

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane Mira, Bejaia
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de Microbiologie

Mémoire de fin de Cycle

En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'État
En Génie biologique

Thème

*Mise en évidence de la stabilité physico-
chimique et microbiologique de
margarines de commerce*

 *Encadré par :*

❖ *M. BOUKEROUI A.*

 *Réalisé par :*

❖ *M^{elle} MOKRANI Samira*

❖ *M^{elle} BOUDOUKHA Soria*

 *Membres du Jury :*

❖ *President du Jury: M.MADANI.K*

❖ *Examinatrice : M^{me} CHIBANE. N*

❖ *Invité d'honneur : M. AZZOUZE. L*

Année universitaire: 2013-2014

Remerciements



Nous rendons gloire à notre Éternel Créateur pour les grâces innombrables dont Il nous comble : la santé, la volonté et le courage qui nous ont accompagnées durant notre cursus universitaire ayant conduit à la réalisation de ce modeste travail.

Nous tenons à exprimer nos vifs remerciements et notre sincère gratitude à :

notre promoteur M. BOUKEROUI A., qui nous a encadrées, encouragées par son suivi, ses conseils, sa disponibilité empreints de son admirable patience. Nous vous témoignons ici toute notre reconnaissance ;

M. AZZOUI L., pour nous avoir accueillies dans son équipe de production de margarine à Cevital, d'avoir mis à notre disposition les moyens nécessaires à la réalisation de notre travail. Merci de nous avoir orientées, dirigées et suivies pendant notre stage ;

notre copromoteur, M. TOUNSI A., chef de laboratoire de la margarinerie. Merci également à tous les autres membres (Hassane, Lynda Hamou) du laboratoire pour leur disponibilité et leur gentillesse ;

M. Djmeoune L., chef de laboratoire de microbiologie de la margarinerie ainsi que toute son équipe pour leur disponibilité et leurs conseils ;

M. MOKRANI L., chef de service finance de Cevital, pour leur aide précieuse pour réaliser ce travail à l'entreprise Cevital ;

Aux membres du Jury qui nous font l'honneur d'examiner et évaluer notre travail ;

A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail, notamment M. CHIKHOUNE A.



Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chers parents que j'aime beaucoup et pour leurs sacrifices et soutiens tout au long de ma vie et aux quels je ne rendrai jamais assez

«Que Dieu les protège»

Mes très chers frères Lakhdar, Habib, Nassim et Bichou

Mes très chères sœurs Habiba, Sorya, son mari Lyazid, leur petites adorables filles (Nihad, Riham, Maram) et le prince Rayan

Mon future mari Oualid et sa jolie famille

Ma très chère grande mère Khmissa.

Mes tantes, mes oncles, mes cousins, mes cousines ainsi que toutes leurs familles.

Ma copine et binôme soria et à toute sa famille.

Mes chers copines Samira, Anissa, Salima, Souad, Zakia, Djoumoua.

Tous ceux qui me connaissent de loin ou de pré et je n'ai pas pu citer.

Toute la promotion 5^{ème} Génie Biologique 2013 -2014.

SAMIRA



Dédicaces

Avec beaucoup d'émotion je dédie ce modeste travail à :

mes très chers parents, mon père, Hocine et ma mère, Ndjima, qui ont tant sacrifié pour moi. Grâce à eux, j'ai pu atteindre ce niveau. Présents à mes côtés surtout dans les moments difficiles, je n'ai cessé de puiser de leur détermination mon courage et ma persévérance. Leurs conseils ont ceci d'inimitable qu'ils savent s'imposer à mon être. Que Dieu leur accorde longue et heureuse vie ;

mon cher fiancé Z. Hamane, qui a toujours été pour moi d'un très grand appui moral dans toutes les situations avec une grande patience et une affection indéfectible ;

mes frères, Ahcène, Athmane et leurs femmes, Marie et Kahina, Moussa, Sofiane, Brahim et Smaïl ainsi que ma très chère sœur Nadjat qui m'ont toujours pressée dans le bon sens, le courage et l'effort ;

mes oncles, Omar, Mohand, Mohamad et leurs femmes, Souad, Ghania et Nadia. Mes tantes Aïcha et Yamina ; mes cousins Aïssa, Youcef, Saïd ; mes cousines, Linda, Thinhinane, Tayakot, Radja ;

ma belle-famille : ma belle-mère Wiza, mon beau-père Mohamed et mes belles-sœurs Radia, Samia, Wahiba ainsi qu'Abdelghani et sa femme Malika qui sont pour moi mon autre famille ;

ma copine samira et sa famille, mes sœurs de chambre, O. Salima, O.Zakia pour le chemin parcouru ensemble ;

*ainsi qu'à tous mes camarades de promotion *Génie biologie*.*

SORIA.



Liste des abréviations

- **AG:** Acide Gras.
- **AGMI:** Acides Gras Monoinsaturés.
- **AGPI:** Acide Gras Polyinsaturé.
- **AGS:** Acides Gras Saturé.
- **AGT:** acide gras trans.
- **CPG:** Chromatographie en phase gazeuse.
- **FID:** Détecteur à ionisation de flamme.
- **GC:** Giolitti et Cantoni.
- **H%:** Taux d'humidité en pourcentage.
- **IP:** Indice de peroxyde.
- **ISO:** Organisation International de Standardisation.
- **M:** Margarine.
- **NE:** Norme d'Entreprise.
- **PCA:** Plate Count Agar.
- **PH:** Potentiel Hydrogène.
- **RMN:** Résonance Magnétique Nucléaire.
- **SFB:** Bouillon au Sélénite de Sodium.
- **SFC:** Solid Fat Content (Teneur en solide).
- **S.p.a:** Société par action.
- **Ts:** taux ou teneur en sel.
- **UFC:** Unité Formant Colonie.
- **UV:** Ultraviolet.
- **VBL:** Bouillon lactose et vert brillant.
- **YGC:** yeast, glucose, chloramphénicol.

Liste des figures

| | |
|---|----|
| Figure 1: Le pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes | 9 |
| Figure 2: Taux d'humidité des trois margarines M1, M2 et M3 | 23 |
| Figure 3: Teneur en sel des trois margarines M1, M2 et M3 | 24 |
| Figure 4: point de fusion des trois margarines M1, M2 et M3. | 25 |
| Figure 5: pH de la phase aqueuse pour les trois margarines M1, M2 et M3..... | 25 |
| Figure 6: Indice de peroxyde pour les trois margarines M1, M2 et M3 | 26 |
| Figure 7: l'indice d'iode pour les trois margarines M1, M2 et M3..... | 27 |
| Figure 8: Courbes des solides (SFC) des différentes margarines étudiées. | 28 |
| Figure 9: Temps d'induction (heures) des trois margarines M1, M2 et M3 | 30 |
| Figure 10: Chromatogramme de la composition en AG de M3 par CPG..... | 31 |
| Figure 11: Chromatogramme de la composition en AG de M1 par CPG..... | 32 |
| Figure 12: Chromatogramme de la composition en AG de M2 par CPG..... | 32 |
| Figure 13: Composition en acides gras des échantillons étudiés..... | 33 |

Liste des figures insérés en annexe

- Figure 1:** Organigramme du complexe CEVITAL spa.
- Figure 2:** Diagramme de fabrication de la margarine.
- Figure 3:** Schéma général des étapes du raffinage..
- Figure 4:** Spectromètre à résonance nucléaire (RMN)..
- Figure 5:** Appareil d'analyse CPG..
- Figure 6:** Appareil de Rancimat 743..
- Figure 7:** Dénombrement des germes aérobies à 30°C..
- Figure 8:** Recherche et dénombrement des coliformes fécaux... ..
- Figure 9:** Dénombrement des levures... ..
- Figure 10:** Recherche des *Staphylococcus aureus*... ..
- Figure 11:** Recherche des *Salmonelles*... ..

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau I: Teneurs en solide (SFC) des différentes margarines. | 28 |
| Tableau II: Teneurs en acides gras dans les échantillons de margarines étudiés. | 31 |
| Tableau III: Résultats des analyses microbiologiques des trois margarines étudiées M1, M2 et M3. | 34 |

Liste des tableaux insérés en annexe

| | |
|--|--|
| Tableau I: Composition de quelque milieu de culture microbiologique. | |
| Tableau II: Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M1. | |
| Tableau III: Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M2. | |
| Tableau IV: Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M3. | |

Sommaire

Table des matières

Introduction 1

I. Synthèse bibliographique

I.1. Présentation du Complexe CEVITAL spa. Bejaia..... 3

I.2. Historique de la margarine..... 3

I.3. Définition de la margarine 3

I.4. Composition globale de la margarine 4

I.4.1. La phase grasse 4

I.4.2. phase aqueuse..... 4

I.4.3. Les Additifs alimentaires 4

 I.4.3.1. Additifs liposolubles..... 4

 I.4.3.2. Additifs hydrosolubles..... 5

I.5. Types de margarines 5

I.5.1. Margarine à usage domestique (de table) 5

I.5.2. Margarines diététiques ou spéciales (basses calories) 5

I.5.3. Margarine sous forme liquide 5

I.5.4. Minarines 5

I.6. Processus de fabrication de la margarine..... 6

I.6.1. Raffinage..... 6

I.6.2. Traitement de l'huile raffinée 6

 I.6.2.1. Durcissement (hydrogénation) 6

 I.6.2.2. Fractionnement 7

 I.6.2.3. L'interestérisation..... 7

I.6.3. Préparation de la phase grasse complète..... 7

I.6.4. Préparation de la phase aqueuse complète..... 7

I.6.5. Préparation de l'émulsion 8

I.6.6. Refroidissement et cristallisation 8

I.6.7. Malaxage..... 8

I.6.8. Conditionnement..... 8

I.6.9. Conservation 8

I.7. Cristallisation et polymorphisme de la margarine 9

I.7.1 .Polymorphisme des triglycérides 9

I.7.2. La dimension et la forme des cristaux 9

Table des matières

| | |
|--|----|
| I.7. 3. L'importance de la teneur en solide..... | 9 |
| I.8. Caractéristiques de la margarine..... | 10 |
| I.8. 1. Caractères physiques..... | 10 |
| I.8. 2. Caractères chimiques..... | 10 |
| I.8. 3. Caractères bactériologiques..... | 10 |
| I.8. 4. Caractères nutritionnelles..... | 10 |
| I.8. 5. Caractères organoleptiques..... | 11 |
| I.9. Facteurs d'altération de la margarine..... | 11 |

II. Matériels & méthodes

| | |
|---|----|
| II.1. Les analyses physico-chimiques..... | 12 |
| II.1.1. Echantillonnage..... | 12 |
| II.1.2. Méthodes d'analyses..... | 12 |
| II.1.2.1. Mode opératoire de détermination de la teneur en eau (humidité) (NE 1. 2-47, 1985)..... | 12 |
| II.1.2.2. Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)..... | 13 |
| II.1.2.3. Détermination du pH de la phase aqueuse (NE. 1. 2.430, 1989)..... | 13 |
| II.1.2.4. Taux de sel (teneur en sel) (NE. 1. 2.429, 1989)..... | 13 |
| II.1.2.5. Détermination de l'indice de peroxyde (NE. 1. 2. 98, 1988)..... | 14 |
| II.1.2.6. Indice d'iode (NE. 1. 2. 96, 1988)..... | 15 |
| II.2. Détermination du taux de solide par RMN (teneur en corps gras..... | 16 |
| II.3. Test de Rancimat (ISO 6886, 2006)..... | 16 |
| II.4. Détermination de la teneur en acides gras par CPG (ISO 5508, 2000)..... | 17 |
| II.5. Analyses microbiologiques..... | 18 |
| II.5.1. Echantillonnage..... | 18 |
| II.5.2. Préparation de la solution mère (ISO 6887-4/2003)..... | 19 |
| II.5.3. Préparation des dilutions..... | 19 |
| II.5.4. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale à 30°C (ISO 4833/2003)..... | 19 |
| II.5.5. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux (ISO 7251/2005) :..... | 20 |
| II.5.6. Recherche et dénombrement des levures (ISO 21527-2/2008)..... | 20 |
| II.5.7. Recherche et dénombrement des Staphylococcus aureus (ISO 6888-1/2003) :..... | 21 |
| II.5.8. Recherche des salmonelles (ISO 6579/2002)..... | 21 |

III. Résultats et discussion

| | |
|--|----|
| III.1. Résultats de suivi des paramètres physico-chimiques..... | 23 |
| III.1.1. La teneur en eau (humidité) | 23 |
| III.1.2. Taux de sel | 23 |
| III.1.3. Point de fusion..... | 24 |
| III.1.4. Potentiel hydrogène (pH) | 25 |
| III.1.5. Indice de peroxyde | 26 |
| III.1.6. Indice d'iode..... | 27 |
| III.2. Résultats des analyses rhéologiques (SFC) de la margarine | 27 |
| III.3. La stabilité oxydative (test Rancimat)..... | 30 |
| III.4. Détermination de la teneur en acides gras par CPG..... | 31 |
| III.5. Résultats de suivi des analyses microbiologiques..... | 34 |
| Conclusion..... | 37 |

Introduction

Introduction

Les corps gras font partie d'un ensemble complexe de composés organiques utilisés pour leurs différentes propriétés depuis les temps immémoriaux. Ils ont servi à diverses fins industrielles. Fabrication de savons, de peintures, de produits cosmétiques et à l'industrie agroalimentaire comme la production du beurre et de la margarine. Les progrès technologiques des industries agroalimentaires, en particulier dans la fabrication des margarines, permet de fournir pour l'homme un produit de qualité satisfaisante et en quantité suffisante (**Gornay, 2006**).

Les huiles végétales, qui rentrent dans la composition de la margarine, sont produites à partir de graines de fruits et même de la plante oléagineuse elle-même. Elles sont pressées à partir du végétal d'origine et sont par la suite raffinées pour produire des huiles de haute qualité dont l'usage est principalement culinaire : fritures, assaisonnements salades, fabrication de matières grasses tartinables et margarines (**Foster et al., 2009**).

La margarine est inventée en 1869 par Mège-Mouriès, qui voulait trouver une alternative économique au beurre (**Alais et Linden, 1997**). Elle ne tardera pas à conquérir notre alimentation. Les raisons de cette conquête sont simples : sa durée de conservation, son faible coût et les propriétés bénéfiques pour la « santé » qu'on lui attribue depuis quelques années.

Le contrôle de la margarine est réalisé par les analyses physico-chimiques et microbiologiques indispensables, effectuées sur les matières premières durant les étapes de fabrication et spécifiquement sur le produit fini, n'abordant l'étape de commercialisation qu'après sa conformité aux normes.

Notre présente étude se divise en deux parties :

La première partie est une synthèse bibliographique dont l'objectif est de présenter les généralités sur la margarine ainsi que son processus de fabrication. La seconde partie, expérimentale, est effectuée au niveau de *Cevital Spa*, par la réalisation de quelques analyses physico-chimiques et microbiologiques des produits finis. Elle comporte deux grandes parties :

- La première partie concerne la méthodologie suivie.
- La deuxième partie regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leurs discussions, suivie d'une conclusion générale.

Notre travail se focalise sur le contrôle de la conformité de l'ensemble des analyses réalisées par rapport aux normes ISO (International Standard Organisation) de l'entreprise afin d'évaluer la qualité de ses produits, établissant ainsi une étude comparative entre eux.

Synthèse Bibliographique

Le thème traité dans le cadre de notre projet nous a été proposé par l'entreprise *Cevital*, lieu de déroulement de notre stage. Y seront de même effectuées la totalité des analyses.

I.1. Présentation du Complexe Cevital Spa

Le complexe agroalimentaire *Cevital* est le plus grand complexe privé algérien spécialité dans l'industrie des corps gras, plus précisément l'industrie du raffinage des huiles. Société par action au capital de 97 000 000 DA, elle est en 1998, implantée dans l'enceinte portuaire de Bejaia, s'étendant sur une superficie de 45 000 m².

Le Complexe débute son activité en décembre 1998 par le conditionnement de l'huile. Le 17 février 1999, il entame les travaux de génie-civil de sa raffinerie qui deviendra fonctionnelle dès août 1999.

Les principales activités du complexe concernent la production et la commercialisation des huiles végétales et de margarine (**Cf.Figure1 en annexe**).

I.2 Historique de la margarine

La margarine est mise au point en France, en 1869, à la suite d'un concours lancé par Napoléon III pour la recherche d'un « corps gras semblable au beurre, mais à prix inférieur, apte à se conserver longtemps sans s'altérer en gardant sa valeur nutritive » propre à suppléer au beurre qui, à cette époque, était cher, rare et se conservait mal.

Mège-Mouriès le pharmacien français réalisa une émulsion blanche résultant de la graisse de bœuf fractionnée, de lait et d'eau baptisée. Le brevet est déposé en 1872 et la commercialisation de la margarine se développera dès alors.

Au début du XX^e siècle, les progrès scientifiques, notamment la découverte des procédés d'hydrogénation des huiles, permettent d'utiliser les huiles et graisses végétales dans la fabrication des margarines et ce, pour pallier le manque de disponibilité de la graisse de bœuf. (**Boggio, 2012**).

I. 3. Définition de la margarine

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, comprenant deux phases essentielles : une phase continue (phase grasse) et une phase dispersée (phase aqueuse). Elle contient aussi des additifs (lécithine, monoglycérides, sel, colorant, antioxydants, conservateurs, vitamines) qui sont repartis en partie dans la phase grasse et en partie dans la phase aqueuse.

La margarine est donc un système poly-dispersé de corps gras à l'état solide et à l'état liquide, d'eau et/ou de lait, d'ingrédients et quelque fois de bulles de gaz. (**Karleskind, 1992**).

I. 4. Composition globale de la margarine

En général, toutes les margarines ont une composition globale identique :

- 80 % à 82 % de lipides, appelée phase grasse ;
- 16 % à 18 % d'eau et/ou de lait, constituant la phase aqueuse ;
- 2 % d'additifs, obligatoires ou facultatifs.

I.4.1. La phase grasse

La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, 82 à 84% dans les margarines traditionnelles. Elle est constituée par un mélange d'huiles raffinées et d'huiles concrètes d'origine végétale, animale et/ou marine selon les performances souhaitées par la production, c'est-à-dire que le choix des huiles de cette phase détermine en grande partie les qualités du produit fini, notamment : la texture, la consistance, le point de fusion et la stabilité vis-à-vis de l'oxygène (**Morin, 2005**).

I.4.2. La phase aqueuse

- **Eau** : elle doit être pure et saine sur le plan microbiologique ;
- **Lait** :ensemencé par des ferments lactiques pour l'aromatisation de la margarine.

I.4.3. Les additifs alimentaires

I.4.3.1. Additifs liposolubles

- **Émulsifiants** : lécithine ou mono et diglycérides d'acides gras alimentaires ;
- **colorants** : le bêta-carotène ;
- **arômes**: également employés pour une variété de goût.
- **vitamines liposolubles**: généralement A, D et E.

I.4.3.2. Additifs hydrosolubles

- **Correcteurs de pH** : acide citrique ou lactique, son pH doit être entre 3 et 5 ;
- **conservateurs** : acides ascorbiques (empêche le développement microbien) ;
- **anti-oxygènes** : le tocophérol-vitamine E, ralentisseur du rancissement et de l'oxydation ;
- **sucre et sel** : ils sont employés pour donner à la margarine son goût spécifique (Kone, 2001)

I.5. Types de margarines

I.5.1. Margarine à usage domestique (de table)

Les margarines de table sont suffisamment fermes à 20°C, aisément tartinables et ont une qualité organoleptique proche de celle du beurre. Elles sont le plus souvent préparées à partir de triacylglycérols riche en acides gras insaturés. La teneur maximale en eau est de 16%. (Djouab, 2007).

I.5.2. Margarines diététiques ou spéciales (basses calories)

Les margarines dites diététiques apportent des teneurs très réduites en calories et sont spécialement fabriquées pour des consommateurs particuliers : sportifs, enfants, personnes âgées et personnes astreintes à des régimes amaigrissants.

I.5.3. Margarine sous forme liquide

Elles contiennent 80 % de matière grasse et sont vendues dans des tubes en plastique d'une livre.

I.5.4. Minarines

Elles ne sont pas réglementées par la norme relative aux margarines ordinaires ou diététiques, mais contiennent entre 52.5 % et 72 % de matière grasse et se vendent en forme de paquets ou de barquettes. Le paquet est emballé et cartonné tout comme la margarine ordinaire (Djouab, 2007).

I.6. Processus de fabrication de la margarine

La fabrication de la margarine est une technologie maîtrisée. Ses étapes sont successivement les suivantes (Cf. Figure 2 en annexe).

I.6.1. Raffinage

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractéristiques organoleptiques (goût et odeur neutres, limpidité, couleur jaune clair), nutritionnels et la stabilité des corps gras tout en bloquant la formation par hydrolyse de nouveaux composés indésirables, oxydation ou isomérisation. Pour ce faire, plusieurs étapes sont mises en œuvre pour éliminer les composés indésirables (gommes, cires, acides gras libres, pigments, traces métalliques, composés odorants volatils) et les contaminants potentiellement présents dans les matières premières. Ces différentes étapes sont (Xavier et al., 2010), (Cf. Figure 3 en annexe) :

- démulcination ;
- neutralisation ;
- décoloration ;
- désodorisation.

I.6.2. Traitement de l'huile raffinée

Les huiles et graisses présentent des caractéristiques de fusion spécifiques. Ainsi, certaines d'entre elles sont naturellement liquides à la température ambiante, c'est le cas des huiles de tournesol, de colza, de soja... D'autres sont plus ou moins solides, comme l'huile de palme. Leur utilisation dans des produits alimentaires peut nécessiter une adaptation de ces caractéristiques rhéologiques. Trois opérations réglementairement autorisées dans le domaine alimentaire, permettent à l'industriel de confectionner, par transformation, des matières grasses définies pouvant entrer dans la formulation de ces produits. Ces transformations sont l'hydrogénation, le fractionnement et l'interestérification. (Pages et Xavier, 2012)

I.6.2.1. Durcissement (hydrogénation)

L'hydrogénation est un procédé chimique permettant de durcir l'huile ou la graisse en fixant de l'hydrogène sur les doubles liaisons des acides gras insaturés en présence d'un catalyseur (généralement du nickel). L'hydrogénation partielle des doubles liaisons s'accompagne d'une formation plus ou moins importante d'isomères géométriques trans (AGT), d'où leur emploi de plus en plus limité dans les margarines, ce qui s'expliquerait aussi par le fait de leur effet négatif au niveau nutritionnel.

On notera que si l'hydrogénation est totale, l'ensemble des acides gras des triglycérides seront saturés, il n'y aura donc plus d'acide gras trans dans la matière grasse totalement hydrogénée (Laventurier, 2013).

I.6.2.2. Fractionnement

Technique consistant à refroidir l'huile suivant un barème établi afin de permettre de contrôler la cristallisation d'une partie solide (concrète ou stéarine) constituée des triglycérides les plus saturés. Le fractionnement a pour but de réaliser une séparation entre les constituants des huiles et des graisses qui ont un point de fusion élevé (glycérides riches en acides gras saturés) et ceux qui ont un point de fusion faible. Il existe trois méthodes de fractionnement : la chromatographie, la cristallisation fractionnée et l'extraction liquide/liquide (Cossut et al., 2002).

I.6.2.3. L'interestérisation

L'interestérisation correspond à la modification de la structure glycéridique des corps gras par réarrangement moléculaire des acides gras sur le glycérol. Cela entraîne des modifications importantes du comportement à la fusion d'un corps gras sans modifier la nature de ses acides gras (seule leur distribution sur le glycérol étant changée).

Les réactions d'interestérisation sont en trois principales étapes : l'activation catalytique, le clivage des liaisons esters et l'inter-échange des acides gras. Cet échange d'acides gras entre les sites hydroxyles de triacylglycérols ne s'effectue pas directement mais via une série de réactions d'alkoolyse incluant des acylglycérols partiels. En plus, elle dépend des propriétés du groupe carbonyle (C=O) (Paul B, 2011).

I.6.3. Préparation de la phase grasse complète

Elle est constituée de matières grasses de différents points de fusion, soit raffinées et/ou modifiées par hydrogénation, interestérisation ou fractionnement, et des ingrédients liposolubles lécithine, monoglycérides et colorants, vitamines et β -carotène.

I.6.4. Préparation de la phase aqueuse complète

Cette phase représente environ 16 à 18 % de la composition globale de la margarine. Elle est constituée soit d'eau soit de lait, ou d'un mélange eau/lait. De tous les constituants de la margarine, elle est la plus sensible à des contaminations microbiennes, et nécessite donc une pasteurisation préalable (Djouab, 2007).

I.6.5. Préparation de l'émulsion

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

I.6.6. Refroidissement et cristallisation

La cristallisation est le passage d'un état désordonné liquide à un état ordonné solide. Les phénomènes de cristallisation jouent un rôle très important, car ils vont permettre la création de la structure du produit et sa stabilité.

L'émulsion est acheminée par une pompe à haute pression vers le refroidisseur. En refroidissant, elle provoque un échange thermique considérable et par conséquent une cristallisation de l'émulsion.

I.6.7. Malaxage

Consistance, souplesse et homogénéité de la margarine sont le résultat du malaxage.

I.6.8. Conditionnement

Refroidie et cristallisée, la margarine est ensuite pompée grâce à des pompes hautes pressions, puis conditionnée. Par ailleurs, c'est à cette étape que sont prélevés les échantillons de produit nécessaires au contrôle qualité du produit fini.

I.6.9. Conservation

Produits alimentaires à durée de vie limitée, les margarines peuvent subir un certain nombre d'altérations. En matière de goût, il peut être altéré par un rancissement dû à l'oxydation. Au niveau microbiologique, il peut y avoir un développement de moisissures causé par un stockage dans l'humidité. Pour éviter ces altérations, il faut stocker les margarines dans de bonnes conditions et en particulier dans des locaux secs et tempérés (10 à 13°C), à l'abri de toute source vive de chaleur, de lumière et des odeurs fortes et persistantes.

I.7. Cristallisation et polymorphisme de la margarine

Dans de nombreux produits alimentaires, la matière grasse se trouve dans un état cristallisée ou semi-cristallisée aux températures de stockage ou de consommation. L'aptitude à cristalliser sous différentes formes cristallines des acides gras saturés ou insaturés et de leurs dérivés obtenus avec le glycérol est depuis longtemps connue longtemps en industrie agroalimentaire. La cristallisation de la matière grasse influence les propriétés rhéologiques et texturales des produits finis. Cette opération est caractérisée par différents phénomènes qui jouent un rôle au cours du processus de fabrication de la margarine (Cansell, 2005).

I.7.1. Polymorphisme des triglycérides

Les glycérides présentent trois formes de cristallisation : α , β et β' ayant des points de fusion différents. α correspond à la forme, à plus faible densité et la moins stable. β' est la structure intermédiaire, quant à β il correspond au point de fusion le plus élevée et le plus stable, c'est la forme la plus difficile à atteindre (Laventurier, 2013).

I.7.2. La dimension et la forme des cristaux

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

I.7.3. L'importance de la teneur en solide

La margarine contient une phase grasse, (en partie solide en partie liquide). Il est intéressant de connaître les taux de solide en fonction, la température dans le domaine de la plage de fusion et la durée de refroidissement.

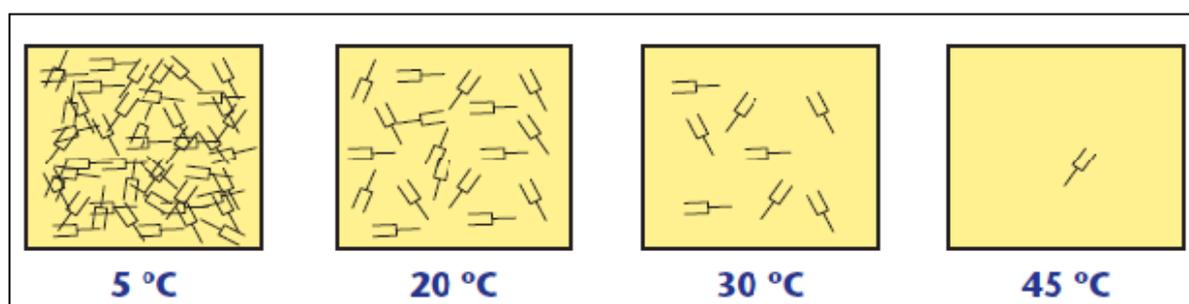


Figure 1: Le pourcentage de matière grasse solide à des températures différentes.

La teneur en graisse solide est importante car elle conditionne les propriétés rhéologiques, et les propriétés sensorielles. (**Laventurier, 2013**).

I.8. Caractéristiques de la margarine

I.8.1. Caractères physiques

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

I.8.2. Caractères chimiques

Variables selon les différentes sortes de margarines, selon les pays, les emplois et les époques de fabrication. 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 la 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 (**Champtier, 1956**).

I.8.3. Caractères bactériologiques

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

I.8.4. Caractères nutritionnels

Les margarines, que rien ne doit différencier sur le plan nutritionnel des autres corps gras alimentaires, apportent les éléments biologiques importants (**Four, 1992**) tels que :

- l'énergie métabolique (7500 Cal/Kg) ;
- les acides gras essentiels (surtout linoléiques) ;

- les vitamines et provitamines liposolubles (A, E, D et carotène) ;
- une bonne digestibilité (coefficient d'utilisation digestive très élevé, de l'ordre de 97-99 %, équivalent à celui du beurre).

I.8.5. Caractères organoleptiques

Le contrôle organoleptique, de grande nécessité, recommande l'analyse sensorielle de l'homme, seul apte à percevoir et exprimer ses sensations, pour déterminer la qualité du produit. L'évaluation sensorielle a pour but l'étude systématique des réponses humaines aux propriétés physico-chimiques et organoleptiques des aliments. Elles sont généralement l'apparence, la flaveur, la texture, la résistance et la consistance (**Four, 1992**).

I.9. Facteurs d'altération de la margarine

Les facteurs d'altération de la margarine peuvent être d'ordre physique ou chimique et surtout bactériologique. Étant formée d'un taux élevé de matières grasses, la margarine est souvent exposée au risque d'oxydation. Cette dernière est à l'origine de l'odeur rance, du goût désagréable, du changement de couleur ainsi que des pertes d'activité vitaminiques et de la valeur nutritive. Plusieurs facteurs induisent l'oxydation :

- lumière, en particulier les rayons UV, qui exerce une action catalytique ;
- température élevée et la durée de stockage ;
- taux d'insaturation que contient la phase grasse ;
- exposition de la margarine à l'oxygène atmosphérique ;
- présence de certains agents pro-oxydants.

L'altération physique est due à la modification de la consistance de la margarine. Celle-ci provient du phénomène de recristallisation qui conduit à la formation de nouveaux cristaux, entraînant une perte de la qualité organoleptique de la margarine.

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

Matériels & méthodes

II.1. Analyses physico-chimiques

Afin d'assurer stabilité et consistance au produit fini, à ses propriétés nutritionnelles et organoleptiques, plusieurs paramètres physico-chimiques et rhéologiques doivent être judicieusement déterminés, à savoir : taux de sel, humidité, pH, taux de solide, texture etc.

II.1.1. Échantillonnage

Notre travail est consacré à mesurer les paramètres usuels sur trois échantillons de margarines commercialisées en Algérie afin de diagnostiquer la qualité de ces produits et établir une étude comparative entre eux. Trois échantillons de différentes margarines de 500 g sont étudiés dans ce mémoire, ils sont notés par les abréviations M1, M2 et M3. M1 est une margarine fabriquée par le complexe *Cevital*, lieu de notre stage. M2 et M3 sont fabriquées et commercialisées en Algérie. Pour des raisons de déontologie et de respect des règles relatives à la réglementation, nous ne pouvons divulguer les noms respectifs de ces margarines.

II.1.2. Méthodes d'analyses

II.1.2.1. Détermination de la teneur en eau (humidité) (NE 1. 2-47, 1985)

C'est la perte en masse subie par le produit chauffé à 103 ± 2 °C dans les conditions spécifiques. Une prise d'essai de 2 à 3g de margarine, est mise dans l'étuve à température voulue, et des mesures de poids sont effectuées régulièrement jusqu'à obtention du poids constant. Le résultat est exprimé selon la formule suivante :

$$H(\%) = \frac{(P1 + P2) - P}{P2} \times 100$$

Où :

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**).

II.1.2.2. Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)

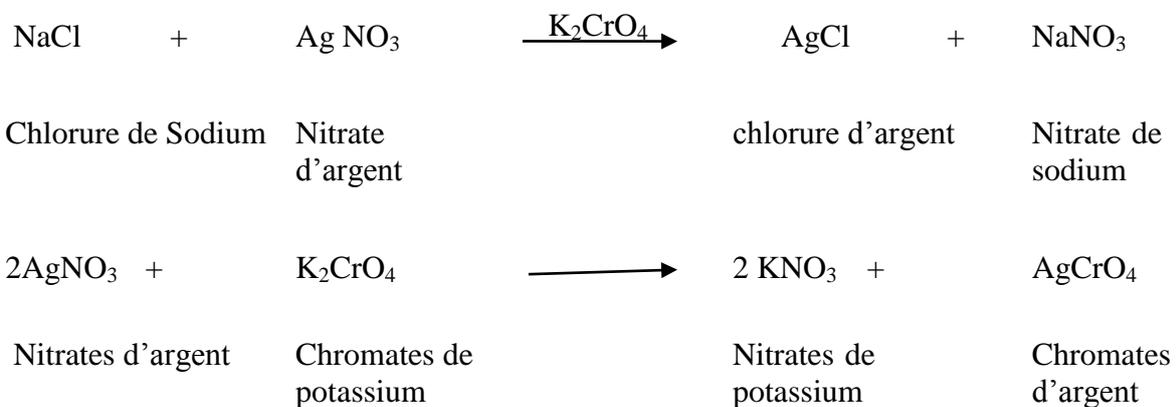
Le principe de cette détermination est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur. Ainsi, la matière grasse de la margarine est introduite dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1cm. Ceux-ci sont immergés dans l'eau osmosée, ensuite le milieu est chauffé lentement (0,5°C/min) dans un bain-marie. La température à laquelle les colonnes d'huile commencent à remonter dans les tubes représente le point de fusion de la margarine.

II.1.2.3. Détermination du pH de la phase aqueuse (NE. 1. 2.430, 1989)

Le pH mesure l'activité des ions hydrogène dans une solution, qui traduisent l'acidité ou l'alcalinité du milieu. On plonge l'électrode en verre dans la solution d'échantillon et on lit directement sur le cadran de l'appareil pH-mètre la valeur du pH.

II.1.2.4. Taux de sel (teneur en sel) (NE. 1. 2.429, 1989)

C'est la quantité de sels présente dans l'échantillon de margarine sous forme de chlorure de sodium. La teneur en sel est donc déterminée par titrage volumétrique des chlorures, en utilisant le nitrate d'argent (0,1N), en présence de chromate de potassium, comme indicateur coloré (méthode de Mohr).



Les résultats sont exprimés comme suit :

$$T_s(\%) = \frac{N \times V \times E_{q.g} NaCl}{P} \times 100$$

Où :

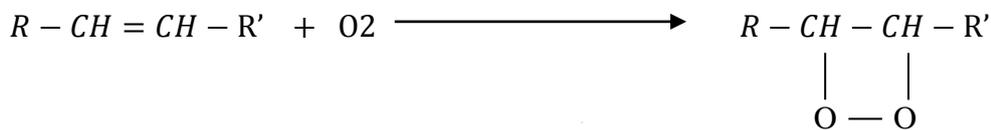
Ts : taux ou teneur en sel exprimée en % ; **N** : Normalité de AgNO₃ (0.1N) ; **V (ml)** : volume en ml d'AgNO₃ utilisé pour le titrage ; **Eq.g (NaCl)** : équivalent grammes de NaCl égal à 58.5; **p**: prise d'essai en gramme.

II.1.2.5. Détermination de l'indice de peroxyde (NE. 1. 2. 98, 1988)

L'indice de peroxyde représente la quantité d'oxygène présente dans l'échantillon exprimé en milléquivalent gramme d'oxygène actif par kilogramme de corps gras, oxydant l'iodure de potassium dans les conditions opératoires décrites.

Une prise d'essai (5g) est traitée par un volume V=18ml d'acide acétique et 12ml de chloroforme en présence de 1ml d'une solution d'iodure de potassium, l'iode libéré par le mélange réactionnel est titré par une solution de thiosulfate de sodium.

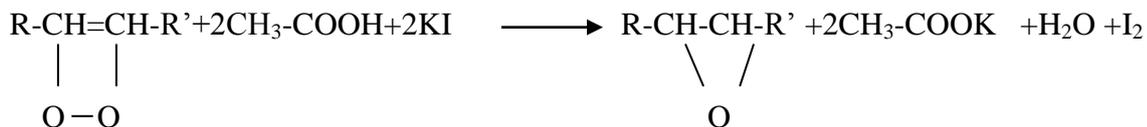
Les acides gras s'oxydent en présence d'oxygène, en donnant des peroxydes.



AG insaturé

peroxyde

En présence de l'acide acétique, l'oxygène actif du peroxyde oxyde à son tour l'iodure de potassium, en libérant de l'iode.



Peroxyde acide acétique

hydropéroxyde de sel de potassium

L'iode est titré par une solution de thiosulfate de sodium.



Les résultats sont exprimés comme suit:

$$IP = N \frac{(v-v_0)}{p} \cdot 1000 \text{ (meqO}_2\text{/Kg)}$$

Où :

IP : Indice de peroxyde. **N** : Normalité de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,01N). **V**: Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ utilisé dans le titrage (ml). **V₀**: Volume de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pour l'essai à blanc (ml). **P**: Poids de la prise d'essai (g).

II.1.2.6. Indice d'iode (NE. 1. 2. 96, 1988)

L'indice d'iode est le nombre en grammes d'iode fixé par 100g de corps gras, qui consiste à dissoudre (5g) de margarine fondue dans 15ml de tétrachlorure de carbone en lui additionnant 25ml de réactif de Wijs. Après une légère agitation, le mélange est placé à l'obscurité pendant une heure. Il est ensuite additionné de 20ml d'iodure de potassium (10%) et de 150 ml d'eau distillée, puis titré avec le thiosulfate de sodium (0,1N) en présence de quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur.

Les réactions chimiques sont les suivantes :



Le réactif de Wijs qui n'est pas fixé sur les doubles liaisons est détruit lors de l'addition d'une solution d'iodure de potassium pour former du di-iode I_2 , selon la réaction :



Le titrage du di-iode formé, par une solution connue de thiosulfate, permet de connaître la quantité de matière d'ICl.



Les résultats sont exprimés comme suit :

$$\text{Indice d'iode} = (V_0 - V) \cdot N \cdot 126,9 \cdot 100 / P \cdot 1000$$

Où :

V₀ : Volume en ml versé de thiosulfate de sodium pour le dosage à blanc ; **V** : Volume en ml versé de thiosulfate de sodium pour le dosage de l'échantillon ; **N** : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium (0,1 N) ; **P** : Masse de la prise d'essai (g) ; **126,9** : Masse moléculaire de l'iode (g/mol).

II.2. Test rhéologiques (SFC) (ISO 8292 T60-250, 1995)

La teneur en solide est une mesure de la qualité de la graisse à l'état solide dans une graisse à une certaine température. Elle est déterminée par RMN. La teneur en graisse solide reflète la proportion des fractions liquides et solides dans une graisse. Elle constitue une caractéristique physique importante influençant beaucoup les propriétés technologiques et sensorielles des corps gras. À une température donnée, elle est directement liée à la mollesse ou à la dureté de la graisse. Une fois la graisse incorporée dans un aliment, elle influe sur la consistance (la dureté, la rigidité) de l'aliment.

La spectroscopie RMN peut fournir une information qualitative (structure chimique) et quantitative (la proportion relative d'acides gras saturés, insaturés et le degré d'insaturation). Elle peut être utilisée dans l'industrie pour l'analyse du contrôle de qualité et comme méthode de mesure d'authenticité. La méthode indirecte, dite aussi standard, consiste à faire préparer des tubes d'échantillons d'huiles bien mélangées après avoir fait fondre la margarine. Ces tubes doivent être remplis à hauteur de 3cm avant d'être ensuite essuyés. Après, on procède à des incubations : 15 min à 100°C, 5 min à 60°C, 60 min à 0°C, 30 min à 5, 10, 15, 20, 25,30, 35, 40 °C en faisant la lecture à chaque température. Les résultats, exprimés en pourcentage de solides, sont donnés par le logiciel de l'appareil.

II.3. Test Rancimat (ISO 6886, 2006)

Ce test est fréquemment utilisé dans les cahiers de charge pour évaluer la stabilité oxydative des matières grasses. La spécification du Temps d'Induction au test Rancimat (TIR), exprimé en heures, correspond au temps pendant lequel la matière grasse a résisté à un stress oxydatif. Le principe du test consiste à faire vieillir prématurément les matières grasses par décomposition thermique, sous un bullage intensif d'air.

Le test de Rancimat offre l'avantage de suivre plusieurs échantillons en parallèle, avec des durées d'analyses réduites, et de déterminer automatiquement la stabilité à l'oxydation des huiles et des graisses, sans l'utilisation de réactifs nuisibles à l'environnement et sans titrages fastidieux, que ce soit dans des échantillons huileux ou gras. Cependant, ce test est peu représentatif des conditions normales de stockage. Aussi faut-il interpréter les résultats de ce test avec précaution, ils doivent surtout être utilisés en vue de comparer les stabilités oxydatives des matières grasses entre elles (**Rahmani M., 2007**).

La stabilité de notre margarine est déterminée à l'aide d'un appareil Rancimat Metrohm743, comme suit :

- fixer la pompe à membrane pour gaz et régler le débit à 10 l/h exactement ;
- amener le bloc chauffant à la température voulue (98°C en général), à l'aide du thyristor et du thermomètre à contact. La température doit être maintenue constante à $\pm 0,01^\circ\text{C}$ près pendant la durée de l'essai ;
- remplir les cellules de mesure de 50 ml d'eau distillée ou déminéralisée à l'aide d'une pipette de mesure ;
- peser à l'aide d'une pipette, à 0,01 g près, 3,00g de l'échantillon et les introduire dans le flacon d'oxydation à l'air ;
- mettre en marche la pompe à membrane pour gaz et régler à nouveau le débit sur 10 l/heure exactement. Relier le tube d'arrivée et le tube de sortie d'air aux flacons d'oxydation à l'air et aux cellules de mesure à l'aide des tubes de raccordement ;
- introduire le flacon d'oxydation à l'air, muni de son bouchon hermétique dans le trou percé à cet effet dans le bloc chauffant ou dans le bain chauffant, qui doivent être à la température requise ;
- arrêter les mesures au moment où le signal atteint 100% de l'échelle de l'enregistreur (généralement 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$).

II.4. Détermination de la teneur en acides gras par CPG (ISO 5508, 2000)

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) est une méthode séparative qui permet d'analyser qualitativement et quantitativement des mélanges complexes de gaz ou de composés qui peuvent être volatilisés sans être décomposés.

Cette analyse s'effectue en deux étapes :

Préparation des esters méthyliques d'acide gras :

- peser 5g de corps gras et dissoudre dans 5 ml d'hexane ;

- ajout de 0,5 ml de solution de KOH méthanoïque [1,3g dans 10 ml de méthanol] ;
- agiter pendant 30 s ;
- centrifuger à 3000 tour/min pendant 5 minutes ;
- prélever 2 gouttes du surnageant et mélanger avec 1 ml d'hexane ;
- injection dans l'appareil.

Analyse des esters méthyliques obtenus :

Un volume de 1 μ l de ces esters est injecté dans un chromatographe en phase gazeuse de type *6890 Network GC system* dont les conditions sont décrites ci-dessous :

- **colonne capillaire** : 60 m X 0,25 mm de diamètre, épaisseur de film : 0,25 μ m ;
- **gaz vecteur** : hydrogène, pression : 14,84 psi, débit : 1 ml/min ;
- **injecteur** : 270 °C, mode split en programmation, débit split : 49,9 ml/min, volume d'injection : 1 μ l, four : maximum 320°C ;
- **détecteur** : FID, débit gaz make up N₂ : 45 ml/min, débit H₂ : 40 ml/min, débit d'air : 450 ml/min \longrightarrow flamme.

II.5. Analyses microbiologiques

Comme tout produit alimentaire, la margarine peut être le siège d'altération microbienne. La contamination provient surtout de la phase aqueuse, est la plus vulnérable aux attaques microbiennes. Le but des analyses effectuées sur la margarine est de déterminer la qualité et la conformité. Pour effectuer ces analyses, on procède à la recherche de certains germes pathogènes et au dénombrement des microorganismes.

II.5.1. Échantillonnage

Nos échantillons d'analyse microbiologique ont été prélevés au hasard à partir de différentes margarines de table de 500g.

II.5.2. Préparation de la solution-mère (ISO 6887-4/2003)

Dans un flacon stérile préalablement taré, on pèse une prise d'essai d'une masse de 40g de margarine à contrôler à l'aide d'une spatule stérile. On ajoute 34 ml de diluant (Solution Ringer 1/4). On dépose ce mélange dans un bain-marie, réglé à $45 \pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'à fusion complète du produit. Ce temps ne doit pas excéder 20 min et doit être agité jusqu'à obtention d'une émulsion homogène, ce après quoi on le laisse reposer à température ambiante jusqu'à la bonne séparation de la phase aqueuse.

II.5.3. Préparation des dilutions

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

II.5.4. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale à 30°C (ISO 4833/2003)

Les germes aérobies représentent un groupe hétérogène dont la propriété commune est d'avoir un optimum de croissance à 30°C . Le milieu sélectionné pour la recherche de ces germes est la gélose PCA (plate count agar), préalablement fondue au bain-marie à 95°C et refroidie à 45°C .

Une série de cinq boîtes stériles sontensemencés en masse avec 1ml de la suspension-mère et une autre boîte témoin avec 15ml de milieu est réalisée pour contrôler sa stérilité. Les boîtes sont incubées à 30°C pendant 72h. La lecture se fait par le comptage des colonies qui apparaissent sur les boîtes, sachant que le nombre de colonies comptées ne doit pas dépasser 300 colonies en raison d'un risque d'erreur. Pour calculer le nombre de colonies on utilise la formule suivante :

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

Où :

N : nombre d'UFC par gramme ou par ml de produit initial.

$\sum C$: est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues.

n₁ : est le nombre de boîtes retenues à la première dilution.

n₂ : est le nombre de boîtes retenues à la seconde dilution.

d : est le taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

II.5.5. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux (ISO 7251/2005)

Parmi les entérobactéries gram (-) vivant notamment dans l'intestin des êtres vivants, les coliformes se caractérisent par leur aptitude à fermenter plus ou moins rapidement le lactose. *Echirichiacoli* est plus spécifique de toutes les bactéries de contamination fécale, l'absence des coliformes garantie l'absence des autres entérobactéries. La recherche et le dénombrement des coliformes sont basés sur un test présomptif suivi d'un test confirmatif

Test présomptif

La recherche des coliformes fécaux s'effectue sur le milieu VBL (bouillon lactose au vert brillant) muni d'une cloche de Durham pour la mise en évidence du gaz produit. À partir de chaque dilution précédemment préparée, on prélève un volume de 1ml environ, et ensemence aseptiquement trois tubes de milieu VBL. Ils sont alors incubés à 37°C pendant 48h. Les résultats positifs se traduisent par un virage du milieu jaune et par une production de gaz dans la cloche.

Test confirmatif

Si un trouble ou un dégagement gazeux est observé, il faut inoculer un tube du bouillon de confirmation qui sera incubé 24-48h à 44 °C. Si, après incubation, on observe un dégagement gazeux, il y a alors lieu de procéder à la recherche d'indole en ensemencant un tube d'eau peptonée. Après incubation à 44°C /24-48h, ajouter quelques gouttes du réactif de Kovacs. Le test est positif si l'on a production de gaz dans le tube d'eau peptonée et une réaction positive pour le test de production d'indole.

II.5.6. Recherche et dénombrement des levures (ISO 21527-2/2008)

Le développement des levures se fait sur le milieu de culture: YGC (yeart, glucose, chloramphénicol). On fait couler la gélose YGC déjà préparée, fondue dans un bain-marie et refroidie à une température que peuvent supporter les microorganismes. On prélève ensuite à l'aide d'une pipette 0.1 ml de l'inoculum et on l'étale soigneusement sur la gélose à l'aide d'une pipette pasteur confectionnée en râteau. La boîte de pétrie est incubée à température ambiante (20°C) pendant 5 jours. La lecture des résultats des levures se fait par le comptage des colonies qui se présentent sous forme ronde, opaque et parfois pigmentées.

II.5.7. Recherche et dénombrement des *staphylococcus aureus* (ISO 6888-1/2003) :

Le milieu sélectionné la recherche de *staphylococcus* est celui de Giolitti et Cantoni, qui contient du tellurite de potassium comme agent sélectif et indicateur de réduction. L'identification du *Staphylococcus aureus* s'effectue en milieu Baird Parker.

Enrichissement :

Il se réalise en milieu liquide de Giolitti et Cantoni, additionné de quelques ml de tellurite de potassium. À partir de chaque dilution, ensemercer trois tubes de milieu Giolitti et Cantoni, en y ajoutant une couche de paraffine pour sélectionner les *staphylococcus* par rapport au *micrococcus* qui sont des aérobies stricts. L'incubation est faite à 37°C durant 48h. Les résultats positifs se traduisent par le noircissement des tubes de Giolitti et Cantoni, coloration due à la réduction de tellurite en tellure noire qui révèle donc la croissance des staphylocoques.

Isolement :

L'isolement est réalisé à partir des tubes noirs par ensemencement en surface de 0,1 ml prélevé aseptiquement et étalé en milieu Baird Parker à l'aide d'une anse en platine stérile. Incuber les boîtes à 37°C pendant 48h. La lecture des staphylococcus se fait par apparition de colonies noires avec halo clair. Les colonies noires sont dues à la réduction de tellurite en tellure et le halo clair est dû à la protéolyse de protéines du jaune d'œuf avec un liseré blanc opaque (précipitation des acides gras produits par la lécithinase qui hydrolyse la lécithine ou jaune d'œuf).

II.5.8. Recherche de salmonelles (ISO 6579/2002)

Salmonella : bacilles à gram négatif se développant à 37°C, formant des colonies typiques ou moins typiques en des milieux sélectifs. La législation en vigueur préconise l'absence totale de ce germe dans le produit. Il est nécessaire de procéder à un pré-enrichissement et à un enrichissement puis à un isolement.

Pré-enrichissement :

Ensemencer 25g de margarine dans 225 ml d'eau peptonée tamponnée puis incuber pendant 24h à 37 °C.

Enrichissement sélectif :

Se fait en milieu SFB après avoir récupéré la solution-mère, on procède à un ajout de 1ml dans chaque tube, prélevé de la solution-mère à l'aide d'une pipette stérile. Après, on ajoute un disque de SFB et l'on incube à 37°C pendant 24 heures.

Isolement :

Il se fait en milieu HEKTON, à partir de la suspension d'enrichissement. En ensemençant en stries, l'incubation se fait à 37°C pendant 24 heures. La lecture se fait par comptage de colonies brunes verdâtres avec un centre noir.

Résultats et discussions

III. Résultats et discussion

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

III.1.1. Teneur en eau (humidité)

L'humidité joue un rôle déterminant dans la composition et la qualité de la margarine. Une forte teneur en eau favorise l'hydrolyse enzymatique, l'oxydation de la margarine ainsi que la croissance d'espèces microbiennes qui finissent par altérer le produit (margarine). Une très faible teneur en eau donne un produit très sec, rebutant pour le consommateur. Les résultats de l'humidité pour les trois margarines, M1, M2 et M3 sont présentés en figure 2.

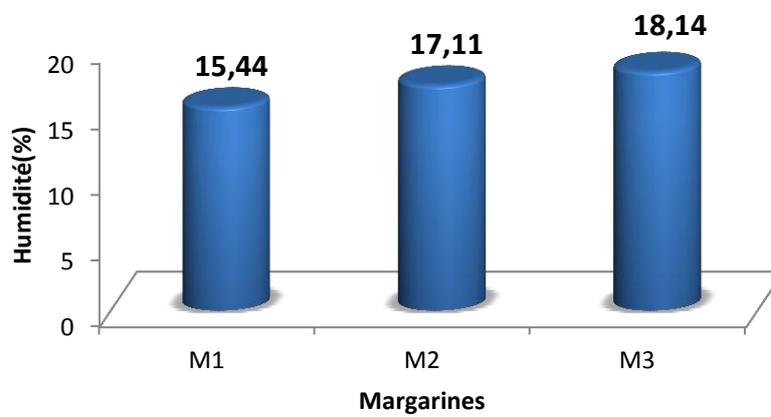


Figure 2: Taux d'humidité des trois margarines M1, M2 et M3

Les résultats obtenus dans la figure 1 montrent que les teneurs en eau des deux margarines, M1 et M2, sont respectivement de 15,44% et 17,11%, valeurs conformes aux normes. Aussi sont-elles compatibles avec la formulation initiale des deux margarines qui, rappelons-le, contiennent 82 % de phase grasse et 18 % de phase aqueuse, dont l'eau et les composés hydrosolubles. La valeur de la teneur en eau du produit M3 est de 18,14%, valeur éloignée des normes.

III.1.2. Taux de sel

Le sel est ajouté à la margarine afin de relever le goût, faire ressentir la saveur, améliorer la stabilité et maintenir la conservation (bactériostatique). Le sel joue un rôle clé dans la stabilisation de l'émulsion (**Frasch-Melnik et al. 2010**).

Les résultats du taux de sel pour les margarines M1, M2 et M3 sont présentés en figure 3.

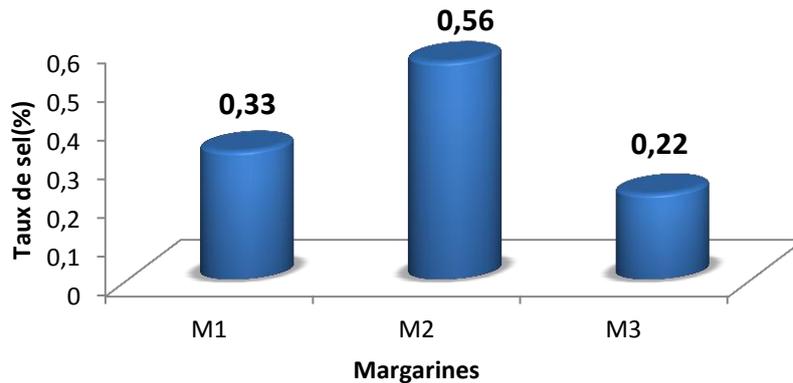


Figure 3 : Teneur en sel des trois margarines M1, M2 et M3.

Aux résultats obtenus, il est à remarquer que les teneurs en sel des deux margarines M1 et M3, sont respectivement de 0,33 et 0,22%, comprises donc dans la plage des normes [0,1-0,4%]. La margarine M2, dont la valeur est de 0,56% n'est pas conforme à la norme. Toutefois, la teneur en sel dépend de la destination et de l'utilisation réelle du produit.

III.1.3. Point de fusion

On sait que le point de fusion doit répondre aux exigences d'une margarine à tartiner qui doit fondre instantanément dans la bouche. La longueur de la chaîne carbonée, l'insaturation ainsi que l'isomérisation des acides gras constituant la margarine sont les principaux facteurs influant sur cette propriété (**Brisong, 1982**). Il est rapporté que l'estimation du point de fusion donne une information sur le comportement rhéologique de la margarine à tartiner (**Zhang et al., 2005**).

Les résultats du point de fusion pour les trois margarines, M1, M2 et M3, sont illustrés en figure 4.

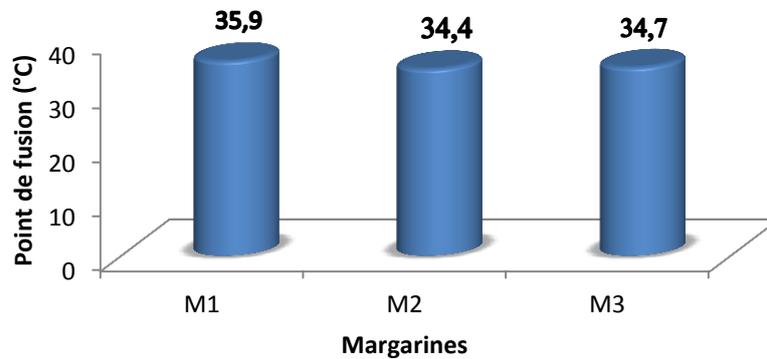


Figure 4 : Point de fusion des trois margarines M1, M2 et M3.

Les résultats de la figure 4 montrent que les valeurs du point de fusion obtenues, qui sont de l'ordre de 35,9 de 34,4 et de 34,7, sont conformes à la norme fixée par la réglementation, soit [34-39] °C. Pour le point de fusion, il ne doit pas dépasser la valeur de 43 °C pour une graisse alimentaire, car elle sera difficile à digérer pour l'organisme (Dupin, 1992).

III.1.4.Potentiel hydrogène (pH)

Une théorie affirme qu'il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse dans les margarines de table. Cette valeur de pH est généralement fixée dans un intervalle compris entre 4 et 5,5. Le pH acide retarde généralement la croissance des microorganismes de contamination et limite les phénomènes d'hydrolyse (Faur, 1992). Les résultats du taux de sel obtenus pour les trois margarines, M1, M2 et M3, sont présentés dans la figure 5.

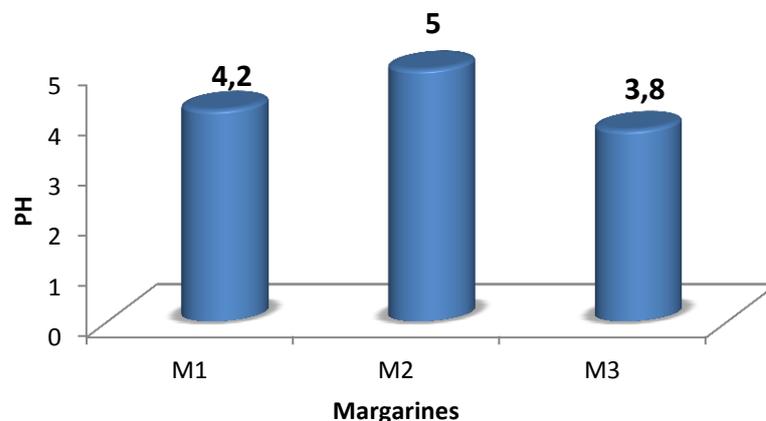


Figure 5: pH de la phase aqueuse pour les trois margarines M1, M2 et M3.-

La figure 5 montre que la valeur du pH dans la phase aqueuse des produits finis, M1 et M2, sont de l'ordre de 4,2 et 5. Ces résultats sont conformes aux normes fixées par la réglementation, comprises dans l'intervalle [4-5,5], ce qui signifie que les doses d'acide citrique ajoutées au cours de l'élaboration de la phase aqueuse sont respectées pour les deux - amargarines.

Pour le produit M3, la valeur de pH (3,8) frôle la conformité, nous pourrions même dire que le produit n'est pas conforme, assez inférieur à la norme. Cette faible valeur du pH conduit à une sensation acide, propre à n'engendrer qu'une mauvaise appréciation du produit par les consommateurs (Karleskind et Wolff, 1992).

III.1.5. Indice de peroxyde

L'indice de peroxyde rend compte de l'altération des corps gras par oxydation, inconvénient majeur touchant essentiellement les AGI (Djouab, 2007). Les premiers produits formés par cette oxydation sont les peroxydes ou les hydroperoxydes qui évoluent ensuite vers des structures plus stables : produits volatils (responsable des odeurs fétides) et produits non volatils (Karleskind et Wolff, 1992).

Les résultats de l'indice de peroxyde pour les trois margarines, M1, M2 et M3, sont présentés sur la figure 6.

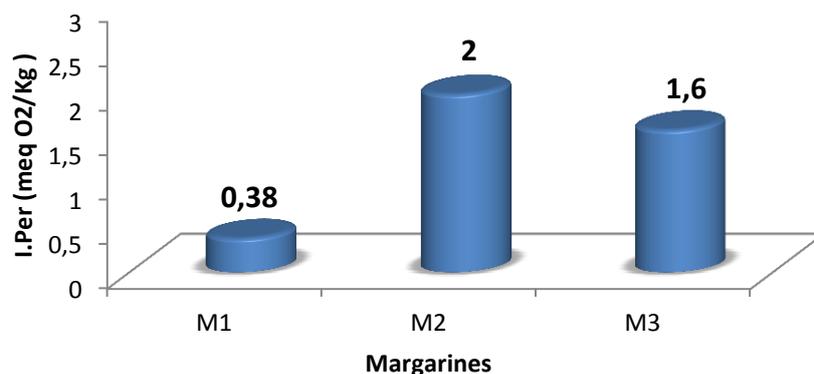


Figure 6: Indice de peroxyde pour les trois margarines M1, M2 et M3

D'après les résultats obtenus (figure 6), on observe que M1 possède la valeur la plus faible en peroxyde, soit 0,38meq O₂/Kg. Les produits M2 et M3 affichent des valeurs d'indice proches, elles sont de l'ordre de 2 et 1,6meq O₂/Kg.

Les trois résultats ne dépassent pas la norme fixée par la réglementation, qui est de 10 meq O₂/Kg. On peut dire que les valeurs des indices de peroxyde pour les trois margarines sont conformes aux normes. De plus, la margarine M1 montre une meilleure résistance à l'oxydation (0,38meq O₂/Kg).

III.1.6. Indice d'iode

L'indice d'iode permet de déterminer le degré d'insaturation à partir de la composition en acides gras, plus l'indice d'iode est élevé plus la margarine est molle (Audigié *et al.*, 1984). Les résultats de l'indice d'iode pour les trois margarines, M1, M2 et M3, sont présentés en figure 7.

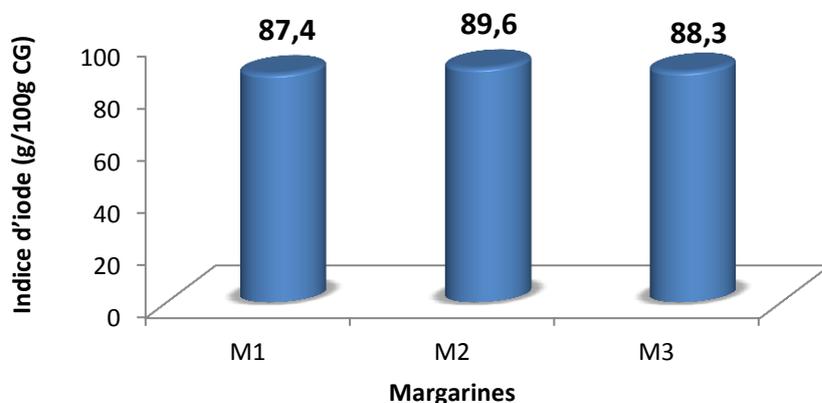


Figure 7: Indice d'iode pour les trois margarines, M1, M2 et M3.

L'indice d'iode pour les trois margarines M1, M2, M3 est de l'ordre de 87,4, 89,6 et 88,3gd'I₂/ 100g CG. Ces résultats sont conformes à la nature de la margarine de table pour les trois produits.

III.2. Résultats des analyses rhéologiques (SFC) des trois margarines

Le SFC est un facteur essentiel pour les margarines, car il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit, y compris son aspect général et ses propriétés organoleptiques (Noor L. *et al.*, 2002). Selon les protocoles définis par l'organisme IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), le SFC est le pourcentage de triglycérides solidifiés dans une huile à une température donnée, il peut être utilisé en tant que mesure de degré de cristallisation des graisses. Il peut servir pour la description de la cristallisation et du comportement des mélanges de matières grasses pendant le traitement (Bongers *et al.*, 2011).

Les différentes températures souvent testées renseignent sur le taux de solide (Karleskind, 1992). En effet :

- **0 à 20°C** : renseigne sur certains facteurs du produit, à savoir son comportement, le procédé et les conditions de sa fabrication ainsi que la dureté du produit fini et son exsudation huileuse. À 20°C, le SFC doit être supérieur à 10% afin d'éviter l'huilage de la margarine (Laia et al., 2000) ;
- **25 à 30°C** : permet de déterminer le comportement du produit vis-à-vis de la chaleur ;
- **35 à 40°C** : permet l'appréciation orale du produit. Pour les margarines à tartiner, le SFC ne doit pas dépasser les valeurs de 6% à 37°C ou 32% à 10°C (Charteris et Keogh, 1991).

Les résultats des SFC pour les margarines étudiés sont regroupés dans le tableau I et la figure 8.

Tableau I : Teneurs en solide (SFC) des différentes margarines.

| T (°C) \ SFC(%) | 10 | 20 | 30 | 40 |
|-----------------|------|------|-----|-----|
| M1 | 27,1 | 12,2 | 5,3 | 0,4 |
| M2 | 31,2 | 22,4 | 8,2 | 0,5 |
| M3 | 34,5 | 23,1 | 8,4 | 0,2 |

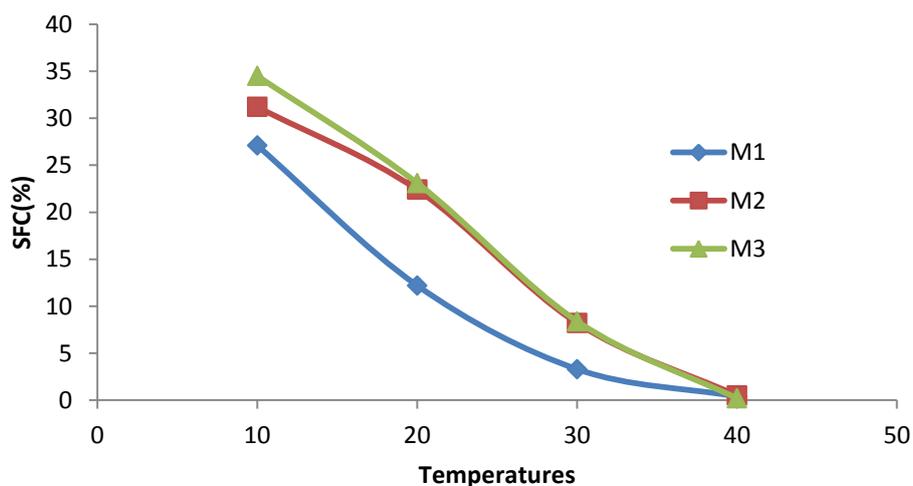


Figure 8: Courbes des solides (SFC) des différentes margarines étudiées.

À considérer l'allure des courbes, on remarque une diminution du solide en allant des basses températures (10°C) vers les hautes (40°C). Les margarines M2 et M3 montrent les valeurs les plus élevées en SFC, reflétant ainsi leur nature hydrogénée. En atteignant la température de 30°C, les courbes de solide finissent par se superposer, manifestant quasiment les mêmes teneurs en solides au-delà de cette température. Le produit M1 montre des valeurs plus faibles en SFC et ce pour les températures allant de 10 à 30°C, par rapport à M2 et M3. À la température de 40°C, on remarque que le taux de solide de M1 est intermédiaire entre M2 et M3. Il peut être supposé qu'à cette température, la vitesse de fusion des solides en M1 est plus lente que M3 et plus rapide que M2. Ceci serait probablement dû à la présence de triglycérides à haut point de fusion ainsi que leurs proportions. Enfin, les allures des courbes se rapprochent toutes de 40°C, température à laquelle la teneur en solide tend vers zéro pour les trois margarines. À partir de l'allure des courbes précédentes, on peut classer les SFCs des produits comme suit:

$SFC (M1) < SFC (M2) < SFC (M3)$.

Une étude finalisée en 2008 s'était penchée sur les propriétés du blend d'huile de colza et de la fraction moyenne du palme à différents pourcentages massiques, en termes de taux de solide (SFC) et de morphologie cristalline (**Lumor et al. 2008**). Des résultats obtenus, ils en ont déduit que :

Une bonne margarine à tartiner est celle présentant un SFC d'au moins 7,6% à 10°C, teneur nécessaire au bon maintien de la structure cristalline, assurant ainsi une bonne tartinabilité de la margarine une fois retirée du réfrigérateur, fondant complètement dans la bouche. Sa promptitude à la fonte permet une meilleure libération de la flaveur et donne une sensation de douceur plus accrue. D'après nos résultats, on peut dire qu'à 10°C les margarines M1, M2 et M3 possèdent le minimum de 7,6 % en SFC, avec des valeurs moyennes de 27,1 % et 31,2% et 34,5% respectivement, ce qui prouve leur tartinabilité acceptable.

- Les huiles et les graisses avec des SFC modérés compris entre 7,6 - 13 % à 10°C et une courbe de solide raide aux températures de non réfrigération sont adéquates pour la formulation des margarines à tartiner.

Le SFC des margarines à 10°C ne doit pas dépasser 32 % pour que la tartinabilité soit garantie (**Ribeiro et al., 2009**). Cette recommandation peut être applicable pour le produit M1 et M2 (produits tartinables). La margarine M3 qui donne une valeur de 34,5% est moins tartinable, plus rigide par rapport aux deux autres margarines.

À 37 °C, l'indice de SFC est inférieur à 6%, les margarines fondent donc facilement dans la bouche.

III.3. La stabilité oxydative (test de Rancimat)

La stabilité oxydative est un paramètre important pour l'évaluation de la qualité des corps gras, car elle donne une bonne évaluation de leur susceptibilité à l'oxydation, la cause principale de leur altération (Himed, 2011). Pour estimer la stabilité ou la susceptibilité de la margarine à l'oxydation, des échantillons ont été soumis à un test d'oxydation accélérée sous des conditions standardisées à l'aide d'un appareil Rancimat (Metrohm 743). Les résultats de l'analyse des échantillons de M1, M2 et M3 sont représentés sous forme de courbes. Celles-ci représentent le temps d'induction en fonction de la conductivité, présenté sous forme d'une fonction parabolique. Cette allure est expliquée (Arain *et al.*, 2009) par le fait que les produits de dégradation volatiles sont piégés dans l'eau distillée induisant ainsi l'augmentation de la conductivité. La période d'induction est déterminée à partir du point d'inflexion de la courbe de conductivité. Les résultats de la stabilité oxydative pour les trois margarines, M1, M2 et M3, sont présentés en figure 9.

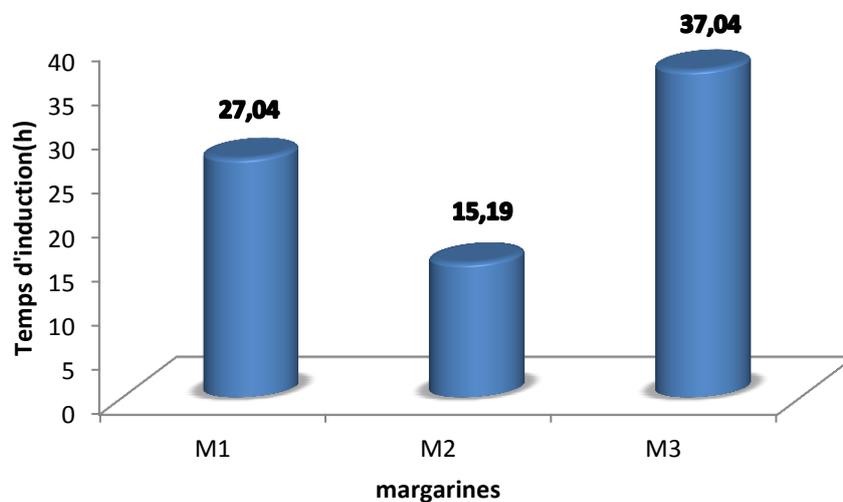


Figure 9: Temps d'induction (heures) des trois margarines M1, M2 et M3.

À partir des courbes de conductivité (figure 9), les temps d'induction des margarines M1, M2 et M3 sont respectivement de 27.04, 15.19 et 37.04 heures. De là, nous pouvons dire que la margarine M3 est celle qui présente la meilleure résistance à l'oxydation forcée par rapport aux deux autres et que M1 résiste mieux que M2.

Une huile à plus grande teneur en AGS et une teneur moindre en AGI possède, selon une étude (**Farmani *et al.*, 2007**), une période d'induction plus importante. Une réduction plus importante de la période d'induction serait due à la présence d'AGPI.

III.4. Détermination de la teneur en acides gras par CPG

La composition en acides gras (AG) dans les échantillons M1, M2 et M3 sont regroupés dans le tableau II, figures 10,11, 12, 13.

Tableau II: Teneurs en acides gras dans les échantillons de margarines étudiés.

| AG | M1 | M2 | M3 |
|-----------------------|-------|-------|-------|
| Laurique C12:0 | 2,97 | 0,000 | 10,17 |
| Myristique C14:0 | 1,65 | 0,000 | 3,44 |
| Palmitique C16:0 | 25,89 | 16,66 | 26,06 |
| Stearique C18:0 | 4,77 | 7,85 | 8,31 |
| Cis oléique C18:1 n 9 | 27,45 | 26,27 | 24,72 |
| Cis Oléique C18:1 n 7 | 0,65 | 1,747 | 1,88 |
| Linoléique C18:2 | 35,54 | 31,03 | 20,39 |
| Linoléique C18:3 | 1,04 | 3,65 | 2,00 |
| Arachidique C20:0 | 0,00 | 0,42 | 0,36 |

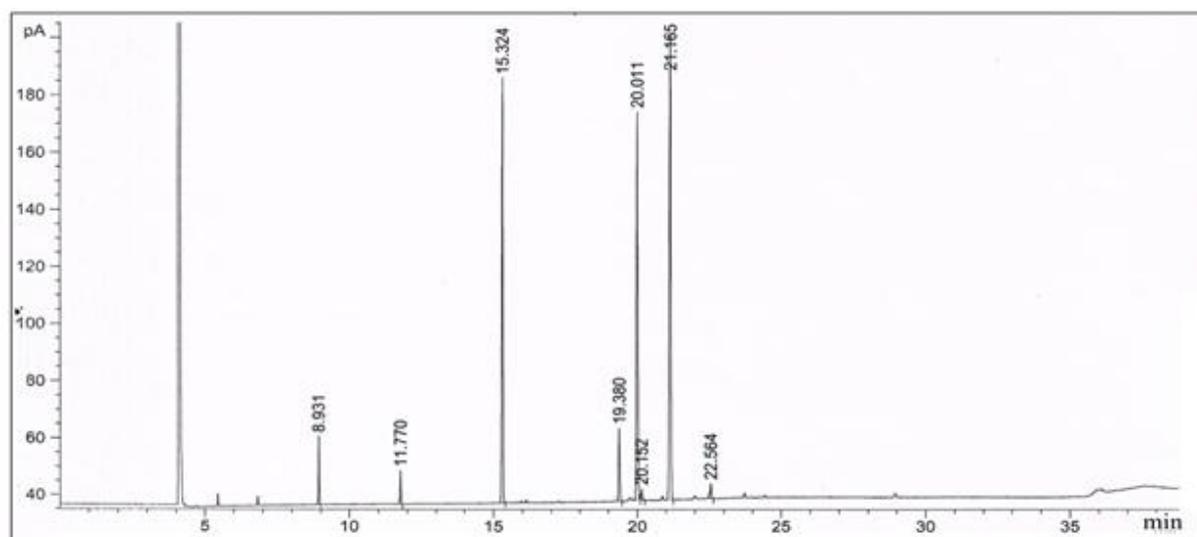


Figure 10 : chromatogramme de la composition en AG de M1 par CP

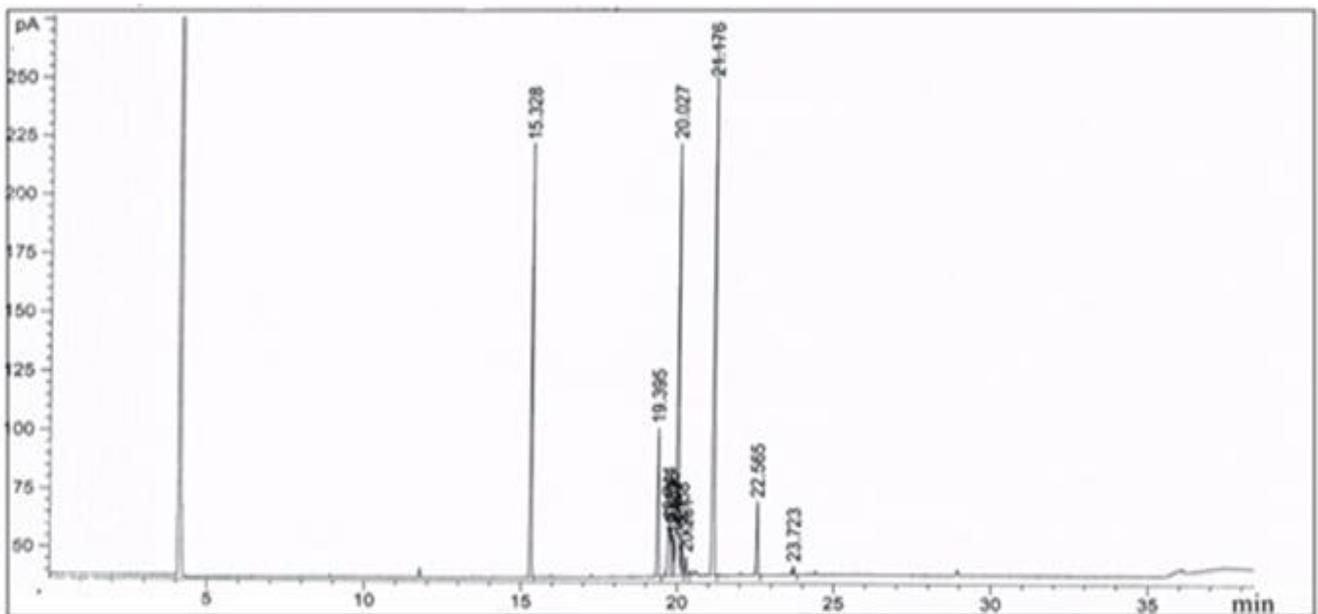


Figure 11 : chromatogramme de la composition en AG de M2 par CPG

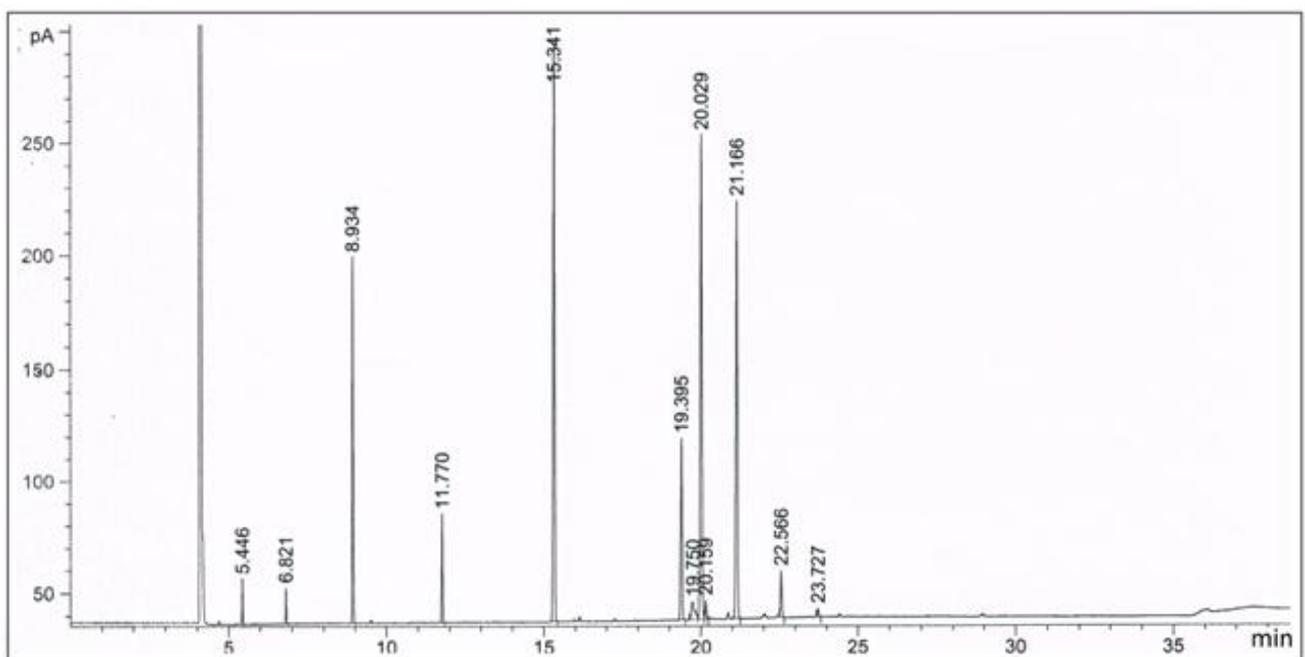


Figure 12 : chromatogramme de la composition en AG de M3 par CPG

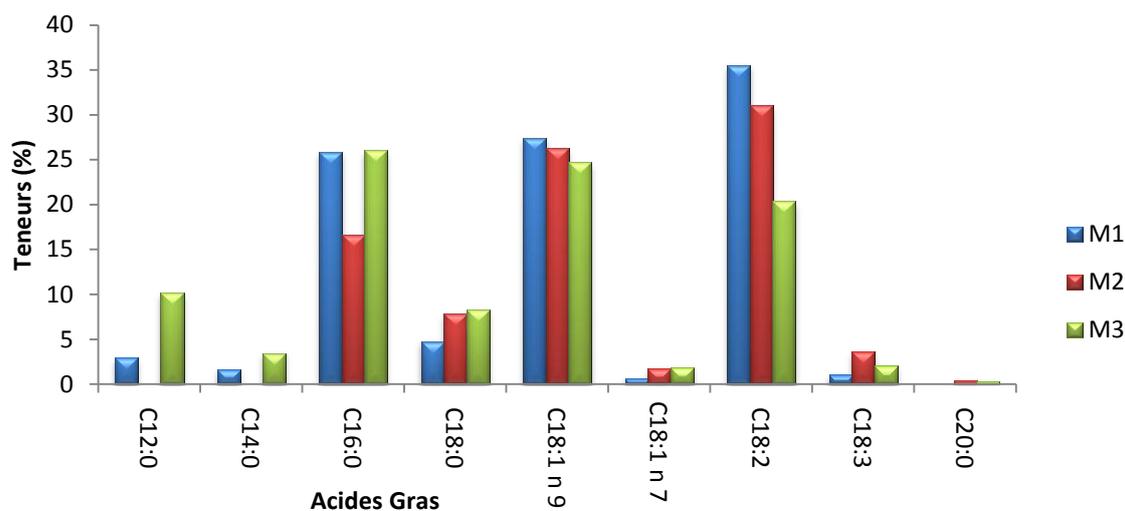


Figure 13 : Composition en acides gras des échantillons étudiés.

La composition en acides gras reflète la teneur en acides gras des huiles végétales utilisées (huile de tournesol, huile de palme, huile de palme hydrogénée et huile de coprah hydrogénée). La teneur en acides laurique et myristique présents dans M1 sont compris entre 2,97 et 1,65%, dans M3 entre 10,17-3,44%. Ces AG proviennent probablement d'une huile laurique (comme le coprah). La teneur en acide palmitique présent dans M1 est de 25,89%, de 16,66% dans M2 et de 26,06% dans M3. Ces AG proviennent de l'huile de palme entrant dans la recette de nos margarines.

La présence de C 18 : 0, C 18 : 1, C 18 : 2 et de C 18 : 3 est due à l'utilisation de l'huile de tournesol et du palme qui renferment des teneurs importantes en acides gras décrit précédemment.

L'huile de palme renferme des teneurs importantes en acides stéarique, oléique, linoléique, et des traces de l'acide linoléique. Des teneurs importantes en acide oléique sont enregistrées dans nos margarines, respectivement de : M1 (27,45%), M2 (26,27%) et M3 (24,72%). De récentes études ont démontré que les régimes alimentaires riches en acide oléique sont associés à une diminution des LDL-cholestérol dans le plasma sanguin. Ils peuvent réduire l'incidence des maladies cardiovasculaires (**Anwar et al., 2006, In Zidani, 2009**).

L'acide linoléique est l'acide prédominant avec une teneur élevée. Cet acide est important dans la classification des margarines. Selon une série de recherches (**Ovesen et al., 1998, Karabulut et Turan, 2006**), les margarines peuvent être classées en trois catégories en fonction de leur teneur en acide linoléique :

- les margarines hard (dures) contenant moins de 20 % d'acide linoléique ;
- les margarines semi-soft (demi-molles) contenant 20 à 40 % d'acide linoléique ;
- les margarines soft (molles) contenant plus de 40 % d'acide linoléique.

En se référant à cette classification, nos margarines sont dites demi-molles pour M1 et M2 et dure pour M3. Les résultats obtenus pour les trois margarines, M1, M2 et M3, donnent une bonne image de la contribution de chaque huile dans la composition finale du blend.

III.5. Résultats de suivi des analyses microbiologiques

Les risques de contamination microbiologiques de la margarine proviennent surtout de la phase aqueuse, car les huiles constituent un milieu défavorable au développement des bactéries. Cette phase est plus vulnérable aux contaminations microbiennes, ainsi le lait, fut-il pasteurisé, peut servir de milieu de culture à des micro-organismes introduits accidentellement (**Karleskined, 1992**).

Les bactéries, levures et moisissures provenant de la phase aqueuse, détériorent la qualité de la margarine en libérant des acides gras libres, des aldéhydes et des cétones responsables des mauvaises odeurs (**Karleskined, 1992**). Pour assurer une qualité bactériologique au produit fini, cinq germes susceptibles d'infecter la qualité de la margarine sont régulièrement dénombrés. Les résultats microbiologiques des margarines, M1, M2 et M3, sont résumés dans le tableau ci-dessous (tableau III).

Tableau III : Résultats des analyses microbiologiques des trois margarines étudiés, M1, M2 et M3.

| Germes | M1 | M2 | M3 | Normes | Méthode d'essai |
|------------------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Germes aérobies | <10 ² | <10 ² | <10 ² | 10 ² | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | Absence | Absence | Absence | Absence | ISO : 7251 |
| <i>Staphylococcus aureus</i> | <10 | <10 | <10 | 10 | ISO : 6888-1 |
| Levures | <10 | <10 | <10 | 10 | ISO : 21527-2 |
| Salmonella | Absence | Absence | Absence | Absence | ISO : 6579 |

Une étude publiée il y a près de dix ans (**Jean- Louis, (2007)**), souligne que la recherche de germes aérobies, flore d'altération, permet de déterminer la qualité du produit fini ainsi que les conditions de fabrication. L'ajout d'eau et de lait dans la fabrication de la margarine nécessite une recherche des germes déterminant la qualité hygiénique du produit, d'où la

recherche des coliformes fécaux qui sont des indicateurs d'une éventuelle contamination fécale et d'une pollution bactérienne des eaux.

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

Les *Staphylococcus aureus* sont des entéro-toxinogènes responsables de toxi-infections alimentaires. Ils sont des saprophytes de la peau et des muqueuses des êtres vivants, ce qui en fait des agents de contamination par manipulation (**De Buyser, 1996**).

Les levures sont des agents importants provoquant une détérioration des aliments acides ou à faible activité d'eau. Elles sont généralement acidophiles et mésophiles, se multipliant à des pH compris entre 3 et 7,5 et à des températures optimales avoisinant les 25 et 28 °C (**Bourgeois et al., 1996**).

À partir des résultats obtenus, on conclue que :

tous les échantillons sont exempts de salmonelles et des *Staphylococcus aureus* (germes pathogènes) qui sont à l'origine des intoxications alimentaires, ce qui nous permet d'affirmer que les échantillons étudiés sont de bonne qualité d'un point de vue sanitaire. Ceci nous laisse supposer un respect de règles d'hygiène par les producteurs et une désinfection rigoureuse des lieux de fabrication. L'absence des coliformes (pas de virage de milieu, ni production de gaz) chez tous les échantillons analysés, qui sont des indices de contamination d'origine fécale, traduit un respect rigoureux des conditions d'hygiène par des travailleurs au cours des étapes de production ;

Les germes aérobies et les levures étaient inférieurs à 10UFC/g. Ceci indique que les trois margarines sont de bonne qualité microbiologique, conformes aux normes du Journal Officiel de la République Algérienne (J.O.R.A) de 1998 ;

On peut justifier l'absence de ces germes dans les échantillons de margarines analysées par ce qui suit :

- la margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, composée d'une phase solide (la partie concrète) baignant dans une phase liquide (la partie fluide). L'eau se trouve dispersée sous forme de gouttelettes dans la phase grasse et par conséquent inaccessible aux micro-organismes. Ceci ne favorise pas leur croissance ;

- La plupart des bactéries se développent à un pH proche de la neutralité (pH 7), et comme la margarine a un pH acide ($4 < \text{pH} < 5,5$), on observe l'inhibition de la plupart des bactéries en plus des espèces sporulées telles que *Clostridium botulinum*. Quant aux levures qui possèdent une gamme de pH très large, elles sont détruites par le traitement thermique à 80 °C, subi par la margarine ;
- l'addition d'antioxydants à la margarine inhibe la croissance des microorganismes aérobies et ce en jouant sur le pouvoir oxydatif du milieu ;
- les températures d'entreposage des margarines de table constituent un facteur extrinsèque inhibiteur pour le développement des bactéries mésophiles et thermophiles ;
- la consistance semi-solide de la margarine entrave les échanges de gaz et d'énergie entre le produit et le milieu extérieure, ce qui justifie la présence d'un nombre faible de germes aérobies mésophiles ;
- l'adoption d'un système fermé durant tout le processus de fabrication empêche les vecteurs de germes (insectes, cafards, ...) d'accéder au produit pour le contaminer ;
- le respect des règles d'hygiène par le personnel, la propreté des installations et l'efficacité des CIP justifient la non contamination des produits des margarines étudiés.

Pour conclure on peut dire que les margarines analysées, M1, M2 et M3, sont propres à la consommation et ne présentent aucun risque du point de vue sanitaire. Toutefois elles restent non représentatives quant au nombre et marques de margarines mises sur le marché algérien, lequel est exposé à des conditions de distribution, de stockage et de commercialisation qui sont parfois hors normes d'hygiène et de respect de la réglementation.

Conclusion

Conclusion

Notre stage, effectué au sein de *Cevital*, Unité margarinerie, a été pour nous une expérience déterminante. Elle a affermi nos connaissances théoriques, familiarisés avec la pratique, vitale, dans le domaine de la margarine, sa composition, les rôles de chaque ingrédient et surtout le processus et ses étapes de fabrication.

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées au laboratoire (indice de peroxyde, pH, point de fusion, etc.) sur trois produits finis de margarine (M1, M2 et M3) se sont tous révélés conformes aux normes. Ont toutefois fait exception quelques paramètres de moindre importance (humidité) pour M3, à hauteur de 18,14% et le taux de sel pour M2 qui est de 0,56%. Cependant, ces paramètres sont sans incidence sur la qualité des produits étudiés. En sont ainsi illustrés la compétence du personnel de l'Unité et la rigueur des paramètres technologiques de fabrication.

En fonction de ses teneurs en solide (SFC) mesurées par RMN, la déduction faite est que la margarine M1 est bien tartinable par rapport aux deux autres, M2 et M3.

La margarine M3 Plus résistante à l'oxydation que les margarines M1 et M2, l'a prouvé par les résultats de l'évaluation de la stabilité oxydative ressortie du test Rancimat.

La caractérisation par la méthode chromatographique (CPG) a révélé la présence d'un large éventail d'acides gras caractéristiques des huiles végétales. Elle a également révélé la présence d'acides gras, essentiels pour le bon maintien de l'organisme.

Quant aux analyses microbiologiques, les résultats obtenus (nombre de germes aérobies, de levures et des coliformes fécaux, absence de staphylococcus aureus et de salmonelles) sont conformes aux normes de l'entreprise. Une appréciable veille sur l'hygiène est ainsi remarquable au niveau de toutes les étapes de fabrication.

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

- disposer d'une salle de dégustation équipée d'installations nécessaires à la réalisation des analyses sensorielles ;
- réaliser des tests rhéologiques complémentaires par texturométrie et rhéométrie nécessaires pour l'appréciation de la texture.

Références

Bibliographiques

Références Bibliographiques

A

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

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

Anwar F, Hussain A.I, Iqbal S. et Bahanger M.I. (2007). Enhancement of the oxidative stability of some vegetable oils by blending with *Moringa oleifera* oil. Food Chemistry, 103, 4, pp 1181-1191. Cited by **Zidani S.** (2009). Valorisation des pelures de tomates séchées en vue de leur incorporation dans la margarine. Thèse de magister, option : Technologie Alimentaire.Laboratoire de Recherche Technologie Alimentaire LRTA, université M'hamed Bougara-Boumerdes, 74p.

Audigie CL, Figarella J, et Zonszain F. (1984).Méthodes d'analyses des lipides. In « Manipulation d'analyse biochimique ». Ed. Doin, Paris : P 219.

Arain S, Sherazi S.T.H, Bhangar M.I, Talpur F.N. et Mahesar S.A. (2009). Oxidative stability assessment of *Bauhinia purpurea* seed oil in comparison to two conventional vegetable oils by differential scanning calorimetry and Rancimat methods. Thermochemica Acta. 484 pp 1-3.

B

Boggio.V. (2012). Les matières grasses alimentaires. Faculté de médecine université de Bourgogne France. Site web : medecine.u-bourgogne.fr/Telecharger-document/708,
Consulted: Mai 2014

Bourgeois C. M, Mexle J. F, Zucca J.(1996).Microbiologie alimentaire. Tom 1 : Aspect microbiologie de la sécurité et de la qualité des aliments. P 650, Ed. .Tec et Doc, p 650.

Brisson. G. (1982) .Lipides et nutrition. Les presses de l'université de Laval Canada.

Références Bibliographiques

C

Cansell M. (2005). Impact de la cristallisation des corps gras sur les propriétés de produits finis. *Oléagineux, Corps Gras, Lipides*.12, pp 427-431.

Cossut J, Defrenne B, Desmedt C, Ferroul S, Garnet S, Humbert S, Roelstraete L, Vanuxeem M. et Vidal D. (2002). Les corps gras : entre tradition et modernité. Projet réalisé dans le cadre du DEES QUALIMAPA (Gestion de la Qualité Nutritionnelle et Marketing des Produit Alimentaire) à l'université des Science et Technologies de Lille.

Champtier G. (1956). Les industries des corps gras. Lavoisier.F.75008. Paris.pp283-288.

Charterris W.P. and Keogh M. K. (1991). Fats and oils in table spreads. *LipidTechnology*, 3, pp16-22

D

De Buyser M-L. (1997). Les staphylococcus. Aureus. www.youscribe.com/.../microbiologie-alimentaire-techniques-de-laboratoire. *consulted: mai 2014*

Djouab A. (2007). Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches. Université M'hamed Bougara-Boumerdes.

Dupin.H, CUQ J-L, Maleweak, Leynaud-Rouwoud. C et Berthier.A-M. (1992). Alimentation et nutrition humaines. Editeur ESF. ISBN 2.7101.0892.5

F

Farmani J, Hamedi M, Safari M. et Madadlou A. (2007). Trans-free Iranian vanaspati through enzymatic and chemical transesterification of triple blends of fully hydrogenated soybean, rapeseed and sunflower oils. *Food Chemistry*. 102: 827-833.

Faur L. (1992). Transformation des corps gras à des fins alimentaires, pp938-984. In Manuel des corps gras. Ed. Tec et Doc-Lavoisier, Paris

Foster R, Williamson C.S. etLunn J. (2009).Culinary oils and their health effects.British Nutrition Foundation, Nutrition Bulletin. 34 pp 4-47.

Frasch-Melnik S., Norton I.T. et Spyropoulos F. (2010). Fat Crystal- stabilised w/o emulsions for controlled 1 salt release. *Journal of Food Engineering*. pp1-14.

Références Bibliographiques

G

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

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

H

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

J

Jean Luis C.U.Q. (2007). Microbiologie des aliments. Site Web : *mon.univ-montp2.fr/claroline/backends/download.php?url=L1BvbHlfY*. Consulted: Mai 2014

K

Karabulut I. et Turan S. (2006). Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. Journal of Food Composition and Analysis 19, pp 55–58

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

Kone S. (2001). Fabrication artisanale de margarine. Disponible sur le site www.gate-international.org/documents/techbriefs/.../pdfs/f27f_2001.pdf. Consulted: mai 2014

L

Laia O.M, Ghazalia H.M, France Cho A, Chong C.L. (2000). Physical and textural properties of an experimental table margarine prepared from lipase-catalysed transesterified palm stearin: palm kernel olein mixture during storage. *Food Chemistry*, 71, pp173-179.

Laventurier.M. (2013). Impact des formulations de margarines sur le processus en boulangerie et pâtisserie artisanales et industrielles. OCL, 30(3), pp160-164

Lumor S.E, Kim B.H. et Akoh C.C. (2008). Optimization of Solid Fat Content and Crystal Properties of a trans-Free Structured Lipid by Blending with Palm Midfraction. *J. Agric. Food Chem.* 56, pp 9294-9298.

Références Bibliographiques

M

Morin O. (2005). Acide gras trans : récents développements. OCL, 12(5-6) pp414-421

N

Noor Lida H.M.D, Sundram K, Siew W.L, Aminah A. et Mamot S. (2002).TAG and composition solid fat content of palm oil, sunflower oil, and palm kernel olein blends before and after chemical interesterification. *Journal of the American Oil Chemist's Society*, 79, pp1137-1144.

O

Ovesen L, Torben L. et Hansen K. (1998).Fatty acid composition and contents of transmonoun saturated fatty acids in frying fats and in margarines and shortenings marketed in Denmark. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 75, pp1079–1083.

P

Pages-Xatart-Pares Xavier. (2012). Technologie des corps gras(huiles et graisses végétales) .Edition Technique de l'ingénieur, Paris France.

Paul B. (2011). L'oxydation naturelle des huiles de consommation peut entraîner des risques pour la santé. Site web:
http://www.paulbecquart.fr/petit_site_sante/Documents/Dossiers/110325_securite_huiles_graisse_oxydation.pdf. Consulted: Mai 2014

R

Rahmani M. (2007). Méthodes d'évaluation de la stabilité oxydative des lipides. Les Technologies de Laboratoire. 2 pp 18-21.

Ribeiro A.P.B, Basso R.C, Grimaldi R, Gioielli L.A, dos Santos A.O, Cardoso L.P. et Guaraldo Gonçalves L.A. (2009).Influence of chemical interesterification on thermal behavior, microstructure, polymorphism and crystallization properties of canola oil and fully hydrogenated cottonseed oil blends. *Food Research International*.42, pp 1153-1162.

Robert J. W. (2004) Emulsion in food technology. Site web:
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/9780470995747.fmatter/pdf>. Consulted: Mai 2014

Références Bibliographiques

X

Xavier Pages, Odile Morin, Céline Birot, Marie Gaud, Stéphane Fazeuilh, Morgan Gouband. (2010). Raffinage des huiles et des corps gras et élimination des contaminants ITERG, Institut des corps gras, Pessac, France.

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, pp 530-539.

Annexes

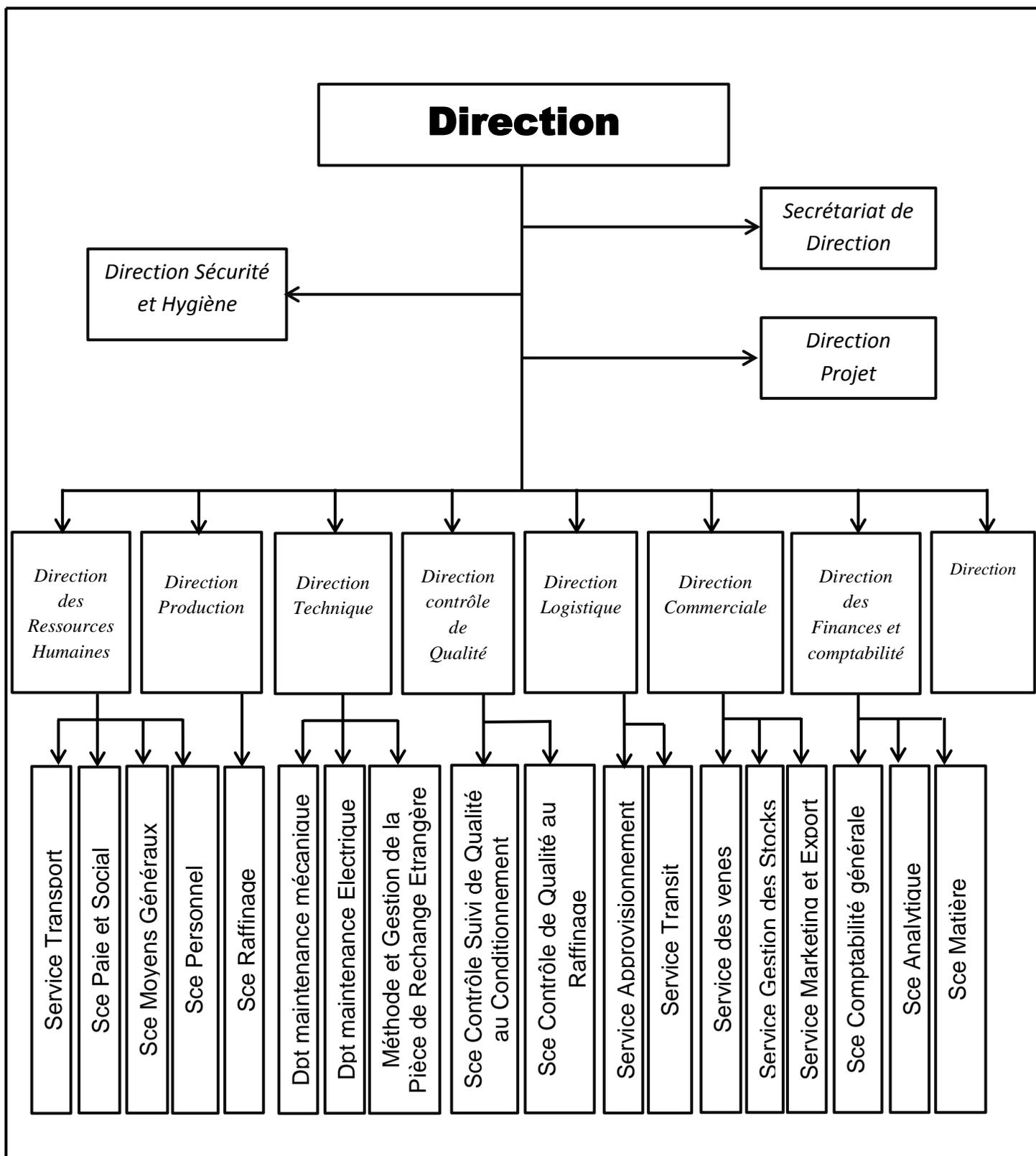


Figure 1: Organigramme du complexe CEVITAL spa.

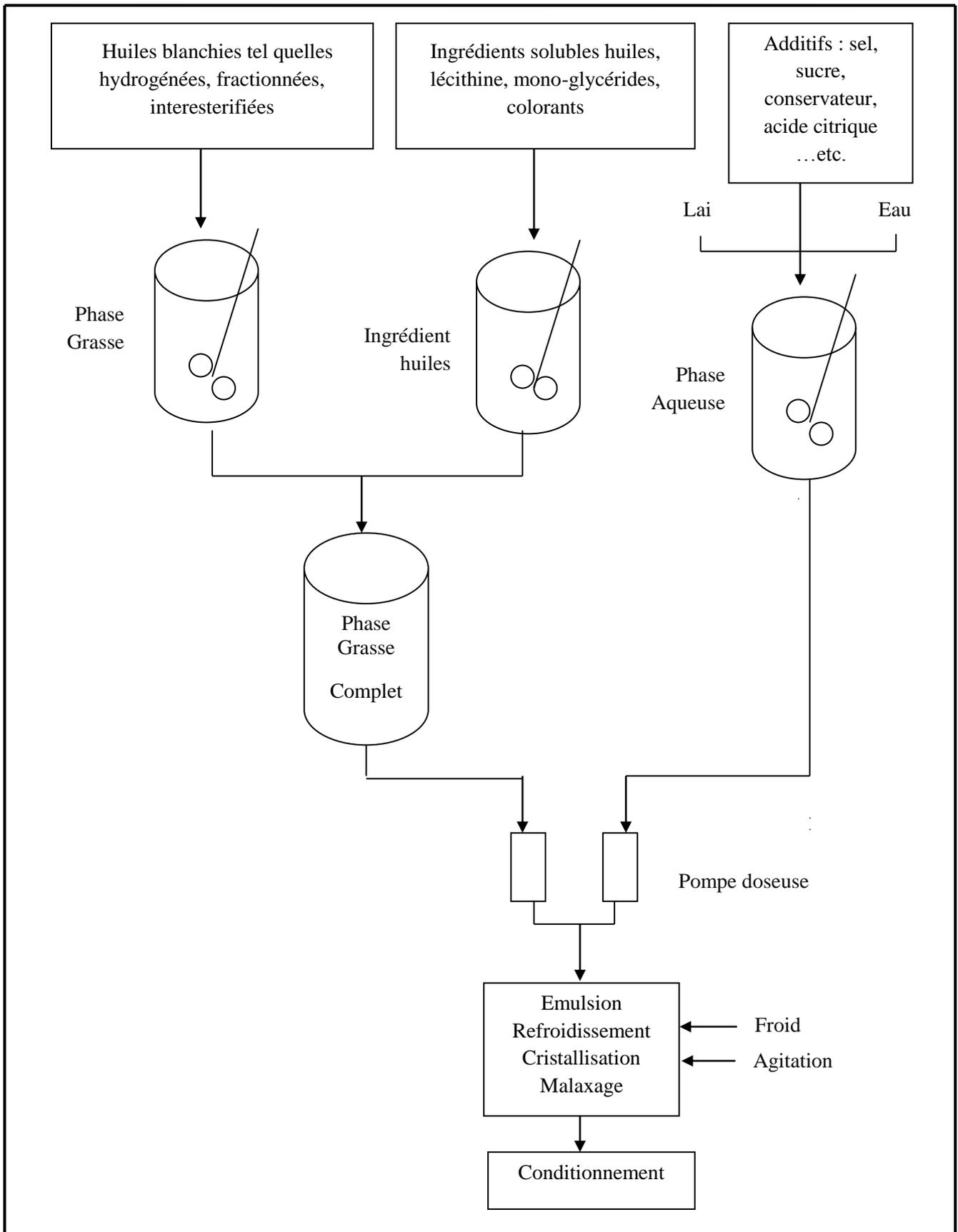


Figure 2: Diagramme de fabrication de la margarine

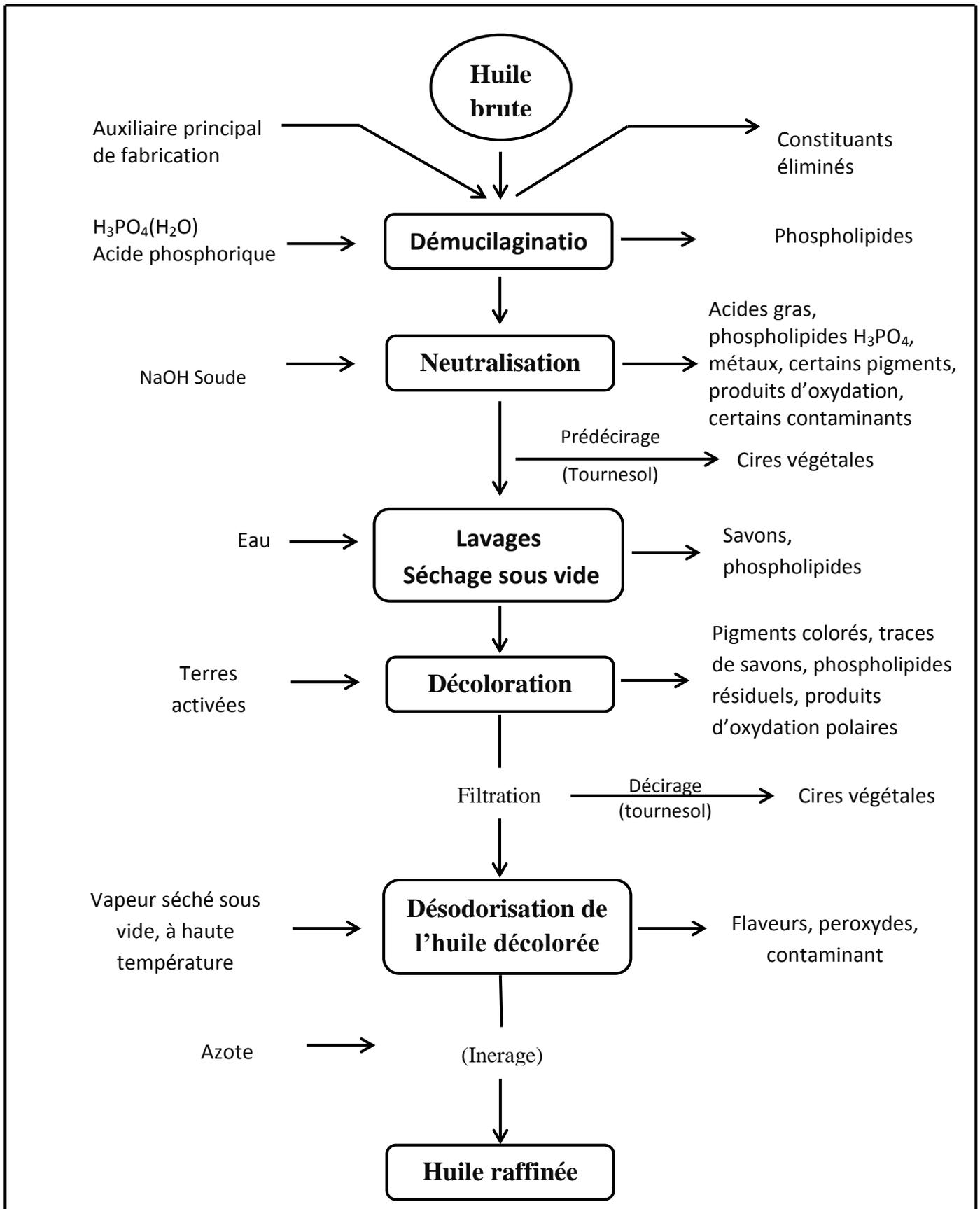


Figure 3 : Schéma général des étapes du raffinage



Figure 4 : Spectromètre à résonance nucléaire (RMN)



Figure 5 : Appareil d'analyse CPG



Figure 6 : Appareil Rancimat 743

Tableau I: Composition de quelque milieu de culture microbiologique

| Milieus | Compositions | |
|------------------------|--|-------------|
| Plat count agar (PCA) | Tryptone | 5,0 g |
| | Extrait de levure déshydraté | 2,5 g |
| | Glucose anhydre | 1,0 g |
| | Agar-agar | 12,0 g |
| | Eau distillée | 1000 ml |
| Braid-Parker | Digesta pancréatique de caséine | 10,0 g |
| | Extrait de levure | 1,0 g |
| | Extrait de viande | 5,0 g |
| | Pyruvate de sodium | 10,0 g |
| | L-glycine | 12,0 g |
| | Chlorure de lithium | 5,0 g |
| | Agar-agar | 12 g à 20 g |
| | Eau, pour obtenir un volume finale de | 1000ml |
| Eau peptonée tamponnée | Digesta enzymatique de caséine | 10,0 g |
| | Chlorure de sodium | 5,0 g |
| | Disodium Hydrogénophosphate dodécahydraté ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$) | 9,0 g |
| | Dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) | 1,5 g |
| | Eau | 1000 ml |
| Hektoen | Proteose peptone | 12g |
| | Extrait de levure | 3g |
| | Chlorure de sodium | 5g |
| | Thiosulfate de sodium | 5g |
| | Sels biliaires | 9g |
| | Citrate de fer ammoniacal | 1.5g |
| | Salicine | 2g |
| | Lactose | 12g |
| | Saccharose | 12g |
| | Fuchsine acide | 1g |
| | Bleu de bromothymol | 0.064g |
| | Agar | 14g |
| | Eau distillée | 1000ml |

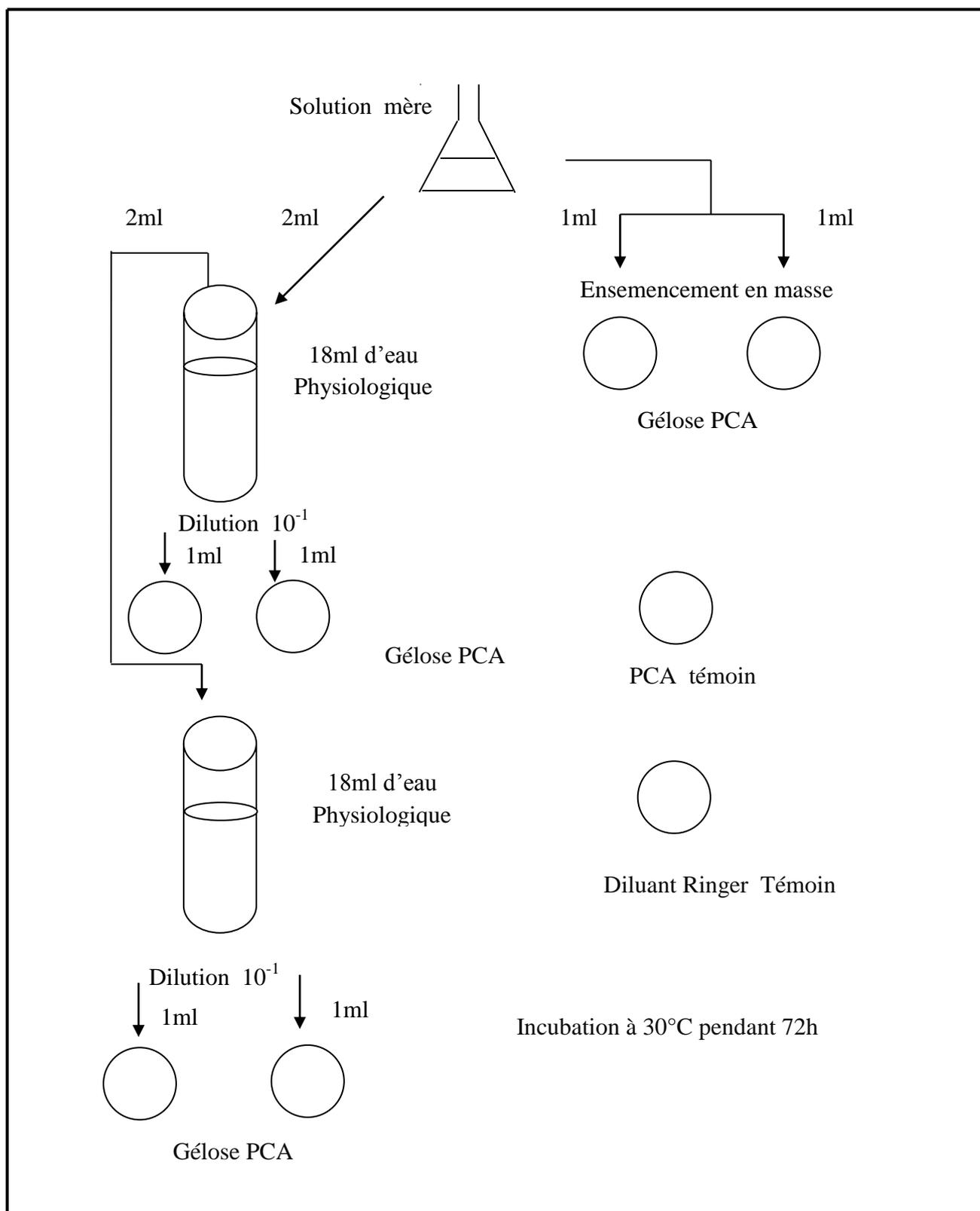


Figure 7: Dénombrement des germes aérobies à 30°C

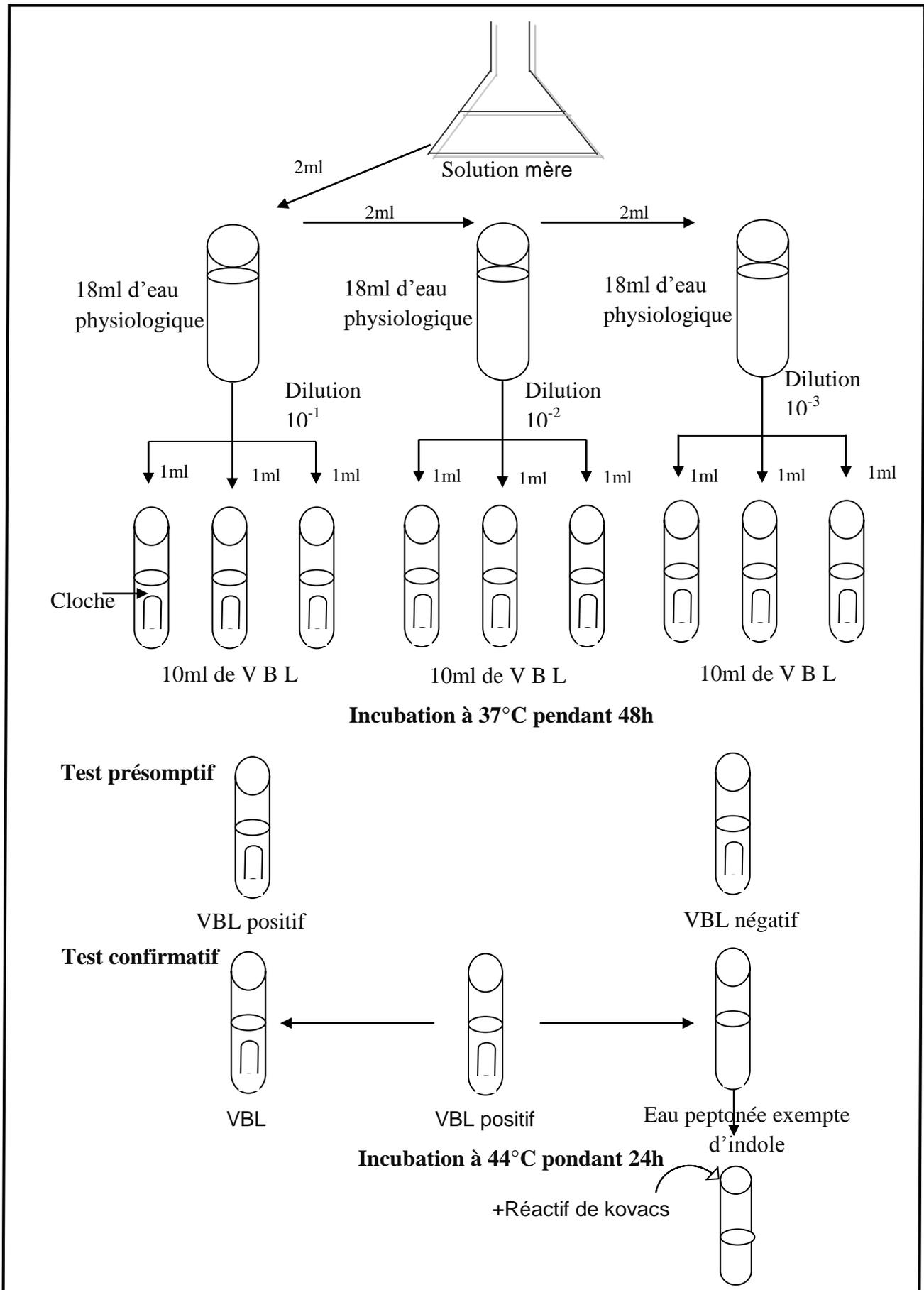


Figure 8: Recherche et dénombrement des coliformes fécaux.

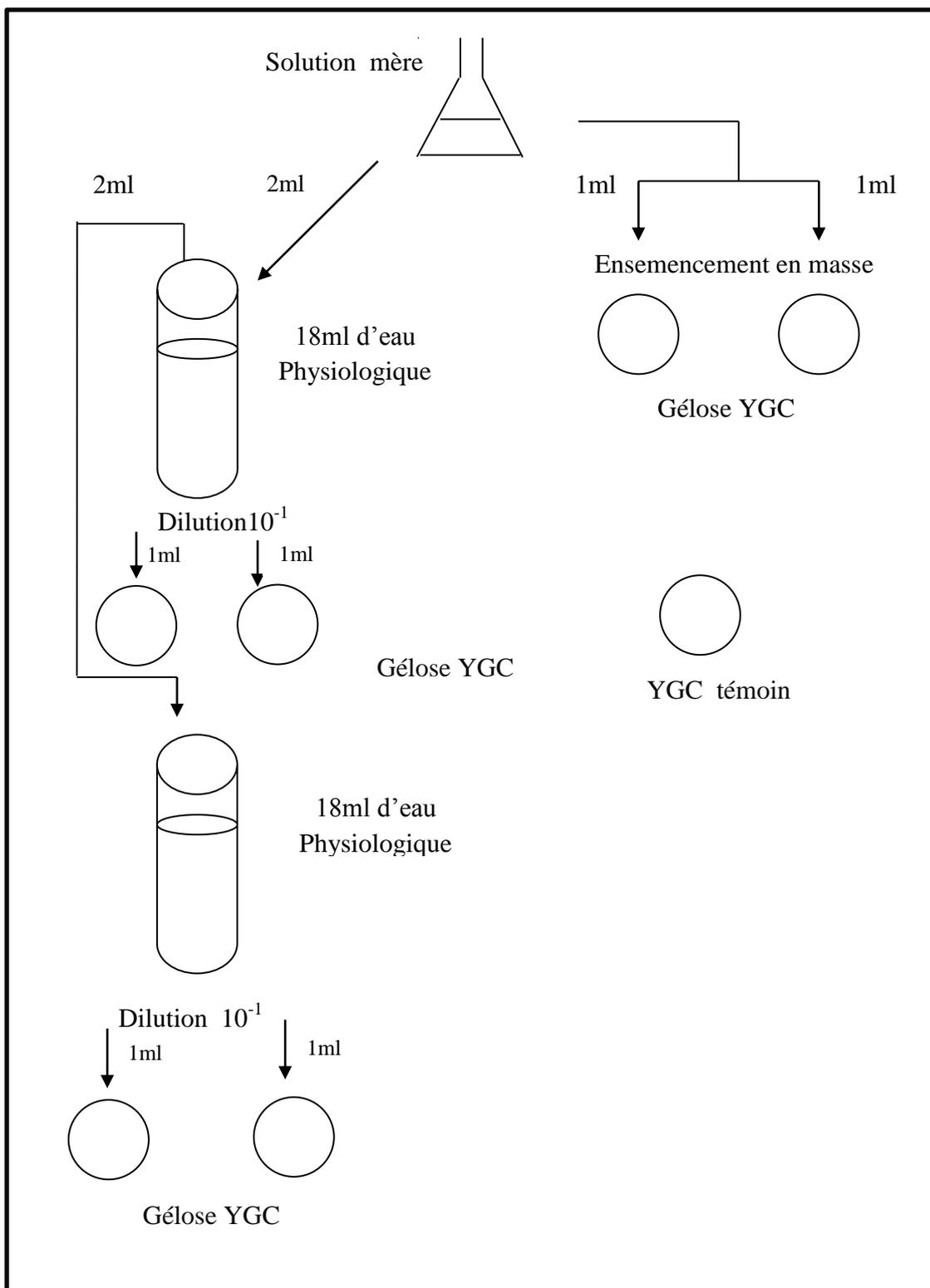


Figure 9 : Dénombrement des levures

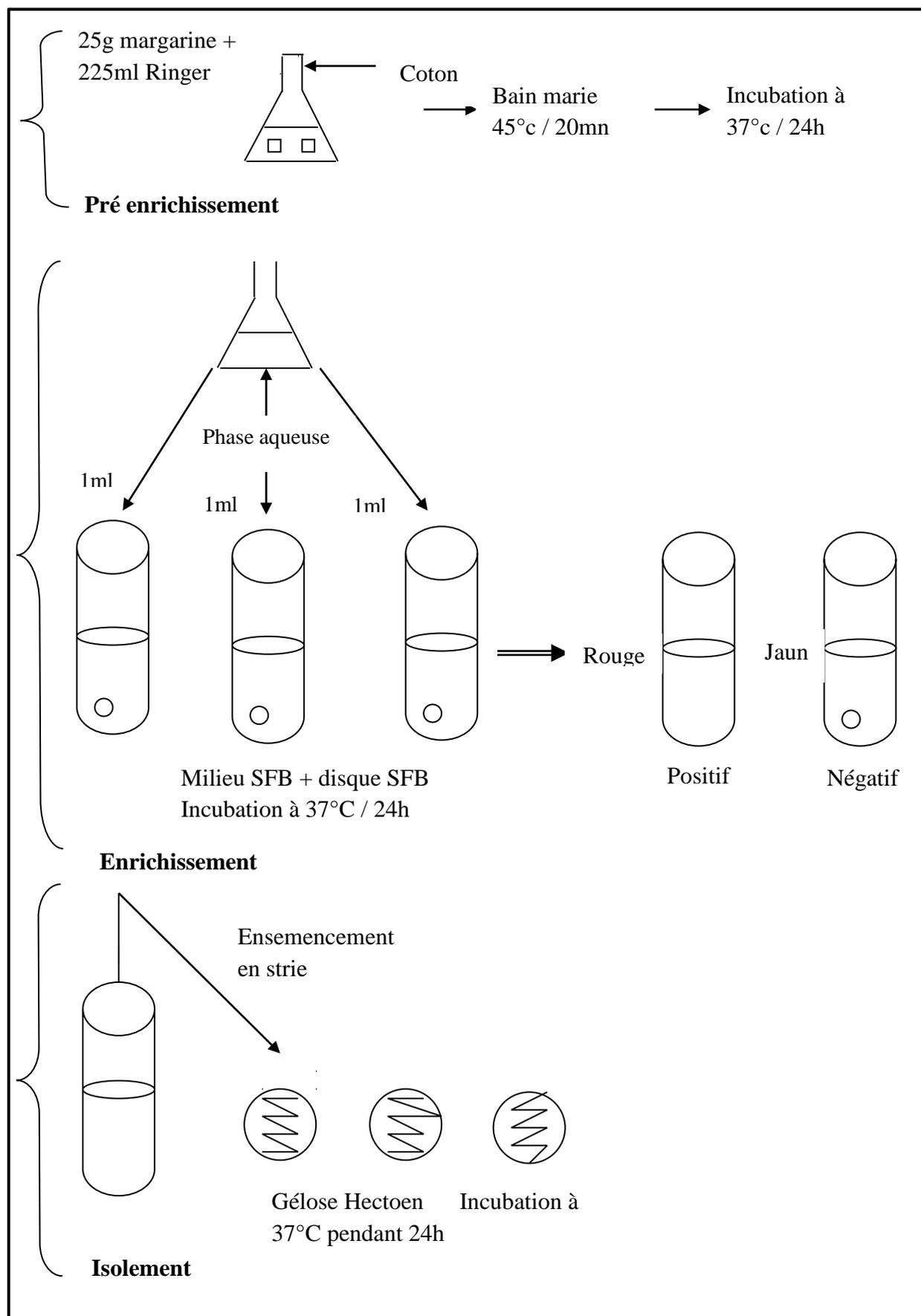


Figure 11 : Recherche des Salmonelles

Tableau II : Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M1

| Désignation | Unité | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | Normes | Méthode d'essai |
|-----------------------|---------|------|------|------|------|------|-----------------|-----------------|
| Germes aérobies | ufc/g | 01 | 02 | 05 | 01 | 01 | 10 ² | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 7251 |
| Staphylococcus aureus | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10 | ISO : 6888-1 |
| Levures | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10 | ISO : 21527-2 |
| Salmonella | ufc/25g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 6579 |

Tableau III : Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M2

| Désignation | Unité | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | Normes | Méthode d'essai |
|-----------------------|---------|------|------|------|------|------|-----------------|-----------------|
| Germes aérobies | ufc/g | 07 | 04 | 12 | 17 | 09 | 10 ² | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 7251 |
| Staphylococcus aureus | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10 | ISO : 6888-1 |
| Levures | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 06 | 10 | ISO : 21527-2 |
| Salmonella | ufc/25g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 6579 |

Tableau IV : Résultats d'analyse microbiologique de la margarine M3

| Désignation | Unité | Ech1 | Ech2 | Ech3 | Ech4 | Ech5 | Normes | Méthode d'essai |
|-----------------------|---------|------|------|------|------|------|-----------------|-----------------|
| Germes aérobies | ufc/g | 04 | 02 | 05 | 01 | 03 | 10 ² | ISO : 4833 |
| Coliformes fécaux | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 7251 |
| Staphylococcus aureus | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | 10 | ISO : 6888-1 |
| Levures | ufc/g | 00 | 00 | 00 | 00 | 01 | 10 | ISO : 21527-2 |
| Salmonella | ufc/25g | 00 | 00 | 00 | 00 | 00 | Absence | ISO : 6579 |

Résumé

Au cours de notre étude, nous avons choisi trois margarines issues du commerce local (M1, M2 et M3). Évalués sur les plans physico-chimique et microbiologique, ils livrèrent des résultats et des paramètres (humidité, taux de sel, taux de solides, point de fusion, indices de qualité, pH) partiellement conformes aux normes de l'entreprise Cevital. Toutefois, les résultats du test de Rancimat ont montré une meilleure stabilité oxydative pour M3 (37,04) et une relative résistance à l'oxydation pour M2 (15,19). L'analyse chromatographique par CPG a montré la présence d'une large gamme d'acides gras allant de C12:0 à C20:0. Aussi l'analyse microbiologique a-t-elle confirmé la salubrité des trois margarines, M1, M2 et M3. Ces résultats suggèrent une bonne acceptation des trois margarines étudiées.

Mots clés : margarine, stabilité oxydative, salubrité.

Abstract

In this study, we have chosen three margarines from local market (M1, M2 and M3). These products are used to assess physic-chemical and microbiological parameters. Results of the determined physic-chemical parameters (moisture, salt content, SFC, melting point, quality indexes, pH of the aqueous phase) are sufficiently according with industry standards set by Cevital Company. However, results of the Rancimat test have shown a better oxidative stability for M3 (37.04) and a weak resistance against oxidation for M2 (15.19). Chromatographic analysis by GC has shown a wide range of fatty acids going from C12:0 to C20:0. Microbiological analysis depicted the healthiness of three margarines, M1, M2 and M3. From these results, it can be suggested a positive acceptance for the spread margarines studied.

Keywords: margarine, oxidative stability, healthiness.