

Faculté des Sciences et de la Nature et de la Vie  
Département de Microbiologie  
Filière : Sciences Biologique  
Option : Biotechnologie microbienne



Réf:.....

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

**MASTER**

***Thème***

*Etude Physico-chimique et Microbiologique de la  
margarine «Fleurial »*

Présenté par :

*BOUFLIH Sabah et MOKHNACHE Hadjer*

Soutenu le :21 Juin 2017

Devant le jury composé de :

M <sup>me</sup> YAHIAOUI. H	MAA	Président
M <sup>r.</sup> AMIR. N	MCB	Encadreur
M <sup>me</sup> LAINCER. F	MAA	Examinatrice

**Année universitaire : 2016 / 2017**

# Dédicace

Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut,  
Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, l'amour, Le respect, la reconnaissance, Aussi, c'est tout simplement que je dédie ce travail :

Au meilleur des papa Mokhtar : Autant de phrases et d'expressions aussi éloquentes soit-elles ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie.

A Ma tendre Mère Aida : Tu représentes pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager. Tu as fait plus qu'une mère puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études.

Je Vous dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester Votre fierté et ne jamais Vous décevoir. Que Dieu le tout puissant Vous préserve, vous accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit et Vous protège de tout mal.

A mes adorables sœurs pour leurs tendresses, leurs complicités et leurs présences « Maha, Rym, Bouthaina et Houda »

A mes chers frères « Hamza, Chawki et Haythem » pour leur soutien et leurs conseils.

Que Dieu leur apporte le bonheur, les aide à réaliser tous leurs vœux et leur offre un avenir plein de succès.

*A toute ma grande famille qui m'a permis de vivre dans un environnement serein et paisible.*

*A mes Chères amie*

*Imen, Hanane, Yasmine, En témoignage de l'amitié qui nous uni et des souvenirs de tous les moments passée ensemble, je vous dédie ce travail et je vous souhaite une vie plein de santé et de réussite. A ma chère Nawel qui n'a pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études. Que Dieu la protège et lui offre la chance et le bonheur.*

*A ma chère et douce binôme Sabah, qui a eu la patience de me supporter durant ce mémoire, et qui m'a soutenu et encouragé pendant tous les moments difficiles vécus.*

*A toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

*Hadjer ☺☺*

A decorative border of blue birds, possibly swallows, arranged in a rectangular frame around the text. The birds are facing right and are spaced evenly along the top, bottom, and sides of the page.

# *Dédicaces*

Je commence par rendre grâce à DIEU et à sa bonté, pour la patience, la compétence et le courage qu'il m'a donné pour arriver à ce stade.

Avec tout mon amour éternel et avec l'intensité de mes émotions. Je dédie ce mémoire aux deux personnes les plus chers au monde :

A mon cher père, l'amour qui m'a donner, sans oublier ses sacrifices ; Pour son encouragement ; il a fait plus qu'un père puisse faire pour que ses enfants suivent le bon chemin dans leur vie et leurs études: je te souhaite la joie et de bonne santé chère papa.

A celle qui m'a transmis la vie, l'amour, le courage, à toi chère maman toutes mes joies, mon amour et ma reconnaissance.

A mes frères Laid, Tarik, Yasser et Amir : en témoignage de mon amour éternel que Dieu vous garde, vous protège et vous offre une vie pleine de joie et de réussite.

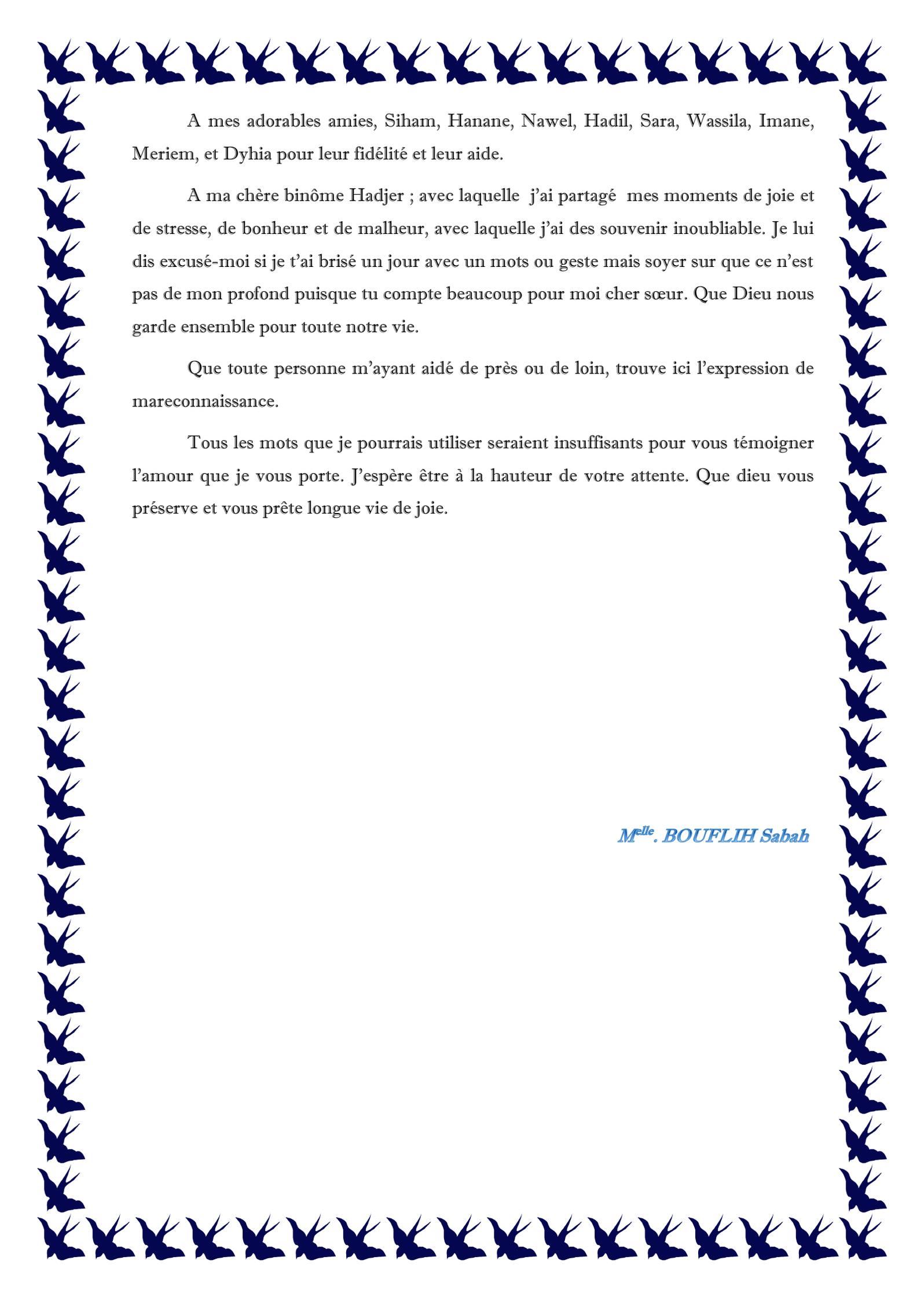
A mes sœurs, Basma et Mayssa, qui ont été toujours avec moi, avec qui je partage mon male, mon bonheur et biensur ma vie, je vous souhaite une vie pleine d'amour et de réussite et une bonne santé.

A mes neveux, Mohamed Iyad, Aya Israa, et Mohamed Fadel ; mes plus grandes sources de bonheur, j'espère que la vie leur réserve le meilleur.

Vous avez toujours été là pour moi, m'entourant de votre bienveillance usant de tous les sacrifices possibles. Ce travail n'est que le fruit de vos soutiens, de vos prières, de votre amour profond. Je souhaite que ce mémoire vous apporte la joie.

A tous mes oncles et tantes, cousins et cousines sans exception ; pour votre sympathie, douceur et gentillesse. Je vous souhaite beaucoup de succès, de courage et de bonheur.

A ma belle-famille, beaux-frères, belles sœurs surtout Hafida qui a été toujours là pour m'encouragé et me remonté le morale et sans oublier mon fiancé auquel je souhaite que le bonheur, la réussite, et la belle vie.

A decorative border of blue birds, possibly swallows, arranged in a rectangular frame around the text.

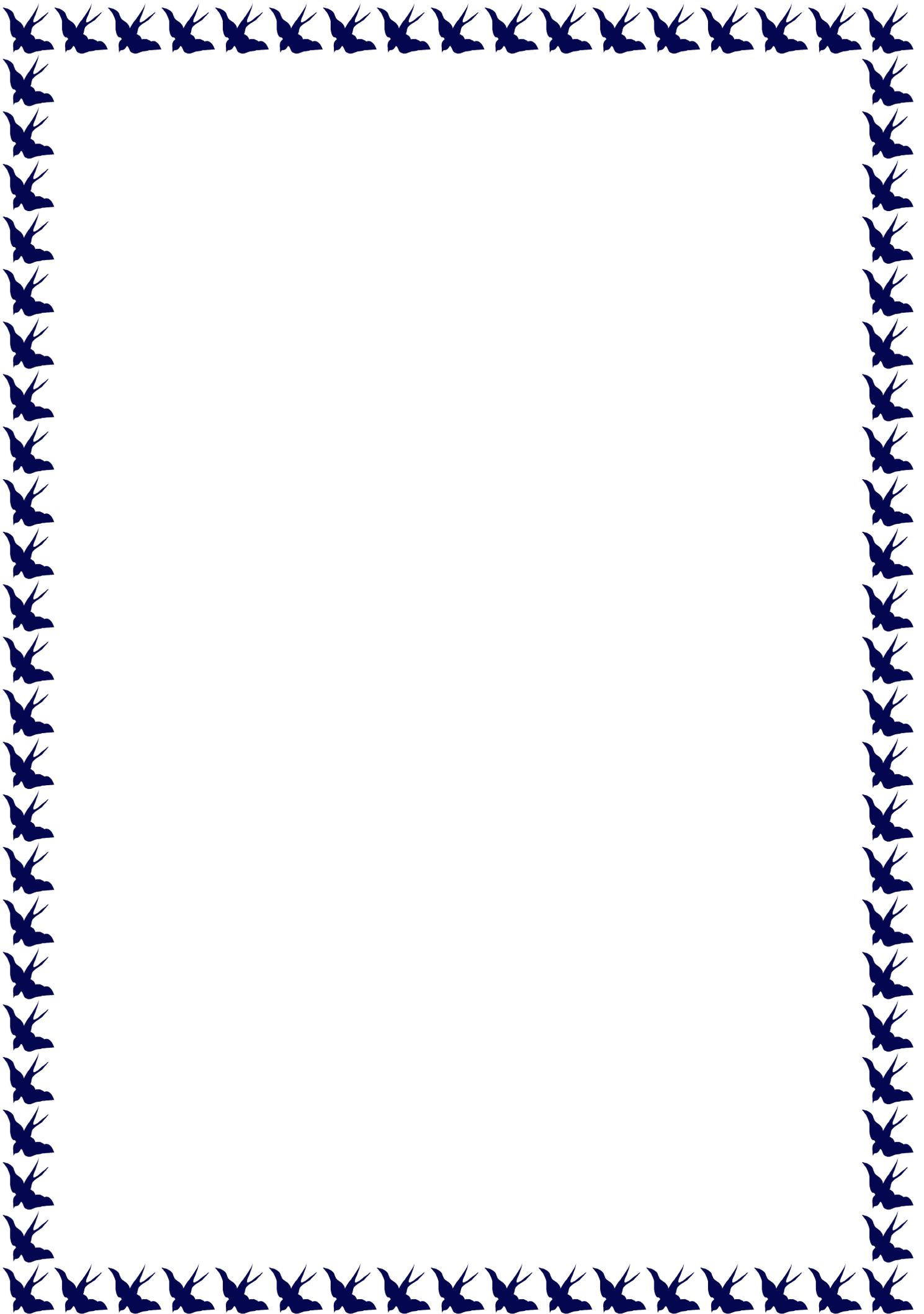
A mes adorables amies, Siham, Hanane, Nawel, Hadil, Sara, Wassila, Imane, Meriem, et Dyhia pour leur fidélité et leur aide.

A ma chère binôme Hadjer ; avec laquelle j'ai partagé mes moments de joie et de stresse, de bonheur et de malheur, avec laquelle j'ai des souvenir inoubliable. Je lui dis excusé-moi si je t'ai brisé un jour avec un mots ou geste mais soyer sur que ce n'est pas de mon profond puisque tu compte beaucoup pour moi cher sœur. Que Dieu nous garde ensemble pour toute notre vie.

Que toute personne m'ayant aidé de près ou de loin, trouve ici l'expression de mareconnaissance.

Tous les mots que je pourrais utiliser seraient insuffisants pour vous témoigner l'amour que je vous porte. J'espère être à la hauteur de votre attente. Que dieu vous préserve et vous prête longue vie de joie.

*M<sup>lle</sup>. BOUFLIH Sabah*



# Remerciement

*Ce travail n'aurait pas pu être accompli sans l'aide précieuse et les conseils encourageants de nombreuses personnes.*

*Pour cela, Nous rendons grâce au Seigneur tout puissant, à qui revient le mérite de toute reconnaissance ;*

*Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à l'ensemble de personnel du CEVITAL, surtout Hamou, Fayçel, Lynda, Samia et Sofiene et à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce modeste travail.*

*Nous exprimons Nos remerciements à notre encadreur Mr Amir Nadir, pour sa disponibilité, et son envie de toujours vouloir transmettre ses connaissances à ses étudiants. Qu'il trouve ici l'expression de notre profonde gratitude;*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre étude, en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs connaissances.*

*Nous adressons nos vifs et sincères remerciements à l'ensemble de personnel du CEVITAL, surtout Hamou, Fayçel, Lynda, Samia et Sofiene et à tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce modeste travail.*

*Un grand Merci à tous ceux que nous avons omis de citer ici, et qui ont contribué d'une façon ou d'une autre, dans ce travail.*

# *Liste des tableaux*

<b>Tableau I</b> : Table de Mac Grady .....	22
<b>Tableau II</b> : Résultats d'analyse d'eau.....	26
<b>Tableau III</b> : Résultats d'analyse microbiologique.....	35

# *Liste des figures*

<b>Figure 1</b> : Diagramme de fabrication de la margarine.....	10
<b>Figure 2</b> : Résultats de l'analyse de la teneur en eau (%).....	28
<b>Figure 3</b> : Résultats de l'analyse de la teneur en sel.....	29
<b>Figure 4</b> : Résultats d'analyse de point fusion.....	30
<b>Figure 5</b> : Résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde.....	31
<b>Figure 6</b> : Résultats d'analyse de pH de la phase aqueuse.....	32
<b>Figure 7</b> : Résultats de l'analyse de l'indice d'acide.....	33
<b>Figure 8</b> : Résultats d'analyse de Taux de solide.....	34

# *Liste des abréviations*

**AG** : Acide gras

**CG** : Corps gras

**Méq** : Milliéquivalents

**NPP** : Nombre le plus probable

**OGA** : Oxytétracycline glucosé agar

**OMS** : Organisation mondiale de la santé

**PCA** : Plat count agar

**TA** : Titre hydrométrique

**TAC** : Titre alcalimétrique complet

**TH** : Titre hydrométrique

**TG** : Triglycérides

**VBL** : Bouillon lactosé

# *Sommaire*

# Sommaire

---

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction.....1

## Synthèse bibliographique

### Chapitre I

I.1. Présentation de l'organisme d'accueil CEVITAL ..... 2

I.2. Généralités sur les corps gras..... 2

    I.2.1. Définition..... 2

    I.2.2. Classification ..... 2

    I.2.3. Composition..... 3

### Chapitre II

II.1. La margarine..... 4

    II.1.1. Définition ..... 4

    II.1.2. La composition..... 4

        II.1.2.1. La phase grasse (phase continue) ..... 4

        II.1.2.2. Phase aqueuse (phase dispersée) ..... 5

    II.1.3. Caractéristiques de la margarine ..... 7

        II.1.3.1. Caractères physiques ..... 7

        II.1.3.2. Caractères chimiques..... 7

        II.1.3.3. Caractères nutritionnels..... 7

        II.1.3.4. Caractères olfacto-gustatifs ..... 8

        II.1.3.5. Caractères bactériologiques..... 8

    II.1.4. Les différents types de la margarine ..... 8

        II.1.4.1. Margarine de table (usage domestique)..... 9

        II.1.4.2. Margarine diététique ou spéciales ..... 9

        II.1.4.3. Margarine à usage industriel ..... 9

    II.1.5. Les facteurs d'altération de la margarine..... 9

        II.1.5.1. Les facteurs physiques..... 9

        II.1.5.2. Les facteurs chimiques ..... 9

# Sommaire

---

II.1.5.3. Les facteurs bactériologiques .....	9
II.1.6. Procédés de fabrication de la margarine .....	10

## Partie pratique

### Chapitre III

#### Matériel et méthodes

III.1. Echantillonnage .....	11
III.2. Analyses physico-chimiques .....	11
III.2.1. Analyse des eaux .....	11
III.2.2. Analyse de lait .....	12
III.2.3. Détermination de la teneur en eau .....	13
III.2.4. Détermination de la teneur en sel (Na Cl %) .....	13
III.2.5. Détermination du point de fusion .....	14
III.2.6. Détermination de l'indice de peroxyde .....	15
III.2.7. Détermination du pH de la phase aqueuse.....	16
III.2.8. Détermination de l'acidité et l'indice d'acide Déterminations de taux de solide	18
III.2.9. Déterminations de taux de solide.....	19
III.2.10. Détermination de poids.....	20
III.3. Analyses microbiologiques .....	20
III.3.1. Recherche des Salmonelles.....	21
III.3.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies, levures, coliformes fécaux et <i>Staphylococcus aureus</i> .....	23

### Chapitre IV

#### Discussion des résultats

IV.1. Analyses physico-chimiques .....	26
IV.1.1. Analyses de l'eau.....	26
IV.1.2. Analyses de lait.....	27
IV.1.3. Teneur en eau ( Humidités %).....	27
IV.1.4. Teneur en sel.....	28
IV.1.5. Point de fusion .....	29
IV.1.6. Indice de peroxyde.....	30
IV.1.7. pH de la phase aqueuse.....	31
IV.1.8. Indice d'acide .....	33
IV.1.9. Taux de solide.....	34

# Sommaire

---

IV.1.10. Détermination du poids .....	34
IV.2. Analyses microbiologiques .....	35
IV.2.1. Recherche des Salmonelles.....	35
IV.2.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies, levures, coliformes fécaux et Staphylococcus aureus.....	36
<b>Conclusion</b> .....	37
<b>Références bibliographique</b> .....	38
<b>Annexes</b>	

# *Introduction*

# Introduction

---

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques, utilisés pour leurs différentes propriétés depuis les temps les plus éloignés. Ils ont été utilisés à diverses fins ; d'une part dans le domaine industriel comme la fabrication des savons, des peintures et des produits cosmétiques, d'autre part dans les industries alimentaires telles que la production du beurre et de la margarine. La consommation des corps gras s'est accrue considérablement ces dernières années (Denise, 1992).

L'utilisation des technologies dans les industries alimentaires, en particulier les margarines, permet de fournir pour l'homme un produit de qualité. L'histoire de la margarine se confond avec le développement des sciences et techniques en particulier ce qui concerne les processus de fabrication, les conditions de conservation et les connaissances des caractères du produit.

La margarine figure parmi les produits gras les plus consommés. Pour assurer une bonne qualité, il faudrait effectuer différents analyses microbiologiques, physicochimiques sur le produit ainsi que sur des eaux industrielles. Les problèmes portent sur tout ce qui contribue à la présentation finale d'un produit de bonne qualité, depuis le choix des matières premières (leurs préparations et les différentes phases du raffinage) jusqu'à la conservation du produit.

Notre travail est divisé en deux parties : La première partie est consacrée à la présentation du complexe CEVITAL, donner un aperçu sur les corps gras, l'étude de la matière première et les différents étapes de la fabrication de la margarine. La seconde partie porte sur les différents analyses physico-chimiques et microbiologique qui doivent être effectuées afin d'évaluer la qualité de la margarine. Enfin, nous présenterons les différents résultats obtenus et leur interprétation.

Le but de notre travail réalisé au niveau de la margarinerie du complexe de CEVITAL est d'élargir nos connaissances et d'acquérir de nouvelles informations sur les processus modernes de fabrication de la margarine, mais également de maîtriser les techniques d'échantillonnage et d'analyses de telle sorte à pouvoir cibler la source de contamination et d'apporter les mesures correctives adéquates.

# *Chapitre I*

- Présentation de l'organisme d'accueil
- Généralité sur les corps gras

## I.1. Présentation de l'organisme d'accueil CEVITAL

CEVITAL est un groupe familial de plusieurs sociétés, créé par des fonds privés en 1998 à Bejaia par l'entrepreneur Issad Rebrab, c'est le complexe industriel agroalimentaire privé le plus grand en Algérie. Il joue un rôle important dans l'économie nationale, il vise à satisfaire le marché en offrant une large gamme de produits de qualité supérieure.

CEVITAL est implanté au niveau du nouveau quai port de Bejaia à 3Km du sud-ouest de cette ville, à proximité de la RN26.

## I.2. Généralités sur les corps gras

### I.2.1. Définition

Les corps gras (CG) possèdent des propriétés physiques, chimiques et physiologiques qui leur confèrent un rôle important aussi bien dans la nutrition humaine que dans la technologie alimentaire. Le succès de production des CG industriels réside dans la possibilité de manipulation de leur composition; soit des propriétés de triglycérides (TAG) composant un blend (mélange des huiles) afin d'atteindre des propriétés physique ou chimique recherchées et prévenir, tant que possible, des changements indésirables pendant le processus de fabrication et de stockage (Brisson, 1982).

### I.2.2. Classification

Les corps gras qui sont l'un des constituants de notre ration alimentaire, diffèrent selon leur : origine, consistance à température ambiante et composition.

#### I.2.2.1. Origine

Les corps gras peuvent avoir deux origines bien distinctes :

##### ➤ Origine animale

Il s'agit du beurre, de la crème, de saindoux, de la graisse de bœuf ou d'oie..., la composition en acide gras, constituants fondamentaux des corps gras varie selon les animaux (mammifères, poissons,...) et selon leur mode de vie (domestique ou sauvage ...) (Cossut et *al.*, 2002).

### ➤ Origine végétale

Il s'agit des huiles et graisses. Les huiles sont des corps gras liquides à la température de 15°C, tandis que les graisses sont plus ou moins solides à cette température.

Enfin, on peut également subdiviser les huiles et graisses alimentaires selon les principales classes suivantes :

- Huiles végétales fluides
- Huiles végétales concrètes (ou graisses solides)
- Huiles des graisses animales

### I.2.2.2.Consistance à température ambiante

Les propriétés physiques des corps gras dépendent directement de leur composition chimique en acides gras qui influence donc leur consistance. Ainsi, on appelle point de fusion, la température à partir de laquelle un corps gras se liquéfie. Par conséquent :

- Plus le nombre de doubles liaisons est important, plus le corps gras est liquide ou fluide à température ambiante.
- Plus les acides gras saturés ne sont en quantité importante, plus le corps gras est solide ou concret à température ambiante (Denise, 1992).

### I.2.3.Composition

Les corps gras constitués d'éléments majeurs (90 à 99%) et d'élément mineurs (1 à 5%) (Ollé, 2002).

#### ➤ Constituants majeurs

Les acides gras (saturés, insaturés, essentiels et cycliques), les glycérides.

#### ➤ Constituants mineurs

Les graisses alimentaires renferment de 2 à 5% de constituants mineurs, on distingue les grands familles suivantes : les phospholipides (composés phosphoriques), les cériques, les insaponifiables et les chlorophylles (Ollé, 2002).

# *Chapitre II*

## La margarine

## II.1. La margarine

### II.1.1. Définition

La margarine est une émulsion d'eau dans l'huile composée de deux phases, une grasse et l'autre aqueuse. La phase lipidique contient des ingrédients liposolubles, comme des vitamines et des caroténoïdes, la phase aqueuse, quant à elle, contient les ingrédients hydrosolubles, comme des saveurs, des composants du lait, des émulsifiants et du sel. Les étapes de base dans la production de la margarine comprennent : le mélange des corps gras, la préparation de la phase lipidique, la préparation de la phase aqueuse, la préparation de l'émulsion, le refroidissement et cristallisation, puis l'emballage et le tempérage (Graille, 2003).

### II.1.2. La composition

Les matières premières pour la fabrication des margarines comprennent les produits de bases (graisses et huiles alimentaire, l'eau potable et/ou le lait), les additifs et auxiliaires de fabrication (Kone, 2003).

#### II.1.2.1. La phase grasse (phase continue)

Elle représente la partie la plus importante de l'émulsion. Dans les margarines traditionnelles, elle est présentée à hauteur de 82 à 84% avec une teneur maximale en eau de 16%. Dans les nouvelles margarines dite allégées elles ne présentent que 60% d'émulsion (Tremolieres et *al.*, 1980).

#### ➤ Les différentes huiles utilisées dans la margarine

Elle peut être constituée de quelques-uns des corps gras alimentaires suivants en proportions variables :

- Huiles végétales fluides : arachide, colza, coton, soja, tournesol.
- Graisses végétales concrètes : coco, palme, palmiste.
- Graisse animales : suif, saindoux, il faut également citer le beurre dont l'addition est obligatoire dans certains pays et facultatif, jusqu'à une certaine teneur, dans d'autres huiles marines (baleine).

Ces corps gras sont utilisés tels quels ou modifiés (hydrogénation des huiles, inter-estérification et fractionnement des graisses) (Cheftel et Cheftel, 1977).

➤ Les ingrédients liposolubles

- Emulsifiant

Les émulsifiants apportent à la margarine la stabilité, la texture et le goût désiré. Pour obtenir une dispersion fine des gouttelettes d'eau dans la phase huileuse, on utilise généralement la lécithine (Leyral et Vierling, 2001).

- Colorants

La couleur recherchée dans l'industrie de la margarine est celle du beurre, c'est-à-dire une couleur jaune-orange de carotène. Pour cela, on ajoute à la phase grasse des bêta-carotènes ou on utilise ceux qui sont directement contenus dans l'huile de palme.

- Aromes

Le plus utilisé est le diacétyl ou 2,3 butanédione, qui est un liquide jaunâtre à forte odeur quinonique. Il est intégré à des margarines fraîchement aromatisées au goût très fin semblable à celui du beurre, à des doses faibles de l'ordre de 0,1 à 2% (François, 1974).

- Vitamines liposolubles

L'ajout de vitamines permet de rehausser les propriétés diététiques de la margarine. Les plus utilisées sont les vitamines liposolubles telles que la vitamine A et la vitamine D2.

### II.1.2.2. Phase aqueuse (phase dispersée)

Cette phase représente 16 à 18 % maximum de la composition de la margarine ; elle comprend de l'eau pure et /ou du lait. Ce dernier est écrémé et pasteurisé avant l'emploi etensemencé de ferments bactériens (*Streptococcus*) qui développent un arôme agréable, voisin de celui du beurre (Roger, 1974 ; Termolieres et *al.*, 1980).

Selon la législation, des additifs peuvent être ajoutés comme des antimicrobiens (NaCl, acide sorbique). L'amidon est considéré comme indicateur de fraude (Alais et Linden, 1997).

➤ L'eau

C'est le constituant le plus important de la phase aqueuse des margarines. Dans la margarinerie, on utilise l'eau de ville filtrée sur charbon actif et purifiée par ozonation (bactériologiquement saine) (Faur, 1992).

➤ Le lait

Le lait est additionné pour servir d'apport d'arôme à la margarine (si l'addition d'arôme est interdite). L'emploi du lait dans la fabrication des margarines exige des installations complexes : la laiterie comprend un magasin de réception et de stockage du lait en poudre, bacs de reconstitution du lait, pasteurisateurs, refroidisseurs ...etc.

➤ Ingrédients hydrosolubles

• Le sel

Il est en premier lieu ajouté pour améliorer la sapidité, mais il peut jouer un rôle protecteur (bactériostatique). Les teneurs peuvent être variés de 0.1 à 1 et même 2 %. Le sel utilisé doit être de qualité alimentaire. Pratiquement anhydre, neutre ou faiblement alcalin avec absence de sels de Mg, de Fe et d'ions  $SO_2$  qui accélèrent l'oxydation des graisses. En solution dans l'eau il doit donner une saumure limpide et claire (Karleskind, 1992).

• Le révélateur

C'est une substance dont l'addition à la margarine est imposée par la loi, il consiste en 0.2 % au moins d'amidon pour différencier la margarine du beurre (François, 1974).

• Les conservateurs

L'addition de l'acide sorbique (E200) et ses sel de sodium (E201) , de potassium (E202) et de calcium (E203) peut se faire isolément ou ensemble dans une proportion pondérable de 2 gramme par kilogramme de produit fini . Emploi autorisé si le pH de la phase aqueuse est inférieur à 5,58. L'acide sorbique est un acide faible, avec ses sels il présente un bon effet fongistatique. L'action inhibitrice est fonction de la concentration en acide non dessous, elle augmente quand le pH diminue. Il est parfois bactériostatique inhibant *E. Coli* (Faur, 1992).

• Les correcteurs de pH

L'acide citrique (E330) est un antioxydant synergiste puissant. Ainsi que ses sels de sodium (E331), de potassium (E332) et de calcium (E 333). Ils sont autorisés à la dose maximale de 1 gramme par kilogramme de produit fini.

### II.1.3. Caractéristiques de la margarine

#### II.1.3.1. Caractères physique

La margarine est caractérisée par sa plasticité, puisque elle contient une phase solide baignant dans une phase liquide. L'eau se trouve dispersée en fines gouttelettes de quelques microns de diamètre grâce à la présence d'émulsifiants amphiphiles reliant la phase aqueuse à la phase grasse.

D'autres caractères importants sont évalués objectivement en utilisant :

- Un pénétromètre pour la plasticité ;
- Des extrudeuses pour apprécier la facilité d'étalement ou la tartinabilité ;
- Un lovibond pour déterminer la chromaticité avec les proportions de chaque couleur primaire (François, 1974)

#### II.1.3.2. Caractères chimique

Ils sont variables selon les différentes sortes de margarines, les pays, les emplois et les époques de fabrication...etc.

Les valeurs intéressantes à connaître et que l'on détermine le plus souvent, sont :

- La composition centésimale du produit :
- La composition en acides gras de phase grasse, et en particulier, la teneur en acides gras essentiels ;
- La nature et la teneur en éléments non glycériques de la phase grasse (stérol, vitamines, tocophérols) ;
- Les indices de degré de fraîcheur : acidité, indice de peroxyde, teneur en dérivés carbonylés, coefficients d'absorption spécifique dans l'UV.

#### II.1.3.3. Caractères nutritionnels

Rien ne doit différencier les margarines, sur le plan nutritionnel, des autres corps gras alimentaires, elles apportent les éléments biologiquement importants qui sont :

- Energie métabolisable (7500cal/kg) ;
- Acides gras essentiels (surtout linoléique) ;
- Vitamines et provitamines liposolubles (A, D, E).

#### II.1.3.4. Caractères olfacto-gustatifs

Parmi l'ensemble des caractères sensoriels de la margarine : le gout, la texture, la saveur et l'arôme.

La dégustation de la margarine, est liée, d'une part à la flaveur propre des constituants lipophiles (matières grasses), hydrophile (lait, amidon, sel) et des aromatisants.

Un profil de flaveur s'établit par des dégustateurs afin de s'assurer que la margarine est parfumée, fraîche et agréable.

#### II.1.3.5. Caractères bactériologique

Comme tout produit alimentaire, les margarines risquent d'être contaminées par des micro-organismes qui, se développant, provoquent une altération des qualités organoleptiques (flaveur, apparence, texture) et/ou des propriétés chimiques. Ces micro-organismes ne proviennent pas généralement de la phase grasse mais des constituants de la phase aqueuse, de l'air et de l'appareillage de fabrication et de conditionnement (Roger, 1974).

Ils comprennent des moisissures (*penicillium*, *aspergillus*,...etc.), des levures (*Candida lipolytica*, *saccharomyces*, *achromobacter*, et parfois des *micrococci*, *staphylococci*). Les éléments affectant favorablement ou défavorablement leur développement sont : la température, le pH, l'état de finesse de l'émulsion, la concentration en sel...etc.

C'est pour quoi, des contrôles des matières et le respect des règles d'hygiène et de propreté au cours de la fabrication et du stockage, sont indispensables pour réduire sensiblement les risques de la contamination et de développement des micro-organismes.

#### II.1.4. Les différents types de la 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.

#### II.1.4.1. Margarine de table (usage domestique)

Elles sont destinées aux emplois ménagers culinaires. Pour cela elles doivent être suffisamment fermes à 20°C. Tartinables aisément et avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre, préparées le plus souvent à partir de triacylglycérols riches en acides gras insaturés (Cheftel et Cheftel, 1977).

#### II.1.4.2. Margarine diététique ou spéciales

Sont fabriquées sur mesure pour certains emplois particuliers (sportifs, régimes, amaigrissants, enfants et personnes âgées, certains malades ... etc.) (François, 1947).

#### II.1.4.3. Margarine à usage industriel

Les propriétés fonctionnelles que l'on recherche avant tout sont : soit l'absence d'acides gras libres et la stabilité à haute température (graisses pour friture) soit une bonne plasticité dans le cas de produits destinés à la biscuiterie et à la pâtisserie. (Cheftel et Cheftel, 1977).

#### II.1.5. Les facteurs d'altération de la margarine

Les margarines risquent d'être altérées par différents facteurs, d'ordre physique, chimique et bactériologique.

##### II.1.5.1. Les facteurs physique

Ils sont liés à l'état de corps plastique de la margarine et à leur état d'émulsion très fine eau/ huile. Le point de fusion qui n'est en fait que le changement de l'état solide, doit être de l'ordre de 34 à 37°C, puisque la margarine doit fondre dans la bouche, elle peut être dure et sa dureté doit résister au travail mécanique qui sera exercé sur elle, ainsi que l'aptitude à l'étalement (tartinabilité) (François, 1974).

##### II.1.5.2. Les facteurs chimiques

Le phénomène d'hydrolyse qui nécessite la présence d'eau ou tout simplement d'humidité, ne s'observe pratiquement jamais sur les corps gras raffinés ; l'inconvénient

des acides gras libres tient au fait qu'ils s'oxydent plus vite que les triglycérides, mais aussi à leur goût désagréables (Tremolière et al., 1980).

### II.1.5.3. Les facteurs bactériologiques

Les microorganismes qui proviennent généralement de la phase aqueuse de la margarine, de l'air, de l'appareillage de fabrication ou du conditionnement peuvent provoquer une altération de la qualité organoleptique telles que : la saveur, l'apparence et la texture. Les éléments affectant favorablement ou défavorablement leur développement sont : la température, le pH, l'état de finesse de l'émulsion et la concentration en sels (ROGER, 1974). Plusieurs espèces présentent un danger du point de vue sanitaire tels que les coliformes thermotolérants (*Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* et les *Salmonelles*).

### II.1.6. Procédé de fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine est une technologie connue et maîtrisée, elle comprend succinctement les phases suivantes :

- Préparation de la phase grasse complète : huile et graisses telles qu'elles raffinées et/ou modifiées par hydrogénation, inter-estérification ou fractionnement, lécithine, mono-glycérides et colorants
- Préparation de la phase aqueuse complète : eau, lait, sel, sucre, arôme, conservateurs, correcteur de pH...etc.
- Préparation de l'émulsion qui est le mélange de ces deux phases.
- Refroidissement, cristallisation, malaxage de l'émulsion de manière à lui conférer les caractéristiques rhéologiques espérées et la stabilité désirée. Ces trois opérations peuvent avoir lieu séquentiellement les unes à la suite des autres ou bien simultanément.
- Conditionnement du produit qui peut être sous enveloppage (margarines traditionnelles) ou bien en pots confectionnés en différents matériaux.
- Le choix des matières grasses (composition et propriétés), ainsi que les conditions de fabrication jouent un rôle important pour obtenir les caractéristiques des margarines souhaitées

La figure (2) résume les différentes étapes de production de la margarine. (Annexe I)

# *Chapitre III*

## Matériel et méthodes

### III.1. Echantillonnage

Il a été admis que le choix de l'échantillon à analyser est déterminant ; la fiabilité des résultats en dépend grandement, pour cela les prélèvements se font au hasard. A cet effet, dans notre étude le nombre d'échantillon prélevés est de 5 unités par 24 heures au niveau du laboratoire de microbiologie et un échantillon chaque 2 heure au laboratoire physicochimie. Les échantillons de margarine ont été prélevés au hasard à partir de la ligne de production par les agents de laboratoire.

### III.2. Analyses physico-chimiques

Le contrôle des paramètres physico-chimiques ont été effectuées durant la période de notre étude sur la margarine fleurial « 250 gr ». Différents échantillons ont été analysées à la fois ; sur la matière première, au cours de la production et sur le produit fini.

#### III.2.1. Analyses des eaux

Dans la fabrication de la margarine, l'eau osmosée est la plus utilisée. Cette eau est obtenue par un phénomène d'osmose inverse, qui produit une eau pure, stérile. En effet deux milieux séparés par une membrane vont s'échanger des ions, y compris les molécules d'eau ou pas. Les molécules qui ne traversent pas la membrane sont rejetées. De cette manière, tous les sels sont éliminés de l'eau de conduite et permet d'obtenir une eau dépourvue de la plupart des autres constituants.

##### III.2.1.1. Détermination du pH

L'électrode a été incorporée dans l'eau puis la valeur de pH indiquée par le pH-mètre a été prise.

##### III.2.1.2. Détermination du titre hydrométrique (TH) ou dureté de l'eau

Le titre hydrométrique (TH) ou dureté de l'eau indique la teneur globale en sel de calcium et de magnésium, qui sont responsables de la dureté de l'eau. Dans la plupart des eaux naturelles, le calcium contribue au TH dans la proportion de 70% à 90%.

L'unité de mesure du TH est le degré français (°f) :  $1^{\circ}f = 4 \text{ mg/L}$  de calcium ou  $2.4 \text{ mg/L}$  de magnésium, ou encore  $10 \text{ mg/L}$  de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ).

### III.2.1.2.1. Mode opératoire

50 ml d'eau à analyser ont été déposés dans un erlenmeyer et quelques gouttes de la solution tampon ont été rajoutées. Ensuite, 2 à 3 gouttes de noire d'eriochrome ont été ajoutées. À la fin un titrage a été réalisé par l'EDTA jusqu'au virage de la couleur vers le bleu. Le TH a été calculé selon la formule suivante :

$$TH = V * 2$$

Où :

V (ml) : Volume de l'EDTA.

### III.2.1.3. Détermination du titre alcalimétrique et du Titre alcalimétrique complet

Le titre alcalimétrique (TA) et du Titre alcalimétrique complet (TAC) permettent de connaître les concentrations en bicarbonates et éventuellement en hydroxydes contenus dans l'eau. Ces mesures sont basées sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minéral, en présence d'un indicateur coloré :

- La phénolphtaléine pour TA (coloration rouge).
- Le méthyle orange pour le TAC (coloration jaune).

Le TA représente la teneur de l'eau en hydroxy alcalins et la moitié des carbonates, alors que le TAC correspond à la totalité des bicarbonates et des carbonates. Le TA et le TAC s'expriment en degré français (°f).

### III.2.1.3.2. Mode opératoire

#### III.2.1.3.2.1. Titre alcalimétrique

50 ml d'eau osmosée ont été introduits dans un erlenmeyer, et quelques gouttes de phénolphtaléine ont été rajoutées, si la couleur est toujours transparente donc TA=0, dans le cas inverse il faut titrer par le H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.1 N), jusqu'à la décoloration et noté le volume.

### III.2.1.3.2.2. Titre alcalimétrique complet

Pour la même eau avec laquelle le TA a été dosé, quelques gouttes de méthyle orange ont été rajouté, puis un titrage a été réalisé par  $H_2SO_4$  (0.01) jusqu'au virage de la couleur vers rouge brique. Le TAC a été calculé selon la formule suivante :

$$TAC = 10 * V$$

Où :

V : volume de  $H_2SO_4$  (la chute).

### III.2.1.4. Détermination de la teneur en chlorures

#### III.2.1.4.1. Principe

Les chlorures sont dosés en milieu neutre, par une solution titrée de nitrate d'argent ou de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition d'une teinte rouge brique caractéristique au chromate d'argent.

#### III.2.1.4.2. Mode opératoire

50 ml d'eau osmosée ont été versée dans une fiole, auxquels quelques gouttes de chromate de potassium ont été rajouté, le titrage a été réalisé avec la solution de nitrate d'argent  $AgNO_3$  à 0.1N jusqu'au le virage de la couleur vers le rouge brique. La teneur en chlorures (mg/l) est égale à :

$$[Cl] = V * N * 20 * 35.5$$

V : Volume de nitrate d'argent utilisé.

N : Normalité de nitrate d'argent (0.1 N).

### III.2.2. Analyses de lait

#### III.2.2.1. pH du lait

Le pH de lait utilisé a été mesuré à l'aide d'un pH mètre.

### III.2.2.2. Détermination de l'acidité de lait

#### III.2.2.2.1. Principe

Titration de l'acidité par l'hydroxyde de sodium (0.9N) en présence de phénophtaléine à 1% comme indicateur coloré.

#### III.2.2.2.2. Mode opératoire

10 ml de lait reconstitué à 10% ont été introduits dans un bécher, 3 à 4 gouttes de phénophtaléine (solution à 1%) ont été rajoutés puis un titrage a été réalisé par la solution d'hydroxyde de sodium 0.9N jusqu'au début de virage de la couleur au rose. L'acidité a été exprimée en degré Doronic et donnée par la relation suivante :

$$\text{Acidité (D}^\circ\text{)} = V * 10$$

Où :

V : la chute de burette ou volume de la soude.

### III.2.3. Détermination de la teneur en eau

C'est la perte en masse subie par le produit chauffé à  $103 \pm 2$  °C qui est exprimée en pourcentage (humidités %).

#### III.2.3.1. Principe

Le principe consiste à faire évaporer l'eau et les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur.

#### III.2.3.2. Mode opératoire

Le bécher a été pesé vide (P0), 2g de la margarine ont été pesés dans ce bécher (P), et déposés sur une plaque chauffante, L'échantillon de la margarine est soigneusement mélangé de temps à autre, afin d'éviter la formation des gouttelettes d'eau sur les parois du bécher (générer ainsi le phénomène d'éclaboussures), Le bécher a été laissé dans un dessiccateur pour refroidir, avant de déterminer le poids de l'échantillon sec (P1). La teneur en eau est déterminée par la formule suivante :

$$H \% = \frac{(P_0 + P) - P_1}{P * 100}$$

Où :

H (%) : Humidité exprimée en pourcentage massique

P<sub>0</sub> : Poids du bécher vide en gramme (g)

P : Poids de la prise d'essai en grammes (g)

P<sub>1</sub> : Poids du bécher contenant l'échantillon après chauffage (g).

### III.2.4. Détermination de la teneur en sel (Na Cl %)

C'est la teneur en chlorures de sodium (Na Cl), autrement dit c'est la quantité de sel en gramme présente dans l'échantillon de margarine (ou la phase aqueuse), sous forme de Chlorure de sodium.

#### III.2.4.1. Principe

Le principe consiste à titrer les chlorures contenus dans la prise d'essai, par une solution de nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>, 0.1N) en présence de chromate de potassium (K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>) comme indicateur coloré.

#### III.2.4.2. Mode opératoire

5g de margarine ont été pesé dans un erlenmeyer, et 100 ml d'eau distillée bouillante ont été rajouté pour faire fondre la margarine, après refroidissement, quelques gouttes de chromate de potassium (indicateur coloré jaune) ont été rajouté et titré avec le nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>) à 0.1N jusqu'au virage de la couleur vers le rouge brique. La teneur en sel a été déterminée selon la formule suivante :

$$Na Cl \% = \frac{V * N * 58.5}{P}$$

Où :

Na Cl% : Teneur en chlorure de sodium exprimé en pourcentage.

V : Volume de la solution de nitrate d'argent utilisée pour la prise d'essai.

N : Normalité de la solution de nitrate d'argent.

58,5: Equivalant en gramme de Na Cl (masse molaire)

### III.2.5. Détermination du point de fusion

Le point de fusion est la température à laquelle une matière grasse solidifiée dans un tube capillaire, se ramollit jusqu'à tel point qu'elle remonte dans le tube.

#### III.2.5.1. Principe

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

#### III.2.5.2. Mode opératoire

Après avoir fait fondre une quantité de margarine, deux tubes capillaires en verre d'environ 1mm de diamètre ont été plongés à une hauteur de 1 cm dans la matière grasse récupérée à partir de la margarine fondue, puis ont été refroidis au congélateur pendant 20min. Une fois solidifiés les deux capillaires ont été fixés par une pince en bois. La pince a été suspendue sur les côtés du bécher et les deux capillaires ont été immergés dans l'eau osmosée. Un thermomètre a été également immergé pour mesurer la température. Le milieu a été chauffé lentement (0.5°C/min) sur une plaque chauffante agitatrice. Une fois que la margarine commence à monter dans les tubes capillaires, la température correspondante a été notée. La température de fusion représentera la moyenne arithmétique des deux valeurs obtenues à partir des deux capillaires. La température notée est celle affichée juste au début de la montée de la margarine dans les deux tubes capillaires exprimée en °C.

### III.2.6. Détermination de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde est la quantité de produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalents d'oxygène actifs par 1000g de corps gras oxydant l'iodure de potassium. Sa détermination renseigne sur le degré d'oxydation de l'huile.

#### III.2.6.1. principe

Le principe consiste au traitement d'une prise d'huile en solution dans l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Le titrage d'iode



### III.2.7. Détermination du pH de la phase aqueuse

Le pH de la phase aqueuse de la margarine est la différence du potentiel, à la température de mesure entre deux électrodes immergées dans cette phase. déterminé selon le mode opératoire spécifié dans la présente norme, il est exprimé en unité de pH.

#### III.2.7.1. Principe

Le pH est déterminé directement sur la phase aqueuse après sa séparation de la phase grasse, à l'aide d'un pH mètre.

#### III.2.7.2. Mode opératoire

Une quantité de la margarine a été déposée dans un bécher, puis fondu dans une étuve à 100°C. Les deux phases ont été séparées, puis le pH de la phase aqueuse a été mesuré. La lecture a été faite après stabilisation des valeurs affichées sur le pH mètre et à la température de mesure (20°C).

### III.2.8. Détermination de l'acidité et l'indice d'acide

#### a. Acidité

C'est le pourcentage d'acides gras libre dans la matière grasse, elle est exprimée en pourcentage d'acide oléique. Elle renseigne sur le degré de la fraîcheur du corps gras.

#### b. Indice d'acide

Il représente le nombre de milligrammes d'hydroxyde de potassium nécessaires pour neutraliser les acides gras libres présents dans un gramme de corps gras.

#### III.2.8.1. Principe

La matière grasse est récupérée par fusion de la margarine et dissolution de celle-ci dans un mélange d'éthanol et d'oxyde diéthylique, puis les acides gras libres présents ont été titré à l'aide d'une solution éthanolique d'hydroxyde de potassium en présence de phénolphtaléine.

#### III.2.8.2. Mode opératoire

75ml d'alcool neutralisé ont été mis dans un Erlenmeyer, quelques gouttes de phénolphtaléine (indicateur coloré) ont été ajoutées. Ensuite un titrage avec une solution de

NaOH a été réalisé jusqu'au virage de la couleur vers le rose pale. L'erenmeyer a été déposé sur une balance automatique, une fois cette dernière taré, 10g de la margarine ont été rajouté. L'erenmeyer a été déposé sur une plaque chauffante agitatrice afin faire fondre la matière grasse. À la fin un virage rose claire de la solution a été obtenu après titrage par NaOH (0.1N).L'indice d'acide a été calculé selon la formule suivante :

$$Iac = \frac{(V * N * MM)}{10 * PE}$$

Où :

Iac : Indice d'acide exprimé en mg/g.

V : Volume de NaOH (chute).

N : Normalité de la solution NaOH.

PE : Prise d'essai en gramme.

MM : Masse Molaire d'acide oléique 256 g/mol.

### III.2.9. Déterminations de taux de solide

C'est la mesure de la quantité de graisse à l'état solide dans certaine température à l'aide d'un spectromètre de résonance magnétique nucléaire RMN.

#### III.2.9.1. Principe

La teneur en solide se détermine par deux méthodes une rapide et l'autre standard (lente), la spectroscopie RMN peut fournir une information qualitative (structure chimique) et quantitative (la proportion relative d'acide gras saturés et insaturés, le degré d'instauration).

#### III.2.9.2. Mode opératoire

Une prise d'essai de la margarine fondu à 70°C a été introduite dans un bécher. Apres refroidissement, y aura formation de deux phases séparées ; la phase aqueuse a été récupéré à l'aide d'une pipette et la phase grasse a été filtré avec un papier filtre contenant le sodium de sulfate. Ensuite l'analyse a été réalisée par une méthode qui permet un gain de temps par rapport à la méthode standard.

Trois tubes a essai ont été remplis par la phase grasse récupéré et mises dans le congélateur pendant 20 minutes, une fois refroidi les trois tubes ont été introduits dans des bain-marie à des températures différentes ; un dans le bain de 20 C°, l'autre 30 C° et le troisième celui de 40 C° pendant 20 minutes , la lecture a été réalisée pour chaque tube. Les résultats ont été donnés lu directement et exprimés en pourcentage de solides.

### III.2.10. Détermination de poids

Il est important de vérifier le poids du produit fini, afin d'éviter la fraude, il a été vérifié par le pesé du produit.

### III.3. Analyses microbiologiques

L'analyse microbiologique a pour but de vérifier la qualité de la margarine, qui doit répondre aux objectifs suivants:

- Le respect de la qualité sanitaire et de la qualité commerciale courante, qui est un aspect important pour les services officiels de contrôle qui sont tenus de vérifier la qualité des aliments.
- Le contrôle et l'amélioration des fabrications ; cet aspect concerne spécifiquement les industries. L'analyse leur permet de contrôler les contaminations au cours de la fabrication et de limiter les accidents.

Selon le journal officiel du 27 mai 1998, la margarine « Fleurial » nécessite la recherche d'un certain nombre de germe qui sont :

- Les salmonelles
- Les germes aérobies totaux
- Levures
- Coliformes fécaux
- *Staphylococcus aureus*

Ces analyses sont effectuées sur la phase aqueuse qui est beaucoup plus fragile par rapport à la phase grasse, qui est due de l'eau qui renferme des éléments nutritifs pour les bactéries, levures et moisissures.

### III.3.1. Recherche des Salmonelles

Le nombre de salmonelles étant en général faible dans le produit alimentaire, il est nécessaire de procéder à un pré-enrichissement non sélectif et un enrichissement sur un milieu sélectif, à la fin l'isolement doit être réalisé sur le milieu Hektoen.

#### III.3.1. 1. Mode opératoire

La recherche des salmonelles s'effectue en plusieurs étapes :

##### 1. Pré-enrichissement

25gramme de la margarine ont été prélevés aseptiquement dans un erlenmeyer stérile, aux quelles 225 ml de la solution ringer (diluant) ont été rajoutés, l'orifice de l'erlenmeyer a été bouché par un coton cardé et du papier aluminium, l'ensemble a été placé dans un bain-marie à une température de 50°C pendant 30 minutes jusqu'à fusion de la margarine (avec agitation de temps à autre) ensuite la solution a été incubé dans une étuve à 37°C pendant 24heurs.

##### 2. Enrichissement sélectif

Cet enrichissement sélectif a été réalisé sur le milieu Bouillon au sélénite de sodium (SFB), après avoir récupéré la phase aqueuse, 1 ml a été prélevé à l'aide d'une pipette stérile puis introduit dans des tubes auxquels des disques de SFB ont été rajoutés avant une incubation à 37°C pendant 24 heures.

##### 3. Isolement sur le milieu Hektoen

Si après l'incubation, un virage de la couleur du milieu du jaune au rouge brique avec disparition du disque SFB a été observé, le tube sera considéré comme étant positif. Dans ces derniers cas l'isolement a été effectué comme suit :

Une goutte de la solution a été prélevée à l'aide d'une anse en platine stérile et déposée au bord de la boîte pétri qui contient le milieu Hektoen puis des stries ont été réalisés sur ce milieu, la boîte a été incubé à 37°C pendant 24heures, les colonies suspectes seront vertes ou bleus avec ou sans centre noir.

### III.3.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies, levures, coliformes fécaux et des Staphylococcus aureus

- Préparation de la solution mère

40g de la margarine ont été incorporés dans un erlenmeyer, 34ml de la solution de Ringer (1/4) ont été rajoutés, puis l'erlenmeyer a été fermé avec du coton cardé et du papier aluminium.

L'ensemble a été placé au bain marie à 45°C jusqu'à ce que la margarine soit fondue et la phase aqueuse a été récupéré pour effectuer les analyses.

- Préparation des dilutions

A partir de la solution mère (phase aqueuse) et à l'aide des pipettes Pasteur stériles, 1 ml a été prélevé et introduit aseptiquement dans un tube contenant 9ml d'eau physiologique stérile et celle-ci est considérée comme la dilution  $10^{-1}$ , et à partir de cette dilution, les dilutions décimales suivantes jusqu'à  $10^{-3}$  ont été préparé.

- Expressions des résultats

Dans le cas des milieux liquides, le dénombrement se fait par la technique du nombre le plus probable (NPP) en utilisant le tableau de Mac Grady. (Annexe II)

Dans le cas des milieux solides, il ne sera compté que les boites présentant un nombre de colonies qui se situe entre 20 et 300 et le nombre de germes se calculent par la formule suivante :

$$\text{Nombre des germes/ml} = \frac{\sum c}{(n1 + 0.1n2)d}$$

Où :

$\sum c$  : somme totale des colonies comptées.

n1 : nombre de boîtes comptées dans la première dilution.

n2 : nombre de boîtes comptées dans la seconde dilution.

d : facteur de dilution à partir duquel les premiers comptages ont été obtenus.

### III.3.2.1. Dénombrement des germes aérobies

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

#### III.3.2.1.1. Mode opératoire

Le milieu utilisé est la gélose Plate Count Agar(PCA) préalablement fondue au bain marie à 95°C, elle est refroidie ensuite à 45°C.

1 ml de la phase aqueuse de la dilution primaire  $10^{-1}$  a été déposé en double dans des boîtes de Pétri, ensuite 12 à 15 ml de milieu PCA ont été coulé et les boites ont étéensemencé en masse, une autre boîte du milieu PCA sans l'inoculum a été réalisée comme un témoin après refroidissement et solidification, l'ensemble a été incubé à 30° C pendant 72h.

#### III.3.2.2.Dénombrement des levures

Les levures sont des champignons chez lesquels la forme unicellulaire est prédominante, elles se distinguent aisément des bactéries par leur taille plus grande et par leur reproduction végétative s'effectuant le plus souvent par bourgeonnement, leur reproduction sexuée conduit le plus souvent à la formation d'asques (Larpent, 1997).

##### III.3.2.2.1. Mode opératoire

Le milieu oxytétracycline glucosé agar (OGA) a été utilisé pour la recherche des levures il a été fondue au bain marie à 95°C, puis refroidie à 45°C.

22,5ml de la solution d'oxytétracycline ont été ajouté à cette gélose pour inhiber la croissance des bactéries. A l'aide d'une pipette stérile 1ml de la solution mère a été introduit dans deux boites de Pétri stériles vides puis environ 15ml de la gélose fondu ont été rajoutés, le temps qui s'écoule entre la fin de la préparation de la suspension mère et le moment ou le milieu est coulé dans les boites ne doit pas dépasser 15minutes.

L'inoculum au milieu a été mélangé soigneusement puis laissé pour se solidifie. Une boîte a été utilisée comme témoin avec 15ml du milieu pour contrôler sa stérilité, ensuite toutes les boites ont été incubées à 30°C pendant 72°C.

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

##### III.3.2.3. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux

Les coliformes fécaux sont aérobies ou anaérobies facultatifs, capables de se multiplier en présence de sels biliaires ou d'autres agents de surface ayant des propriétés équivalentes et ils sont capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 48h à une température de 35° et 37°C. (Aslay et Lecler, 1993).

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

### III.3.2.3. 1. Mode opératoire

A partir de chaque dilution préparée précédemment, 1ml a été prélevé pour ensemençer aseptiquement trois tubes de milieu VBL, avant mise en incubation à 37°C pendant 48h (test présomptif).

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

Les tubes de VBL ont été trouvés positifs (culture et gaz dans la cloche) lors du dénombrement des coliformes fécaux, un tube a été inoculé par milieu VBL qui y'a été incubé 24-48heures à 44°C, si après incubation y'a un dégagement gazeux, la recherche d'indole sera effectuée en ensemençant un tube d'eau peptone, après incubation à 44°C/24-48heures, quelques gouttes de Kovacs ont été ajoutés, ce qui s'est traduit par l'apparition d'un anneau rouge à la surface, ce qui indique la production d'indole. Ce test caractérise *Escherichia coli*.

### III.3.2.4. *Staphylococcus aureus*

C'est st un germe appartenant au groupe des cocci Gram positif qui pousse en amas, c'est l'une des bactéries non productrice de spores qui peut survivre longtemps sur des objets inanimés et secs. Elle résiste aussi relativement bien à la chaleur. C'est la raison pour laquelle il est difficile de se débarrasser de cette bactérie une fois qu'elle est introduite dans l'environnement de l'homme (schaechter, 1999).

#### III.3.2.4.1. Mode opératoire

La recherche de *staphylococcus aureus* est basée sur l'emploi des milieux sélectifs et nécessite un enrichissement. Le milieu utilisé à cet effet est GIOLITTI CANTONI additionné de quelques millilitres de tellurite de potassium.

A partir de chaque dilution, trois tubes de milieu GIOLITTI CANTONI ont été ensemencés et une couche de paraffine a été rajouté pour sélectionner les *Staphylococcus* par rapport au *Micrococcus* qui sont aérobies strictes. L'incubation a été effectuée à 37°C durant 48h.

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

#### ➤ Isolement sur milieu Baird-Parker

L'isolement est réalisé à partir des tubes noirs par ensemencement en stries sur des boîtes contenant le milieu Baird-Parker qui est un milieu riche en peptone, extraits de viande, levure, jaune d'œuf, glycolle, pyruvate et contient du chlorure de lithium, le tellurite et le jaune d'œuf sont apportés au moment du coulage.

Après l'incubation à 37°C durant 24h, les *Staphylococcus* donnent des colonies noires avec un halo clair. Les colonies noires sont dues à la réduction du tellurite en tellure. Le halo clair est dû à la protéolyse de protéines du jaune d'œuf (Joffin, 1999).

# *Chapitre IV*

## Résultats et discussion

## IV.1. Analyses physicochimiques

Les analyses physicochimiques ont été réalisées sur la margarine fleurial 250 g. Pour l'expression des résultats, une période de 10 jours, avec un maximum d'échantillons analysés, a été prise en considération.

### IV.1.1. Analyse de l'eau

Durant la période de notre travail, nous avons analysé un échantillon d'eau osmosée, les résultats obtenus sont reportés dans le Tableau I. Plusieurs paramètres ont été analysés tels que le pH, TH, TAC et les chlorures. Nous avons constatés que les résultats obtenus sont conformes aux normes de chaque paramètres.

Paramètres	Ech	les normes
Ph	6,3	5,5 - 7,8
TH	0,8	15
TAC	4	20
Chlorure	21,3	500

**Tableau I** : Résultats des analyses de l'eau.

#### IV.1.7.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

La norme de l'entreprise préconise que le pH soit compris entre 5.5 et 7.8 (NE. 1.2.430, 1989). D'après les résultats que nous avons obtenus au cours de notre analyse (6.3), on constate que la valeur du pH ne dépasse pas les normes, ce qui est une preuve que l'eau utilisée est de bonne qualité.

#### IV.1.7.2. Titre hydrométrique (TH)

La valeur de TH obtenue est de 0.8°F elle ne dépasse pas la norme 15°F (NA 752-1989), pour cela nous avons constaté que l'eau analysée est une eau douce. Une eau dure est riche en  $\text{HCO}_3^-$  peut devenir sursaturée en  $\text{CaCO}_3$  s'il y a haussé pH.

Les eaux trop douces présentent également un inconvénient outre leur goût fade, elles corrodent davantage les métaux, il peut même arriver que des métaux aient caractère toxique comme le cadmium ou le plomb qui se libéré (Gamrasni, 1982).

#### IV.1.7.3. Titre alcalimétrique complet (TAC)

A partir des analyses effectuées sur le TAC, l'échantillon analysé présente une valeur de 4°F qui est inférieure et conforme à la norme 20°F (NF 90-036). L'alcalinité d'une eau correspond à la présence d'espèce basique telle que les ions hydroxyde, les ions carbonates, les ions hydrogénocarbonate et dans une moindre mesure les ions phosphate et silicate ce qui est vérifié pour l'eau utilisée (Tardat-henry et Beaudry, 1984).

#### IV.1.7.4. Les chlorures

L'organisation mondial de la santé (OMS), recommande une teneur en chlorures inférieur à 500 mg/l (NA ISO 9297 1<sup>er</sup> édition 15-11-1989) et le résultat obtenue à partir de notre analyse est de 21.3 mg/l, qui est un résultat acceptable.

La concentration en chlorures dans une eau dépend de l'origine de celle-ci (proximité d'eau salée, rejets domestiques ou industriels) ainsi que de la nature du terrain qu'elle traverse. En général, la présence de chlorures dans une eau est fréquente à des teneurs inférieures à 20 mg/l. Ils donnent une bonne indication du degré d'eutrophisation des cours d'eau et un excès de chlorures est généralement dû à une pollution urbaine (Station d'épuration) ou industrielle particulière (ex : agroalimentaire (Jira-Arune et Laguerie, 1999)).

#### IV.1.2. Analyses de lait

##### IV.1.2.1. pH du lait

L'analyse de ce paramètre nous renseigne sur la fraîcheur et la stabilité du lait. Nous avons constaté, à travers notre étude que les valeurs du pH enregistrées sont inférieures à 6,9 et dépassant 6,5 (Normes JORA N°55, 1997), avec des moyennes journalières allant de 6,7 à 6,8. Dans le cas où le pH est supérieur à 6,9 le lait devient acide et donc non utilisable. En effet les résultats obtenus sont conformes aux normes requises par l'entreprise.

##### IV.1.2.2. Détermination de l'acidité de lait

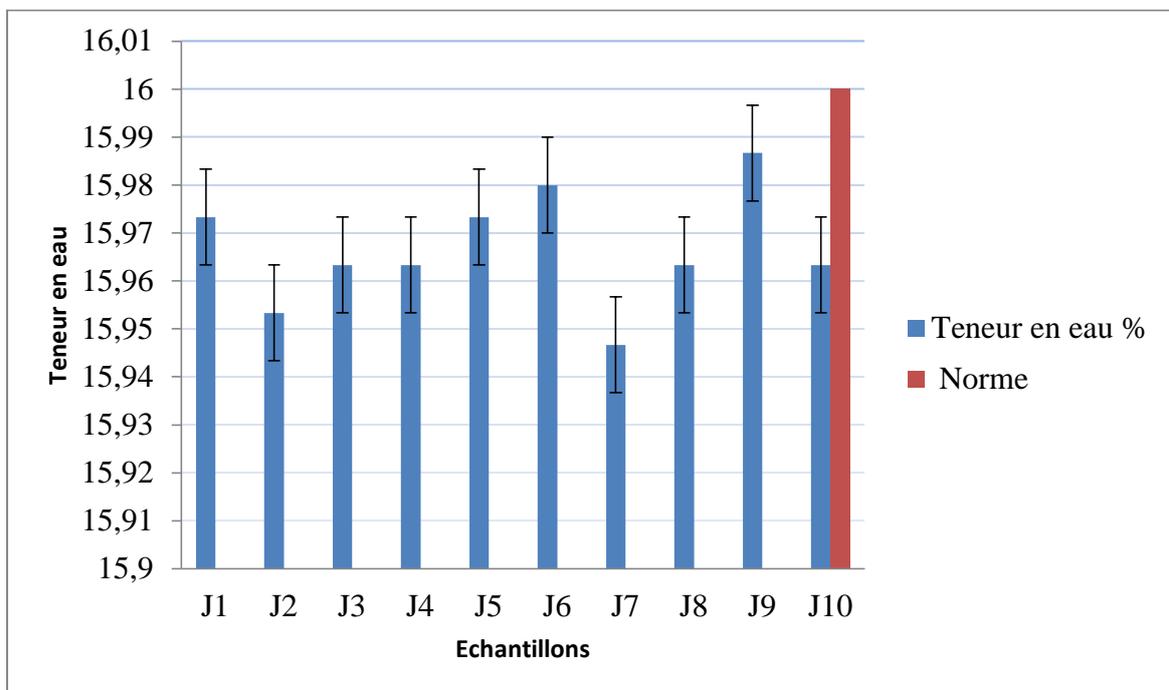
L'acidité est un Indicateur du degré de conservation du lait. Naturellement le lactose contenu dans le lait se dégrade progressivement en acide lactique par les bactéries. Moins un lait est frais, plus il contient d'acide lactique.

L'acidité nous renseigne en plus de l'état de fraîcheur du lait, sur sa richesse en divers éléments tels que : les protéines, les phosphates, les citrates, les glucides. En effet plus le lait est riche en ces divers éléments plus l'acidité est plus forte (Aboke et al., 2008). Les résultats obtenus des échantillons analysés nous montrent que l'acidité varie entre

13°D et 14,9°D, elle ne dépasse donc pas la norme maximale qui est de 18°D (Normes JORA N°55, 1997), On déduit alors que la margarine est conforme aux normes.

#### IV.1.3. Teneur en eau (humidités %)

Les résultats obtenus durant cette période sont reportés sur la figure 5. L'ensemble des échantillons analysés présentent des valeurs inférieures à 16% (ISO 662 Deuxième édition 15-09-1998), avec des moyennes journalières allant de 15,96% à 15,98%, ce qui atteste de la conformité du produit.

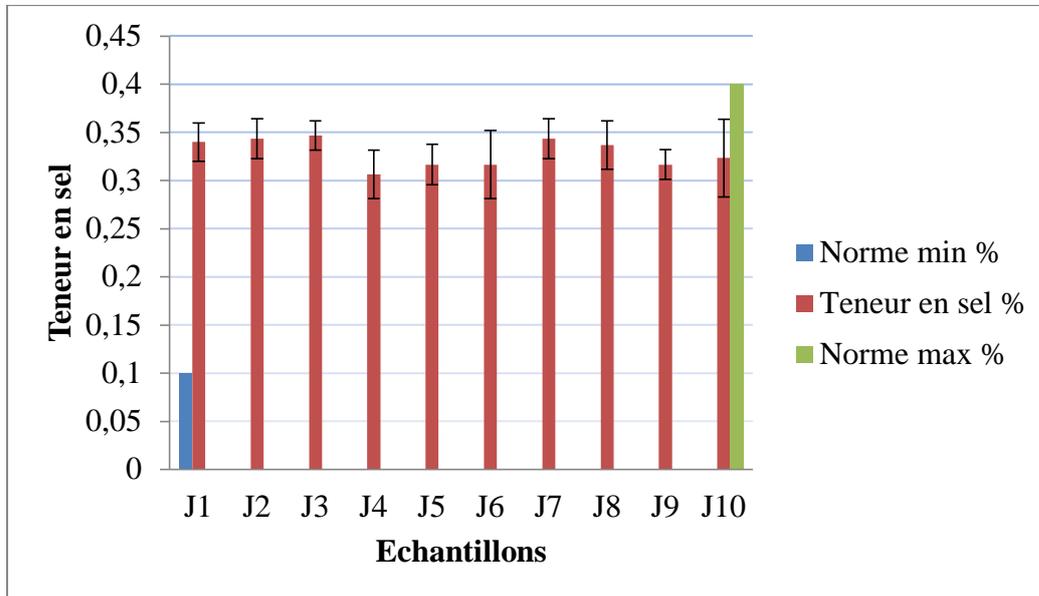


**Figure 2 :** Résultats de l'analyse de la teneur en eau.

En effet, l'humidité varie selon les conditions et la période de stockage (Naud et André, 1995). L'augmentation de la teneur en eau favorise le développement de certains microorganismes notamment les Clostridium, streptocoques... (Galzy, 1980), ainsi que l'hydrolyse enzymatique et l'oxydation de la margarine (Ming et al, 1999), mais également affecterait les qualités organoleptiques et la consistance du produit. La diminution de la teneur en eau influe sur l'homogénéité de la margarine c'est à dire la bonne dispersion de l'eau dans la phase grasse (Chougui et al, 2015).

#### IV.1.4. Teneur en sel

Les résultats de ce paramètre sont exprimés dans l'histogramme de la figure 6. L'ensemble des échantillons analysés présentent des teneurs en sel incluses entre 0.1%, et 0.4% (NE.1.2.429, 1989), soit des valeurs moyennes journalières allant de 0.30% à 0.34%, ce qui est conforme aux normes.

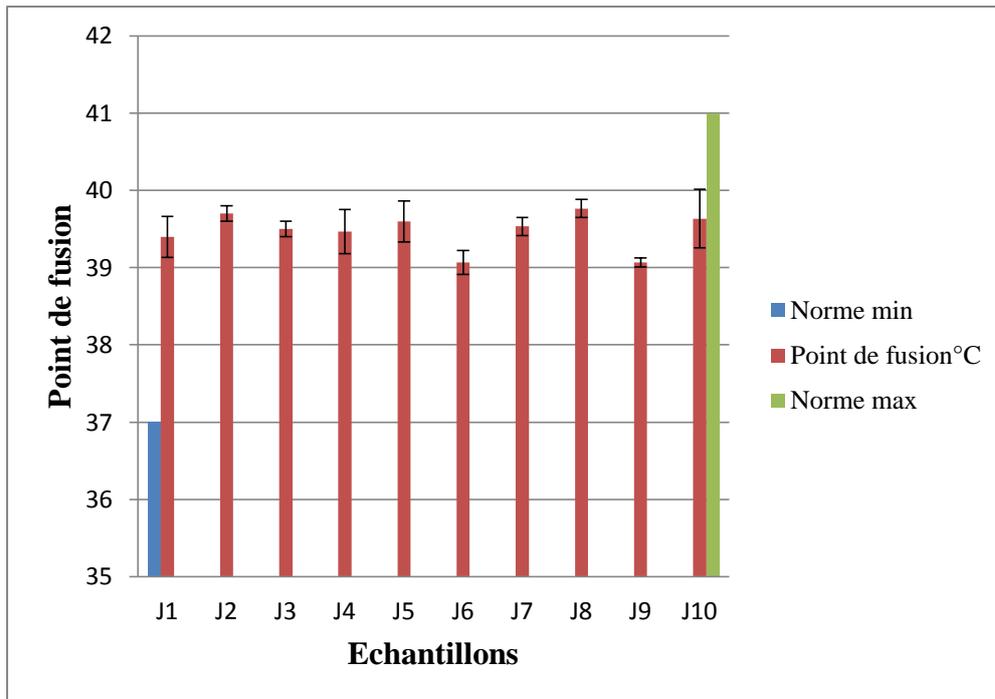


**Figure 3 :** Résultats de la teneur en sel.

L'ajout de sel à la margarine vient de la nécessité d'améliorer la sapidité à la consommation, il permet de ralentir le développement de certains micro-organismes, et aide à l'amélioration de la durée de conservation, il est utilisé à une dose précise selon le poids de cette margarine. A forte dose la margarine devient trop salé, sa consommation à cet état provoque l'hypertension et les maladies cardiovasculaires, première cause de mortalité dans le monde (Sebedio, 2007). En revanche, à faible dose, le gout devient déplaisant, et la margarine devient désagréable à la consommation.

#### IV.1.5. Point de fusion

Les résultats obtenus à partir des échantillons qui ont été analysés sont reportés sur la figure 5, ou nous avons constaté que les valeurs obtenue sont dans l'intervalle des normes [37% - 41%] (NE.1.2.91, 1988), avec des moyennes journalières allant de 39.06% à 39.76%, d'où la conformité des résultats.



**Figure 4:** Résultats de l'analyse du point fusion

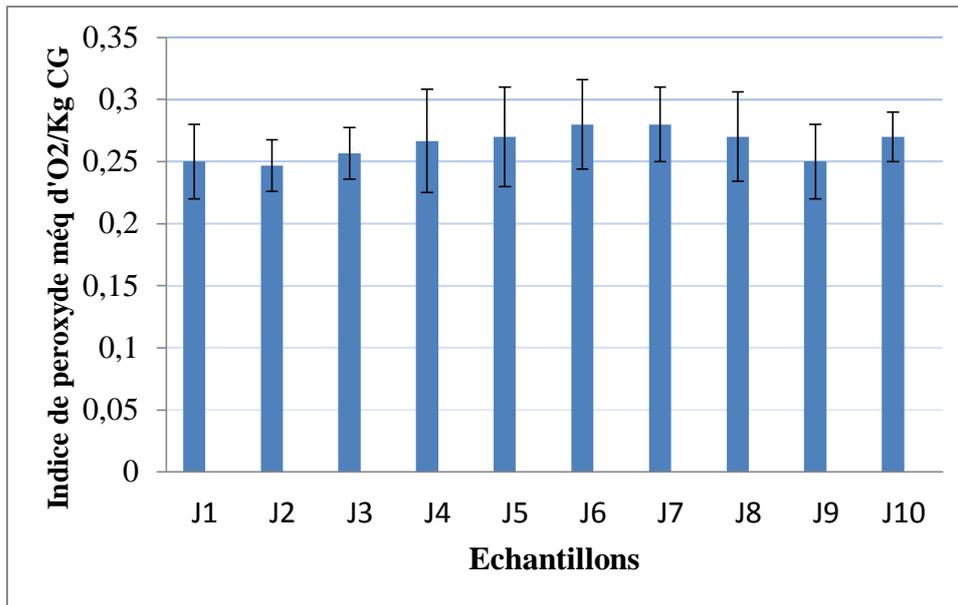
D'après Ghotra *et al.* (2002), les graisses et les huiles contenant des acides gras saturés à longues chaînes ont des points de fusion plus élevés que les acides gras polyinsaturés ou à courtes chaînes.

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

#### IV.1.6. Indice de peroxyde

A partir de l'analyse journalière des échantillons nous avons obtenu des résultats variables de l'indice de peroxyde exprimés en histogramme représenté de la figure 8.

Ces résultats présentent des valeurs inférieures à 10 meq O<sub>2</sub>/kg qui est la norme maximale (NE.1.2.98, 1988). Avec des moyennes journalières allant de 0.24 à 0.28 meq O<sub>2</sub>/kg, on constate que l'ensemble des échantillons analysés était conforme.

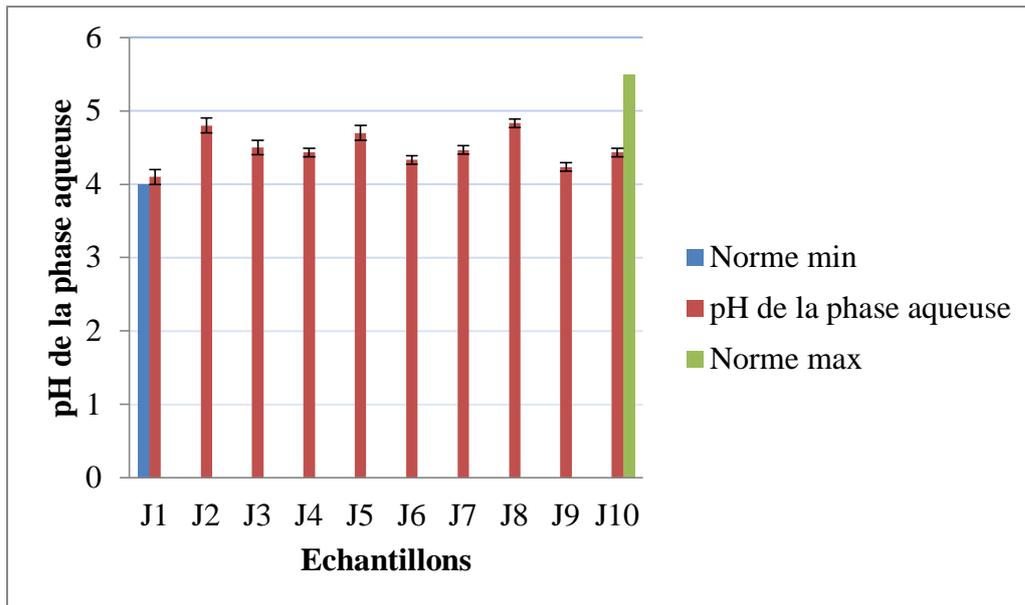


**Figure 5 :** Résultats de l'analyse de l'indice de peroxyde

L'indice de peroxyde sert à caractériser les huiles et corps gras, c'est un indice qui s'intéresse au nombre d'oxygènes actifs dans les chaînes organiques d'un corps gras, cet oxygène actif peut être sous forme d'époxyde ou d'hydroperoxyde. Cet indice permet d'évaluer le degré d'oxydation des acides gras insaturés de la matière grasse (rancissement). Plus celui-ci est élevé, plus la matière grasse est oxydée (Himed et Barkat, 2014) ; là où la margarine devient rance (goût et odeur désagréable). Cependant, cet indice n'est qu'un indicateur du début d'oxydation de cette margarine.

#### IV.1.7. pH de la phase aqueuse

A partir des analyses effectuées sur le pH de la phase aqueuse durant notre travail pratique, des résultats ont été obtenus et représentés sur la figure 9. Nous avons remarqué que les valeurs du pH mesurées sont comprises dans l'intervalle de la norme ( $4 < \text{pH} < 5.5$ ) (NE.1.2.430,1989), avec des moyennes journalières allant de 4.1 à 4.8, ce qui signifie la conformité des résultats.



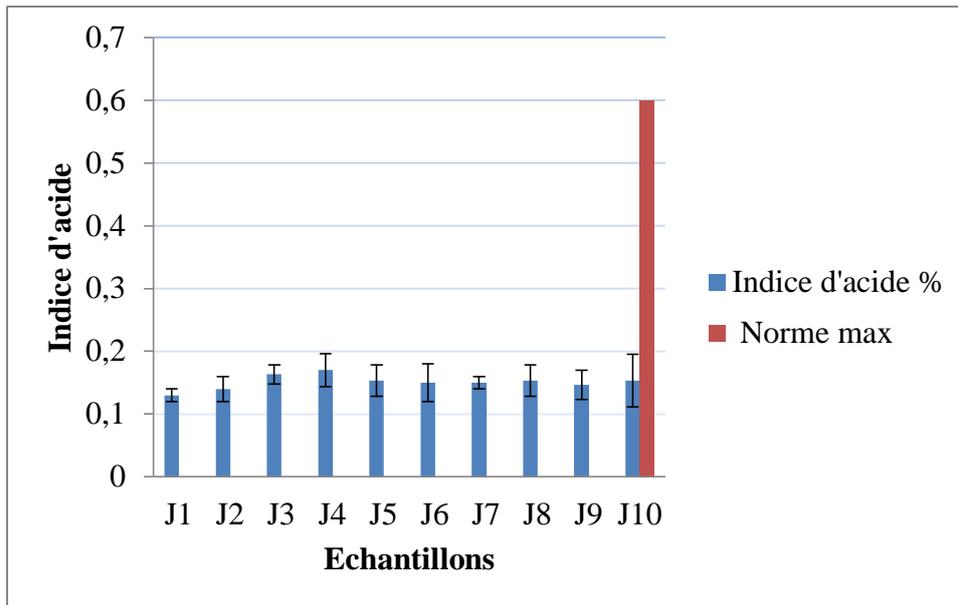
**Figure 6:** Résultats d'analyse de pH de la phase aqueuse.

Les valeurs du pH mesurées sont comprises dans l'intervalle de la norme signifiant que les doses de l'acide lactique ajoutées aux margarines dans le but de donner un bon goût à la margarine et d'éviter le développement microbien sont respectées.

D'après Karleskind et Wolff (1992), il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse ; en tenant compte d'une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes. Les faibles valeurs de pH, conduisent à une sensation acide, déplaisante aux consommateurs.

#### IV.1.8. Indice d'acide

La figure 10 représentée ci-dessous montre les résultats obtenus suite à l'analyse journalière des échantillons, nous avons constaté que les moyennes journalières varient entre 0.13 % et 0.15%. L'ensemble de ces valeurs ne dépassent pas 0.6 % qui est considéré comme norme maximale (NE.1.2.97,1988), ce qui atteste de la conformité du produit.



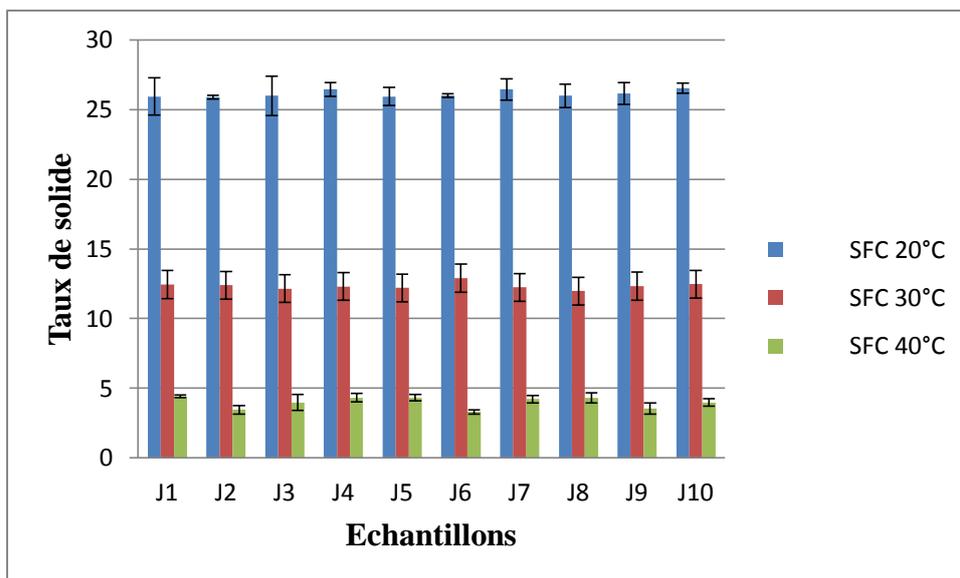
**Figure 7** : Résultats de l'analyse de l'indice d'acide

L'indice d'acide permet de vérifier la qualité de notre margarine, notamment en ce qui concerne sa dégradation avec le temps durant le stockage.

La détermination de l'indice d'acide de la margarine revient à neutraliser les acides libres de celles-ci par l'hydroxyde de potassium, lorsque le pourcentage de ces derniers est élevé (Guillén et *al.*, 2016) un changement organoleptique est observé plus précisément dans l'arôme et le goût, dans ce cas la margarine est recyclée par l'entreprise afin de la rendre comestible.

#### IV.1.9. Taux de solide

Les résultats obtenus pour les deux échantillons analysés sont reportés sur la figure 10. Ce paramètre est très important, il est à la base des différentes recettes des margarines. D'après le personnel de laboratoire, les valeurs obtenues sont conformes aux normes internes exigées, qui ne nous ont pas été communiquées. D'après l'allure des histogrammes, on remarque une diminution du taux de solide, en allant des basses températures (20°C) vers les hautes températures (40°C).



**Figure 8** : Résultats de l'analyse du taux de solide.

Le SFC est un facteur essentiel à déterminer, car il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général et propriétés organoleptiques.

Les caractéristiques d'une graisse plastique prête à l'emploi dépendent à la fois de la composition du mélange et des traitements thermiques et mécaniques qu'elle a subit.

Parmi tout les paramètres susceptibles d'influencer les caractéristiques rhéologiques, la composition de la phase grasse est à la fois la plus importante et celle sur laquelle il est plus facile d'agir. Cette composition qualitative et quantitative de la phase grasse influe en effet prioritairement à toute température sur le rapport solide /liquide. ( Karleskind et Wolff, 1992).

D'après Ribeiro et *al.*, (2009) et Karleskind et Wolff (1992) la quantité de solide présente à différentes températures au cours de la cristallisation et au cours de la fusion est sans doute un paramètre primordial à considérer et va de suite spécifier la phase grasse. Le SFC est responsable de plusieurs caractéristiques propres aux margarines incluant leur aspect et apparence, tendance à la tertinabilité, exsudation de l'huile et les propriétés organoleptiques (Noor et *al.*, 2002)

#### IV.1.10. Détermination du poids

L'intérêt de peser le poids de la margarine est d'éviter les fraudes car le manque ou l'excès d'un ou de quelques grammes s'expriment par une perte financière ou gain d'argent pour l'unité. D'après nos observations sur une période de dix jours consécutifs

nous avons constaté que la moyenne journalière des poids varie entre 251 et 253, la margarine emballée (produit fini) correspond alors à la norme établie par l'unité qui est de  $250 + 3g$ .

#### IV.2. Analyses microbiologiques

Les résultats des analyses microbiologiques obtenus durant la période effectuée au laboratoire de microbiologie sont représentés dans le tableau ci-dessus.

**Tableau II** : Résultats des analyses microbiologiques.

Désignation	Unité	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech5	Normes
Germes aérobies	Ufc/g	06	21	18	00	00	$10^2$ ISO:4833
Coliformes fécaux	Ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence ISO:7251
<i>Staphylococcus aureus</i>	Ufc/g	<10	<10	<10	<10	<10	10 ISO:6888-1
Levures	Ufc/g	<10	<10	<10	<10	<10	10 ISO:21527-2
Salmonella	Ufc/25g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence ISO:6579

Les résultats obtenus sont conformes aux normes du journal officiel de la République Algérienne (J.O.R.A) de 1998. Tous les échantillons sont exempts de Salmonelles, avec taux de *Staphylococcus aureus* inférieurs à 10 UfC/g qui sont à l'origine des intoxications alimentaires, ce qui permet de conclure que les échantillons sont de bonne qualité d'un point de vue sanitaire, mais qui dénote également le respect des règles d'hygiène au sein de l'unité de fabrication. De même pour l'absence des coliformes (pas de virage de milieu, ni production de gaz) dans tous les échantillons analysés qui sont des indices de contamination d'origine fécale.

On peut justifier l'absence de ces germes dans les échantillons analysés en se plongeant du processus de fabrication de la margarine et les différents additifs chimiques et ingrédients (sel, acide sorbique, antioxydant.....).

Le pH acide défavorise la croissance des bactéries basophiles et celles qui se développent à un pH entre 6 et 7, mais c'est un milieu favorable pour le développement des levures, c'est pour cette raison que l'acide sorbique (acide faible) est ajouté, ce dernier possède un effet fongistatique et bactériostatique (Guiraud et Galzy, 1980). Le sel

additionné (<0,5%) est capable de lier l'eau et par conséquent empêcher également le développement et la croissance des microorganismes.

L'addition des antioxydants BHT (butyle-hydro-toluène), inhibe la croissance des microorganismes aérobies, et cela en jouant sur le pouvoir oxydatif du milieu (Hidalgo et al, 2006).

En plus, le traitement de l'émulsion par pasteurisation à 80°C (traitement thermique), ce qui élimine les germes pathogènes et diminue la charge des germes banaux. La température d'entreposage de la margarine « fleurial » à 9°C constitue un facteur extrinsèque inhibiteur pour le développement des bactéries thermophiles et mésophiles. La consistance semi-solide de la margarine entrave les échanges de gaz et d'énergie entre le produit et le milieu extérieure ce qui peut justifier la présence d'un faible nombre de germes aérobie mésophile. L'adoption d'un système fermé durant tout le processus de fabrication empêche les vecteurs de germes (Insectes, Cafards,...) d'accéder au produit et de le contaminer.

Enfin, on peut conclure que la margarine analysée est propre à la consommation, car elle ne présente aucun risque du point de vue microbiologique, mais elle reste non représentative quant à la salubrité des margarines mises sur le marché, la quelle dépend des conditions de distribution, de stockage au niveau de grandes surfaces, des détaillants et même dans nos ménages.

# *Conclusion*

## Conclusion

---

Le travail effectué au niveau du complexe CEVITAL à l'unité margarinerie, nous a permis de tester nos connaissances et d'acquérir des informations très importantes en ce qui concerne la margarine, sa composition, les rôles de chaque ingrédient et surtout le processus et les étapes de fabrication.

Concernent les analyses physico-chimiques effectuées au niveau du laboratoire de formulation de la margarine étudiée et les huiles qui la constituent, on peut affirmer qu'elles répondent aux normes en vigueur, avec une humidité de  $(15.97 \pm 0.01)\%$ , une teneur en sel  $0.32 \pm 0.02\%$  et un point de fusion  $(39.41 \pm 0.35) ^\circ\text{C}$ , le pH  $(4.45 \pm 0.35)$ . Les moyennes des indices de qualités pour les échantillons étudiés tels que l'indice de peroxyde  $(0.26 \pm 0.02)$  méq et l'indice d'acide  $(0.14 \pm 0.01)\%$  sont également conformes aux normes. Certaines exceptions trouvées ont été très vite corrigées, et remises en conformité.

Concernant les paramètres spectroscopiques, le taux de solide (SFC) déterminé par RMN a permis de déterminer le comportement de la margarine à différentes températures et également permis d'étudier l'influence des huiles dans cette margarine. Tous les paramètres étudiés sont conformes aux normes, ce qui montre le strict respect des paramètres technologiques de fabrication et la compétence du personnel de l'unité.

Pour les analyses microbiologiques, les résultats obtenus (nombre des germes aérobies  $(\leq 10^2)$  Ufc/g), levures  $(\leq 10)$  Ufc/g, des *staphylococcus aureus*  $(\leq 10)$ Ufc/g, et absence des coliformes fécaux et des Salmonelles) sont conformes aux normes de l'entreprise grâce au respect des règles d'hygiène au niveau de toutes les étapes de fabrication.

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

Enfin, le sérieux au travail, l'engagement de tous, la technologie, les structures adéquates ainsi que l'organisation qui priment dans CEVITAL, ont pu assurer les exigences quantitatives et qualitatives de la margarine pour le consommateur.

## *Références bibliographiques*

## Références bibliographiques

---

### A

**Alais C. et Linden G. (1997).** Abrégé à la biochimie alimentaire, ISBN 2-225-82853-9. 4eme Édition : Masson, Paris, pp. 219-241.

**Aslay C. et Lecler H. (1993).** Infection d'origine hydrique. Microbiologie des eaux d'alimentation. Ed : Tec et Doc Lavoisier, ISBN : 285206.9180.

### B

**Brisson, G.J. (1982).** In : « corps gras alimentaires et autres composés lipidiques : la signification des mots ». Lipides et nutrition humaines. Ed : les presses de l'université Laval, pp. 10-12.

### C

**Cheftel J-C et Cheftel H. (1977).** Oxydation des lipides « Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments ». Tec & Doc -Lavoisier, Paris, ISBN : 2-85206-827-3, pp.254-264.

**Chougui N., Djerroud N., Naraoui F.,Hadjal S., Aliane K., Zeroual B., Larbat R. (2015).** Physicochemical properties and storage stability of margarine containing *opuntia ficus-indica* peel chemistry, Volume.173, p.382-390.

**Cossut, J., Humbert S., Defrenne B., Roelstraete L., Desmedt C., Vanuxeem M., Ferroul S., Vidal D. et Garnet S. (2002).** Les corps gras : Entre Tradition et Modernité. Lille, université des sciences et technologie;pp.27 -28, pp.45-49.

### D

**Denise, J. (1992).** Manuel des corps gras : raffinage des corps gras. Tome II, Ed : Tec et Doc Lavoisier, p. 790-793, p. 803-814, p. 866- 867, ISBN : 2-85206.662.9.

### F

**Faur, L. (1992).** transformations des corps gras à des fins alimentaires. In : Manuel des corps gras. Tome 2. Edition : Tec et Doc. Lavoisier, ISBN/ 2-4730-0436-3, Paris, p.938-954, p. 956-961.

## Références bibliographiques

---

**François, R. (1974).** Margarine In : les industries des corps gras. Tec et Doc. Lavoisier. Paris, pp. 290-291.

### *G*

**Galzy P. (1980).** L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. ISBN : 2.000.2.00112.0, p.43, p.89.

**Gamrasni M (1982).** La dureté de l'eau. Nouvelle édition SP.

**Ghotra B.S., Dyal S.D. et Narine S.S. (2002).** Lipid shortenings: a review. Food Research International. 35: 1015-1048.

**Graille J, (2003).** Lipides et corps gras alimentaires, chap.9 émulsions et mousses alimentaire, éd. TEC&DOC, Paris, p.351.

**Guillen M-D., Lbargoitia M-L., Sopolana P. (2015).** Margarine, composition and analysis. Reference Module in Food Science, from Encyclopedia of Food and Health, (2016), p. 646-653.

**Guiraud J. et Galzy P. (1980).** L'analyse microbiologique dans les industries alimentaires. Ed. Usine Nouvelle Collection, Tec et Doc, Paris.

### *H*

**Hidalgo F-J., Leon M-M et Zamora R. (2006).** Antioxidative activity of amino phospholipids and phospholipid/Amino acid mixtures in edible oils as determined by the rancimat method. J. Agric. Food chem. 54 : 5461-5467.

**Himed L. et Barkat M.** Elaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de citrus limon [en ligne]. (2014), vol. 21, n°1, p.4-5. Disponible sur : <http://www.ocljournal.org> (consulté le 12/05/2017).

### *J*

**Jira-Arune N., Laguerie C.** Croissance des cristaux de chlorure de potassium en couche fluidisée : comparaison avec la dissolution, the chemical Engineering journal (1979), Vol.18, issue 1, p.47-57.

**Joffin C. (1999).** Microbiologie alimentaire. Ed : dec&tec, ISBN : 2-86617-342-2, pp.132-139.

## Références bibliographiques

---

### *K*

**Karleskind A. (1992).** Manuel des corps gras. Tome 1, Ed : Tec et Doc, Paris, pp.1579.

**Karleskind A. et Wolef J-P. (1992).** Raffinage des corps gras ; in « Manuel des Corps Gras ». Tome 2, Ed : Techniques et Documentation. Londres, Paris, New York : 2-85206-662-9.

**Kone issa B. (2003).** La margarine; Volume 1. Edition : BETJ. Micouleau, p.8-22.

### *L*

**Leyral G. et Veirling E. (2001).** Conservation des aliments. In « Microbiologie et toxicologie des aliments, hygiène et sécurité alimentaires ». Doin, Paris, p.146.

### *M*

**Ming L-O., Ghazali H-M. et Let C-C.(1999).** Use of enzymatic transesterified plam stearin-sunflower oil blends in the preparation of table formulation. Food chemistry. pp. 83-88.

### *N*

**Naud C. et André B. (1995).** Conservation préventive dans les musées. Manuel d'accompagnement. pp. 15-20. (Revision 2011).

**Noor Lida HMD, Sundram K., Siew W-L, Aminah A, Mamost S. (2002).** TAG composition and solid fat content of palm oil, sunflower oil, and palm kernel olein blends before and after chemical interesterification. J. Am. Oilchem. 79 : 1137-1144.

### *O*

**Ollé, M. (2002).** Analyse des corps gras. Dans : technique de l'ingénieur, traité de génie des procédés, pp. 332-345.

### *R*

**Ribeiro A-P-B., Basso R-C., Grimaldi R., Gioielli L-A.,et Aparecida Guaraldo Gonçalves L. (2009).** Instrumental Methods for the Evaluation of Interesterified Fats. Food Anal. Methods. 2 : 282-302.

## Références bibliographiques

---

**Roger F. (1974).** Les industries des corps gras. Lavoider, ISBN : 2-88020-00, p.55, p. 281-292.

### **S**

**Schaechter M. (1999).** Microbiologie et pathologie infectieuse. ISBN : 2-80411592-5, p.188.

**Sebedio J-L.** Acides gras trans : nature, origine et impact sur la santé. Cahiers de nutrition et diététique, Volume 42, Issue 5, Novembre 2007, p.239-245.

### **T**

**Tremolieres J., Serville Y., Jacquot R. Et Dupin H. (1980).** Les aliments ; In : Manuel d'alimentation humaine. Tome 2, 8<sup>ème</sup> Édition, European Science Fondation, Paris.2-7101-0069-X.

**Tardat-Henry M., Beaudry J-P. (1984).** Chimie des eaux. LE GRIFFOND D'ARGILE.INC, Ed, paris.

### **Z**

**Zhang H., Jacobsen C. et Adler-Nisen J. (2005).** Storage stability study of margarines produced from enzymatically interesterified fats compared to margarines produced by conventional methods. I. Physical properties. Eur. J. Lipid Sci. Technol. 107 : 530-539.

# *ANNEXES*

## Annexe I

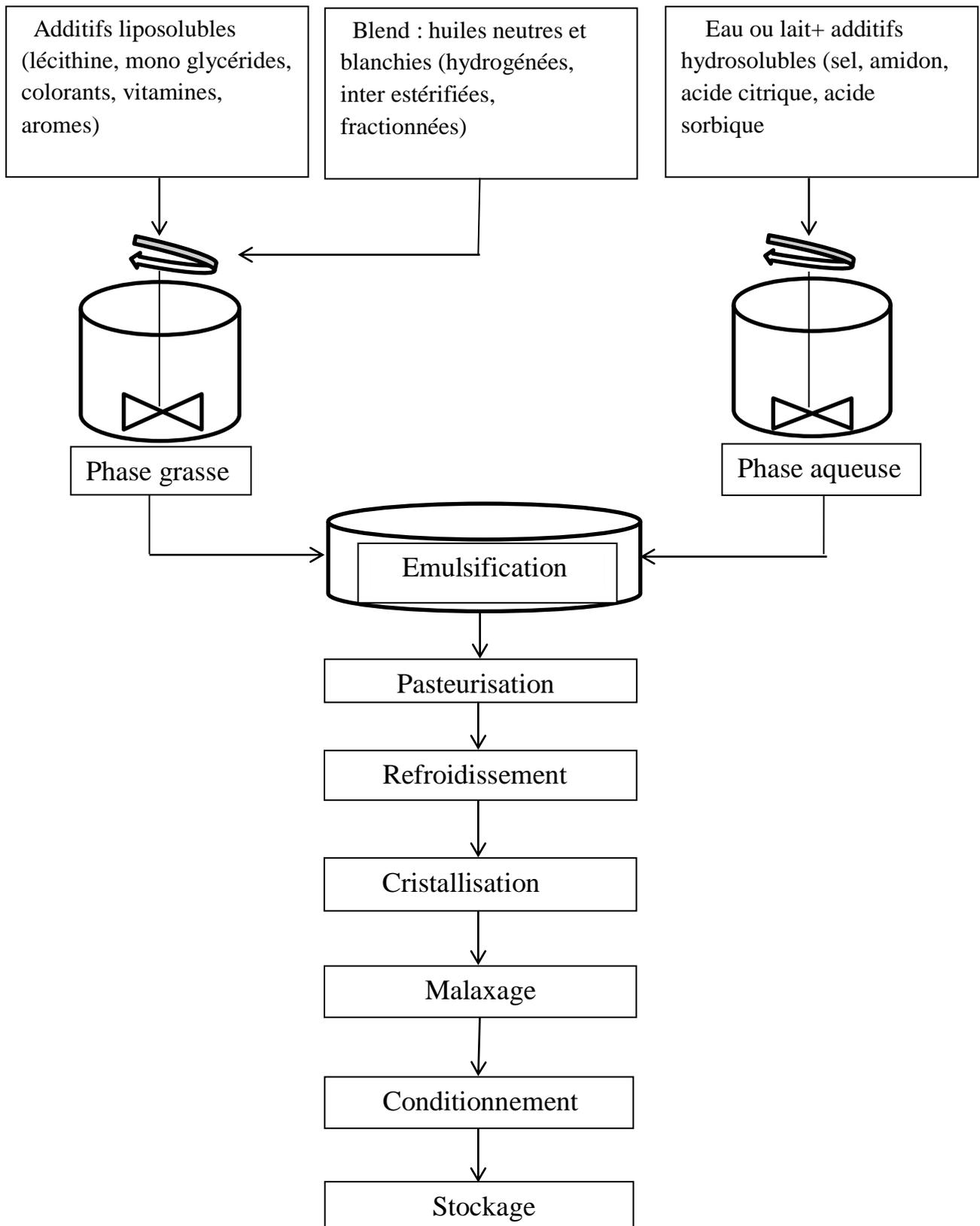


Figure 2 : Diagramme de fabrication de la margarine (COSSUT et al, 2002).

## Annexe II

Tables NPP (d'après la norme ISO 7218 :1996(F))

**Tableau 1 - Table NPP pour 3 x 1 g (ml), 3 x 0,1 g (ml) et 3 x 0,01 g (ml).**

Nombre de résultats positifs			NPP	Catégorie lorsque le nombre d'essais de mesures est de 1 pour le lot considéré	Limites de confiance			
					>95%	>95%	>99%	>99%
0	0	0	<0,30		0,00	0,94	0,00	1,40
0	0	0	0,30	3	0,01	0,95	0,00	1,40
0	1	0	0,30	2	0,01	1,00	0,00	1,60
0	1	1	0,61	0	0,12	1,70	0,05	2,50
0	2	0	0,62	3	0,12	1,70	0,05	2,50
0	3	0	0,94	0	0,35	3,50	0,18	4,60
1	0	0	0,36	1	0,02	1,70	0,01	2,50
1	0	1	0,72	2	0,12	1,70	0,05	2,50
1	0	2	1,1	0	0,4	3,5	0,2	4,6
1	1	0	0,74	1	0,13	2,00	0,06	2,70
1	1	1	1,1	3	0,4	3,5	0,2	4,6
1	2	0	1,1	2	0,4	3,6	0,2	4,6
1	2	1	1,5	3	0,5	3,8	0,2	5,2
1	3	0	1,6	3	0,5	3,8	0,2	5,2
2	0	0	0,92	1	0,15	3,50	0,07	4,60
2	0	1	1,4	2	0,4	3,5	0,2	4,6
2	0	2	2	0	0,5	3,8	0,2	5,2
2	1	0	1,5	1	0,4	3,8	0,2	5,2
2	1	1	2,0	2	0,5	3,8	0,2	5,2
2	1	2	2,7	0	0,9	9,4	0,5	14,2
2	2	0	2,1	1	0,5	4,0	0,2	5,6
2	2	1	2,8	3	0,9	9,4	0,5	14,2
2	2	2	3,5	0	0,9	9,4	0,5	14,2
2	3	0	2,9	3	0,9	9,4	0,5	14,2
2	3	1	3,6	0	0,9	9,4	0,5	14,2
3	0	0	2,3	1	0,5	9,4	0,3	14,2
3	0	1	3,8	1	0,9	10,4	0,5	15,7
3	0	2	6,4	3	1,6	18,1	1,0	25,0
3	1	0	4,3	1	0,9	18,1	0,5	25,0
3	1	1	7,5	1	1,7	19,9	1,1	27,0
3	1	2	12	3	3	36	2	44
3	1	3	16	0	3	38	2	52
3	2	0	9,3	1	1,8	36,0	1,2	43,0
3	2	1	15	1	3	38	2	52
3	2	2	21	2	3	40	2	56
3	2	3	29	3	9	99	5	152
3	3	0	24	1	44	99	3	152
3	3	1	46	1	9	198	5	283
3	3	2	110	1	20	400	10	570
3	3	3	>110					
autres valeurs			non cité dans la table ISO 7218 : 1996 (F)					

Tableau III : Tableau de Mac Grady

## **Résumé**

La margarine est l'un des produits alimentaires à base d'huile modifiée partiellement, qui atteste de la réussite humaine dans le progrès de la technologie agroalimentaire.

Le but de notre étude effectuée au niveau de l'entreprise CEVITAL est de suivre le processus technologique de la margarine et d'effectuer les différentes analyses, que ce soit sur le produit fini ou en cours de fabrication, afin de surveiller toutes les étapes de fabrication du produit, d'évaluer sa qualité et protéger ainsi le consommateur des intoxications alimentaires.

Les résultats physico-chimiques et microbiologiques effectués aux laboratoires sont conformes aux normes de l'entreprise qui répond également aux standards internationaux en matière de corps gras. Certaines exceptions ont été rencontrées, mais elles sont très vite corrigées, pour rendre le produit sûr, conforme aux normes technologiques et commercialisable.

## **Les mots clés**

Margarine « Fleurial », Normes, Analyses physico-chimiques, Analyses microbiologiques.

## **Abstract**

Margarine is one of the partially modified oil-based food products that attests to human success in advancing agri-food technology.

The aim of our study carried out at CEVITAL, is to follow the technological process of margarine and to carry out the various analyzes, whether on the finished product or in the course of manufacture, in order to monitor all the steps of Manufacture of the product, to assess its quality and thus protect the consumer from food poisoning.

The physicochemical and microbiological results carried out at the laboratories comply with the standards of the company which also meets the international standards. Some exceptions have been encountered, but they are quickly corrected, to make the product on, comply with technological standards and marketable.

## **Keywords :**

Margarine « Fleurial », Standards, Physico-chemical analysis, Microbiological analysis.