies, mésophiles, cultivés sur un milieu gélosé à 25 °C, dans des conditions appropriées, se développent à la surface du milieu en formant des colonies présentant le plus souvent un contour régulier et une surface plus ou moins convexe. Elles peuvent se développer en profondeur, en formant des colonies rondes et lenticulaires (J.O.R.A., 2015).

Cette méthode est utilisée pour le dénombrement des levures viables, au moyen de la technique par comptage des colonies à 25°C, en utilisant la gélose dichloran à 18% (concentration en masse) de glycérol (DG18) (ISO 21527-2/2008 ; J.O.R.A., 2015).

L'ensemencement a été réalisé dans la masse par la mise de 1 ml de la suspension mère au fond de la boîte Pétri, suivie de l'ajout de la Gélose dichloran en surfusion ($45 \pm 1^\circ\text{C}$) et des mouvements en huit pour bien mélanger la suspension avec la gélose. Une boîte témoin a été préparée pour vérifier la stérilité du milieu. Après refroidissement les boîtes ont été incubées à $25 \pm 1^\circ\text{C}$. La lecture des résultats a été réalisée par dénombrement des colonies à l'aide d'un compteur de colonies. Au 5^{ème} jour, retenir les boîtes contenant moins de 150 colonies (ISO 21527-2/2008). Les résultats sont exprimés de la même façon que la flore mésophile totale.

II.1.6. Recherche des salmonelles

Les espèces de *Salmonella* sont des bactéries asporulantes et mobiles à Gram négatif, en forme de bâtonnet, aérobies et anaérobies facultatives. Elles sont pathogènes pour l'homme et/ou pour les animaux. En effet, il est important d'éviter la présence des salmonelles dans l'alimentation (FAO., 1981).

Un pré-enrichissement en milieu non sélectif liquide est réalisé par ensemencement de 25g de margarine dans 225 ml d'eau peptonée tamponnée, puis incubé pendant $18 \pm 2\text{h}$ à

37°C. Un enrichissement sélectif de culture obtenue est réalisé par transfère de 0,1 ml dans un tube contenant 10 ml de bouillon RVS et 1 ml dans 10 ml de bouillon MKTTn, puis incubé respectivement à 41,5 °C et à 37 °C pendant 24 h (ISO 6579/2002).

A partir des cultures obtenues dans le milieu RVS et le milieu MKTTn, la gélose XLD et SS sont ensemencées séparément en surface. Incuber le tout pendant 24 h à 37 °C (ISO 6579/2002).

Il convient de soumettre toute colonie suspecte à une confirmation. Prélever à partir de chaque boîte de chacun des milieux sélectifs les colonies considérées comme typiques. Ensemencer les colonies sélectionnées sur la surface des boîtes de gélose nutritive.

Incuber les boîtes ainsi ensemencées à 37°C durant 24h en vue d'une confirmation biochimique et sérologique (ISO 6579/2002).

Pour une confirmation définitive, les souches considérées comme étant des salmonelles doivent être envoyées à un centre agréé.

Selon les résultats de l'interprétation, indiquer la présence ou l'absence de *Salmonella* dans une prise d'essai de 25g de produit.

II.2. Eau de process

II.2.1. Recherche d'*E. coli*

La recherche d'*E. coli* a été réalisée de la même manière que celle de la margarine.

II.2.2. Recherche de Clostridia sulfito -réducteurs

Clostridium perfringens est un bacille à Gram positif, sporulé (Flandrois et al., 1997 ; Dromigny., 2012), anaérobie (Dromigny., 2012) présente dans les sols et les flores commensales de l'homme et des animaux (Flandrois et al., 1997), responsable de toxico-infections alimentaires (Flandrois et al., 1997 ; Dromigny., 2012). En plus de *Clostridium perfringens*, le genre *Clostridium* comprend de nombreuses espèces moins fréquemment retrouvés dans des pathologies humaines invasives (Flandrois et al., 1997).

Cette recherche utilise en générale une gélose viande-foie-sulfite-fer pour la recherche et le dénombrement des bactéries anaérobies sulfito-réductrices dans le produit alimentaire et les eaux. Ces bactéries se manifeste par la présence de colonies noires (Delarras et al., 2010).

Introduire 20 ml d'eau dans un tube puis chauffé à 80°C pendant 10 min, suivi de refroidissement brusque. Ces 20 ml sont ajoutés dans un tube contenant le milieu viande foie (VF) en surfusion (45°C), puis ajouter une couche d'huile de vaseline pour favoriser

l'anaérobiose. L'incubation est réalisée à 46°C pendant 24 h. Le résultat positif se traduit par la présence de colonies noires à l'intérieur de la gélose.

II.2.3. Recherche des entérocoques

L'agar Esculin Bile (BEA) est utilisé pour ce test. BEA est un milieu sélectif et différentiel qui est utilisé pour identifier les entérocoques et streptocoques du groupe D et basés sur la capacité d'un organisme à hydrolyser l'esculine. L'hydrolyse de l'esculine dans le milieu entraîne la formation de glucose et un composé appelé esculetin, qui à son tour, réagit avec les ions ferriques pour former un complexe diffusible noir, en formant des halos noirs autour des colonies isolées (Winn et al., 2006).

Un test de présomptif en milieu de Rothe à été réalisé suivi d'un test de confirmation en milieu BEA (gélose bile-esculine-azide) pour les tube positif résulte sur le milieu Roth (Mazières, J., 1981). Ensemencer trois tubes de bouillon de Routh à simple concentration avec 1 ml de l'eau à analyser, en suite les incubent à 37 °C pendant 48 h. A partir des tubes présentant un trouble bactérien on ensemence par la méthode des quadrants une boîte de la gélosé BEA (Delarras., 2010), suivi d'une incubation à 37 °C pendant 48 h. Le résultat positif se manifeste par la présence d'un halo noir autour des colonies isolées.

II.3. Lait

II.3.1. Flore mésophile totale

La recherche a été réalisée de la même manière que celle de la margarine.

II.3.2. Recherche d'*E. coli*

La recherche a été réalisée de la même manière que celle de la margarine.

II.3.3. *Staphylococcus aureus*

La recherche a été réalisée de la même manière que celle de la margarine.

II.3.4. Coliformes totaux

Les coliformes comprennent toutes les bactéries aérobies et facultativement anaérobies, Gram⁻, en forme de bâtonnets, qui fermentent le lactose avec production de gaz à 35 °C pendant 48 h (Blackwood, C.M., 1978).

Transférer 1 ml de produit à analyser dans le fond de la boîte de Pétri, ajouter 15 ml de la gélose VRBL en surfusion, puis laisser solidifier et ajouter une couche fine pour former une

double couche. Après solidification, les boîtes sont incubées à 30°C pendant 24 h pour la recherche des coliformes. Après incubation, les coliformes présentent des colonies violacées de diamètre égal ou supérieur à 0,5 mm.

RESULTATS ET DISCUSSION

I. Analyses physicochimiques

I.1. Analyses de l'eau de process

Le pH de l'eau analysée est inférieure à 8,3 (tableau I), avec une valeur de $6,1 \pm 0,08$. Pour le TA, après l'ajout de la phénolphtaléine aucune coloration n'a été constatée, ce qui justifie que le pH de l'eau $< 8,3$, en indiquant que le TA est nul. Après l'ajout de méthylorange (hélianthine) et le titrage avec l'acide sulfurique (N/10), un virage du jaune au jaune orangé a été obtenu, en indiquant que le pH est de 4,3 et la chute de la burette est exprimée en TAC (tableau I).

Pour le dosage du chlorure, après l'ajout de chromate de potassium ($K_2CrO_4^-$) une couleur jaune pâle a été obtenue, qui avec l'ajout du nitrate d'argent ($AgNO_3^-$) vire vers le rouge brun. En effet, les résultats obtenus des 10 échantillons (tableau I) montrent une valeur moyenne de $14,1 \pm 0,08$ Mg/l.

Pour le TH, après l'ajout du noir ériochrome (NET) une coloration rouge violacé est obtenue, qui vire vers le bleu après titration avec l'EDTA, ce point correspond à la dureté de l'eau. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau I. En effet, les résultats obtenus des 10 échantillons (tableau I) montrent une valeur moyenne de TH de $0,36 \pm 0,07$ °F.

Toutes les valeurs de pH, de TA, de TAC, de chlorure et de TH répondent aux normes (tableau I).

Tableau I : Les résultats d'analyses physico-chimiques de l'eau de process.

| Echantillon | pH | TA(°F) | TAC(°F) | TH(°F) | Chlore(Mg/l) |
|-------------|-----------|--------|---------|--------|--------------|
| 01 | 6,1 | 0 | 2 | 0,4 | 14,2 |
| 02 | 6 | 0 | 2 | 0,2 | 14,2 |
| 03 | 6,2 | 0 | 2 | 0,3 | 14,1 |
| 04 | 6,1 | 0 | 2 | 0,2 | 14 |
| 05 | 6 | 0 | 2 | 0,4 | 14,2 |
| 06 | 6,2 | 0 | 2 | 0,3 | 14 |
| 07 | 6 | 0 | 2 | 0,4 | 14,1 |
| 08 | 6,1 | 0 | 2 | 0,2 | 14,2 |
| 09 | 6,2 | 0 | 2 | 0,2 | 14,2 |
| 10 | 6,1 | 0 | 2 | 0,4 | 14,1 |
| Normes | 5,5 - 7,8 | 0 | < 20 | <15 | 500max |

I.2. Analyses du lait

Le pH du lait frais est de l'ordre de 6,7 à 6,8. La diminution du pH du lait par rapport aux valeurs normales peut être liée à un développement microbien. En outre, le lait frais titre environ 16 à 18 °D (Branger et al., 2009).

Le pH du lait des 10 échantillons analysés est en moyenne de $6,7 \pm 0,0$ (tableau II). Pour l'acidité du lait, après l'ajout de la phénolphtaléine aucune coloration n'a été constatée, mais après le titrage avec une quantité de NaOH (0,1 N) une coloration rose a été obtenue, ce point est considéré l'équivalence de l'acidité du lait. En effet, la valeur moyenne de l'acidité du lait utilisé est de $14 \pm 0,0$ °D (tableau II). Les résultats du pH et de l'acidité titrable obtenus sont conformes à la norme (tableau II). En outre, les tests du goût du lait reconstitué et pasteurisé montrent une bonne qualité.

Tableau II : Les résultats d'analyses physico-chimiques du lait.

| Echantillon | pH | Acidité dornic(°D) | Goût |
|-------------|---------|--------------------|-----------------|
| 01 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 02 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 03 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 04 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 05 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 06 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 07 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 08 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 09 | 6,7 | 14 | Bonne |
| 10 | 6,7 | 14 | Bonne |
| Normes | 6,5-6,9 | 18 max | Caractéristique |

I.3. Analyse de la margarine

Les résultats d'analyses du sel, de l'humidité, du pH, du point de fusion et de l'indice peroxyde des margarines Fleurial et Matina sont récapitulés respectivement dans les tableaux III et IV.

Tableau III : Résultats d'analyses physico-chimiques de la margarine Fleurial(500g).

| Fleurial (500 g) | Poids (g) | Sel (%) | Humidité (%) | pH | Point de fusion (°C) | Indice peroxyde (MeqO2/Kg) |
|-----------------------------|--------------|------------|-----------------|--------|-------------------------|-------------------------------|
| 1 | 527 | 0,33 | 15,88 | 4,9 | 35,1 | 0,28 |
| 2 | 526 | 0,32 | 15,86 | 4,95 | 35 | 0,24 |
| 3 | 528 | 0,34 | 15,89 | 4,85 | 35,3 | 0,26 |
| 4 | 527 | 0,30 | 15,87 | 4,8 | 35,1 | 0,28 |
| 5 | 529 | 0,29 | 15,85 | 4,9 | 35,2 | 0,30 |
| 6 | 528 | 0,31 | 15,88 | 4,92 | 35 | 0,24 |
| 7 | 527 | 0,34 | 15,86 | 4,8 | 35,1 | 0,24 |
| 8 | 527 | 0,36 | 15,82 | 4,7 | 34,9 | 0,26 |
| 9 | 526 | 0,33 | 15,80 | 4,9 | 35,4 | 0,28 |
| 10 | 528 | 0,32 | 15,84 | 4,87 | 35,2 | 0,22 |
| Normes | 525 ± 1 | 0,1-0,4 | 16 max | 4 -5,5 | 33-37 | 10 max |

Tableau IV:Résultats d'analyses physico-chimiques de la margarine Matina (400g).

| Matina (400 g) | Poids (g) | Sel (%) | Humidité (%) | pH | Point de fusion (°C) | Indice peroxyde (MeqO2/kg) |
|---------------------------|-----------|------------|-----------------|---------|-------------------------|-------------------------------|
| 1 | 430 | 0,30 | 29,89 | 4,9 | 35,1 | 0,28 |
| 2 | 427 | 0,31 | 29,90 | 4,75 | 35 | 0,30 |
| 3 | 428 | 0,30 | 29,84 | 4,8 | 35,3 | 0,22 |
| 4 | 426 | 0,32 | 29,82 | 4,7 | 35,1 | 0,24 |
| 5 | 427 | 0,33 | 29,86 | 4,9 | 35,2 | 0,26 |
| 6 | 429 | 0,30 | 29,87 | 4,85 | 35,4 | 0,30 |
| 7 | 428 | 0,32 | 29,85 | 4,9 | 35,3 | 0,26 |
| 8 | 427 | 0,34 | 29,86 | 4,8 | 35,4 | 0,24 |
| 9 | 428 | 0,29 | 29,80 | 4,78 | 35,2 | 0,26 |
| 10 | 429 | 0,30 | 29,83 | 4,95 | 34,9 | 0,26 |
| Normes | 425±1 | 0,1-0,4 | 30 max | 4,0-5,5 | 33-37 | 10 max |

I.3.1. Taux de solide par RMN

A une température donnée, la matière grasse peut être caractérisée par la proportion du rapport matière grasse cristallisée et celle à l'état liquide (figure 7) (Laventurier., 2013).

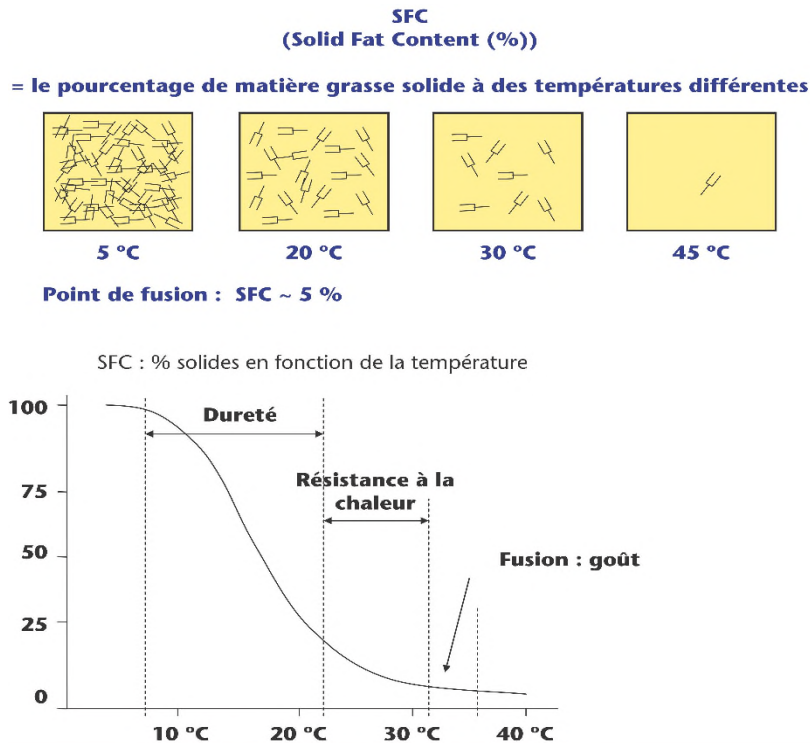


Figure 7 : Le SFC représente le pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes (Laventurier., 2013).

Le SFC est un facteur essentiel à déterminer, car il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général, l'exsudation d'huile et les propriétés organoleptiques. L'indice SFC se rapporte au pourcentage des matières grasses qui sont solides à des températures différentes. Pour les margarines à tartiner, le SFC ne doit pas dépasser 40% à 5 °C et pas plus de 6% à 37 °C ou pas plus de 32% à 10 °C. Les margarines sont plastiques et faciles à tartiner à 37 °C, en présentant l'indice SFC inférieur à 6% et qui fondent facilement dans la bouche (Himed et Barkat., 2014). Les résultats SFC obtenus de 5 prises d'essai en fonction de température (10, 20, 30 et 40 °C) sont présentés dans le graphe de la figure 8, en montrant que Fleurial et Matina présentent des taux de SFC, respectivement, de 24,38 et 29,50% à 10 °C. La figure 8 montre aussi que la margarine Matina présente des taux de SFC plus élevée que celle de Fleurial jusqu'à la température environ 36 °C où les deux margarines (Fleurial et Matina) présentent le même taux de solide (SFC). A partir de ce point Fleurial présente des taux plus élevés de SFC par rapport à Matina. En plus, à 37 °C les

deux margarines présentent des taux de SFC inférieurs à 5%, ce qui indique que les deux margarines sont faciles à tartiner et qui se fondent facilement dans la bouche.

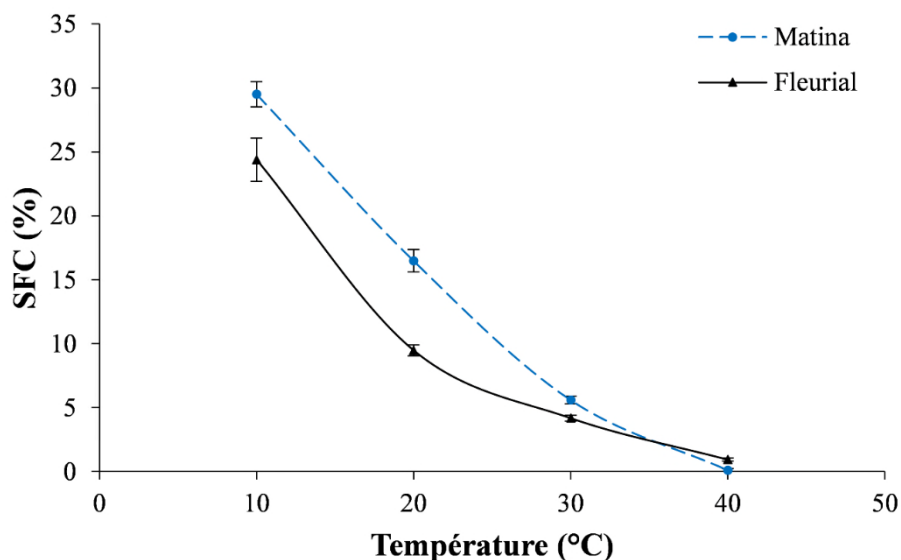


Figure 8 : Taux de solides (SFC) de la margarine Fleurial et Matina.

I.3.2. Teneur en eau (Humidité)

Les résultats de l'humidité pour les deux margarines Fleurial et Matina sont présentés dans la figure 9. Les résultats de l'humidité est de $15,86 \pm 0,03\%$ pour Fleurial et de $29,85 \pm 0,03\%$, pour Matina (figure 9). Ces valeurs sont conformes à ceux de la norme (tableaux III et IV) et compatibles avec leurs formulations initiales qui sont 82 % de la phase grasse et 18% de la phase aqueuse contenant les composés hydrosolubles pour Fleurial, et 70% de phase grasse et 30% de la phase aqueuse pour Matina.

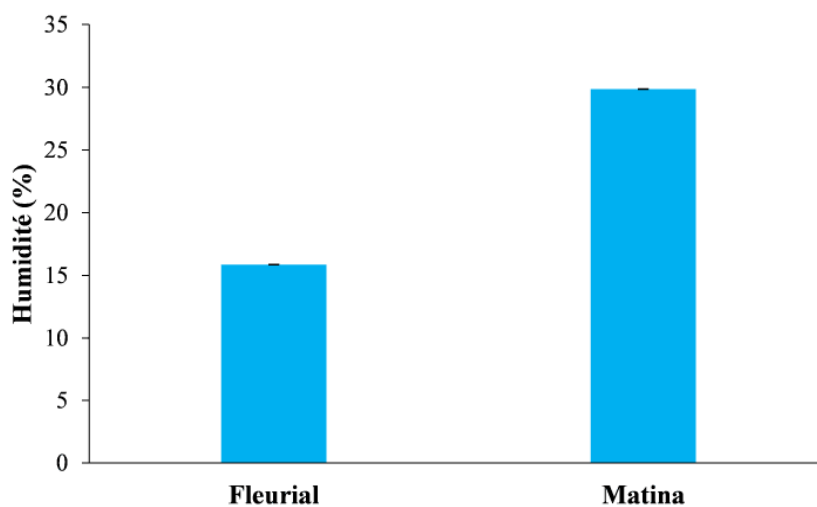


Figure 9 : Taux d'humidité des deux margarines Fleurial et Matina

I.3.3. Point de fusion

Le point de fusion est en relation directe avec la composition en acides gras de la margarine. Le point de fusion augmente avec la longueur de la chaîne d'acide gras saturés, croît avec le nombre d'atome de carbone, et nombre de doubles liaisons : pour une même longueur de la chaîne, le point de fusion décroît avec le nombre de doubles liaisons (degrés d'insaturation) et varie selon la forme géométrique : le point de fusion des formes cis est plus bas que celui des formes trans. Plus la margarine est riche en acides gras saturés, plus le point de fusion sera important (Froncois., 1974). En effet, les valeurs moyennes des deux margarines Fleurial et Matina est de $35,13 \pm 0,14$ °C et $35,19 \pm 0,16$ °C (figure 10), qui sont conformes à la norme (tableaux III et IV).

Le point de fusion est toujours en corrélation avec la tartinabilité et la plasticité de la margarine. En effet, les deux points de fusion obtenus sont très proches, ce qui confirme les résultats de la figure 8 concernant le même taux de SFC obtenu pour Fleurial et Matina aux environ de 36 °C.

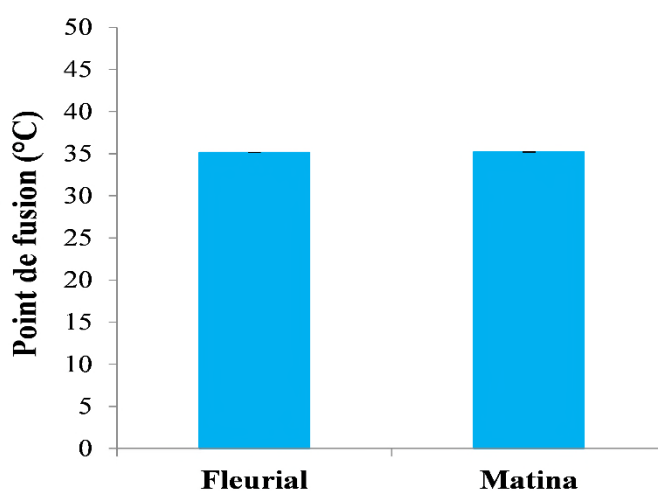


Figure 10 : Point de fusion des deux margarines Fleurial et Matina.

I.3.4. L'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est un critère très utile et d'une sensibilité satisfaisante pour apprécier les premières étapes d'une détérioration oxydative (Karleskind et Wolff., 1992). Les premiers produits formés par l'oxydation sont les peroxydes ou les hydroperoxydes, qui évoluent vers des structures plus stables (produits volatils et produits non volatils) (Rahmani, 2007 ; Touati., 2013).

Les résultats d'indice de peroxyde pour Fleurial et Matina est le même avec une valeur de $0,26 \pm 0,02$ MeqO₂/Kg (figure 11). Donc les résultats obtenus démontrent que la qualité du produit fini et celle des huiles utilisés comme matière première lors de l'élaboration des deux margarines est très satisfaisante en comparaison aux valeurs max fixées par la norme (tableaux III et IV).

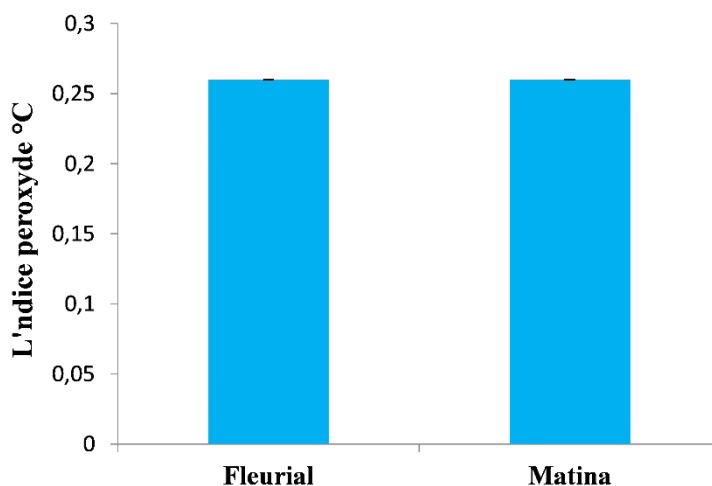


Figure 11 : L'indice de peroxyde des deux margarines Fleurial et Matina.

I.3.5. pH

Le pH est l'un des indicateurs de la qualité le plus important du produit fini. Selon la figure 12, les valeurs du pH de la phase aqueuse de Fleurial et Matina sont respectivement de $4,86 \pm 0,07$ et $4,95 \pm 0,08$. Ces deux valeurs sont à l'intérieur de l'intervalle fixée par la norme (tableaux III et IV).

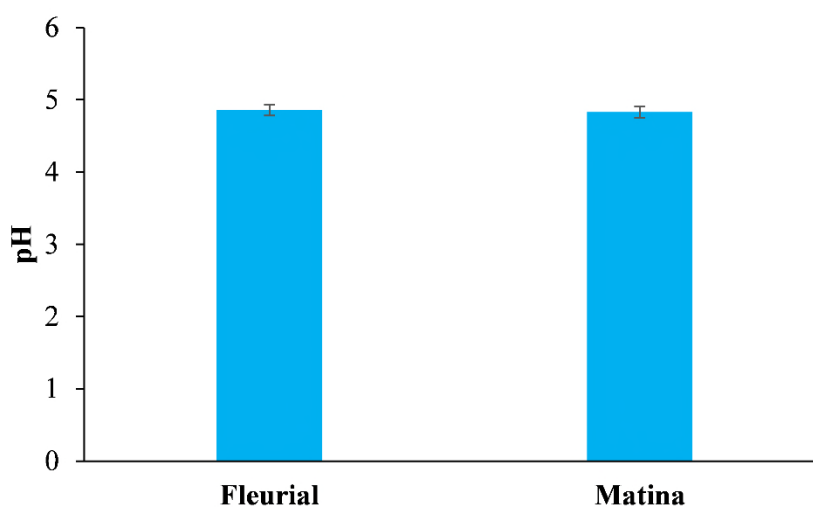


Figure 12 : pH des deux margarines Fleurial et Matina.

I.3.6. Taux de sel

Les teneurs en sel pour les deux margarines Fleurial et Matina sont représentés dans la figure 13. Sa détermination est importante, car en plus de son rôle dans l'amélioration de la stabilité, le sel peut jouer un rôle protecteur (bactériostatique) (Djouab., 2007), il agit également comme conservateur (Chikhoun., 2010). Le sel possède aussi un rôle important dans la stabilisation de l'émulsion (Frasch-Melnik et al., 2010). Donc les teneurs en sel des deux margarines sont de l'ordre $0,32 \pm 0,01$ % pour Fleurial et de $0,31 \pm 0,01$ % pour Matina (figure 13). Le taux de sel varie suivant l'utilisation de la margarine et sa texture, elle est de l'ordre de 0,1 à 0,3 % pour les margarines tartinables (Karleskind et Wolff., 1992). D'après ces résultats on déduit que les 2 margarines sont conformes à la norme (tableau III et IV).

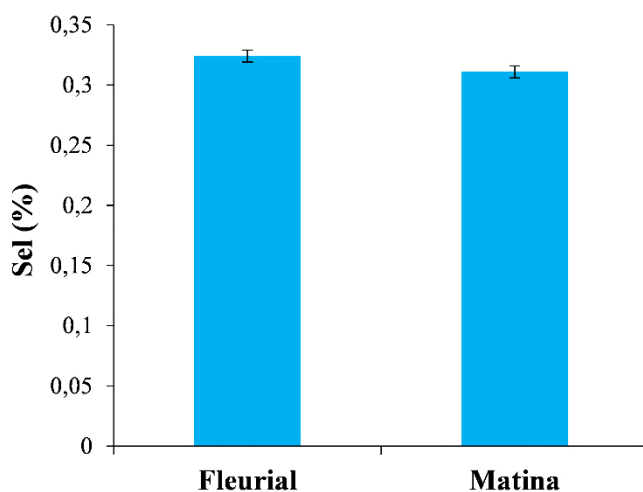


Figure 13 : Taux de sel des deux margarines Fleurial et Matina.

Concernant les tests organoleptiques, les deux margarines présentent une bonne qualité organoleptique (tableau V).

Tableau V : Les résultats des tests organoleptiques.

| | Texture | Couleur | Odeur et saveur |
|-----------------|---------|----------------|----------------------------|
| Fleurial | Bonne | Crème jaunâtre | Caractéristique au produit |
| Matina | Bonne | Crème jaunâtre | Caractéristique au produit |

II. Analyses microbiologiques

Si la phase grasse ne présente pas de danger au regard du développement microbiologique (absence d'eau), la phase aqueuse est le facteur limitant (Daumas., 2007). La prolifération microbienne dans la margarine peut conduire à une détérioration et/ou amener le produit à provoquer des maladies d'origine alimentaire. La détérioration d'origine microbienne est assez fréquemment observée dans l'industrie de la margarine, l'altération microbienne de la margarine est associée aux organismes ayant une résistance à un pH acide et à une faible activité de l'eau, en particulier les moisissures et les levures. La détérioration bactériennes peut survenir dans les margarines non salées (Clement., 1970) et de pH neutre. En plus de l'activité de l'eau et le pH, la structure de l'émulsion et en particulier la taille des gouttelettes d'eau de la margarine jouent un rôle essentiel dans la prolifération des microorganismes qui contaminent le produit (Clement., 1970 ; Daumas., 2007). En effet, le contrôle de la qualité microbiologique est donc de plus grande importance dans l'industrie de la margarine (Clement., 1970). Le but d'une manière générale est donc de vérifier la conformité des aliments à des critères préétablis (Uzzan et al., 1992).

La présence de Salmonelles, *Clostridium*, *Staphylococcus aureus*, streptocoque et *E. coli* sont à l'origine des intoxications alimentaires (Suijkerbuijk.,2011). La présence des coliformes fécaux peut indiquer une contamination microbienne, notamment d'origine fécale (Huss., 1988). En outre, la présence des levures donne naissance à la protéolyse et à la lipolyse, en générant des altérations importantes (odeurs, défaut de texture et de goût) (Monique et Souad Ch.,2012), comme elles sont des agents d'altération de la margarine, en témoignant une contamination environnementale non maîtrisée par les traitements technologique et d'hygiène (Dromigny., 2011).

Selon la réglementation, il y a deux types de plan d'échantillonnage qui permet de juger la qualité microbiologique d'un aliment (figure 14). Le plan à deux classes permet de qualifier simplement chaque unité d'échantillonnage comme acceptable ou inacceptable, sauf dans certains plans, seule la présence d'un microorganisme particulier, tel que *Salmonella* sp, est inacceptable. Pour le plan à trois classes, les unités d'échantillonnage présentant un nombre de microorganismes inférieur à la valeur de « m » sont acceptées ou de bonnes qualités. Les unités des valeurs entre « m » et « M » sont jugées comme étant de qualité médiocre, et les unités qui présentent une valeur de « M » sont insatisfaisantes (CECMA., 2009).

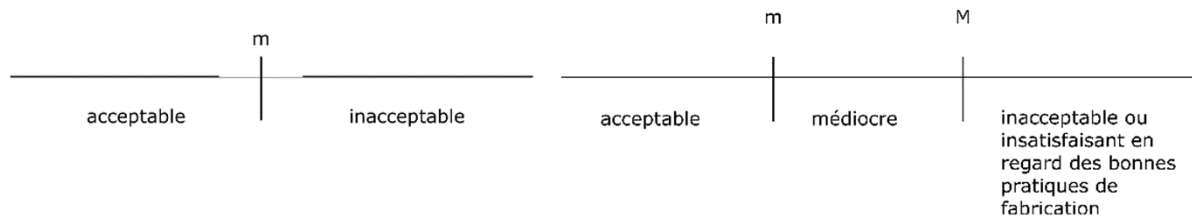


Figure 14: Plan à deux (à gauche) et à trois classes (à droite) (CECMA., 2009).

n : Représente le nombre d'unités d'échantillonnage analysés ; **m** : valeur numérique de « m » représente des concentrations acceptables de microorganismes ; **M** : Représente des concentrations inacceptables de microorganismes ; **c** : Représente le nombre maximal permis d'unités d'échantillonnage de qualité médiocre (J.O.R.A. N° 57/1994).

Les résultats obtenus des analyses des deux margarines de table Matina et Fleurial sont récapitulés dans le tableau VI et VII respectivement.

La lecture des résultats des germes aérobies sur PCA des cinq échantillons analysés montrent des valeurs de 0 à 7 UFC/g pour Matina et de 0 à 2 UFC/g pour Fleurial. Les limites microbiologiques du journal officiel N° 57/1994 sont définies selon un plan à trois classes (m et M) avec 2 échantillons médiocres acceptés parmi 5 analysés. En référence à cette réglementation, la totalité des résultats des deux margarines sont inférieurs à « m » (absence d'échantillons médiocre), de même les résultats de *Staphylococcus aureus* sur Baird Parker et des levures sur gélose dichloran des cinq échantillons analysés des deux margarines montrent des valeurs inférieures à « m ». Par contre, les résultats d'*E. Coli* et *Salmonella* sont caractérisés par une absence totale sur les cinq échantillons analysés. En conclusion, ces résultats montrent que la qualité des deux margarines est satisfaisante.

Tableau VI : résultats d'analyse microbiologique de margarine Matina.

| Désignation | Unité | E1 | E2 | E3 | E4 | E5 | Normes | Méthode d'essai |
|--------------------------|---------|----|----|----|----|-----|----------------------------------|-----------------|
| Germes aérobies | UFC/g | 02 | 03 | 00 | 07 | 01 | 10 ² -10 ⁴ | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | ISO : 7251 |
| <i>S. aureus</i> | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | <10 | 10-10 ² | ISO : 6888-1 |
| Levures | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | <10 | 10-10 ² | ISO : 21527-2 |
| <i>Salmonella</i> | UFC/25g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | ISO : 6579 |

Tableau VII: résultats d'analyse microbiologique de margarine Fleurial.

| Désignation | Unité | E1 | E2 | E3 | E4 | E5 | Normes | Méthode d'essai |
|--------------------------|---------|----|----|----|----|----|----------------------------------|-----------------|
| Germes aérobies | UFC/g | 02 | 00 | 01 | 02 | 01 | 10 ² -10 ⁴ | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | ISO : 7251 |
| <i>S. aureus</i> | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10-10 ² | ISO : 6888-1 |
| Levures | UFC/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10-10 ² | ISO : 21527-2 |
| <i>Salmonella</i> | UFC/25g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | ISO : 6579 |

Les analyses de l'eau de process montre l'absence totale d'*E coli*, d'entérocoques et des anaérobies sulfite-réducteurs (tableau VIII). Ces résultats montrent que la qualité de l'eau de process utilisée est de qualité satisfaisante.

Tableau VIII : résultats d'analyse microbiologique de l'eau.

| Désignation | Unité | Résultats | Norme | Méthodes d'essai |
|--|-----------|-----------|-------|------------------|
| E Coli. | UFC/100ml | 00 | 00 | ISO : 9308-1 |
| Entérocoques. | UFC/100ml | 00 | 00 | ISO : 7899-2 |
| CSR* à46°C y compris les spores | UFC/20ml | 00 | 00 | ISO : 15213 |

*CSR: *Clostridium sulfito-reducteurs*.

Concernant le lait, la valeur obtenue pour les germes aérobies est inférieures à « m », de même pour les coliformes totaux et *Staphylococcus aureus*(tableau IX), en montrant une qualité satisfaisante.

Tableau IX: résultats d'analyse microbiologique du lait.

| Désignation | Unité | Résultats | Norme | Méthode d'essai |
|-------------------------------|--------|-----------|------------------------|-----------------|
| Germes aérobies à 30°C | UFC/ml | 89 | 3.10^4 - 2.10^5 | ISO 6610 |
| Coliformes totaux | UFC/ml | <1 | 1-10 | ISO 4832 |
| Coliformes fecaux | UFC/ml | 00 | 00 | ISO 4832 |
| S. Aureus | UFC/ml | <1 | 1-10 | ISO 6888 |

L'absence de germes pathogènes peut être justifiée par l'ajout de sel (salage ou saumurage) qui permet d'abaisser l'activité de l'eau (Dupin.,1992) et le pH acide qui évite de plus le développement des micro-organismes de contamination ou entraîne leur réduction (Martin et Houdebine.,1993).En plus, l'émulsion subit une pasteurisation à 85°C (traitement thermique), ce qui élimine les germes pathogènes (SPX., 2012).

CONCLUSION

Conclusion

Le présent travail a été réalisé dans le cadre de la vérification de la qualité de deux margarines de table Fleurial et Matina élaborées au niveau de l'entreprise « Cevital », par des analyses physico-chimiques et microbiologiques. Pour cette raison, les analyses physicochimiques ont été réalisées par des mesures de pH,TA,TAC, chlorure et le TH pour l'eau de process; le pH, l'acidité dornic et le test organoleptique (goût) pour le lait ; le taux de solide par RMN, le taux d'humidité, le point de fusion, l'indice de peroxyde, pH, le taux de sel et les tests organoleptiques (odeur, saveur, couleur et texture) pour le produit fini. En plus, des analyses microbiologiques ont été effectuées pour le l'eau de process,le lait et le produit fini.

Les résultats obtenus pour l'eau de process sont de $6,1 \pm 0,08$, $0 \text{ }^\circ\text{F}$, $2 \text{ }^\circ\text{F}$, $14,1 \pm 0,08\text{Mg/l}$ et $0,36 \pm 0,07\text{ }^\circ\text{F}$, respectivement, pour le pH,TA,TAC, chlore et le TH. Les résultats obtenus du lait sont de $6,7 \pm 0,0$ et $14 \pm 0,0 \text{ }^\circ\text{D}$, respectivement, pour le pH et l'acidité dornic. Concernant le produit fini, les résultats obtenus pour les deux margarines Fleurial et Matina sont, respectivement, de $15,86 \pm 0,03$ et $29,85 \pm 0,03\%$ pour l'humidité, de $35,13 \pm 0,14$ et $35,19 \pm 0,16 \text{ }^\circ\text{C}$ pour le point de fusion, de $0,26 \pm 0,02 \text{ MeqO}_2/\text{Kg}$ pour l'indice de peroxyde pour les deux margarine, de $4,86 \pm 0,07$ et $4,95 \pm 0,08$ pour le pH, de $0,32 \pm 0,01$ et $0,31 \pm 0,01\%$ pour le taux de sel. Pour les analyses du taux de solide du produit fini, la margarine Fleurial et Matina présentent des taux de SFC, respectivement, de 24,38 et 29,50% à $10 \text{ }^\circ\text{C}$ et des taux inférieurs à 5% à $37 \text{ }^\circ\text{C}$ pour les deux margarines, en obtenant des produits faciles à tartiner et qui se fondent facilement dans la bouche.

Les résultats des analyses physicochimiques effectuées pour l'eau de process, le lait et le produit fini sont conformes aux normes, ainsi qu'une qualité satisfaisante pour l'ensemble des analyses microbiologiques a été obtenue. L'obtention de ces résultats est liée au respect des paramètres technologiques et des règles d'hygiène durant toutes les étapes de fabrication. En plus, afin de préserver la santé du consommateur des contrôles réguliers sont respectés.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

A

AACC., 1999. Determination of peroxide value acetic acid-chloroform. AACC International Approved Methods 58-16 <http://files.instrument.com.cn/FilesCenter/20110425/58-16.pdf>.

AFNOR., 1977. Essai de eaux, détermination de l'alcalinité (titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet). Norme AFNOR NF T 90-036.

Ahmad, M., et Clyde, S. Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. American Soybean Association.

Anonyme1. Le marché des industries alimentaires en Algérie .l'essentiel de l'agroalimentaire et l'agriculture N° 97.novembre 2015 [http://www.agroligne.com/img/pdf/agroligne web 97. pdf.](http://www.agroligne.com/img/pdf/agroligne_web_97_.pdf) Consulté en Mars 2017.

ANSES.,2011.*Staphylococcus aureus* et entérotoxines staphylococcique :famille des staphylococcaceae,genre *Staphylococcus*..Agencenationale de sécurité sanitaire alimentation en virenement, travail.

AOF., 1999. From oilseed to a spread: The Natural story of margarine. Teaching manual. Australian Oilseeds Federation (AOF), and the Australian Oilseed Products Group http://www.schools.nsw.edu.au/media/downloads/schoolshsie/k_6/margmanual.pdf (Consulté le 09 mai 2017)

Applewhite, T .H., 1993. Finished Product design: margarine in: Ron, D (Ed), Proceedings of the World Conference on Oilseed Technology and Utilization.The American Oil Chemists Society, pp. 199-202.

Audisio, S., et Béranger,G.,2010. Anticorrosion et durabilité dans le bâtiment, le génie civil et les ouvrages industriels. PPUR Presses polytechniques. METIS Lyon Tech.

B

Ballerini , M ., 2011. Les biocarburants de première génération pour les moteurs Diesel, in : Ballerini, M(Ed), les biocarburants : répondre aux défis énergétiques et environnementaux des transports. ÉditionTechnip, pp. 137-153.

Belcher, M., Chairman, D.S., Dawson, T.,and Delaner, B., 2006. Food fats and oils. Institute of shortening and edible oils 1750 New York Avenue, NW, suite 120 Washington, DC 2006. <http://www.iseo.org/foodfats.htm>

Belcher,M ., Chairman, D.S., Dawson, T., and Delaner, B., 2006. Food fats and oils. Institute of shortening and edible oils 1750 New York Avenue, NW, suite 120 Washington, DC 20006. <http://www.iseo.org/foodfats.htm>.

Belitz, H.D.,Grosch,W., and Schieberle, P., 2009. Edible fats and oil, In:Belitz, H.D (Ed), Food and chemistry.Springer Science & Business Media, pp 660.

Blackwood, C.M., 1978. L'eau dans les usines de traitement du poisson. FAO.

Bosque, F., et Badey, L., 2010. Huiles végétales : guide d'aide à l'application des meilleures technologies disponibles (MTD). Institut des corps gras ITERG.

Bouvet, M., 1946. La découverte de la margarine par Mège-Mouriès. Revue d'histoire de la pharmacie, 116, 82-88.

Branger, A., Richer, M.M., et Roustel, S., 2009. Alimentation, processus technologiques et contrôles : Applications pratiques et dirigées manuel pour les élèves, educagri.

Brisson, G., 1982. Corps gras alimentaires et autres composés lipidique : la signification des mots, in : les presses de l'université Laval, Québec. (Ed), Lipides et nutrition humaine : analyse des données récentes sur les corps gras alimentaire. MASSON paris, pp. 2-34.

Bruneton, J., 2009. Lipides végétaux : généralités, in : TEC & DOC. (Ed), Pharmacognosie, phytochimie, plantes médicinales (4e Ed). Lavoisier, pp.141-154.

C

CDAEC., 2016 ., Recherche et dénombrement de *Staphylococcus aureus* : méthode par filtration sur membrane. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CDAEQ) Québec.

CDAEQ., 2013. Recherche et dénombrement d'*Escherichia coli* thermotolérants dans les échantillons solides ou semi-solides : méthode par filtration sur membrane utilisant le milieu de culture mFC-BCIG. Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec (CDAEQ). Québec

CECMA., 2009. Lignes directrices et normes pour l'interprétation des résultats analytiques en microbiologie alimentaire. Comité sur l'élaboration des critères microbiologiques dans les aliments (CECMA)

Charles, A ., Guy, L ., et Laurent, M., 2003. Corps gras, biochimie alimentaire 5^{eme} édition de l'abrégé. DUNOD, pp. 224-226.

Chikhoun A., 2010. Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interesterifiées), Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-alimentaires I.N.A.T.A.A. Université Mentouri Constantine. Mémoire de magister.

Christopher, G.J., Baker, M.D., and Ranken, R.C., 2012. Kill food industries manual. Blakie Academic & Professional.

Claude, L., 2013. Nature et source des lipides, In : Claude, L. Les lipides et nutrition et santé. Lavoisier, pp. 34-36.

Clement, G., 1970. Margarinetoday, margarine d'aujourd'hui Die Margarine Heute. Leiden E.J. Brill.

CTCE., 1973. Manuel de traitement des eaux d'injection. Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel. Comité des techniciens commission exploitation (CTCE) Sous-commission Production. Editions TECHNIP, Paris.

D

Daumas, A., 2007. L'industrie alimentaire, un des acteurs de l'expertise et de la gestion du risque : ses relations avec les experts et les instances de gestion et les évolutions souhaitables. OCL 14 (2), 105-109.

Delarras, C., 2014. Pratique en microbiologie de laboratoire ? Recherche de bactéries et de levures-moisissures. Tec & Doc, Lavoisier .pp212.

Delarras, C., Trébaol, C., and Joell, D., 2010 Surveillance sanitaire et microbiologique des eaux : Réglementation-Micro-organismes- Prélèvement-Analyse. Edition TEC &DOC, Lavoisier, Paris.pp 92-403 <https://books.google.com/booksisbn=274301816X>.

Diatta, T.,1998. Contribution à l'étude de la qualité des corps gras alimentaires commercialisés au Sénégal : les huiles végétales, Faculté de médecine, de pharmacie et d'odontostomatologie. Université Cheikh AntaDiop de Dakar. Thèse de doctorat.

Didier, F., 2011. Huiles végétales : teneurs en matières insaponifiables. TEC & DOC. , Lavoisier.

Djouab,A., 2007. Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches.. Université de M'hamedBougara - Boumerdes. Algérie. Mémoire de Magister en Génie Alimentaire.

Dromigny, E., 2012. Les critères microbiologiques des denrées alimentaires : Réglementation, agents microbiens, autocontrôle. Éd. Tec & Doc-Lavoisier.

Dromigny,E .,2011. critères microbiologique des denrées alimentaires : Réglementation-Agent microbiens- Autocontrôle. TEC & DOC, Lavoisier.

E

Elvers, B., 2017. Bulk food component, in:Elvers, B (Ed),ullmann's food and Feed.John Wiley& Sons. pp 819-841.

F

FAO, OMS., 1981. Le rôle des graisses et huiles alimentaires en nutrition humaine. Food & Agriculture Organisation.

FAO., 1988. Le Poisson frais : qualité et altérations de la qualité, manuel de formation préparé pour le Programme de perfectionnement FAO/DANIDA sur la technologie du poisson et le contrôle de qualité.food& Agriculture organisation.pp75.

Flandrois, J.-P., Coucol, R., LmelandJ.-F., Ramuz, M., Sirot, J., andSoussy, C.-J., 1997. Bactériologie médicale. Presses universitaires de Lyon.

Fortine, C., 2008. la mini_enceclopédie des aliments : achat, préparation, cuisson,conservation, valeur nutritive,techniques culinaires illustrées.Québec, Amérique.

Francois., 1974. Les industries des cors gras. Edition: Lavoisier. Paris, 1974.

Frank, D.G., 2002.Vegetable oils in food technology: Composition, properties and Uses. Blackwell publishing CRC Press.

Fresch- Melink, S., Norton, I.T, and Spyroulos., 2010. Fat cristalstabilised w/o emulsions for controlled salt release. Journal of Food Engineering. 98 (4) 437-442.

G

Gunstone, F.D., Harwood, J.L., and Padley, F.B., 1994. Margarine and butter production, in Chapman & Hall (Ed.): The Lipid Handbook. Second edition, pp, 288-289.

Guy, C., Coenen, G.W.E, Mossel, D.A.A., 1970. Margarine today: technological and nutritional aspects. I.F.M.A.

H

Herreman, I., 2005. Marché européen des margarines et des matières grasses à tartiner OCL VOL. 12 N° 5(6) 393

Himed, L et Barkat, M., 2014. Élaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de Citrus limon. OCL : Oilseeds & fats Corps and Lipids 21(1) A 102.

Himed, L., 2011. Evaluation de l'activité antioxydant des huiles essentielles de citrus limon : applications à la margarine, faculté des sciences alimentaires. Institut INATTA, Université de Constantine. Mémoire de magister.

Huss, h.h. 1988. Le Poisson frais : qualité et altérations de la qualité, manuel de formation préparé pour le Programme de perfectionnement FAO/DANIDA sur la technologie du poisson et le contrôle de qualité. Food & Agriculture Organisation.

I

ISO 11866-1:1997. Lait et produits laitiers -- Dénombrement d'*Escherichia coli* présumés -- Partie 1 : Technique du nombre le plus probable.

ISO 6579. 2002. Microbiologie des aliments -- Méthode horizontale pour la recherche des *Salmonella* spp.

ISO 21527-2:2008. Microbiologie des aliments -- Méthode horizontale pour le dénombrement des levures et moisissures

ISO 6888-1. 1999. Microbiologie des aliments -- Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive (*Staphylococcus aureus* et autres espèces).

ISO 7251. 2005. Microbiologie des aliments -- Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement d'*Escherichia coli* présumés - Technique du nombre le plus probable.

ISO 7218:2007. Microbiologie des aliments -- Exigences générales et recommandations

ISO 6887-4:2003., Microbiologie des aliments -- Préparation des échantillons, de la suspension mère et des dilutions décimales en vue de l'examen microbiologique.

ISO 9297. 1989(F). Qualité de l'eau- dosage des chlorures - titrage en nitrate d'argent avec de chromate comme indicateur (Méthode de Mohr)

ISO., 1991. Corps gras d'origines animal et végétale - Détermination de la teneur en corps gras solide- Méthode par résonance magnétique nucléaire pulsée. ISO 8292 :1991(F) Norme Internationale.

ISO 4833:2003.Microbiologie des aliments -- Méthode horizontale pour le dénombrement des micro-organismes -- Technique de comptage des colonies à 30 degrés C.

J

J.O.R.A, 2015. Convection et accords internationaux-lois et décrets arrêtés, décisions, avis, communication et annonces. Journal officiel N°52.

J.O.R.A. N° 57/1994. Spécifications microbiologiques de certaines denrées alimentaires.

Jean, k. François, M., 2000. Nourrir les hommes : De Mege –Mouriés aux margarines d’aujourd’hui. Actualité chimique, 10-12.

K

Karleskind, A.,and Wolff, J.P., 1992. Manuel des corps gras. Ed : Technique et Documentation. Lavoisier, Paris. pp1579.

Kilcast, D., and Subramaniam, P., 2000. Fat and oils, in: Kristott J (Ed) The stability and shelf-life of food. CRS Press, pp. 285-288.

Kill, R.C., and Ranken,M.D., 2012 . Fats and fatty food, In:Ranken,M.D (Ed), Food Industries Manual.springer .science business Meddia, llc.pp 294-295.

Kragten, S. A., Collomb, M., Dubois, S., and Stoll, P., 2014. Composition des acides gras dans l’alimentation animale – méthodes d’analyse. Recherche Agronomique Suisse 5 (9): 330–337.

L

Laventurier,M., 2013. Fonctionnalité des huiles : Impact des formulations de margarines sur le process en boulangerie et pâtisserie artisanales et industrielles. OCL 20 (3) 160-164.

Leray, C., 2010. Les lipides complexes, in :Leray (Ed), Les lipides dans le monde vivant. TEC & DOC Lavoisier, pp 173-174.

M

Martin, J., etHoudebine, L.M.,1993. Biologie de la lactation .Edition INSERM/IRNA.

Mazières, J., 1981. méthodes usuelles d'analyse bactériologique Pour le contrôle sanitaire courant des eaux de mer et des coquillages. Ouistreham, 302.1

MC. N° 10. 96. 01. Détermination de l'acidité titrable république algérienne démocratique et populaire. Ministère du commerce, laméthode N° 10. 96. 01.

McClements, D. J., Decker, E. A., 2000.Lipid oxidation in oil-in-water emulsions: impact of molecular environment on chemical reactions in heterogeneous food systems. Journal of Food Science, 65(8) 1270–1281.

Miroslav.,B ., 2005. Ingredients for margarine and spreads. Application Specialist DANISCOA/S. <http://www.bing.com/search?FORM=SK2MDF&PC=SK2M&q=buchmet+M>

Miskandar, M.S., Yaakob,C.M., MohdSuria, A.Y., and Russly, A.D., 2005. Quality of margarine: fats selection and processing parameters. *Asia Pac* 14 (4): 387-395.

Monique, Z., Souad Ch., 2012. Flores protectrices pour la conservation des aliments. Quaeversailles Codex.

Morin, O., 2012. Huiles et corps gras végétaux : ressources fonctionnelles et intérêt nutritionnel. *OCL VOL.* 19 (12) 63-75

Morten, W.C., and Pearce,S.W., 2004. Enzymes as processing aids. Copyright © AOCS Press.

N

NE. 1. 2.429/1989. Margarine : détermination de la teneur chlorure de sodium.

NE. 1. 2.430/1989. Margarine : détermination du pH de la phase aqueuse (Méthode Potentiométrique).

NE. 1. 2.47/1985. Corps gras d'origines animal et végétale -Détermination de la teneur en eau et en matières volatiles.

NE. 1.2.91/1988. Margarine : détermination du point de fusion (méthode au tube capillaire).

NE.1.2.98/1988. Margarine. détermination de l'indice de peroxyde.

NF 90-036 Margarine : détermination Titre alcalimétrique et titre alcalimétrique complet.

Nielsen, S., 2010 .Determination of fat content, in: Nielsen, S (Ed.), *Food Analysis Laboratory Manual*. Springer Science & Business Media.pp. 32-35.

Nurhan,T.D ., 2004. Effects of processing on nutritional and bioactive components of oil and oilseeds. AOCS Press.

O

O'Brien, R.D., 2008. Fat and oils: Formulating and Processing for Applications, Edition CRC PRESS Taylor & Francis Group.

P

Pesce, W.J., and Wiley, P.B., 2007. ingredients for margarine and dairy spreads, in : Hui, H.Y. (Ed.), *Handbook of Food Products Manufacturing : Principles, Bakery, Beverages, Cereals, Cheese, Confectionary, Fats, Fruits, Wiley-Inercsience a John Wiley& Sons, Inc, Publication, pp.707-709*

Pierre, G ; and Alain, K., 2011. Physique et chimie : 1^{re} et terminale bac .Edition : Educagri, Paris.

Q

Q.A.I., 1996. L'encyclopédie visuelle des aliments. Edition Québec Amérique International.

R

Rahmani, M., 2007. Méthode d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Oléagineux des Corps gras -Lipide, 2 pp : 18-21.

S

Skoog, D.A., et West, D.M.,2015. Chimie analytique. Edition de Boeck Supérieur.

SPX, 2012.Margarine Production Technology and Process. SPX (Sequenced Packet eXchange) Corporation. http://www.spxflow.com/cn/assets/pdf/GS_margarine_production_07_12_GB_web.pdf. Consulté en Mai 2017.

Suijkerbuijk,H., 2011.Restaurants d'entreprise et cuisines de collectivités. Wolters Kluwer Beljuin SA.

T

Touati L., 2013. Valorisation des grignons d'olive Etude de cas : Essai de valorisation en Biocarburant. Mémoire Magister en Génie Alimentaire. Université M'hamedBougara- Boumerdes . Algérie. Thèse de doctorat.

Trystram ,D., et Sougakoff, W.,2003. Résistances aux β -lactamines : Service de Bactériologie-Hygiène-Pitié-Salpêtrière.Faculté de médecine,Piere&marie
[cure.http://www.chups.jussieu.fr/polys/bacterio/resistlacta/resistlacta.pdf](http://www.chups.jussieu.fr/polys/bacterio/resistlacta/resistlacta.pdf). Consulté en mars 2017.

U

Uzzan., A. 1992. Les corps gras, in : Dupin, H., Cuq, J.L., Malewiak, M.L., Leynaud-Rouaud, C., et Berthier, A.M., (Ed), Alimentation et nutrition Humaines.ESF, Paris, pp. 886-892.

W

Winn,W.Jr.,Allen,S., Janda,W.,Koneman,E.,Procop,G.,Schreckenberger,P., andwoods,G., 2006. Koneman's color atlas and textbook of diagnostic microbiology. Lippincott Williams & Wilkins.

Y

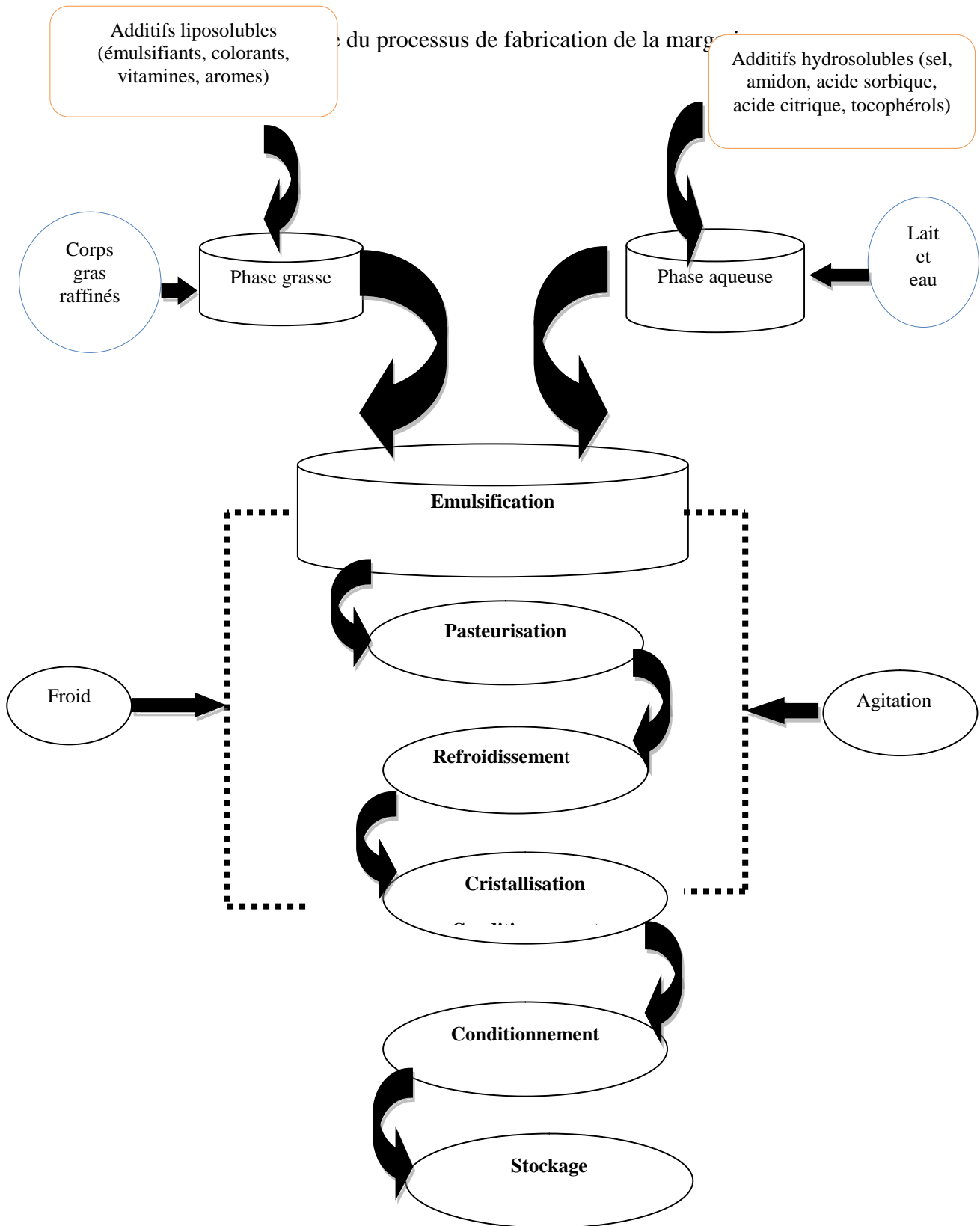
Young, W.G., 2008. Edible oil and oil fat product: edible oils, In: Michael, M. Margarines and spreads. Copyright, pp.44.

Z

Zidani, S., 2008. Valorisation des pelures de tomates séchées en vue de leur incorporation dans la margarine, Faculté des Sciences de l'Ingénieur, Laboratoire de Recherche Technologie Alimentaire LRTA.

ANNEXES

Annexe 1 : Etapes du raffinage chimique des huiles (Bosque et al., 2010).



Résumé

Le présent travail effectué au niveau de l'unité de margarine de Cevital, est porté sur des analyses physicochimiques et microbiologiques de l'eau de process, du lait et du produit fini (margarine Fleurial et Matina). En effet, les résultats obtenus pour l'eau de process, le lait et les deux margarines Fleurial et Matina répondent aux exigences de la réglementation, en assurant un produit fini de bonne qualité physicochimiques et microbiologiques, qu'est liée au respect des paramètres technologique et les bonnes pratiques d'hygiène. En plus, les analyses du taux de solide du produit fini par RMN des margarines Fleurial et Matina montrent des taux de SFC inférieurs au seuil fixé par la norme, en assurant un produit fin facile à tartiner et qui se fonde facilement dans la bouche.

Mots clés : Margarine, analyses physico-chimiques, analyses microbiologiques.

Abstract

The present work carried out at the level of the margarine unit of Cevital, is focused on physicochemical and microbiological analyzes of process water, milk and the finished product (margarine Fleurial and Matina). Indeed, the results obtained for process water, milk and the two margarine Fleurial and Matina meet the requirements of the regulation, ensuring a finished product of a good physicochemical and microbiological quality that is related to the respect of the technological parameters and good hygiene practices. In addition, the analyzes of the solid content of the finished product by nuclear magnetic resonance (NMR) of Fleurial and Matina margarines show SFC levels below the threshold set by the standard, ensuring a finished product that is easy to spread and melt down in the mouth.

Keywords: Margarine, physico-chemical analyzes, microbiological analyzes.