

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université SAAD Dahlab de Blida
Faculté des Sciences Agro-Vétérinaire et Biologique
Option : Sciences Alimentaires



Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme

Thème

Suivi du procédé de fabrication de la margarine de table et étude de ses caractéristiques physicochimiques et microbiologiques.

Réalisé et soutenu par : M^{elle} *HALALA Lynda*

Devant les membres de jury :

<i>Président : M^{me} BOUTEKRABT L.</i>	<i>Maitre de conférences A (MCA) (USDB)</i>
<i>Promoteur : M^r KHALI M.</i>	<i>Maitre de conférences A (MCA) (USDB)</i>
<i>Examineur : M^r AMALOU D.</i>	<i>Maitre assistant A (MAA) (USDB)</i>
<i>Examinatrice : M^{me} KOUIDRI A.</i>	<i>Maitre assistant A (MAA) (USDB)</i>

Promotion : 2011-2012

Sommaire

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction.....1

Partie bibliographique

Chapitre I: Les corps gras.

I.1. Définition des corps gras.....3

I.2. Classification des corps gras et composition.....3

I.2.1. Classification.....3

I.2.2. Composition3

I.2.3. Acides gras.....7

I.2.4. Propriétés des acides gras.....9

I.3. Aspect nutritionnel des corps gras et Santé.....11

I.4. Rôle des graisses et des huiles en technologie alimentaire.....11

I.5. Fonctions biologiques des corps gras.....12

Chapitre II : La margarine et technologie de fabrication

II.1.Définition13

II.2.Composition globale13

II.2.1.La phase grasse.....13

II.2.2.La phase aqueuse.....15

II.2.3.les ingrédients «additifs alimentaires».....15

II.3.Les différents types de la margarine.....19

III.3.1.Margarines pour usage domestique.....19

III.3.2.Margarines diététiques ou spéciale (basse calories).....19

III.3.3.Margarines pour l'industrie alimentaire.....20

II.4.Les propriétés de la margarine.....20

II.4.1. Les propriétés physiques.....20

II.4.2. Les propriétés chimiques.....20

II.4.3. Les propriétés nutritionnelles.....21

II.4.4. Les propriétés sensorielles.....21

II.4.5. Les propriétés microbiologiques.....21

II.5. Les facteurs d'altérations de la margarine.....	22
II.5.1. Altérations physiques.....	22
II.5.2. Altérations chimiques.....	22
II.5.3. Altération microbiologiques.....	25
II.6. Le contrôle de qualité de la margarine.....	25
II.6.1. Contrôle des matières premières.....	25
II.6.2. Contrôle en cours de production.....	26
II.6.3. Contrôle des produits finis.....	26
II.7. Technologie de fabrication de la margarine.....	26
II.7.1. Réception et stockage de la matière première.....	26
II.7.2. Raffinage et hydrogénation des huiles destinées à la fabrication de la margarine.....	27
II.7.3. Préparation des phases.....	31
II.7.4. Le dosage.....	32
II.7.5. Émulsification.....	33
II.7.6. Pasteurisation.....	33
II.7.7. Refroidissement et cristallisation	33
II.7.8. Malaxage.....	33
II.7.9. Emballage et conditionnement.....	34
II.7.10. Stockage.....	34

Partie expérimentale

Matériels et Méthodes

I. Matériels.....	35
II. Méthodes d'analyses.....	35
II.1. Echantillonnage.....	35
II.2. Prise d'essai.....	36
II.3. Analyses physico-chimiques.....	36
II.3.1. Analyses physiques.....	36
a) Traces d'impuretés.....	36
b) Détermination du point de fusion.....	36
c) Détermination du taux d'humidité.....	37
d) pH de la phase aqueuse.....	38
II.3.2. Analyses chimiques.....	39
a) Détermination de l'acidité.....	39
b) Détermination de l'indice de peroxyde.....	40
c) Détermination du taux de sel.....	41

II.4. Tests sensoriels (analyses organoleptiques) effectués sur la margarine.....	43
II.5. Analyses d'eau et du lait de fabrication.....	43
a) Le titrage Hydrométrique (TH).....	43
b) Le titrage Alcalimétrique Complet (TAC).....	44
c) Le titrage Alcalimétrique simple (TA).....	45
d) Dosage des chlorures.....	46
e) Mesure du pH du lait et de l'eau de fabrication.....	46
f) Mesure de l'acidité dornique du lait.....	47
II.6. Analyses microbiologiques.....	48
II.6.1. Recherche des Salmonelles.....	48
II.6.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies, Levures, Coliformes fécaux et <i>Staphylococcus aureus</i>	49
II.7. Analyses statistique.....	55

Résultats et Discussions

I. Résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les matières premières.....	57
I.1. Résultats des analyses effectuées sur l'eau.....	57
- Évolution des analyses du pH.....	57
- Courbe des résultats du titre hydrométrique (TH).....	58
- Résultats des analyses du titre alcalimétrique complet (TAC) et des chlorures.....	59
- Résultats des analyses du titre alcalimétrique (TA).....	59
I.2. Résultats des analyses effectuées sur le lait.....	59
- Résultats du pH et de l'acidité dornique	60
II. Résultats des analyses du blend.....	61
- Résultats d'acidité, du point de fusion, d'indice de peroxyde et d'analyse des impuretés du blend.....	61
III. Résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur le produit fini.....	63
III.1. Résultats du taux de sel et d'humidité réalisés sur la margarine.....	63
III.2. Résultats des analyses du point de fusion.....	65
III.3. Résultats des tests organoleptiques.....	66
IV. Résultats des analyses microbiologiques.....	67
<i>Conclusion</i>	69

Références bibliographiques

Annexes

Remerciements

Tout d'abord, je remercie le bon dieu le tout puissant de m'avoir donné le courage, la patience et la santé de surmonter tous de problèmes pour accomplir ce mémoire.

*Je tiens à formuler mon gratitude et reconnaissance à l'égard de mon promoteur « **Mr.KHALI** » maitre de conférences A à l'université SAAD Dahlab de Blida pour sa confiance, sa compréhension, sa disponibilités et l'aide précieuse qu'il m'a prodigués afin de réaliser ce travail.*

J'exprime mes vifs remerciements pour M^{me}BOUTEKRABT L. maitre de conférences A à l'université SAAD Dahlab de blida de nous avoir accepté à présider ce jury.

Je tiens à remercier Mr AMALOU D. et M^{me} KOUIDRI A. maitres assistant A à l'université SAAD Dahlab de Blida pour leurs présences afin d'examiner et de juger ce modeste travail.

*Je remercie également les responsables de l'unité « **ceVital** » pour leurs confiances, leurs aides, ses conseils judicieux et ses soutiens, plus précisément M^{me}YAKOUB Fatma Zohra pour son intervention et ses orientations; Les responsables de laboratoire d'analyses physicochimiques et microbiologiques de la Margarine :Mr.**TOUNSI Abderrahmane**, Mr.**MAOUCHE Azzedine**, tous les travailleurs de cette section : **Sonia, Lynda, Mabrouk, Said, Hamid,.....***

*Je tiens à exprimer mes vifs remerciements à Mr.**HADJAL Samir** et Mr.**Brahim** pour m'avoir guidé et soutenu avec beaucoup de patience tout au long de l'élaboration de ce travail.*

Je tiens aussi à passer mes vifs remerciements à tous ceux qui ont contribué à l'élaboration de ce modeste travail trouvent ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

*Enfin, je souhaite beaucoup de réussite et de progrès à l'unité agroalimentaire « **ceVital** » agroalimentaire de Béjaia.*

Lynda

Dédicaces

C'est avec un très grand honneur que Je dédie cet humble travail :

-  *Aux bougies qui m'ont éclairées le bon chemin, aux personnes qui me sont très chères et qui m'ont soutenu tout au long de mon cursus, les êtres les plus tendres à mes yeux, à qui je dois énormément et que je ne remercierais jamais assez, ma chère mère et celui qui m'a donné le meilleur de lui-même mon père.*
-  *À ma chère tante Djamila qui a tant veillé pour moi et qui m'a encouragée et soutenue dans les moments difficiles.*
-  *À la mémoire feu de mon cher oncle Smail qui a été mon deuxième père, qui je n'oublierais jamais ses mots étudiés et ses conseils étendus.*
-  *À mes chers frères : **Nabil, Zoubir, Toufik** et à la prunelle de mes yeux l'adorable sœur **Sabah** qui ont été d'un apport précieux tout au long de ma vie scolaire.*
-  *À mes chers oncles : Djamel et sa femme Souhila, Slimane et sa femme Sakina et Kamel pour ses conseils considérables et ses aides, à qui je souhaite beaucoup de Bonheur et de réussite dans leurs vies.*
-  *À mes gracieuses nièces : la reine **Rym «Nounou»** et la princesse **Milda «Mimi»**.*
-  *À mon affable neveu «**Awssim**».*
-  *À toute la famille «**HALALA**» en particulier ma cousine **Khalissa**.*
-  *À mes oncles Yahia et Abdelkader et leurs familles, et à ma tante Nora.*
-  *À tous mes amis.*
-  *À toute la promotion de la science alimentaire 2011-2012 et à tous ceux qui me connaissent de près ou de loin.*



Lynda



Résumé

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, particulièrement hydrogénée, constituée d'une phase aqueuse, d'une phase grasse et d'ingrédients hydrosolubles et d'autres liposolubles.

Ce travail a été réalisé dans le souci de connaître le procédé de fabrication de margarine de table, et de suivre la qualité du produit depuis la matière première (l'huile hydrogénée et raffinée) jusqu'au produit fini (margarine). Pour cela un ensemble d'analyses organoleptiques (couleur, goût, odeur, texture et tartinabilité), physicochimiques (Humidité, taux de sel, pH, acidité, point de fusion....) et microbiologiques (recherche des Salmonelles, germes aérobies à 30°C, *Staphylococcus aureus*, levures, coliformes fécaux) ont été effectuées sur les différents échantillons.

Les résultats du suivi du procédé de fabrication de la margarine, ceux des analyses physico-chimiques et microbiologique ainsi que, ceux des tests organoleptiques effectués, révèlent une conformité aux normes déposées et le respect des bonnes conditions d'hygiène, indiquant la bonne qualité physico-chimique et microbiologique de ce produit.

Mots clés :

Margarine, processus de fabrication, analyses physico-chimiques et microbiologiques, conformité, qualité.

Summary

Margarine is an emulsion of water in oil, especially hydrogenated, consisting of an aqueous phase, a fatty phase and water-soluble ingredients and other fat-soluble.

This work was done in order to know the manufacturing process of table margarine, and monitor product quality from raw material (hydrogenated oil and refined) to the finished product (margarine). For this analysis a set of organoleptic (color, taste, smell, texture and spreadability), physicochemical (moisture, salt content, pH, acidity, melting point ...) and microbiological (Salmonella research, aerobic at 30°C, *Staphylococcus aureus*, yeasts, fecal coliforms) were performed on different samples.

The results of monitoring the process of manufacture of margarine, those of physico-chemical analysis and microbiological as well as those organoleptic tests performed, reveal a compliance and enforcement of trademarks hygienic conditions, indicating the good quality physical and microbiological this product.

Keywords:

Margarine, manufacturing processes, physico-chemical and microbiological compliance, quality.

ملخص

المارغرين مستحلب من صنف ماء في الزيت، على الأخص مهدرجة، مؤلف من مرحلة مائية، مرحلة دسمة، ومقومات قابلة للإنحلال في الماء وأخرى قابلة للإنحلال في الدسم.

هذا العمل أجري بغرض معرفة طريقة صنع مارغرين الطاولة، ومتابعة نوعية المنتج، ابتداء من المادة الأولية (الزيت المهدرجة والمكررة) حتى المنتج النهائي (مارغرين)، من أجل هذا مجموعة من التحاليل الحسية (اللون، الذوق، الرائحة، الحياكة، قابلية الطلي)، فيزيوكيميائية (رطوبة، نسبة الملح، الحموضة، نقطة الذوبان....) وميكروبيولوجية (البحث عن السالمونيلا، الجراثيم الهوائية في 30°م، الخمائر.....) أجريت على مختلف العينات.

نتائج المتابعة لطريقة صنع المارغرين، التحاليل الفيزيوكيميائية والميكروبيولوجية، وكذلك نتائج إختبار الحسية التي أجريت كشفت مطابقة المعايير المودعة واحترام أحسن شروط النظافة، مبينة النوعية الفيزيوكيميائية والميكروبيولوجية الجيدة لهذا المنتج.

الكلمات المفتاح: مارغرين، طريقة الصنع، تحاليل فيزيوكيميائية وميكروبيولوجية، مطابقة، نوعية.

Liste des abréviations

AGS : Acides Gras Saturés

AGMI : Acides Gras Mono-Insaturés.

AGPI : Acides Gras Poly-Insaturés.

BHA : ButylHydroxyAnisol.

BHT :ButylHydroxyToluéne.

CG : Corps Gras.

GC: Gélose Chocolatée.

CIP :Cleaning In Place.

EDTA :EthyléneDiamineTetra Acétique.

°F : Degré français.

Ip : Indice de peroxyde.

ISO : International Standard Organisation.

meq O₂ :milliéquivalent Oxygène

Pf : Point de fusion.

pH : potentiel Hydrogène

TA : Titre Alcalimétrique.

TAC : Titre Alcalimétrique Complet.

TH : Titre Hydrométrique.

PCA : Plate Count Agar.

OGA :OxytetracyclineGlucose Agar.

SFB: Bouillon au Félénite de Sodium.

SPA : Société Par Action.

SS : Salmonella-Shigella.

VBL :VertBrillantLactosé.

W/O :Water/Oil.

Liste des figures

Figure 1 : Phosphoryl- 3- glycérol.....	5
Figure 2 : Acide phosphatidique.....	5
Figure 3 : Structure des phosphatidylcholines.....	6
Figure 4 : Structure des phosphatidyléthanolamines.....	6
Figure 5 : Structure des phosphatidylsérines.....	6
Figure 6 : Structure des phosphatidylglycérols.....	7
Figure 7 : Acide stéarique.....	8
Figure 8 : Acide oléique.....	8
Figure 9 : Exemple d'isomères géométriques.....	9
Figure 10 : Réaction d'hydrolyse.....	25
Figure 11 : Évolution du pH de l'eau osmosée.....	57
Figure 12 : Courbe des résultats du TH de l'eau analysée.....	58
Figure 13 : Résultats des analyses du TAC et des Cl ⁻ de l'eau osmosée.....	59
Figure 14 : Résultats de l'acidité dornique du lait.....	60
Figure 15 : Résultats de mesure du pH du lait.....	61
Figure 16 : Résultats d'analyse de l'acidité et de l'indice de peroxyde du blend.....	62
Figure 17 : Résultats d'analyse du point de fusion du blend.....	63
Figure 18 : Résultats de l'analyse du taux de sel du produit fini.....	64
Figure 19 : Résultats du taux d'humidité des échantillons analysés du produit fini.....	64
Figure 20 : Résultats des analyses du point de fusion du produit fini.....	65
Figure 21 : Situation géographique de l'unité « <i>ceVital</i> » (Annexe 4)	
Figure 22 : Organigramme du complexe « <i>ceVital</i> »(Annexe 4).	

Liste des tableaux

Tableau I :Classification fondée sur l'analyse élémentaire.....	4
Tableau II :Classification fondée sur la propriété de saponification.....	4
Tableau III :Résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur l'eau osmosée.....	57
Tableau IV :Résultats du pH et d'acidité dornique effectués sur le lait.....	60
Tableau V :Résultats d'acidité, du point de fusion, d'indice de peroxyde et d'analyses des impuretés du blend.....	61
Tableau VI :Résultats du taux de sel et d'humidité effectués sur la margarine.....	63
Tableau VII :Résultats du point de fusion du produit fini.....	65
Tableau VIII :Résultats du (Goût-Odeur et Homogénéité) effectués sur le produit fini....	66
Tableau IX :Résultats et normes des analyses microbiologiques.....	67

Introduction :

Au début du 20^{ème} siècle, la découverte de l'hydrogénation des corps gras constitue une étape capitale puisqu'elle permet l'emploi des huiles fluides, après leur durcissement par hydrogénation, comme matière première. Par la suite, l'histoire de la margarine se confond avec le développement des sciences et des techniques, plus particulièrement en matière de produit, sa fabrication et sa conservation (**Roger, 1974**).

La margarine est une émulsion (de type eau dans l'huile), initialement formulée pour remplacer et suppléer le beurre trop cher et périssable. Elle a su rapidement s'imposer dans notre alimentation pour des raisons fort simples : sa durée de conservation, son faible coût et les propriétés plutôt «santé» qu'on lui attribue depuis quelques années.

Sous sa forme standard, la margarine est constituée de deux phases essentielles, une phase grasse (mélange d'huiles de différents points de fusion) et une phase aqueuse (eau et / ou lait). Elle contient en outre, des auxiliaires de fabrication (ingrédients liposolubles et d'autres hydrosolubles) qui sont en majorité, d'origine synthétique et utilisés pour des raisons technologiques (émulsifiants), sensorielles (sucres, arômes, colorants), de conservation (correcteurs de pH, antioxydants...), nutritionnelles (vitamines), et de législation (révélateurs); c'est le cas d'amidon (**Graille, 2003**).

Le point de fusion, l'humidité, l'indice de peroxyde et le taux de solide sont habituellement des facteurs utilisés pour mesurer la conformité, la consistance et la texture de la margarine. Ces paramètres peuvent être maîtrisés grâce à un dosage judicieux, et une bonne technologie. De par sa composition constituée d'une émulsion d'eau dans l'huile, la margarine est très sensible aux développements de toute sorte de micro-organismes, elle doit donc subir des règles d'hygiène très stricts aussi bien lors de sa fabrication, que durant sa distribution (**Naudet, 1996**).

Les problèmes portent sur tout ce qui contribue à la présentation finale d'un produit de bonne qualité, depuis le choix des matières premières (leurs préparations et les différentes phases du raffinage) jusqu'au produit fini.

Donc quelles sont les différentes étapes de fabrication de la margarine de table et quelles sont les analyses physico-chimiques, organoleptiques et microbiologiques effectuées sur ce produit?

C'est dans ce contexte que s'insère cette étude qui a pour but :

- La connaissance et le suivi du procédé de fabrication de la margarine, ainsi que l'étude de ses caractéristiques physico-chimiques et technologiques,
- Définir les paramètres microbiologiques du produit fini qui sont les facteurs principaux déterminant la qualité d'une margarine.

I.1. Définition des corps gras :

Les corps gras alimentaires, un des éléments essentiels de notre alimentation, comprennent les huiles et les graisses d'origines végétale ou animale, les beurres et les margarines. Les premières sont composées uniquement de lipides (triglycérides, insaponifiables et constituants mineurs), tandis que les beurres et les margarines sont des émulsions d'une phase aqueuse dans une phase grasse douées de propriétés plastiques (**Uzzan, 1984**).

Il y a aussi la distinction qui se repose sur le point de fusion ; les huiles sont fluides à température ambiante et les graisses sont solides ou concrètes (**Frénot et Vierling, 2001**).

I.2. Classification des corps gras et composition :

I.2.1. Classification :

On a l'habitude de subdiviser les huiles et les graisses alimentaires comme suit :

- **Huiles végétales fluides** : huile d'arachide, de colza, de noix, de germe de maïs, de tournesol, de soja, d'olive, et de pépins de raisin ;
- **Huiles végétales concrètes (ou graisses)** : coprah (provenant de la noix de coco), huile de palme et de palmiste ;
- **Huiles et graisses d'origine animale terrestres** : saindoux (lard ou graisse de porc), suif (graisse de bœuf ou de mouton) et huile de cheval ;
- **Huiles et graisses marines** : huile de baleine, de poissons (sardine, hareng) et de cachalot ;
- **Corps gras élaborés** : beurres et margarines.

(**Uzzan, 1984 ; Poisson et Narce, 2003**).

I.2.2. Composition des corps gras :

Un corps gras, brut, tel qu'on le rencontre à l'état naturel est constitué par trois groupes essentiels de produits qui sont : les lipides, phosphatides et insaponifiables (**François, 1974**).

I.2.2.1. Lipides : (Ils occupent environ 99 % de la composition des corps gras).

Ils sont des dérivés naturels des acides gras, résultants de leur condensation avec des alcools ou des amines (**Louissot, 1980**).

Selon **Frénot et Vierling (2001)**, deux classifications sont utilisées, l'une basée sur l'analyse élémentaire et l'autre sur le caractère libre ou estérifié de la molécule et elles sont résumées dans les tableaux I et II.

Tableau I: Classification fondée sur l'analyse élémentaire.

Lipides simples	Lipides complexes	
Ce sont des composés ternaires formés de C, H, et O	Ce sont des composés formés de C, H, O, N et éventuellement de S.	
<ul style="list-style-type: none"> • Glycérides ou acylglycérols : esters d'acides gras et de glycérol. • Cérides : sont des esters d'acides gras et d'alcool «gras». • Stérides : sont des esters d'acides gras et du stérol (Trémolières et <i>al.</i>, 1984). 	<ul style="list-style-type: none"> • Glycérophospholipides : <ul style="list-style-type: none"> -Acides phosphatidiques. -Phosphatidylcholines (lécithine). -Phosphatidyléthanolamines et phosphatidylsérines (céphalines). 	<ul style="list-style-type: none"> • Sphingolipides : <ul style="list-style-type: none"> -Céramides (acylsphingosines). -Sphingophospholipides. -Glycosphingolipides.

(Frénot et Vierling, 2001).

Tableau II : Classification fondée sur la propriété de saponification.

Lipides simples Insaponifiable	Lipides complexes Saponifiables
<ul style="list-style-type: none"> • Terpènes • Stéroïdes • Prostaglandines 	<ul style="list-style-type: none"> • Acylglycérols • Stérides. • Cérides • Glycérophospholipides • Sphingolipides.

(Frénot et Vierling, 2001).

I.2.2.2. Phosphatides :

Les phosphatides présents dans les corps gras bruts sont essentiellement des phosphoglycérides, c'est-à-dire des dérivés de phosphoryl -3- glycérol, autrefois nommé acide-L α -glycérophosphorique :

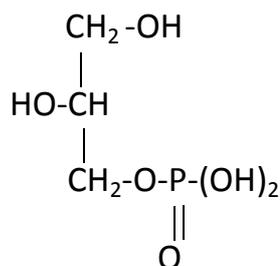


Figure1: Phosphoryl -3- glycérol (Naudet, 1992).

- **Acides phosphatidiques :**

L'acylation du phosphoryl -3- glycérol par deux molécules d'acides gras conduit aux acides phosphatidiques, qui peuvent occasionnellement être présents dans les huiles brutes, conséquences d'une hydrolyse enzymatique des phosphoglycérides dans la graine (Poisson et Narce, 2003).

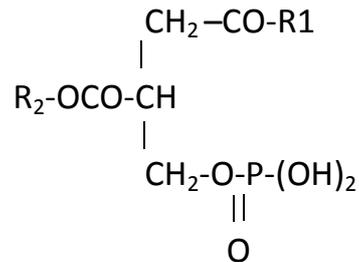


Figure2: Acide phosphatidique (Naudet, 1992).

L'hydrolyse d'une seule liaison ester aboutit à la formation des acides lysophosphatidiques (ALP) (Poisson et Narce, 2003).

- **Phosphatidyl-aminoalcools :**

Quand les acides phosphatidiques sont estérifiés par des aminoalcools, ils forment des phosphatidyl-aminoalcools. Trois aminoalcools sont rencontrés dans les phosphatides :

- La choline ou N-triméthyl amino 2 éthanol, qui donne les phosphatidylcholines.

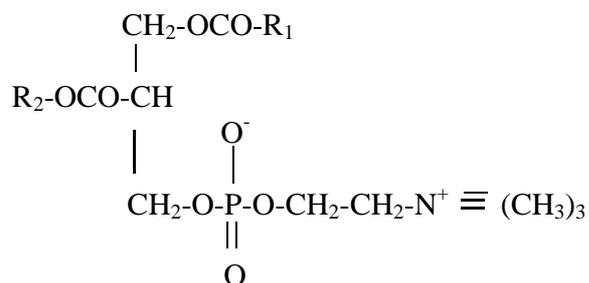


Figure3 : Structure des phosphatidylcholines (Naudet, 1992).

- La cholamine, éthanol-amine ou amino 2 éthanol, qui donne les phosphatidyléthanolamines.

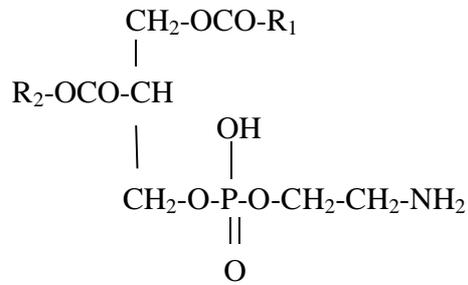


Figure4 : Structure des phosphatidyléthanolamines (Naudet, 1992).

- La sérine ou acide L hydroxy 3 amino 2 propionique, qui est un acide aminé, donne les phosphatidylsérines.

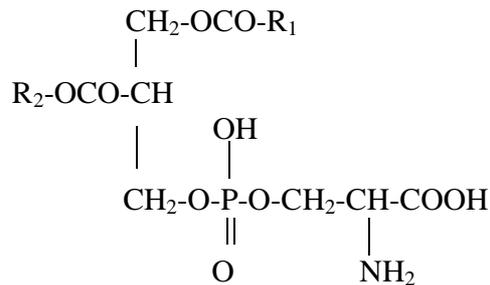


Figure5 : Structure des phosphatidylsérines (Naudet, 1992).

- **Les phosphatidylpolyols :**

Ils résultent de l'estérification des acides phosphatidiques par deux polyols : le myoinositol ; isomère 1, 3, 5, 6 de l'hexahydroxycyclohexane, et le glycérol lui-même.

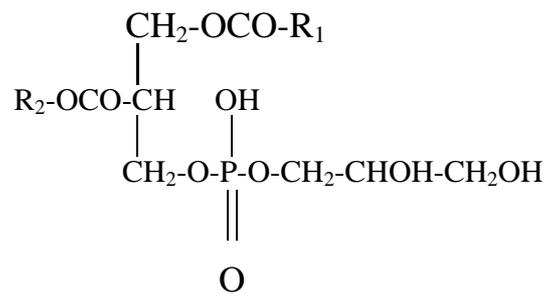


Figure6 : Structure des phosphatidylglycérols (Naudet, 1992).

I.2.2.3. Insaponifiables :

On distingue sous le nom d'insaponifiables, l'ensemble des composés qui ne sont pas des esters mais tous autres produits de constitution plus ou moins complexe (François, 1974).

La proportion d'insaponifiables contenue dans un corps gras dépend bien évidemment de son origine biologique, des traitements qu'il a pu subir (raffinage), ainsi que de la nature du

solvant d'extraction. La moyenne se situant aux environs de 1% (**Soulier et Farines, 1992**).

On distingue selon **François (1974)**:

- Les carbures d'hydrogène (exemple terpéniques et les caroténoïdes);
- Les alcools à poids moléculaire élevé (comme le cholestérol);
- Vitamines liposolubles (A, D, E et K);
- Glycérine;
- Les acides gras libres;
- Les cires (dans l'huile de tournesol).

I.2.3. Acides gras :

Les acides gras sont des acides carboxyliques à nombre pair de carbone (**Frénot et Vierling, 2001**). Ils sont saturés ou non en fonction de leur degré d'insaturation (**Kelly, 2001**).

❖ Acides gras saturés :

Lorsque toutes les liaisons situées sur la chaîne carbonée sont simples, l'acide gras est saturé.

Exemple: C16:0



Figure7: Acide stéarique (**Dilmi-Bouras, 2004**).

❖ Acides gras insaturés :

De nombreux acides gras contiennent une ou plusieurs doubles liaisons isolées, ils sont insaturés (**Koolman et Röhn, 2004**).

Exemple: C18:1 Δ_9



Figure8: Acide oléique (**Cuvelier et al., 2004**)

Certains acides comportent une seule double liaison (ils sont dits monoinsaturés); d'autres en comptent 2, 3, 4, 5 ou même 6 (ce sont des acides gras polyinsaturés) (**Apfelbaum et al., 1999**).

L'existence au moins d'une double liaison permet de créer la notion d'isomérisation :

- **Isomérisation géométrique** : qui est définie par la position des chaînes carbonées par rapport aux doubles liaisons. L'isomère est **Cis** lorsque les deux parties de la chaîne carbonée, placée de part et d'autre de la double liaison, sont situées du même côté d'un plan. Et lorsqu'elles sont situées de part et d'autre de ce plan, l'isomère est **Trans**.
- **Isomérisation positionnelle** : c'est la position de la double liaison qui change sur la chaîne carbonée (**Dilmi-Bouras, 2004**).

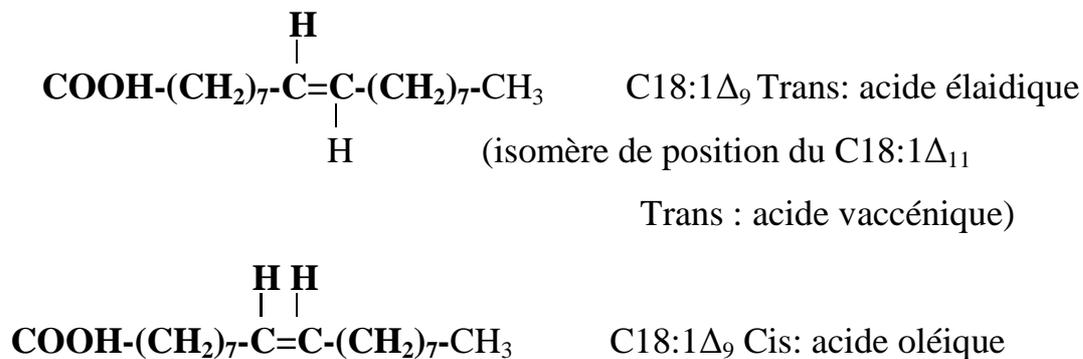


Figure9: Exemple d'isomères géométriques (**Morin, 2005**).

❖ Acides gras essentiels :

Les acides gras polyinsaturés tels que l'acide linoléique et l'acide linoléique, sont dit «essentiels» car l'Homme (comme tous les mammifères) est incapable de les synthétiser à partir des composés présents dans son alimentation, il est donc indispensable que ceux-ci soient présents dans la nourriture (**Gontier et al., 2004**).

I.2.4. Propriétés des acides gras :

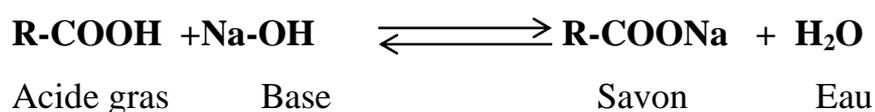
I.2.4.1. Propriétés physiques :

- a. **Densité** : les acides gras possèdent un grand nombre d'atomes légers : Hydrogène et Carbone. Les molécules sont volumineuses mais peu denses, de sorte que la masse volumique des acides gras est inférieure de celle de l'eau (**Frénot et Vierling, 2001**).

- b. Solubilité :** les acides gras à longue chaîne sont pratiquement insolubles dans l'eau. La solubilité de ces acides gras augmente avec la diminution du nombre de carbone. Ils sont solubles dans les solvants organiques tel que l'éther éthylique (**Belitz et al., 2004**).
- c. Point d'ébullition :** le point d'ébullition augmente avec la longueur de la chaîne, les doubles liaisons influencent peu (**Frénot et Vierling, 2001**).
- d. Point de fusion :** les acides gras insaturés sont liquides à la température ordinaire. Leur point de fusion est plus bas que celui des acides saturés correspondants et ceci d'autant plus qu'ils sont plus insaturés (**Trémolières et al., 1980**).
- e. Propriétés spectrales :** les acides gras sont incolores. Dans les milieux naturels, tels que les huiles, la couleur ambrée provient de constituants liposolubles comme les carotènes. Les acides gras à doubles liaisons n'ont pas de spectre U.V; mais par chauffage en milieu alcalin on peut les isomériser en doubles liaisons conjuguées qui absorbent entre 316 et 232nm (**Frénot et Vierling, 2001**).

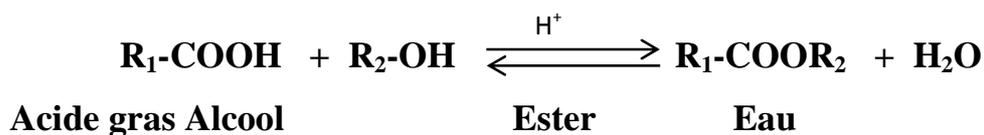
I.2.4.2. Propriétés chimiques :

- **Oxydation des doubles liaisons :** les liaisons éthyléniques des acides gras sont très fragiles et peuvent aussi fixer facilement de l'oxygène, soit par simple exposition à l'air soit au moyen du réactif, conduit à la formation des peroxydes par ouverture de la double liaison. L'action des oxydants produite en solution concentrée et prolongée pendant un temps suffisant peut provoquer la rupture des liaisons du peroxyde, puis les aldéhydes formés peuvent s'oxyder pour donner des acides, à chaîne plus courte que l'acide gras initial, qui ont un goût et une odeur désagréables; c'est le rancissement oxydatif (**Trémolières et al., 1980**).
- **Saponification :** l'action d'une base sur un acide gras conduit à la formation d'un savon.



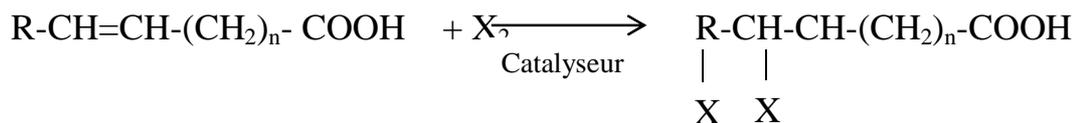
(Denise, 1992).

- **Estérification:** c'est la formation d'ester à partir d'acide carboxylique et d'alcool.



(Ucciani et Debal, 1992).

- **Halogénéation:** les halogènes (Chlore, Brome, Iode) se fixent bien sur les doubles liaisons éthyléniques.



(Frénot et Vierling, 2001).

I.3. Aspect nutritionnel des corps gras et santé :

Les graisses considérées souvent comme lipogéniques du fait de leur haute densité énergétique (1gramme de lipides produit 9 kilocalories), certains acides gras sont dits «essentiels» pour l'organisme et leur source sont les acides gras poly-insaturés ce qui impose, avec leur consommation, un apport simultané de la vitamine E (anti-oxydant), d'autres vitamines liposolubles sont aussi apportées avec ces graisses comme les vitamines A et D et l'apport d'acide docosahexaénoïque doit être particulièrement important chez les nourrissons (lors de la phase de développement cérébral)(Marouf et Tremblin, 2009).

Cependant, la consommation excessive des graisses, provoquent des troubles pour la santé humaine, tel que l'augmentation des risques d'hypertriglycéridémie et d'hyperglycémie du fait d'une hausse consommation d'hydrates de carbone, l'augmentation de la cholestérolémie et l'agrégation plaquettaire qui sont favorisées par l'apport d'acides myristique, palmitique et stéarique (acides gras athérogènes). Ainsi, la consommation élevée en acides gras saturés provoque des troubles cardio-vasculaires (rétrécissement des artères) (Marouf et Tremblin, 2009).

I.4. Rôle des graisses et des huiles en technologie alimentaire :

Les huiles sont considérées comme étant des agents de transfert de chaleur (friture), et aussi comme aide technologique (faciliter le démoulage des produits de la boulangerie).

Les lipides ont également un rôle barrière à l'humidité, en particulier les cires qui sont utilisées pour protéger certains produits alimentaires contre le dessèchement, c'est le cas par exemple des agrumes. D'autre part, les lipides sont également utilisés traditionnellement pour protéger diverses gammes de produits alimentaires contre la détérioration due aux microorganismes, comme ils peuvent jouer le rôle de transporteur de nombreux composés liposolubles (les anti-oxydants, les colorants et les vitamines).

En technologie alimentaire, les graisses sont considérées soit comme lipides de constitution (entrant dans la composition des aliments), soit comme lipides d'assaisonnement (**Feinberg et al., 1987; Graille, 2003; Jacotot et al., 2003**).

I.5. Fonctions biologiques des corps gras :

Les corps gras assurent plusieurs fonctions soit dans l'organisme animal ou végétal, tels que la fonction de réserve dans les tissus adipeux, la fonction structurale dans les membranes cellulaires et hormonales (le cas d'hormones stéroïdes jouant le rôle de messages cellulaires). D'autre part, ils assurent aussi la fonction de protection et de défense comme la prostaglandine, ainsi que la fonction de transport des lipoprotéines sériques et des vitamines liposolubles (**Guilloton et Quintard, 2003; Beaumont, 2005; Kessous, 2008**).

II.1. Définition:

Selon la norme *Codex alimentarius* (1989), la margarine est un aliment qui se présente sous la forme d'une émulsion solide ou liquide et malléable, principalement de type eau dans l'huile, produit essentiellement à partir de graisses et d'huiles comestibles d'origine non exclusivement laitière.

La margarine est un système poly-dispersé. De corps gras à l'état solide et à l'état liquide, d'eau et/ou de lait et d'ingrédients (**Faur, 1992**).

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile (W/O) qui comprend deux phases essentielles : Une phase grasse et une phase aqueuse et d'additifs ou produits auxiliaires. Du point de vue aspect et emploi, elle est très proche du beurre (**Dupin, 1992; Kone, 2001**).

II.2. Composition globale:

La composition des margarines varie beaucoup selon l'origine des graisses et l'usage auxquelles elles sont destinées. Des adjuvants hydrosolubles et liposolubles sont toutefois ajoutés (**Roger,1974; Alais et Linden,1997**).

En général, toutes les margarines ont une composition globale identique, comme celle du beurre la margarine contient (**Jacotot et Campillo, 2003**) :

- 82% à 84% de lipides ou matières grasses, appelé **phase grasse** ou le gras.
- 16% à 18% d'eau et/ou de lait, constituant la **phase aqueuse** ou le non gras.
- 2% d'additifs et auxiliaires de fabrication représentés par les ingrédients liposolubles et hydrosolubles qui permettent à la margarine de se rapprocher du beurre. Certains additifs sont obligatoires (émulsifiant...) alors que d'autres sont facultatifs (sucre...).

II.2.1. La phase grasse (phase continue) : C'est un mélange de graisse et d'huiles raffinées en l'état et/ou modifiée par fractionnement, hydrogénation ou interestérification. Elle représente la partie la plus importante de la margarine (80% à 82%) (**Karleskind, 1992; Kone Issa, 2003**). Cette phase est composée principalement (**Karleskind, 1992**) :

a)- Les graisses concrètes :

✓ Huile de palme :

Elle est caractérisée par une forte teneur en acides gras saturés (de 50 à 60%) et une teneur relativement faible en acides gras insaturés (de 30 à 40%) d'acide oléique, 7 à 14% d'acide linoléique. L'acide linoléique se trouve à l'état de trace (inférieur à 1%) (**Dupin, 1992**).

✓ Huile de Coprah et de palme :

Bien que d'origine différentes, l'une étant issue de la noix du cocotier et l'autre de l'amande du fruit du palmier à l'huile, elles se caractérisent toutes les deux par une forte teneur en acides gras saturés à chaînes courtes (C8, C10, C12) dépassent 50% et parfois même 60%, et à chaînes normales (C14, C16, C18) représentant 25 à 35% (**Dupin, 1992**).

b)- Les huiles fluides :

✓ **Huile de colza :**

On ne trouve plus désormais, en France, que de l'huile de colza sans, à très faible teneur en acide érucique (encore appelé colza 0) (**Dupin, 1992**).

c)- Les huiles riches en acides gras essentiels :

✓ **Huile de tournesol :**

Le tournesol est originaire d'Amérique, elle est l'une des huiles les mieux équilibrées en acides gras ; elle est particulièrement riche en acide linoléique environ 67% (**Alais, 2003**).

✓ **Huile de soja :**

Le soja est une plante qui s'adapte bien au climat chaud et tempéré, l'huile de soja est riche en acide linoléique (50 à 60%) et oléique (20 à 30%) ainsi qu'en tocophérols (100 à 170 mg pour 100g) (**Woerfel, 1990**).

✓ **Huile de maïs :**

L'huile de maïs est caractérisée, comme celle de tournesol, par sa teneur élevée en acides gras insaturés, surtout l'acide linoléique (50 à 60%), avec très peu de linoléique (1 à 2%) (**Dupin, 1992**).

II.2.2. La phase aqueuse (phase dispersée) : cette phase est constituée généralement d'eau et/ou de lait, exempte de goût et de métaux qui pourraient nuire à sa conservation. Cette eau doit être : pure, bactériologiquement saine et de bon goût (**Karleskind, 1992**). Cette phase constitue 16% à 18% de la composition de la margarine. On utilise le plus souvent l'eau osmosée qui doit être bactériologiquement saine pour assurer un produit fini de bonne qualité, et elle est nécessaire pour véhiculer les substances hydrosolubles (sel, sucre, amidon ...), aussi à un effet accélérateur sur la vitesse et la facilité de cristallisation, les gouttelettes paressant jouent le rôle de «point de cristallisation».

Notons que le lait est généralement additionné de ferments lactiques sélectionnés qui développent un arôme agréable (**Dupin, 1992**) voisin de celui du beurre (**Kone Issa, 2003; Lefrancq et Roudaut, 2005**).

II.2.3. Les ingrédients (additifs alimentaires):

Le terme «additif» désigne toute substance qui n'est pas un constituant normal des aliments et dont l'addition intentionnelle a un but qui peut être de type **(Scriben, 1988) :**

- **Technologique** : émulsifiants (lécithine, monoglycéride).
- **Conservation** : sel, acide citrique, acide sorbique et antioxydants.
- **Nutritionnel** : vitamines (vitamine A ou rétinol, vitamine D).
- **Législatif** : amidon.
- **Sensoriel** : colorants et arômes.

Ces ingrédients sont incorporés dans la margarine afin d'augmenter la durée de conservation d'une part et d'autre part, ils contribuent à l'amélioration de la qualité organoleptique et nutritionnelle de la margarine. Ces additifs sont répartis entre ces deux phases en fonction de leurs solubilités ou de leurs caractères dispersables **(Kone Issa, 2003; Dilmi-Bouras, 2004)**.

Il existe deux types d'ingrédients ou d'additifs **(Alais et Linden, 1997) :**

II.2.3.1. Les ingrédients liposolubles :

- **Les émulsifiants :**

Les émulsifiants sont utilisés dans l'industrie alimentaire, les agents émulsifiants sont des composés amphiphiles dont la structure chimique comporte à la fois des fonctions hydrophiles et hydrophobes (lipophiles). Ce qui leur confère la capacité de s'adsorber aux interfaces huile/eau et d'assurer ainsi la stabilité de l'émulsion **(Jeantet et al., 2006)**.

Les émulsifiants assurent une bonne dispersion de la phase aqueuse dans la phase grasse et de stabiliser l'émulsion par réduction de la tension interfaciale entre les deux milieux **(Roger, 1974)**. Deux sortes d'émulsifiants peuvent être ajoutées : la lecithine (E322) et les monoglycérides (E471) **(Platon, 2003)**.

Ces émulsions proviennent des huiles et graisses alimentaires soit par distillation soit par estérification. Ils peuvent être solides, liquides voire poudreux. Ils sont utilisés comme émulsifiants grâce à leur caractère amphiphile **(Lananne, 1992)**.

- **Les aromatisants :**

L'arôme le plus utilisé est le diacétyle. Ce dernier, obtenu par fermentation ou par synthèse, s'emploie à très faible dose (lorsque la phase aqueuse contient du lait, une partie de la saveur de la margarine provient de ce qui lui donne un goût semblable à celui du beurre) (Roger, 1974).

- **Les colorants :**

Ce sont les additifs les moins indispensables, on les utilise premièrement pour normaliser la couleur d'un aliment et secondairement pour leur aspect attractif, les colorants alimentaires améliorent l'apparence des aliments et les rendent plus acceptables (Vierling et Guy, 2004).

La couleur de la margarine, assez voisine de celle du beurre, est obtenue soit par addition d'huile de palme rouge, soit du β carotène (Karleskind, 1992; Moll et Moll, 1998).

- **Les conservateurs :**

Les produits microbiostatiques ou microbicides susceptibles d'être ajoutés aux aliments sont qualifiés de conservateurs alimentaires (Guiraud, 2003).

Dans le cas de la margarine, on additionne comme conservateurs l'acide sorbique qui est un acide gras insaturé avec six atomes de carbone. L'insaturation de cet acide carboxylique accroît son activité antimicrobienne, en inhibant les moisissures (action fongistatique) et possède une action inhibitrice sur la croissance d'*Escherichia coli* (Oteng- Gyang, 1984).

- **Les anti-oxygènes :**

Ce sont des substances qui prolongent la durée de conservation de la margarine en la protégeant des altérations provoquées par l'oxydation. Parmi ces produits : les tocophérols (vitamine E ; E306 – E 309), BHT (Butyle-Hydroxy-Toluène ; E 321), BHA (Butyle-Hydroxy-anisole ; E 320) (Dilmi- Bouras, 2004).

- **Les révélateurs :**

Le révélateur est un additif, son addition a pour but de distinguer la margarine du beurre, généralement on utilise 0,2% de l'amidon de riz ou de fécule de pomme de terre (Ducause, 2003).

Les révélateurs permettent d'éviter toutes les fraudes de vente de margarine à la place du beurre ; la quantité utilisée est de 0,01 à 0,2% (Lamballais, 1989).

- **Les vitamines :**

Les vitamines sont des composés qui à l'état de traces sont nécessaires au bon fonctionnement de l'organisme. Elles sont d'origines alimentaires indispensables à la santé sinon à la vie (**Louisot, 1980**). Elles sont classées en vitamines hydrosolubles et liposolubles (A, D, E et K); ces dernières étant présents dans les corps gras (**Chevallier, 2005**).

Le défaut principal de la margarine, comparé au beurre, réside dans sa teneur infime en vitamine A. Il est donc normal que les margarinières aient envisagé d'ajouter à leur produit des concentrés de cette vitamine pour améliorer ses qualités nutritives, aussi l'addition de la vitamine D à la margarine peut être utile (**Bailey, 1974**).

- **La vitamine E (tocophérols et tocotriénols) :** Les tocophérols et tocotriénols sont présente dans tous les lipides naturels (**Soullier et Farines, 1992**); ce sont des antioxydants les plus utilisés en agroalimentaire. Ils représentent généralement de 200 à 1200 mg/kg d'huile végétale non raffinée (**Saito et Ishihara, 1997**).
- **Vitamine A :** La vitamine A ou rétinol, qui est un alcool polyéthylénique conjugué provenant du clivage de β -carotène (provitamine A), se trouve surtout, sous forme de palmitate, dans les graisses animales (beurre, huile de foie de morue, suifs, saindoux...) (**Graille, 2003**).
- **Vitamine D :** Le groupe des vitamines D, antirachitiques, comprend deux substances naturelles abondantes dans l'insaponifiable des huiles de foie de poisson, la vitamine D₂ (ergocalciférol) et la vitamine D₃ (cholécalfiérol)(**Campbell et Anthony, 2002**). Leur addition a pour but de réduire les risques de carences en vitamines (**Soullier et Farines, 1992**).

II.2.3.2. Les ingrédients hydrosolubles :

- **Le sucre :**

Il est employé pour donner à la margarine son propre goût. L'addition du sucre est faite surtout dans le cas des margarines de feuilletage (**Karleskind, 1992**). Il est ajouté à raison de 0,2 à 0,3% pour permettre la coloration brune au chauffage (très appréciée)(**Karleskind, 1992 ; Kone Issa, 2003**).

- **Le sel : Chlorure de sodium (NaCl)**

Le chlorure de sodium est depuis longtemps un des principaux conservateurs. Le sel est ajouté en premier lieu pour améliorer le goût, car il est considéré comme un agent de sapidité; les teneurs peuvent varier de 0,1 à 1%. Le sel doit être de qualité alimentaire,

neutre ou faiblement alcalin avec absence de sel de magnésium qui accélère l'oxydation des graisses (**Karleskind, 1992**). En second lieu, il joue un rôle protecteur vis-à-vis des microorganismes (rôle bactériostatique). Il est additionné sous forme d'une saumure limpide (**Oteng-Gyang, 1984; Denise, 1992**).

- **Les correcteurs de pH :**

Les plus utilisées sont l'acide citrique, lactique et ses sels de sodium, potassium et de calcium, ils sont autorisés par la législation. L'acide citrique est un antioxydant synergiste puissant. Il contrôle le pH de la phase aqueuse; une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes (**Faur, 1992**).

II.3. Les différents types de margarines :

Les margarines peuvent être classées selon des critères tels que leur composition, point de fusion et leur usage en :

II.3.1. Margarines pour usage domestique : ce sont des margarines qui doivent posséder les propriétés suivantes :

- Se laisser étendre aisément en tartine.
- Avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre.
- Sont préparées le plus souvent à partir de triacylglycérols riches en acides gras insaturés (**Cheftel et**
-
- **Cheftel, 1977; Alais et al., 2008**).
- La teneur maximale en eau est de 16%, et elles apportent 740 kcal pour 100g. On peut distinguer les nombreuses variétés selon la teneur en acides gras polyinsaturés qui leur confère une dureté différente : moins de 10% (dures), 10 à 20% (semi-dures), 20 à 30% (molles), plus de 30% (extra-molles) (**Alais, 2003**).

II.3.2. Margarines diététiques ou spéciales (basses calories) :

Elles apparaissent sur le marché de quelques pays depuis quelques temps, notons qu'elles sont fabriquées sur mesure pour certains emplois particuliers : sportifs, régimes, amaigrissants et certaines catégories de malades.

Ce sont des margarines dont la matière grasse est moins importante (50%) ce qui permet d'apporter moins de calories (380 kcal/100g). elles sont facilement tartinables à la température du réfrigérateur et sont destinées principalement aux enfants, vieillards et certaines catégories des malades (**Alais et al., 2008**).

Enfin, sur le plan technologique, il convient de signaler que ses produits ont une image de santé car la quantité de lipides est réduite et donc la quantité de phase aqueuse est élevée (contenant 50% d'eau sont stabilisés grâce à l'emploi d'émulsifiant comme le phosphate disodique, gélatine... etc) (**Rajendre et Bulga, 1990**).

II.3.3. Margarines pour l'industrie alimentaire:

Elles sont, selon l'usage, soit stables à haute température (graissages pour la friture), soit présentant une bonne plasticité dans un large éventail de température (Biscuiterie et Pâtisserie) (**Alais et al., 2008**).

II.4. Les propriétés de la margarine :

Les propriétés de la margarine sont déterminées par le choix des matières grasses (composition et propriétés) et par les conditions de fabrication, les plus importantes sont (**Naudet, 1996**) :

II.4.1. Les propriétés physiques :

La margarine est caractérisée par sa texture buccale et tactile, ces deux caractères sont conditionnés par les paramètres suivants (**Roger, 1974**) :

- Son point de fusion qui n'est en fait que le changement d'état solide, il doit être de l'ordre de 34°C à 37°C pour la margarine de table puisque elle doit fondre dans la bouche, et de l'ordre de 39°C à 42°C pour la margarine de feuilletage puisqu'elle doit résister à la chaleur lors du travail mécanique qu'elle subit, et de l'ordre de 36°C à 38°C pour la margarine pâtissière puisqu'elle doit fondre dans la bouche elle aussi.
- Son état élastique, du fait que la margarine n'est pas tout à fait solide, ni tout à fait liquide, puisqu'on a une phase solide (partie concrète) baignant dans une phase liquide (partie fluide).

II.4.2. Les propriétés chimiques :

Les propriétés chimiques sont assez variables du fait qu'il y a plusieurs 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 (**Roger, 1974**) :

- La composition centésimale du produit.
- La composition en acides gras de la phase grasse et en particulier la teneur en acide gras essentiels.
- La nature et la teneur en divers éléments non glycéridiques de la phase grasse (stérol, vitamine).
- Les indices révèlent le degré de fraîcheur : acidité et indices de peroxyde.

II.4.3. Les propriétés nutritionnelles :

Les margarines sont des corps gras alimentaires. À ce titre, rien ne doit les différencier sur le plan nutritionnel des autres corps gras alimentaires. Elles sont avant tout une source d'énergie apportée sous un faible volume; on évalue à 9 Kcal ou 37 KJ l'apport énergétique d'un gramme de lipide (**Feinberg et al., 1987**).

Elles apportent également des acides gras essentiels (surtout linoléique), vitamines liposolubles (A, D, et E). La margarine est très digestible, car leur coefficient d'utilisation digestive est de l'ordre de 97% à 99% (**Petit, 1997**).

Certaines qualités de margarines apparues sur le marché ont des propriétés diététiques ou thérapeutiques particulières :

- Margarine riche en acide linoléique pour prévenir les maladies cardiovasculaires (**Siscovick et al., 2000**).
- Margarine à base de triglycérides à chaîne moyenne pour régime intervenant contre les troubles de la digestion (**Jacotot et Campillo, 2003**).
- Margarine à faible teneur en corps gras «hypocaloriques ou basse calories», pour régime amaigrissant (**Roger, 1974**).

II.4.4. Les propriétés sensorielles :

Il est indispensable que la margarine soit fraîche et parfumée, d'une part et appétissante et agréable au goût d'autre part. L'ensemble complexe de stimuler qui résulte de la dégustation d'une margarine est lié d'une part à la flaveur des constituants lipophiles (matières grasses), hydrophiles (lait, sucre, sel) et des aromatisants, et d'autre part à l'état physique de l'émulsion (**Roger, 1974**).

II.4.5. Les propriétés microbiologiques :

Comme tous les denrées alimentaires, les margarines risquent d'être contaminées par des microorganismes qui en se développant, provoquent une altération de sa qualité marchande, celle-ci se traduit par une modification de son apparence, sa texture, et sa saveur, une

altération de sa qualité hygiénique, met surtout en danger la santé du consommateur (**Faur, 1992**).

Généralement, la phase grasse n'est pas favorable pour le développement des bactéries. C'est surtout la phase aqueuse qui est beaucoup plus exposée à la contamination par les bactéries : *Escherichia coli*, germes aérobies, coliformes, levures et moisissures. Il peut arriver aussi que la margarine soit contaminée par des germes entéropathogènes ou entérotoxiques tels les salmonelles et les staphylocoques (**Roger, 1974**).

II.5. Les facteurs d'altérations de la margarine :

L'altération des corps gras est liée à leur structure chimique : ce sont des triesters qui peuvent s'hydrolyser en donnant des glycérides partiels et des acides gras.

Les chaînes grasses insaturées sont susceptibles de réagir avec l'oxygène de l'air pour donner des produits d'oxydation responsables du «rancissement» des corps gras (**Wolff, 1981**).

Les margarines risquent d'être altérées par différents facteurs, d'ordre physique, chimique ou bactériologiques :

II.5.1. Altérations physiques :

Pour une bonne consistance de la margarine, il est nécessaire que les structures cristallines ne subissent pas de changement, cependant il arrive que des cristaux, petits à l'origine grossissent graduellement à cause de la recristallisation qui a conséquence de la séparation de l'huile liquide de la margarine, ce qui porte atteinte au goût et aux propriétés rhéologiques du produit (**CACQE, 1998**).

II.5.2. Altérations chimiques :

▪ Oxydation :

Selon **ITERG (2005)**, l'oxydation d'un corps gras est un phénomène purement chimique mettant en jeu des réactions radicalaires, et qui ne nécessitent que la présence de l'oxygène atmosphérique. Les composés formés par attaque de l'oxygène sur les doubles liaisons des chaînes d'acides gras sont des hydroperoxydes, qui en une réaction en chaîne donnent à leur tour des molécules plus complexes qui évoluent jusqu'à des acides, aldéhydes, cétones et alcools à chaînes courtes volatils.

Cette réaction peut se produire même dans les aliments contenant moins de 1% de lipides. Elle est favorisée par la lumière, l'oxygène, la chaleur et les ions métalliques. Les principaux

substrats de l'oxydation sont des acides gras insaturés. Elles donnent naissance à de nombreux composés, les composés carbonylés qui favorisent le brunissement non enzymatique, les aldéhydes et cétones qui sont responsables de goût de rance qui limite la conservation. Elle peut avoir lieu également sous l'action des enzymes, tels que les lipoxydases (**Guilloton et Quintard, 2003**).

L'oxydation des lipides entraîne également des pertes d'activité vitaminique et de couleur, de même que l'oxydation des acides gras essentiels qui provoque une diminution de la valeur nutritive (**Guilloton et Quintard, 2003**).

Le développement du rancissement et d'autres mauvais goûts est la manifestation la plus connue de l'oxydation lipidique (**Love, 1996**).

On distingue dans l'oxydation des lipides trois types de réactions (**Alais, 2003**) :

- Les réactions d'initiation qui conduisent à la formation de radicaux libres ou de peroxydes lipidiques à partir d'acides gras insaturés (AGI).
- Les réactions de propagation qui constituent l'étape d'oxydation des lipides insaturés par l'oxygène gazeux. Elles se caractérisent par une accumulation de peroxydes purs.
- Les réactions de terminaison au cours desquelles les radicaux libres s'associent pour donner des composés non radicalaires très divers.

Parmi les mécanismes d'oxydation des lipides, il y a :

1) L'auto-oxydation :

L'auto-oxydation est le processus principal du rancissement de la matière grasse(huiles, graisses, produits mixtes gras, céréales...) (**Eymard, 2003**).

Les acides gras insaturés (AGI), libres ou combinés sous forme de triglycérides ou de phospholipides réagissent avec l'oxygène pour former, dans un premier temps, des hydroperoxydes, qui génèrent par dégradation de petites molécules telles que les hydrocarbures, les aldéhydes, les acides et les cétones (**Gaillaud, 1991**).

• Les produits formés lors de l'auto-oxydation :

En premier lieu, il convient de citer les aldéhydes et cétones de faible masse moléculaire qui sont responsables de l'odeur de rance; c'est la première altération qui se manifeste d'autant

que certains d'entre eux (hexanal, 2-décenal...) sont perçus à des concentrations très faibles (**Frankel, 1985**).

- Des acides gras oxydés.
- Des dérivés de furanne, des hydrocarbures aliphatiques et des acides carboxyliques à courtes chaînes (**Eymard, 2003**).

2) Oxydation enzymatique :

Les lipoxygénases (lipoxydases) sont très répandues dans le règne animal et végétal. De façon générale, les lipoxygénases exigent des acides gras libres comme substrat, les lipoxygénases sont actives à des températures basses, par exemple, pendant le stockage en congélation et peuvent limiter sérieusement la durée de conservation de produits surgelés (**Padley, 1994**). Les lipoxygénases sont actives même à des concentrations très basses d'humidité (**Gardner et Grove, 1998**).

Notons que les facteurs influençant l'oxydation des lipides sont (**Jeantet et al., 2006**) :

- ✚ **Teneur en oxygène.**
- ✚ **Les radiations lumineuses.**
- ✚ **Catalyseurs enzymatiques.**
- ✚ **Influence des métaux lourds :** la décomposition des lipides peut être significativement accélérée par la présence de métaux tels que le fer, le cuivre, le manganèse ou le cobalt (**Shahidi et Hong, 1991**).
- ✚ **Activité de l'eau :** l'activité thermodynamique de l'eau (a_w) et son état physique ont une influence très importante sur la stabilité oxydative d'un aliment (**Nelson et Labuza, 1992**).
- ✚ **pH :** le pH intervient sur le mécanisme d'oxydation des lipides, principalement en modifiant la solubilité et l'activité des catalyseurs et des inhibiteurs de l'oxydation (**Jeantet et al., 2006**).
- ✚ **Température :** l'effet de la température sur l'oxydation des lipides est complexe et dépend de la concentration en oxygène dans le milieu (**Jeantet et al., 2006**).

- **Hydrolyse :**

Chimiquement, les graisses sont des esters et sont donc susceptibles de s'hydrolyser. Ce rancissement «savonneux» peut se développer dans des produits contenant une lipase active et suffisamment d'humidité, le goût de savon est le résultat de la libération des acides gras à courte chaîne suite à l'hydrolyse (ou lipolyse) des corps gras (**Gavrilovic et al., 1996**).

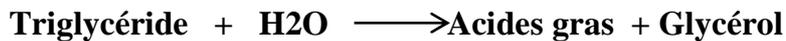


Figure 10 :R\u00e9action d'hydrolyse (**Gavrilovic et al., 1996**).

II.5.3. Alt\u00e9ration microbiologique :

Les microorganismes qui proviennent g\u00e9n\u00e9ralement de la phase aqueuse de la margarine, de l'air, de l'appareillage de fabrication ou du conditionnement peuvent provoquer une alt\u00e9ration de la qualit\u00e9 organoleptique telle que, la saveur, l'apparence et la texture (**Roger, 1974**).

Selon le **CACQE (1998)**, la margarine peut faire l'objet d'une \u00e9ventuelle alt\u00e9ration microbiologique, les microorganismes les plus rencontr\u00e9s sont : les germes a\u00e9robies, les coliformes, les levures et moisissures. Il est \u00e0 noter que les param\u00e8tres favorisant cette alt\u00e9ration microbiologique sont, la taille de gouttelettes d'eau, le pH de la phase aqueuse, l'agent de conservation, la temp\u00e9rature et la concentration en sels.

II.6. Le contr\u00f4le de qualit\u00e9 de la margarine :

Les analyses de contr\u00f4le de qualit\u00e9 s'effectuent tout au long du processus de fabrication de la margarine : mati\u00e8res premi\u00e8res, produits en cours de fabrication et les produits finis.

II.6.1. Contr\u00f4le des mati\u00e8res premi\u00e8res (huiles et graisses):

Les param\u00e8tres \u00e9tudi\u00e9s sont organoleptiques et physico-chimiques tels que : l'aspect g\u00e9n\u00e9ral, l'odeur et le go\u00fbt, la couleur, l'indice de r\u00e9fraction, la teneur en humidit\u00e9 (la quantit\u00e9 d'eau libre existante dans l'huile), l'indice d'iode qui permet de v\u00e9rifier la composition du produit et l'indice de peroxyde qui indique le degr\u00e9 d'oxydation des huiles (**Kone Issa, 2003**).

II.6.2. Contr\u00f4le en cours de production :

C'est le contr\u00f4le des deux phases qui constituent l'\u00e9mulsion, il concerne l'\u00e9tude de ces param\u00e8tres : la teneur en solide, la couleur du m\u00e9lange, l'indice de peroxyde ainsi que l'analyse microbiologique, pour v\u00e9rifier la conformit\u00e9 des param\u00e8tres de production (Temp\u00e9rature des phases, pression, vitesse,...). Un contr\u00f4le de qualit\u00e9 organoleptique est \u00e9galement r\u00e9alis\u00e9 (**Karleskind, 1992**).

II.6.3. Contr\u00f4le des produits finis : parmi les m\u00e9thodes d'analyses effectu\u00e9es :

- **Dosage de la teneur en eau :** la mesure en continu du pourcentage d'eau dans la margarine est essentielle, on la d\u00e9termine suivant la m\u00e9thode classique par perte de poids

du produit, après chauffage à une température donnée durant un temps défini (**Karleskind, 1992**).

- **Dosage du sel** : la teneur en sel varie suivant l'utilisation de la margarine. Le dosage se fait par argentimétrie sur la phase aqueuse séparée par chauffage et centrifugation (décantation) du produit fini (**Karleskind, 1992**).
- **Mesure du pH** : on le mesure en continu sur la phase aqueuse.
- **Mesure de la dureté** : la dureté exprimée en g/cm^2 est mesurée à l'aide d'un pénétromètre à cône ou à aiguille. On la mesure souvent à la sortie de l'appareillage puis après 48 heures et 5 jours de stockage (**Karleskind, 1992**).

II.7. Technologie de fabrication de la margarine :

La fabrication de la margarine comprend les étapes illustrées dans l'annexe 1:

II.7.1.Réception et stockage de la matière première:

Les huiles importées essentiellement du nord d'Europe (la Norvège) ou de Malaisie sont hydrogénées et raffinées puis stockées dans des bacs.

II.7.2. Raffinage des huiles et traitement de modification utilisés pour la fabrication de la margarine :

Les huiles importées telles l'huile de soja et l'huile de palme subissent un raffinage.

II.7.2.1.Raffinage des huiles :

a) Définition du raffinage :

Le raffinage des corps gras est une technologie récente qui n'a été progressivement mise en œuvre que depuis un siècle. Depuis les origines, les Hommes ont donc utilisés les corps gras dans l'état où ils se trouvaient après leurs extractions à partir des matières végétales oléagineuses (fruits, noyaux, graines et fèves) ainsi que des tissus adipeux des animaux terrestres ou marins (**Karleskind, 1992**).

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires. Il comprend une série d'opérations ayant pour but

d'éliminer les composés mineurs indésirables, responsables des goûts et des odeurs spécifiques des huiles brutes et de leur mauvaise conservation (**Uzzan, 1984**).

b) Les étapes du raffinage :

b1) Démucilagination (dégommage) :

Cette opération a pour but d'éliminer les cires et mucilages pour éviter des dépôts ultérieurs dans les bouteilles et la formation de mousse à la friture. La démucilagination est effectuée par lavage de l'huile avec de l'eau légèrement acidulée ou additionnée de phosphate; les mucilages sont récupérés sous forme de pâtes de démucilagination (**Uzzan, 1984**).

b2) Neutralisation alcaline :

Cette étape permet essentiellement d'éliminer les acides gras libres par transformation en savons et séparation, ainsi que divers composés résiduels (phospholipides, composés de nature protéique...etc).

Le procédé traditionnel comprend les phases suivantes :

- ❖ Addition d'une solution de soude.
- ❖ Mélange.
- ❖ Séparation par centrifugation.
- ❖ Lavage à l'eau.
- ❖ Séparation puis séchage sous vide.

La soude est la base la plus employée en raison de son bas prix; d'autres bases autorisées par la réglementation telle la potasse, l'ammoniac et la chaux ne sont pas employées en pratique (**Multon, 2002**).

b3) Lavage et séchage :

Le lavage :

Le lavage d'huile neutralisée a pour but d'éliminer les substances alcalines (savons formés et soude en excès) présentes dans l'huile ainsi que les dernières traces de métaux, de phospholipides et d'autres impuretés (**Denise, 1992**).

Le lavage est plus efficace lorsqu'il est effectué en deux stades selon **Denise (1992)**:

 **Premier lavage :**

Consiste à ajouter 3 à 7% d'eau, en passant dans un mélangeur rapide qui assure une bonne dispersion de l'eau dans l'huile (sans créer d'émulsion) qui va rendre la séparation difficile. Le mélange est ensuite séparé par centrifugation.

Deuxième lavage :

L'eau du deuxième lavage sert à éliminer les dernières traces de savons qui n'ont pas été éliminés lors du premier lavage.

Le séchage :

Cette opération vise à éliminer l'humidité (qui peut provoquer un colmatage rapide des filtres surtout en présence de savons) présente dans l'huile lavée avant la décoloration.

L'huile neutralisée sortant du lavage est séchée par pulvérisation sous vide à environ 90°C; la vapeur aspirée par le vide passe par un séparateur de gouttelettes pour récupérer les acides gras à faible poids moléculaire (**Denise, 1992**).

b4) Décoloration :

Le but principal de cette opération est d'éliminer les pigments colorés dans l'huile; la décoloration fait intervenir un agent d'adsorption (terres décolorantes avec ou sans charbon actif). Cet agent ne joue pas uniquement un rôle décolorant par fixation des pigments colorés, mais présente également un effet «nettoyant» par adsorption de divers composés indésirables présents dans l'huile; il est ensuite nécessaire de séparer l'huile décolorée de la terre décolorante contenant les pigments(**Cossut et al., 2002**).

b5) Décirage :

Cette opération de purification complémentaire a pour but d'éliminer les cires naturelles présentes dans l'huile de tournesol, solubles à 40°C mais très peu solubles à température ambiante. La présence de ces cires se traduit par des défauts d'aspect divers (troubles, dépôts, flocon), qui nuisent à la présentation du produit.

Un refroidissement de l'huile aux environs de 5°C est nécessaire pour assurer la cristallisation complète des cires qui seront séparées de l'huile par centrifugation et filtration (**Cossut et al., 2002**).

II.7.2.2. Traitements de modification utilisés pour la fabrication de la margarine :

Indépendamment des opérations de raffinage qui ne modifient en rien la composition globale, la structure glycérique et les propriétés physiques et chimiques, la législation autorise trois traitements qui au contraire modifient la composition globale, la structure glycérique et les propriétés des corps gras (**Tremoliere et al., 1984; Alais et Linden, 1997**). Ces prétraitements (l'hydrogénation, l'interstérification et le fractionnement) permettent d'apporter des propriétés spécifiques aux matières grasses et favorisent leur interchangeabilité dans des applications alimentaires et industrielles (**Alais et al., 2004**).

a) Hydrogénation :

Les corps gras contenant des lipides formés d'acides gras insaturés peuvent être hydrogénés par fixation d'hydrogène soit sur une partie ou sur toutes les doubles liaisons des acides gras insaturés, ce qui augmente leur degré de saturation et élève le point de fusion; d'autre part, le produit rancit moins puisqu'il ne peut plus se former d'aldéhydes (**Belitz et al., 2004**).

Du point de vue pratique, l'hydrogénation est effectuée d'une façon générale en discontinu dans des hydrogénateurs en faisant passer de l'hydrogène sous forme de gaz insoluble très pur en présence de catalyseur (sel de cuivre ou de nickel) sur le corps gras porté entre 150°C et 200°C à pression donnée (**Alais et Linden, 1997**).

Cette opération peut être contrôlée et suivie soit par l'abaissement de l'indice d'iode, soit par l'augmentation du point de fusion jusqu'à atteindre la valeur désirée.

L'huile hydrogénée est alors filtrée pour éliminer le catalyseur, lavée, à nouveau décolorée et enfin désodorisée (**Alais et Linden, 1997**).

La température, la pression, la vitesse d'injection de l'hydrogène, la nature et la concentration du catalyseur varient selon le type d'hydrogénation car il en existe deux :

a1) L'hydrogénation partielle ou sélective :

Ce type d'hydrogénation a pour but de saturer seulement une partie des doubles liaisons des acides gras polyinsaturés, et ainsi réduire leur teneur, donc à augmenter la stabilité de l'huile ou de la graisse. Elle s'applique aux huiles particulièrement sensibles à l'oxydation et à la chaleur et contenant un pourcentage élevé en acides linoléiques comme l'huile de Colza et de soja (**Woerfel, 1990**).

a2) L'hydrogénation non sélective :

Elle a pour but la préparation des matières grasses solides pour la fabrication par exemple de la margarine. Ce type de réaction favorise également la formation d'isomères notamment *trans* ce qui contribue à augmenter encore le point de fusion (**Tremoliere et al., 1984; Alais et Linden, 1997**).

b- L'interstérification :

L'interstérification est un processus catalytique, elle peut être aléatoire ou dirigée. Dans ce processus, les triglycérides d'une seule ou plusieurs matières grasses de départ sont réarrangés, produisant une nouvelle graisse. Les propriétés physico-chimiques du mélange de triglycérides peuvent être changées et dirigées dans le sens souhaité (**O'Brien, 1998**).

Du point de vue technologique l'opération est simple à mettre en œuvre : elle consiste simplement à chauffer le corps gras (ou le mélange de corps gras) à une température moyenne de l'ordre de 70°C à 100°C, ajouter un catalyseur comme par exemple du sodium métallique ou plus simple encore des savons puis suivre la réaction par la modification du point de fusion ou de l'intervalle de plasticité. Une fois la réaction terminée il faut éliminer le catalyseur et raffiner le corps gras interstérifié. Cette réaction est très intéressante parce qu'elle est très douce car les acides gras ne sont ni modifiés ni isomérisés (**Roger, 1974; Tremoliere et al., 1984; Alais et Linden, 1997**).

c) Le fractionnement :

Le fractionnement est une opération qui sépare une graisse en une fraction liquide (huile) et une fraction solide à point de fusion plus élevé que la matière de départ.

Ce traitement s'applique donc soit aux graisses animales, soit le plus souvent à des huiles concrètes comme l'huile de palme.

Cette opération permet d'éliminer les constituants à haut point de fusion, qui, à l'état de traces ou de faibles pourcentages, peuvent altérer les propriétés organoleptiques; c'est le cas du fractionnement de l'huile de tournesol qui permet l'élimination des cires à point de fusion élevée (**Tremoliere et al., 1984; Alais et Linden, 1997**).

II.7.3. Préparation des phases :

La préparation de la phase aqueuse et de la phase grasse varie selon le type de margarine à produire.

II.7.3.1. Le blend :

Afin de surveiller l'opération d'hydrogénation, des tests sur le point de fusion des huiles entrant dans la recette de fabrication de la margarine sont effectués au niveau de laboratoire de physicochimie. Les huiles hydrogénées et raffinées sont ensuite convoyées moyennant deux pompes (une pour les huiles hydrogénées et l'autre pour les huiles raffinées) vers des bacs de stockage.

Le mélange de ces huiles hydrogénées et raffinées dit «blend» est pompé de la chambre de stockage des bacs vers des bacs alimentant chacun les lignes de production.

II.7.3.2. Préparation de la phase grasse :

La phase grasse est constituée de corps gras dont les proportions définies selon la recette ainsi que des auxiliaires de fabrication, solubles dans les huiles végétales tels que l'émulsifiant, les vitamines, les arômes et le colorant. La préparation proprement dite de la phase grasse consiste à dissoudre les additifs au mélange de corps gras raffiné et chauffé à environ 50-55°C pour quelques minutes. Le liquide limpide ainsi obtenu constitue la phase grasse complète (O'brien, 2008).

II.7.3.3. Préparation de la phase aqueuse :

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

II.7.3.4. Préparation de l'émulsion : elle consiste en un mélange des deux phases grasse et aqueuse qui se fait en deux étapes :

- **Mélange (pré-émulsion) :** pendant cette étape, la phase grasse complète chauffée (50-55°C), et la phase aqueuse (sans la solution de sel) sont additionnées et remuées continuellement pendant 3 à 4 minutes (Norton et al., 1999).
- **Émulsion :** c'est la réalisation d'un mélange homogène à partir de ces deux phases non miscibles, réduisant la taille des gouttelettes de l'émulsion sous l'action des émulsifiants (Norton et al., 1999).

II.7.4. Le dosage :

Le blend, la phase grasse et la phase aqueuse circulent à travers trois pompes doseuses qui permettent l'alimentation en proportion convenable et adéquate de chaque phase : 80% minimum pour le blend, 2% pour la phase grasse et 14 à 16% pour la phase aqueuse (Vierling, 2008).

II.7.5. Emulsification :

Elle consiste à mélanger la phase grasse avec la phase aqueuse. Une emulsification bien établie, garantit une bonne homogénéisation de la margarine. Elle est effectuée en présence d'un agitateur bien approprié correspondant au type de margarine à préparer. C'est grâce à une agitation provoquée par des jeux de pelles qu'on provoque l'émulsification : la finesse de l'émulsion obtenue et sa stabilité sont des critères importants de la réussite de cette opération (Vierling, 2008).

II.7.6. Pasteurisation :

Elle consiste en un chauffage de l'émulsion à une température de 80-85°C pendant 3 à 4 secondes et par une pression de vapeur de 5 bars. Cette opération a pour but de diminuer le développement microbien et éliminer ainsi toutes les formes végétatives et pathogènes susceptibles d'être présentes (Vierling, 2008).

II.7.7. Refroidissement et cristallisation:

L'émulsion sortant du pasteurisateur avec une température de 45°C est pompée à haute pression vers le cristallisateur où l'émulsion va subir un refroidissement et une cristallisation s'effectuant dans un système tubulaire à double paroi dans laquelle circule une substance d'ammoniac (NH_4). La stabilité finale du produit est obtenue par cristallisation de la phase grasse au sein de l'émulsion. Cela consiste à déposer l'émulsion sur un tambour refroidi à 0°C qui provoque la cristallisation immédiate (Vierling, 2008).

II.7.8. Malaxage :

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

II.7.9. Emballage et Conditionnement :

Ces deux étapes sont pour but de conserver les propriétés essentielles de la margarine en particulier : le goût, la fraîcheur et la couleur qui ne doivent évoluer que très lentement au cours de la durée de conservation du produit. La stabilité des corps gras dépend en partie de leur conditionnement. L'atelier margarinerie dispose d'empaqueteuses pour le conditionnement de la margarine. Selon le type de margarine, le conditionnement s'effectue par des machines produisant des pains de formes et de poids précis (250 et 500g).

L'emballage utilisé peut être soit :

- **Du papier sulfurisé :** Utilisé pour le conditionnement de la margarine de feuilletage qui a un point de fusion de 44°C, utilisé pour les courtes durées de conservation.
- **Une feuille d'aluminium.**
- **Le complexe sulfurisé aluminium :** utilisé pour le conditionnement de la margarine de table de 250g et 500g.

Selon la structure de la margarine, le conditionnement peut se faire soit en pots (consistance molle) ou en plaquettes (consistance dure); actuellement la commercialisation des pots en plastiques sont beaucoup plus pratique et nettement plus attrayante (**Tremoliere et Dupain, 1984**).

II.7.10. Stockage :

C'est la dernière étape du processus de fabrication de la margarine. La margarine conditionnée est stockée quelques heures en salle de conditionnement, à la température de 10 à 13°C (pour éviter une cristallisation brusque), ensuite les produits finis jugés conformes sont stockés en chambre froide entre 5 et 7°C (**Tremoliere et Dupain, 1984**).

Cette étude réalisée aux laboratoires de physicochimie et de microbiologie de la margarinerie au sein de l'unité «*ceVital*» de Béjaia (**Annexe4**), du mois d'*avril* au mois de *mai 2012*, a porté sur les analyses organoleptiques, physicochimiques et microbiologiques de la margarine. L'ensemble de ces analyses a été également réalisé sur les matières premières (eau, lait, huiles raffinées et hydrogénées), le produit en cours de production (blend, émulsion) et le produit fini (margarine).

I. Matériels:

I.1. Matériel biologique : Le matériel biologique étudié est constitué de l'eau, des huiles raffinées et hydrogénées, du lait, du blend, d'émulsion et de la margarine. Les analyses effectuées diffèrent d'un matériel à un autre selon l'étape de fabrication.

I.2. Verrerie et autres : La verrerie employée est la même utilisée pour les analyses physicochimiques et microbiologiques des autres produits alimentaires. Elle est citée dans **l'annexe 5**.

I.3. Appareillage : L'appareillage utilisé pour les différentes analyses effectuées aux laboratoires de physicochimie et de microbiologie est un appareillage simple (**Annexe6**).

I.4. Réactifs et solutions : Les réactifs et les solutions sont soit préparés préalablement ou au moment de la réalisation de l'analyse (**Annexe7**).

II. Méthodes d'analyses:

II.1. Échantillonnage :

Les prélèvements des échantillons des matières premières, du blend, de l'émulsion, ou de margarine se font au hasard et directement à partir de la chaîne de production.

Conservation des échantillons :

La conservation des échantillons prélevés directement de la chaîne de production doivent être maintenus à basse température (+5°C jusqu'à +7°C).

Le transport des échantillons prélevés au laboratoire pour effectuer les analyses physicochimiques et microbiologiques et même l'aspect commercial de l'emballage peut avoir lieu à température ambiante (20- 22°C). Le contrôle microbiologique de la margarine doit intervenir dans les 24 heures qui suivent l'échantillonnage.

II.2.Prise d'essai : avant d'effectuer le prélèvement sur l'échantillon de laboratoire, il est nécessaire de bien homogénéiser ce dernier.

Le prélèvement des échantillons pris de la chaîne de production est effectué durant chaque chaîne de fabrication tous les deux heures pour le produit fini (margarine). Un prélèvement est effectué par jour pour l'eau osmosée et le lait, un seul échantillon pour les huiles raffinées et hydrogénées pour les analyses physico-chimiques. Et enfin cinq échantillons qui correspondent à un seul prélèvement par jour pour la margarine est effectués pour des analyses microbiologiques.

II.3.Analyses physico-chimiques :

L'analyse des caractéristiques physico-chimiques présente un rôle très important dans le contrôle de qualité de la margarine, d'où la nécessité qu'elles soient exercées à la fois au cours de la fabrication et sur le produit fini.

Au niveau du laboratoire de physico-chimie, il y a l'application du système de quart, et durant chaque quart, un bulletin d'analyses physico-chimiques effectuées sur des échantillons, représentatifs, prélevés pendant et enfin de production doit être rempli.

II.3.1. Analyses physiques :

a) Traces d'impuretés:

L'huile est mise dans des flacons, et présentées au personnel de laboratoire pour donner leur avis sur la présence, ou l'absence de trace d'impuretés, l'appréciation se fait par voie visuelle (œil nu).

b) Détermination du point de fusion:

Le point de fusion est déterminé selon la méthode **ISO 6321 (2002)**.

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

Principe : il est basé sur le passage de la matière grasse de l'état solide à l'état liquide sous l'effet de la chaleur, à une certaine température.

Mode opératoire :

- Fondre une quantité de margarine, après filtration remplir deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 cm, les refroidir au congélateur pendant 20 à 30 minutes.

- Fixer les deux capillaires à une pince en bois.
- La pince est suspendue sur les côtés du bécher qui est rempli de l'eau et les deux capillaires sont immergés dans l'eau, ensuite le milieu est chauffé lentement (0,5° C/min) à l'aide d'une plaque chauffante- agitatrice.
- Observer attentivement et noter la température à laquelle les colonnes d'huiles commencent à remonter dans les tubes.

Expression des résultats : la valeur moyenne des températures des deux tubes est considérée comme le point de fusion de l'échantillon exprimé en degré Celsius (°C).

c) Détermination du taux d'humidité :

Définition : la teneur en eau et en matières volatiles est la perte de masse (exprimée en pourcentage) subie par le produit après chauffage à 103± 2°C. Cette perte d'eau influence automatiquement sur le poids de l'échantillon.

Principe : basé sur la détermination du poids d'une prise d'essai avant et après séchage soit par méthode standard à l'étuve à une température de 103° C pendant 2 heures ou bien avec la méthode rapide.

Mode opératoire:

- Peser d'abord le bécher vide et noté son poids, après prendre 2 à 3 g du produit et l'introduire dans le bécher.
- Chauffer l'ensemble sur une plaque chauffante en agitant constamment le bécher pour éviter les éclaboussures jusqu'à l'enlèvement de toute l'eau qui existe dans l'échantillon (cessation de dégagement de bulles d'air)
- Laisser refroidir le bécher dans un dessiccateur pendant 10 à 15mn jusqu'à température ambiante.
- Peser le bécher contenant le produit chauffée et refroidie et noter son poids.

Expression des résultats : le taux d'humidité est obtenu en appliquant la formule suivante :

$$\text{Humidité (\%)} = \frac{(m_0+m_1)-m_2 \cdot 100}{m_0}$$

Tels que :

m₀ : Le poids du bécher vide en gramme.

m1 : masse de la prise d'essai en gramme.

m2 : masse du bécher contenant le produit après chauffage et refroidissement en gramme.

Le taux de l'humidité de la margarine est déterminé en suivant la norme d'essai **ISO 662 (1998)**.

d) pH de la phase aqueuse:

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

Mode opératoire :

- Prendre un échantillon à partir du bac contenant la phase aqueuse
- Faire activer le pH-mètre et l'introduire dans le bécher contenant la phase aqueuse.
- Lire et noter le pH de la phase aqueuse sur l'écran du pH-mètre.

Expression des résultats : la lecture se fait directement sur le pH- mètre.

Cette mesure de pH a été réalisée selon la norme d'entreprise (**NE.1.2.429/89**).

II.3.2. Analyses chimiques:

a) Détermination de l'acidité:

La détermination de l'acidité a été effectuée selon la méthode d'essai **ISO 660 (1996)**.

Définition : c'est le pourcentage d'acides gras libres, exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras, en acides oléiques de poids moléculaire (282g/mol), ou en acide palmitique (256g/mol).

Principe : c'est le titrage des acides gras libres présents dans le corps gras par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) à chaud en présence de phénolphaléine. La réaction de saponification est illustrée dans l'**annexe 2 (a)**.

Mode opératoire :

Prendre (10±0,1) g de matière grasse dans un erlenmeyer additionnée à 75 ml d'alcool neutralisé (alcool + NaOH+ Phénolphtaléine), puis porter au plaque chauffante; et titrer avec NaOH à 0,01 N jusqu'à l'apparition de couleur rose qui persiste pendant 10 secondes et qui indique fin de réaction.

Un essai à blanc est effectué en titrant 75 ml d'éthanol avec une solution de NaOH à 0,01N.

Expression des résultats : l'acidité est donnée en pourcentage par la relation suivante :

$$\text{Acidité (\%)} = \frac{N \cdot V \cdot M}{10 \cdot P}$$

N : Normalité de la solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0,01 N).

V : Volume de la solution de NaOH nécessaire pour le titrage (en millilitre).

M : La masse molaire de l'acide oléique(282 g/mole) ou de l'acide gras dominant dans l'échantillon en g/mole.

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

b) Détermination de l'indice de peroxyde :

Définition :L'indice de peroxyde est la quantité de produit présent dans l'échantillon exprimée en milliéquivalents gramme d'oxygène actif par 1000g de corps gras, oxydant l'iodure de potassium (KI) dans les conditions opératoires décrites.

Principe :Traitement d'une prise d'essai, en solution dans de l'acide acétique et du chloroforme par une solution d'iodure de potassium (KI). Détermination du degré d'oxydation du corps gras en titrant l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium (Na₂S₂O₃)en présence d'amidon comme indicateur coloré.

En présence de l'oxygène de l'air, les acides gras insaturés contenus dans les corps gras s'oxydent pour donner des peroxydes.

La présence d' I₂ est confirmée quand on ajoute l'empois d'amidon et l'apparition de la coloration bleue, ce qui implique la présence de peroxyde.

L'ensemble des réactions chimiques qui se produisent lors de l'oxydation est résumé dans **l'annexe 2 (b).**

Mode opératoire :

- ✓ Dans une fiole conique à bouchon rodé, introduisez 2 à 3g de margarine.
- ✓ Chauffer pendant quelques secondes.
- ✓ Ajouter 25ml d'un mélange d'acide acétique (15ml) et de chloroforme (10ml).
- ✓ Ajouter 1ml de la solution d'iodure de potassium (KI).
- ✓ Fermer la fiole et laisser à l'obscurité pendant 3 à 5 minutes.
- ✓ Ajouter 75 ml d'eau distillée pour arrêter la réaction.
- ✓ Ajouter quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré.
- ✓ S'il y a une coloration bleue, cela montre que l'iode est présent et implique la présence de peroxyde, ce qui nécessite un dosage avec la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, noter le volume nécessaire pour ce titrage (passage de la couleur du bleu au transparent).
- ✓ Si la solution reste transparente après avoir ajouté l'empois d'amidon cela signifie l'absence de peroxyde et donc l'indice de peroxyde est égal à zéro.
- ✓ Réaliser un essai à blanc (sans l'échantillon) en suivant les mêmes étapes dans les mêmes conditions.

Expression des résultats : les résultats sont exprimés selon la formule suivante :

$$IP = meq \frac{O_2}{Kg \text{ corps gras}} = \frac{N (V_1 - V_0) \times 1000}{PE}$$

IP : Indice de peroxyde (En méq O₂/kg corps gras).

V₀ : Volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour l'essai à blanc (en millilitre).

V₁ : Volume de thiosulfate de sodium nécessaire pour la détermination (en millilitre).

N : Normalité de la solution de thiosulfate de sodium utilisée (0,01N).

PE : Masse en gramme de la prise d'essai.

L'indice de peroxyde a été déterminé selon la méthode d'essai **ISO 3960 (2007)**.

Remarque :

V₀ = 0, parallèlement à la détermination, on effectue un essai à blanc (même mode opératoire mais sans matière grasse). Le résultat ne doit pas dépasser 0,1 ml de la solution de thiosulfate de sodium à 0,01N, sinon il faut remplacer les réactifs impurs.

c) Détermination du taux de sel (teneur en sel):

La teneur de la margarine en sel (NaCl) a été déterminée selon la norme de l'entreprise **NE.1.2.429/ 89**.

Définition : Le sel est une substance cristallisée, friable, soluble dans l'eau composée pour l'essentiel de chlorure (NaCl) de sodium ajoutée dans la margarine pour avoir le bon goût. Le taux de sel est la quantité centésimale de sel présent dans l'échantillon de margarine, sous forme de chlorure de sodium (NaCl).

Principe : titrage de chlorure de sodium avec une solution de nitrates d'argent (AgNO_3) en présence d'un indicateur coloré qui est le chromate de potassium.

Mode opératoire :

- Peser ($5 \pm 0,2$)g de l'échantillon de margarine dans un erlenmeyer,
- Chauffer 100ml d'eau distillée dans un bécher sur une plaque chauffante jusqu'à l'ébullition,
- Verser cette eau à l'intérieur du ballon jusqu'à ce que notre margarine soit fondue,
- Après refroidissement de notre échantillon, l'ajout de chromate de potassium donne une couleur jaune,
- Titrer avec la solution de AgNO_3 (0,1N) jusqu'au virage de l'indicateur coloré (du jaune au rouge brique persistant pendant 30 secondes).

Expression des résultats : le taux de sel (exprimé en pourcentage massique) peut être donné selon cette formule :

$$T_s = \frac{N \cdot V \cdot 58,5}{P \cdot 10}$$

Tels que **N** : Normalité de la solution d' AgNO_3 (0,1N).

V : Volume de la solution de nitrates d'argent (AgNO_3) en millilitre

58,5 : La masse molaire du chlorure de sodium (NaCl), exprimé en g/mol.

P : Le poids de la prise d'essai (en gramme).

Les réactions qui se déroulent sont résumées dans **l'annexe 2(c)**.

II.4. Tests sensoriels (Analyses organoleptiques) effectués sur la margarine:

Il s'agit d'une évaluation de la qualité organoleptique de la margarine.

- **Flaveur** : goût et odeur caractéristiques du beurre.
- **Texture** : Homogénéité et dureté.
 - **Odeur** : prendre des boîtes de margarine, et les présenter au personnel de laboratoire afin d'apprécier l'odeur qui se dégage en ouvrant la boîte de margarine, et la comparer à celle du beurre.
 - **Goût** : le personnel de laboratoire donne leur avis sur le goût de la margarine, et le comparer à celui du beurre.
 - **Couleur** : le personnel du laboratoire donne leur avis sur la couleur de la margarine et la comparer à la couleur caractéristique de la margarine ou déterminer la couleur Lovibond : Jaune- Rouge (selon **ISO 15305(1998)**).
 - **Tartinabilité** : la tartinabilité de la margarine est appréciée en prenant une noix de cette dernière avec une spatule, et constater sa consistance, et sa maniabilité.

Détermination du poids : cette analyse consiste à prélever deux (ou plus) pains de margarine au hasard, à la sortie de la conditionneuse puis, peser chacun par une balance analytique et noter le poids.

La valeur moyenne des poids des pains prélevés est considérée comme, le poids de l'échantillon exprimé en gramme.

II.5. Analyses d'eau et du lait de fabrication :

a) **Le Titrage Hydrométrique (TH)** : (dureté de l'eau) selon (**RODIER et al., 1996**).

Définition : le titrage hydrométrique ou la dureté de l'eau, est l'indicateur de la minéralisation de l'eau, elle est surtout due aux ions du calcium Ca^{2+} et magnésium Mg^{2+} .

Principe : le dosage des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} se fait par complexométrie. Ces ions vont être complexés par un disodique, l'EDTA (l'acide éthylène diamine tetracétique) en présence d'un tampon ammoniacal. La disparition des dernières traces d'éléments libres dosés par le virage d'un indicateur spécifique pour la dureté totale qui est le noir eriochrome T (NET).

Mode opératoire : verser dans un ballon 50 ml d'eau à analyser, ajoutant 10 gouttes de solution tampon, quelques gouttes de noir eriochrome T (NET) puis le titrage avec l'EDTA (0,01N), apparition d'une couleur violette, bleu ciel.

Expression des résultats : la dureté de l'eau est donnée par la formule suivante :

$$\text{TH} = V \cdot 2$$

TH : Titre hydrométrique en °F (degré français).

V : Volume de la solution EDTA utilisé pour le titrage (ml).

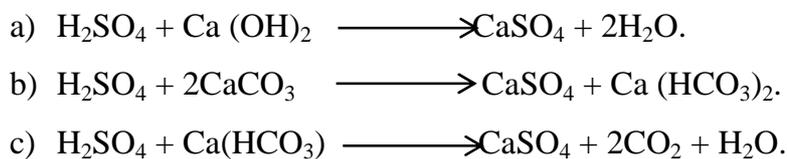
2 : constante.

b) **Le Titrage Alcalimétrique Complet (TAC) (RODIER et al., 1996).**

Il correspond à la somme des concentrations en ions hydroxydes (OH⁻), de carbonates (CO₃²⁻) et de bicarbonates (HCO₃⁻).

$$\text{TAC} = [\text{OH}^-] + [\text{CO}_3^{2-}] + [\text{HCO}_3^-]$$

Principe : c'est un titrage à l'acide sulfurique en présence de méthylorange selon les réactions suivantes :



Mode opératoire: plonger dans un erlenmeyer 50 ml d'eau à analyser, quelques gouttes de méthylorange, et enfin titrer avec H₂SO₄ à 0,1N, jusqu'au virage de la couleur orange en rouge.

Coloration jaune orange, ensuite un titrage de la solution avec le H₂SO₄, jusqu'à l'apparition d'une couleur rose.

Expression des résultats : le TAC est donnée par la formule suivante :

$$\text{TAC} = V_{\text{H}_2\text{SO}_4} \cdot 10 \quad (^\circ\text{F})$$

V : volume de l'acide sulfurique en ml pour obtenir le virage

TAC : Titre alcalimétrique complet en °F.

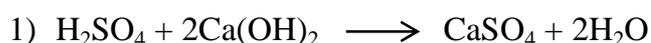
10: Constante.

c) Le Titrage Alcalimétrique Simple (TA) :

Il mesure la totalité des bases libres. Le titre alcalimétrique correspond à la concentration en ions (OH⁻) et la moitié des ions carbonates (CO₃²⁻). Il est exprimé en degrés français (°F).

$$TA = [OH^-] + \frac{1}{2} [CO_3^{2-}]$$

Le principe : il s'agit d'un titrage à l'acide sulfurique en présence de phénolphtaléine selon les réactions suivantes :



Mode opératoire:

Un volume de 50ml d'eau à analyser est additionné de quelques gouttes de phénolphtaléine, si la couleur rose n'apparaît pas, le TA est nul (TA = 0) et si elle apparaît, on titre avec la solution d'acide HCL (0,1N) jusqu'à décoloration (**RODIER et al., 1996**).

Expression des résultats :

Le titre alcalimétrique simple est déterminé selon la formule suivante :

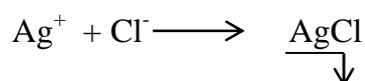
$$TA = V1 \times 10 \quad (°F)$$

Où : V1 est le volume d'acide chlorhydrique utilisé (HCl) en millilitre.

d) Dosage des chlorures:

Définition: l'eau contient presque toujours des chlorures en proportion variables, généralement la teneur en chlorures augmente avec le degré de minéralisation d'une eau.

Principe : le dosage se fait par des ions d'argent en présence de chromate de potassium (CrO₄²⁻) qui colore la solution en jaune, les ions de chlorure réagissent avec les ions d'argent, chlorure d'argent qui se précipite selon la réaction suivante :



Le mélange prend une teinte brune, le précipité apparaît ainsi comme AgCrO₄ un indicateur de la fin de la précipitation des ions de chlorures.

Mode opératoire : mettre 50ml d'eau à analyser ajoutant quelques gouttes de chromates de potassium et titrage avec AgNO_3 (0,1N), apparition d'une couleur orange.

Expression des résultats :

$$\text{Cl}^- = V_{\text{AgNO}_3} \cdot 35,5 \cdot 20$$

V_{AgNO_3} : volume de nitrates d'argent en ml utilisé pour obtenir le virage.

35,5 : La masse molaire du chlorure (en g/mol).

e) Mesure du pH du lait, et de l'eau de fabrication :

Le pH est considéré comme étant l'un des paramètres les plus importants de la qualité des eaux, donc il doit être étroitement surveillé au cours du processus de fabrication de la margarine.

La mesure du pH a été réalisée selon la norme de l'entreprise (**NE.1.2.429/89**).

Définition : la mesure du pH correspond à quantifier la concentration des ions H^+ et déterminer le caractère acide ou basique d'une solution.

Principe : le potentiel hydrogène (pH) mesure l'activité chimique des ions hydrogènes (H^+) en solution. Notamment, en solution aqueuse, ces ions sont présents sous la forme de l'ion oxonium (H_3O^+). Plus couramment, le pH mesure l'acidité ou la basicité d'une solution.

Mode opératoire :

Le pH-mètre est mesuré directement à l'aide d'un pH-mètre.

-Étalonner le pH-mètre en plongeant l'électrode en verre dans une solution tampon.

-Introduire directement le pH-mètre dans l'échantillon.

Le pH-mètre est étalonné avec la solution tampon (KCl) puis l'électrode est rincée avec de l'eau distillée, mettre l'électrode dans le lait, et l'eau.

Lecture : lire directement le résultat sur le cadre du pH-mètre.

f) Mesure de l'acidité dornique du lait :

La mesure de l'acidité dornique du lait a été réalisée selon la norme **ISO 660(1996)**.

Définition : mesure qui permet de savoir si les réactions d'acidifications ont commencé (indicateur de l'activité des bactéries lactiques). Ce test a l'avantage d'être facile à mettre en œuvre, peu coûteux et donne un résultat immédiat.

Principe: l'acidité dornique correspond à la somme des acides organiques libres dans le lait. Ce paramètre détermine l'état de fraîcheur du lait, par la détermination du pH. Si les bactéries lactiques se trouvent dans le lait, une partie du lactose sera fermenté en acide lactique provoquant ainsi la diminution du pH.

Expression de l'acidité dornique : l'acidité dornique du lait peut être exprimée de plusieurs manières, en Belgique, on emploie exclusivement les degrés Dornic (°D). Le nombre de degrés Dornic égale le nombre de dixièmes de millilitres de solution d'hydroxyde de sodium, à la concentration N/9, qui sont nécessaires pour neutraliser 10ml de ce lait. Un degré Dornic correspond à 0,01% d'acide lactique.

Mode opératoire : un échantillon précis de 10ml de lait est placé dans un becher de 100ml en présence de 0,1 ml de phénolphaléine. La soude est ajoutée à la burette jusqu'au virage au rose de l'échantillon : la coloration rose doit persister au moins 10 secondes.

Expression des résultats :

$$\text{Acidité dornique} = V_{\text{NaOH}} \cdot 2$$

V : Volume de NaOH nécessaire pour le titrage (en millilitre).

II.6. Analyses microbiologiques :

II.6.1. Recherche des Salmonelles :

La recherche des salmonelles dans la margarine se fait par une méthode réalisée en trois étapes successives : le pré- enrichissement, l'enrichissement sélectif, et l'isolement sur le milieu Hektoen selon la norme ISO : 6579.

Principe : Le nombre de Salmonelles étant en général faible dans le produit alimentaire, il est nécessaire de procéder à un pré- enrichissement non sélectif et un enrichissement sur un milieu sélectif.

L'isolement des *Salmonella* (définis en annexe 8) est ensuite réalisé sur milieux sélectifs classiques tel le milieu SS, Hektoen.

Préparation de la solution mère :

La solution mère utilisée pour réaliser ces analyses est préparé en suivant les étapes illustrées en annexe 10.

Mode opératoire:(Annexe 9).

Première étape : le pré-enrichissement

- ✓ Prélever aseptiquement environ 25g à partir de cinq pains de margarine.
- ✓ Introduire la margarine prélevée dans un flacon stérile.
- ✓ Ajouter 225ml de la solution d'eau peptonnée tamponnée (EPT) (1/4) (diluant).
- ✓ Placer l'ensemble dans un bain marie réglé à (47 ± 2) °C pendant environ 30 minutes jusqu'à fusion de la margarine (agiter de temps à autre).
- ✓ Incuber dans une étuve à 37°C pendant 24heures.

Remarque : l'étape de la préparation de la solution mère pour la recherche des salmonelles est considérée comme un pré- enrichissement.

Deuxième étape : l'enrichissement sélectif

Cet enrichissement sélectif se fait sur le milieu SS, après avoir récupéré la solution mère, on procède comme suit :

- ✓ Ajouter à chaque tube 1ml de la solution mère prélevée à l'aide d'une pipette stérile.
- ✓ Ajouter un disque de SFB.
- ✓ Incuber à 37°C pendant 24heures.

Troisième étape : L'isolement sur le milieu Hektoen

Si après l'incubation il y a virage de la couleur du milieu du jaune au rouge brique avec disparition du disque SFB, le tube sera considéré comme étant positif et on procède à l'isolement pour chaque tube positif comme suit :

- ✓ Prélever une goutte à l'aide d'une anse platine stérile et la déposer au bord de la boite contenant le milieu Hektoen puis réaliser des stries.
- ✓ Incuber à 37°C pendant 24heures.

Les colonies suspectes seront vertes ou bleues avec ou sans centre noir.

II.6.2. Recherche et dénombrement des germes aérobies à 30°C, Levures, Coliformes fécaux et *Staphylococcus aureus*.

a) Préparation de la solution mère :

- ✓ Stériliser la balance en introduisant à l'intérieur le bec Bunsen.
- ✓ Prélever à l'aide de spatule stérile 40g de margarine et les introduire dans un flacon stérile.
- ✓ Ajouter 34ml du diluant Ringer (1/4).
- ✓ Placer le flacon stérile dans un bain marie réglé à (47 ± 2) °C pendant environ 30 minutes.

b) Préparation des dilutions : La méthode de préparation des dilutions est montrée dans l'annexe 10:

Ces dilutions sont préparées à partir de la phase aqueuse de la solution mère. Nous avons préparé 3 dilutions : 10^{-1} , 10^{-2} et 10^{-3} .

c) Dénombrement des germes aérobies à 30°C :

La méthode d'essai suivie est celle de la norme ISO : 4833.

Principe : un volume connu (1ml en général) de produit ou de dilution est incorporé dans un milieu solide (gélose PCA), préalablement fondu puis on procède au comptage des colonies après étuvage à 30°C pendant 72 heures.

Mode opératoire (Annexe 11) :

- ✓ Ensemencer dans la masse à l'aide d'une pipette stérile :
 - Deux boîtes de Pétri avec 1ml prélevé à partir de la phase aqueuse de la solution mère.
 - Deux boîtes avec 1 ml prélevé à partir de la dilution 10^{-1} .
 - Deux boîtes avec 1ml prélevé à partir de la dilution 10^{-2} .
 - Deux boîtes avec 1ml prélevé à partir de la dilution 10^{-3} .
 - Une boîte est ensemencée avec 1ml prélevé à partir du diluant Ringer (témoin diluant).
- ✓ Faire couler la gélose PCA préalablement fondu en surfusion à 50°C dans toutes les boîtes.
- Une boîte est coulée seulement avec cette gélose et elle est considérée comme témoin gélose.
- ✓ Réaliser des mouvements circulaires pour homogénéiser l'ensemble.
- ✓ Incuber toutes les boîtes à 30°C pendant 72 heures.

Expression des résultats :

Dans le cas du dénombrement des germes sur des milieux solides, il ne faut prendre en considération que les boites contenant un nombre de colonies significatif; c'est-à-dire se situant entre 15 et 300 colonies.

Le nombre de germes se calcule avec la formule suivante :

$$\text{Nombre de germe/ml} = \frac{\Sigma \text{ de colonies}}{(\text{N1} + 0,1 \times \text{N2})d}$$

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

N1 : c'est le nombre de boites comptées à la première dilution.

N2 : c'est le nombre de boites comptées à la deuxième dilution.

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

d) Dénombrement des levures:

Principe : ensemencement dans la masse d'un volume de produit ou de dilution (1ml) dans un milieu solide (gélose OGA), préalablement fondu et additionné d'un antibiotique (oxytétracycline), et comptage du nombre de levures et moisissures par gramme ou par millilitre après étuvage à 25°C pendant 120 heures(JORA,1998).

Mode opératoire : résumé en annexe 12.

- ✓ Ensemencer dans la masse à l'aide d'une pipette stérile :
 - Deux boites avec 1ml prélevé à partir de la dilution 10^{-1}
 - Deux boites avec 1ml prélevé à partir de la dilution 10^{-2}

 - Deux boites avec 1ml prélevé à partir de la dilution 10^{-3}
 - Une boite est ensemencée avec 1ml prélevé à partir du diluant Ringer (témoin diluant).
- ✓ Couler la gélose OGA préalablement fondue en surfusion à 45°C et additionné de 22,5ml d'oxytétracycline «antibiotique inhibant la croissance des bactéries» dans toutes les boites.

- ✓ Une boîte est coulée seulement avec cette gélose et elle est considérée comme gélose témoin.
- ✓ Réaliser des mouvements circulaires pour homogénéiser l'ensemble.
- ✓ Incuber toutes les boîtes à 25°C pendant 120 heures.

Expression des résultats :

Dans le cas du dénombrement des levures sur des milieux solides, il ne faut prendre en considération que les boîtes contenant un nombre de colonies allant de 11 à 150.

La loi appliquée est la même que pour le dénombrement des germes aérobies, et la méthode du dénombrement appliquée est celle de décrite par la norme ISO : 21527.

e) Recherche et dénombrement des coliformes fécaux :

La recherche et le dénombrement des coliformes totaux en général et des coliformes fécaux en particulier ont été réalisés selon la méthode déposée par la norme ISO : 4832.

Principe :

La technique utilisée est celle de la colimétrie qui a pour objectif le dénombrement et éventuellement l'identification de coliformes d'une manière générale, des coliformes thermotolérants (ou coliformes fécaux) ou d'*Escherichia coli* en particulier.

Test présomptif :

Mode opératoire : le mode opératoire suivi est récapitulé dans **l'annexe 13**.

- ✓ Ensemencer 3 tubes contenant chacun 10ml du milieu VBL, plus une cloche dite cloche de Durham, avec 1ml prélevé aseptiquement à partir de la dilution 10^{-1} , 3 autres tubes à partir de la dilution 10^{-2} et enfin 3 tubes à partir de la dilution 10^{-3} .
- ✓ Incuber tous les tubes à 37°C pendant 48 heures.

Expression des résultats :

Après 48 heures d'incubation, les résultats positifs se traduiront par un virage de la couleur verte au jaune avec production de gaz dans la cloche à (1/10).

Les tubes de VBL trouvés positifs feront l'objet d'un repiquage.

Test confirmatif :

Mode opératoire :

- ✓ Ensemencer un tube contenant 10ml du milieu VBL pour confirmer la présence de coliformes totaux.
- ✓ Ensemencer pour chaque tube trouvé positif un tube contenant de l'eau peptonée exempte d'indole ou de Schaubert (ne contient pas l'indole) avec une goutte prélevée aseptiquement à l'aide d'une anse platine stérile.
- ✓ Incuber à 44°C pendant 24 heures.

Expression des résultats :

Après incubation, ajouter quelques gouttes du réactif de Kovacs; ce test sera considéré comme positif. S'il y a apparition d'un anneau rouge à la surface du tube.

L'apparition de cet anneau confirme la présence de coliformes fécaux dans l'échantillon analysé et il est caractéristique d'*Escherichia coli*.

f) Recherche et dénombrement des *Staphylococcus aureus* :

Principe :

Le dénombrement de *Staphylococcus aureus* est réalisé grâce à des milieux sélectifs. Un volume précis de produit ou de dilution est étalé sur un milieu sélectif solide (Chapman ou surtout Baird Parker). Les colonies suspectes observées sur ce milieu sont comptées et identifiées. Si ce sont des *Staphylococcus aureus* on pourra ainsi préciser leur nombre dans le volume initial.

S'il n'y a pas de *Staphylococcus aureus* après isolement, on réalisera d'abord un enrichissement sur le milieu GC (Gélose Chocolatée), puis on refait l'isolement à partir de ce milieu.

Mode opératoire : (Annexe 14)

a) Enrichissement :

- ✓ Ensemencer 3 tubes contenant chacun 10ml du milieu GC avec 1ml prélevé à partir de chaque dilution 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} .

- ✓ Agiter les tubes pour homogénéiser le contenu.
- ✓ Ajouter une couche de paraffine pour assurer l'anaérobiose et pour sélectionner les *Staphylococcus* des Microcoques qui sont aérobies stricts.
- ✓ Incuber à 37°C pendant 48 heures.

Expression des résultats :

Les résultats positifs se traduiront par un noircissement des tubes de GC qui est dû à la réduction de tellurite en tellure noir révélant ainsi la croissance de *Staphylococcus*.

b) Isolement :

- ✓ L'isolement est réalisé à partir des tubes noirs, par ensemencement en surface de 0,1ml. Prélever aseptiquement et étaler sur le milieu Chapman ou Baird Parker à l'aide d'un étaleur stérile (pipette râteau par exemple).
- ✓ Incuber à 37°C pendant 24 à 48 heures.

Expression des résultats :

Sur le milieu Baird Parker :

Après incubation, *Staphylococcus* donne des colonies noires avec un halo clair; les colonies noires sont dues à la réduction du tellurite en tellure et le halo clair est dû à la protéolyse des protéines du jaune d'œuf et éventuellement un liseré blanc opaque (précipitation des acides gras produits par la lécithinase qui hydrolyse la lécithine du jaune d'œuf).

Sur le milieu Chapman :

Après incubation des *Staphylococcus* donnent des colonies jaunes dorées qui sont dues à la fermentation du mannitol et un virage du rouge au jaune de l'indicateur coloré (rouge de phénol).

La méthode d'essai utilisée pour la recherche et le dénombrement des *Staphylococcus aureus* est celle décrite par la norme **ISO : 6888-1**.

II.7. Analyses statistiques:

Les résultats obtenus ont fait l'objet d'un traitement statistique par le calcul de la moyenne (sept répétitions) et de l'écart-type.

II.7.1.Calcul de la moyenne :

La moyenne des résultats obtenus pour chaque paramètre analysé; en sept répétitions est calculé selon la formule suivante :

$$m = \frac{1}{N} \sum_{I=0}^N XI$$

Tels que : **m**: moyenne arithmétique simple.

N: effectif total (nombre de valeurs) pour chaque paramètre.

XI: Résultat obtenu pour chaque analyse.

II.7.2. Calcul de l'écart-type :

L'écart-type est déterminé en utilisant la formule suivante :

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{I=0}^N (XI - m)^2}$$

Tels que **δ** : écart type.

m : moyenne arithmétique simple.

N : effectif total (nombre de valeurs).

XI : Résultat obtenu pour chaque analyse.

I. Résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur les matières premières :

I.1. Résultats des analyses effectuées sur l'eau :

Les résultats obtenus à partir des analyses réalisées pour l'eau sont rapportés dans le tableau III.

Tableau III: Résultats des analyses physico-chimiques effectués sur l'eau osmosée.

Paramètre	pH	TH (°F)	TA (°F)	TAC (°F)	Cl ⁻ (mg/l)
N	7	7	7	7	7
m ± δ	6,81± 0,33	0,31±0,1	0 ± 0,00	5±4,47	30,22±14,65
Norme	6 - 8	≤ 15°F	0°F	< 20°F	<500mg/l

Les résultats des analyses du pH sont représentés par la **figure 11** :

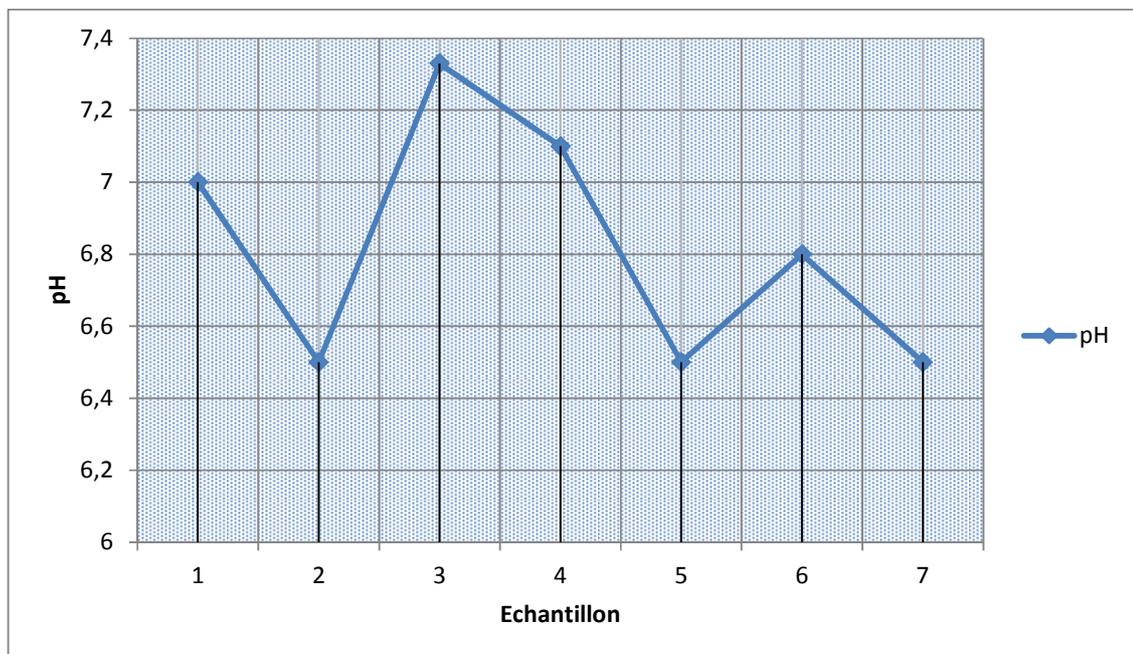


Figure 11:Évolution du pH de l'eau analysée.

pH : On constate que toutes les valeurs obtenus des eaux analysées restent dans la norme décrite ($6 < \text{pH} < 8$). La valeur la plus faible est 6,5 et la plus élevée atteint 7,33, ces résultats sont conformes à la norme car restent dans l'intervalle de conformité (6-8), cela est lié à la qualité d'eau utilisée et la quantité des conservateurs (acide citrique) et des correcteurs de pH ajoutés qui sont respectés.

Les valeurs du titre hydrométrique (TH) obtenus après l'analyse de l'eau osmosée sont présentées par la figure 12.

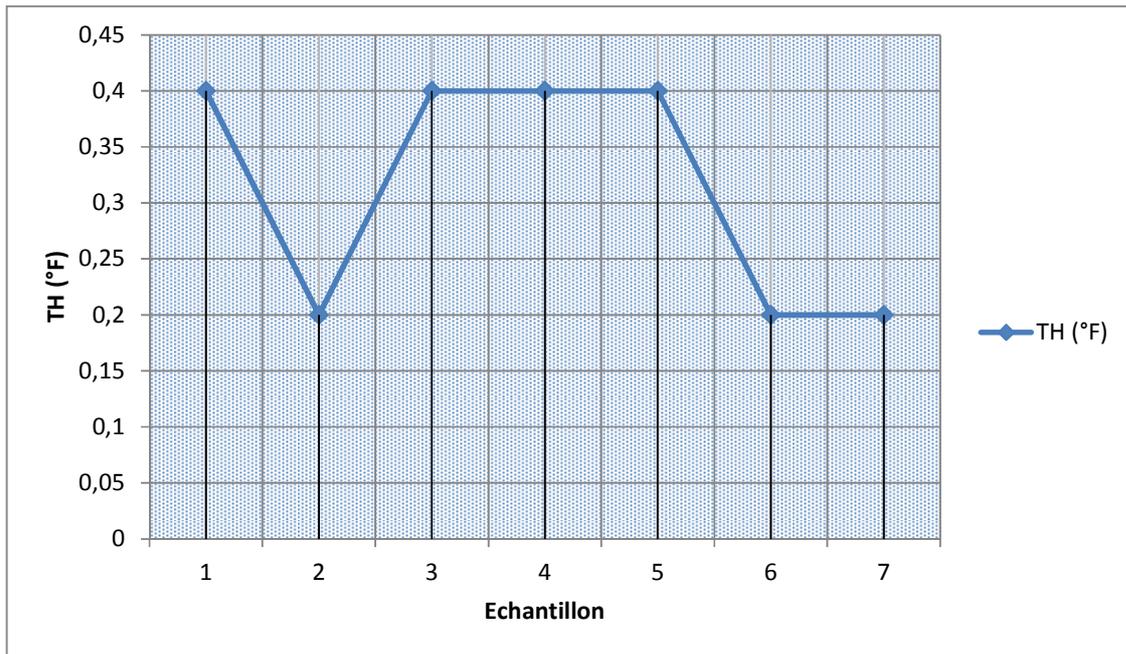


Figure 12: Courbe des résultats du TH de l'eau analysée.

On constate d'après ces résultats que la dureté de l'eau (**TH**) varie entre 0,2 et 0,4°F avec une moyenne de 0,31°F, ceci est conforme à la norme ($\leq 15^\circ\text{F}$), ce qui révèle la bonne qualité d'eau utilisée et l'efficacité du système de traitement des eaux.

Les résultats du titre alcalimétrique complet (TAC) et ceux des chlorures (Cl) sont représentés dans la figure 13.

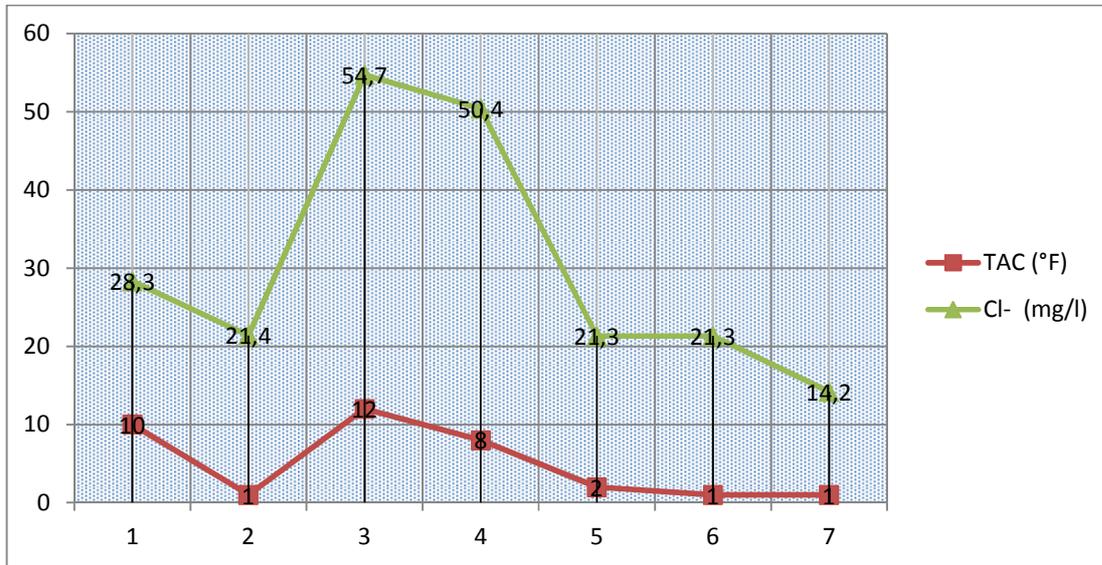


Figure 13: Résultats des analyses du TAC et des Cl⁻ de l'eau osmosée.

Le TAC de l'eau varie de 1°F à 12°F; ce qui implique la présence des ions de carbonates, des hydroxydes et de bicarbonates mais à des basses concentrations. La variation de ces valeurs reste toujours conforme à la norme du fait de bon fonctionnement de l'osmoseur.

Pour le reste des paramètres analysés, les eaux analysées présentent un titre alcalimétrique (TA) de 0°F ceci est conforme à la norme. Ces valeurs indiquent l'absence totale des bases libres telles que les carbonates et les hydroxydes; ce qui explique le bon déroulement de traitement des eaux et de l'osmoseur.

On constate que toutes les eaux analysées présentent un dosage en chlorures conforme aux normes. Les valeurs varient de 14,2°F à 54,7°F avec une moyenne de 30,22°F ce qui est largement loin de la norme décrite (500 mg/l). Cette conformité témoigne l'efficacité de l'osmoseur.

I.2. Résultats des analyses effectuées sur le lait :

Les résultats obtenus sont rapportés dans le tableau suivant:

Tableau IV : Résultats du pH et d'acidité dornique effectués sur le lait :

Paramètre	pH	Acidité dornique (°D)
N	7	7
m ± δ	6,52 ± 0,39	14,71 ± 0,45
Norme	6,5 - 8,5	14-18

Les résultats de l'acidité du lait sont représentés par la figure 14 :

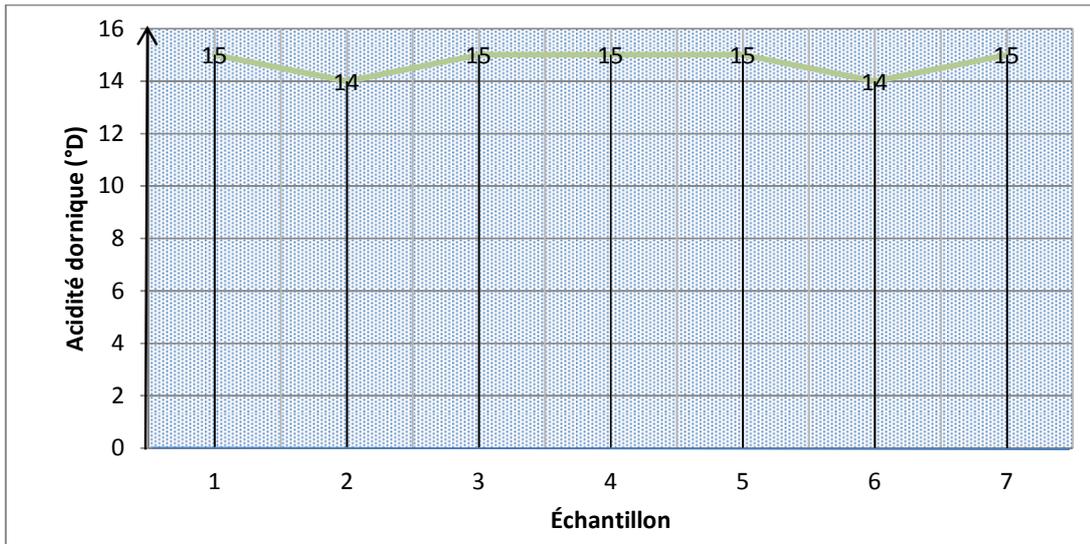


Figure 14 : Résultats de l'acidité dornique du lait.

Les résultats des analyses du lait utilisé comme matière première lors de fabrication de la margarine sont semblables entre les différents échantillons, ils varient de 14°D à 15°D avec une moyenne de 14,71°D, ces valeurs sont situées dans l'intervalle de conformité [14-18°D]. Cette acidité correspond aux acides organiques libres dans le lait et détermine son état de fraîcheur. Le dosage du lait et le CIP (Cleaning In Place) réalisé après chaque opération du processus peuvent influencer sur cette acidité.

Les résultats de mesure du pH effectués sur le lait sont représentés par la figure 15 :

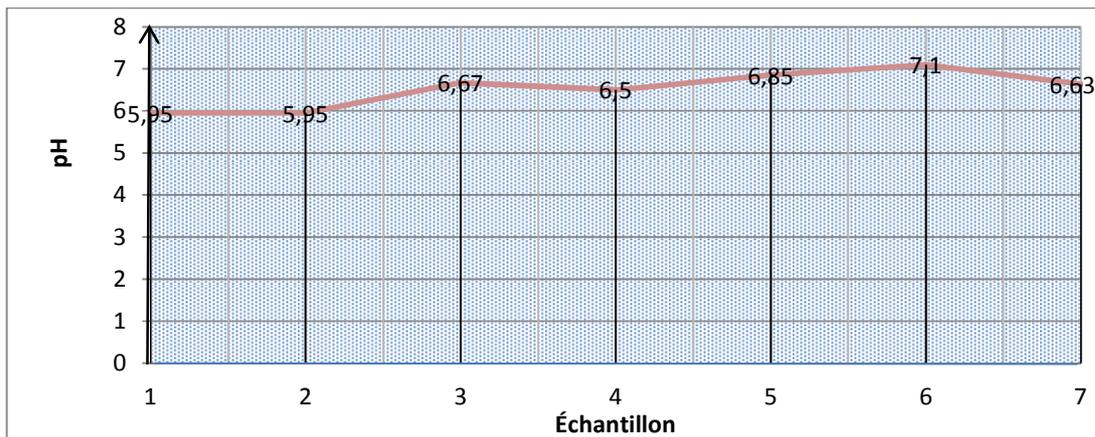


Figure 15 : Résultats de mesure du pH du lait.

pH : Toutes les valeurs prouvent la conformité des résultats à la norme [6,5-8,5] avec une moyenne de 6,52 à l'exception de deux échantillons où les valeurs de pH sont légèrement basses (5,95), cela peut être expliqué par le fait que les réactions d'acidification sont

activées par les bactéries lactiques par conséquent transformation du lactose en acide lactique. D'autres facteurs peuvent provoquer cette diminution, tels que la qualité de l'eau utilisée (pH de l'eau) et l'efficacité du CIP (Cleaning In Place).

II. Résultats des analyses du blend:

Les résultats obtenus après les analyses physicochimiques (acidité, point de fusion et l'indice de peroxyde) réalisés sur le blend, sont résumés dans le tableau V puis dans la figure 16.

Tableau V : Résultats d'acidité, du point de fusion, d'indice de peroxyde et d'analyses des impuretés du blend.

Paramètres	Acidité (%)	Point de fusion (°C)	Indice de peroxyde (méqd'O ₂ /kg)	Impuretés
N	7	7	7	7
m ± δ	0,099 ± 0,01	38,7 ± 2,75	0,27 ± 0,04	Absence
Norme	≤0,3%	33-41	≤5	Absence

L'absence des impuretés dans les échantillons montre la bonne pratique du procédé de filtration et de lavage des huiles après les différents traitements préalables, et le respect d'hygiène par le personnel.

Les résultats obtenus de l'analyse de l'acidité et de l'indice de peroxyde sont représentés par la figure 16 :

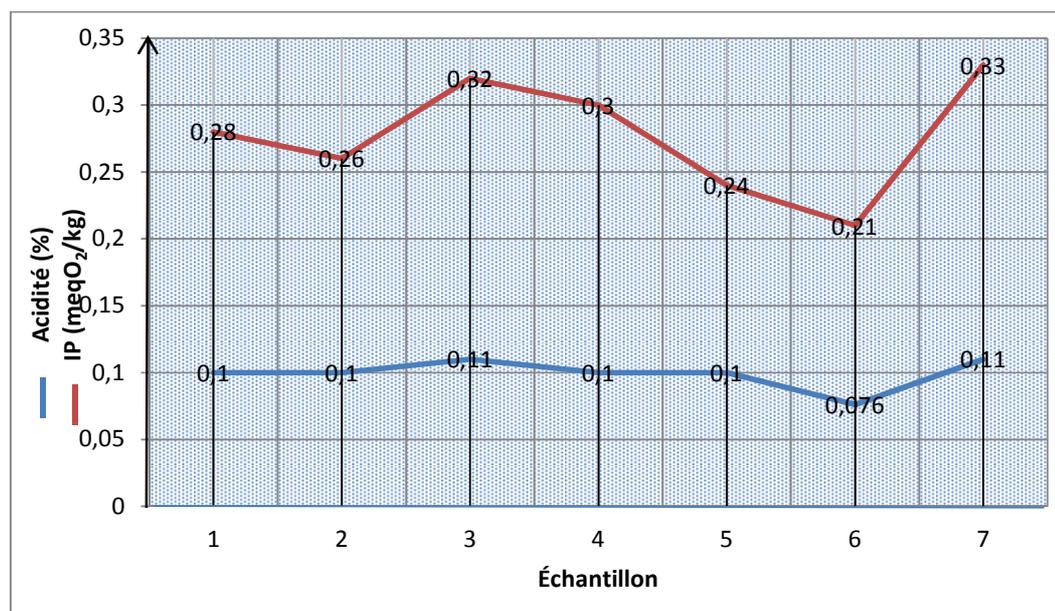


Figure 16 : Résultats d'analyse de l'acidité et de l'indice de peroxyde du blend.

L'acidité : les valeurs varient de 0,076 à 0,11%, donc largement loin de la valeur limitée par la norme de l'entreprise ($\leq 0,3\%$) d'où la conformité des résultats. Plusieurs facteurs peuvent influencés sur l'acidité du blend, parmi eux on peut citer l'hydrolyse où les ions H^+ et OH^- peuvent se fixer sur les triglycérides pour libérer les acides gras libres (AGL) provoquant l'augmentation de l'acidité. Les lignes de production qui fonctionnent sous vide donc pas de risque d'oxydation des matières grasses. La conformité des résultats prouve aussi le bon déroulement des étapes du raffinage qui diminue l'acidité des huiles et les bonnes conditions de stockage (eau, air).

L'indice de peroxyde : ce paramètre est d'une nécessité importante, il permet de se renseigner sur le degré d'oxydation ou d'altération du produit. Les résultats obtenus (variant de 0,21 à 0,33 meqO₂/kg corps gras) sont conformes à la norme (≤ 5 meqO₂/kg corps gras), cela prouve que les matières grasses constituant la margarine n'ont pas subi d'oxydation lors du raffinage et au cours du stockage.

Les résultats obtenus de l'analyse du point de fusion sont représentés par la figure 17 :

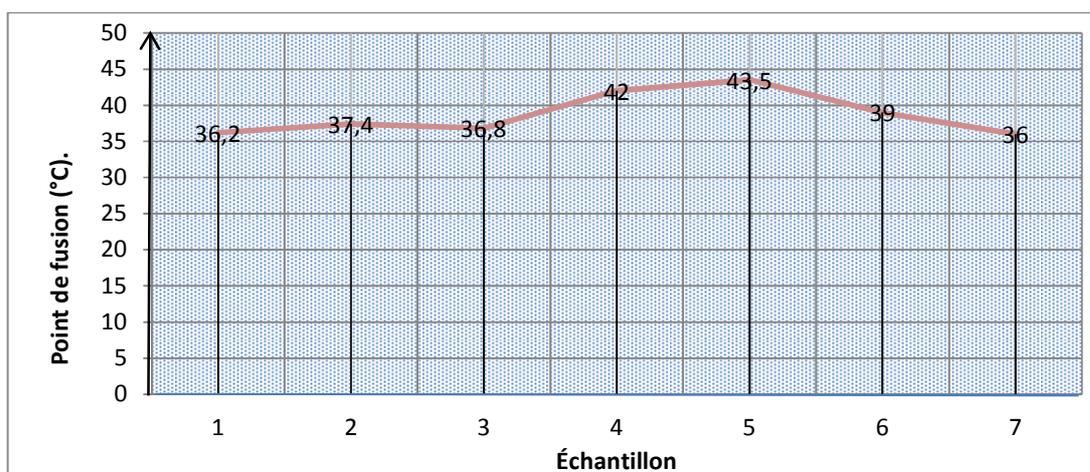


Figure 17 : Résultats d'analyse du point de fusion du blend.

Le point de fusion: la moyenne obtenue pour tous les échantillons analysés est de 38,7°C. Dans tous les cas, le point de fusion varie de 36 à 39°C, ce qui est conforme à la norme (33-41°C). Nous n'avons recensé que deux cas où les points de fusion étaient au-dessus de la norme (42°C et 43,5°C). Ces résultats peuvent être dus soit à des erreurs de manipulation, soit à une hydrogénation insuffisante des huiles; dans ce cas une correction est apportée sitôt les valeurs signalées.

III. Résultats des analyses physico-chimiques effectuées sur le produit fini :

III.1. Résultats du taux de sel et d'humidité réalisés sur la margarine:

Tableau VI: Résultats du taux de sel et d'humidité effectués sur le produit fini :

Paramètre	Taux de sel (%)	Humidité (°C)
N	8	8
$m \pm \delta$	$0,33 \pm 0,01$	$15,69 \pm 0,14$
Norme	0,3 à 0,4	15-16

Les résultats du taux de sel sont montrés sur la figure 18 :

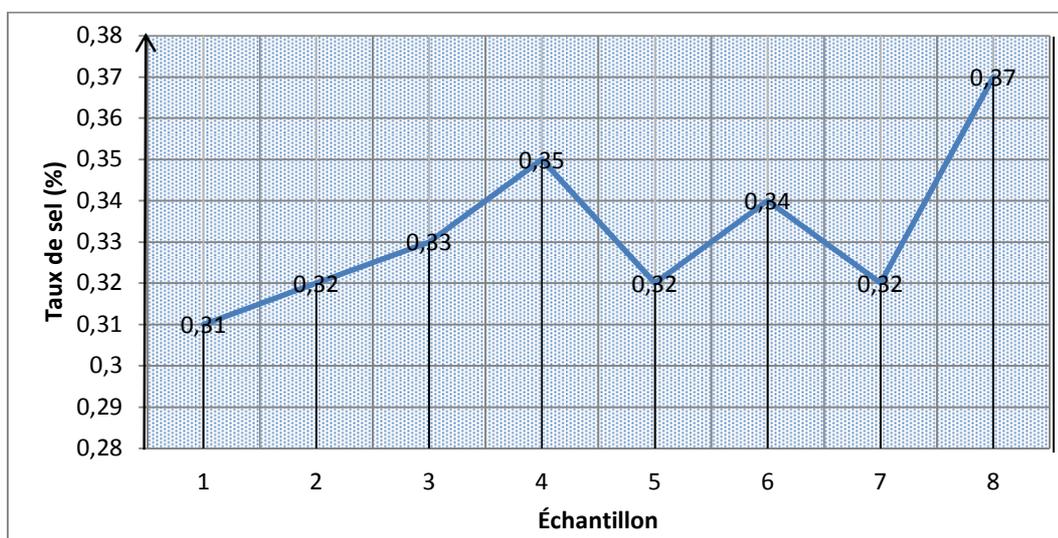


Figure 18 : Résultats de l'analyse du taux de sel du produit fini.

Taux de sel : Les résultats sont jugés conformes à la norme car toutes les valeurs sont situées dans l'intervalle de la norme (de 0,3 à 0,4%). La teneur en sel est nécessaire pour ralentir le développement des microorganismes. Cette conformité est le résultat de plusieurs facteurs tels que la maîtrise des étapes de fabrication, le dosage de la saumure qui se fait en continu, le bon contrôle du sel, et de la solution saline ainsi que sa bonne homogénéité lors du dosage.

Les résultats du taux d'humidité sont représentés par la figure 19 :

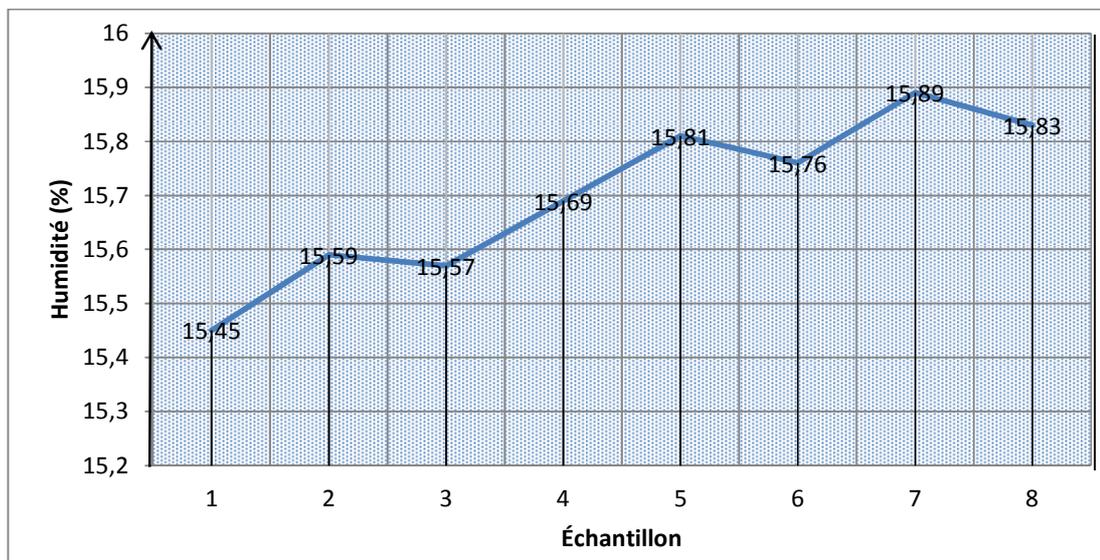


Figure 19 : Résultats du taux d'humidité des échantillons analysés du produit fini.

D'après ces résultats obtenus des analyses du taux d'humidité, on constate que la teneur en eau de la margarine est située entre 15% et 16% qui présente l'intervalle de conformité à la norme décrite par l'entreprise, et proche de celle fixée par le *Codex alimentarius (CODEX STAN256-2007)* (Max 16%) à l'exception d'une seule valeur (14,48%) qui est légèrement basse, cela peut être expliqué par une perte d'eau au cours du procédé de fabrication, ou le mauvais dosage de la phase aqueuse. Comme peut être dû à la perte d'eau lors de la manipulation (surchauffage de la prise d'essai).

III.2. Résultats des analyses du point de fusion :

Les résultats obtenus des analyses du point de fusion effectuées sur la margarine sont récapitulés dans le tableau VII.

Tableau VII:Résultats du point de fusion effectués sur le produit fini :

Paramètre	Point de fusion (°C)
N	7
m ± δ	33,03± 5,5
Norme	33-41

Les résultats de ces analyses sont représentés par la figure 20 :

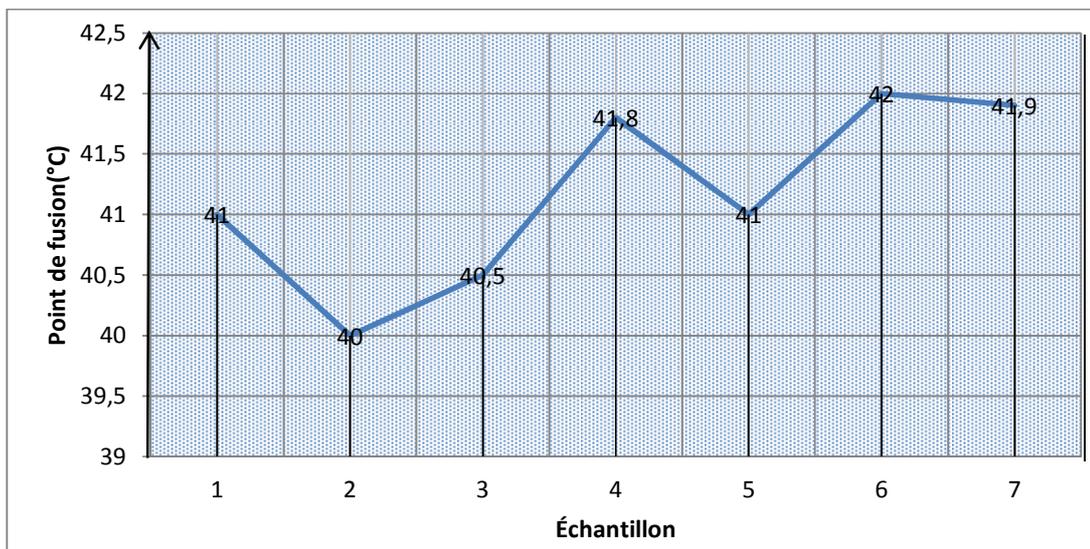


Figure 20 : Résultats des analyses du point de fusion du produit fini.

On remarque que les valeurs du point de fusion de tous les échantillons analysés sont conformes à la norme fixée (33-41°C) à l'exception d'une seule valeur (42°C) où le point de fusion est légèrement élevé par rapport à la norme. La variation de ces valeurs peut être expliquée par le fait que les corps gras qui font partie de la composition de la margarine, sont un mélange de plusieurs huiles dont la température de fusion diffère où chacune d'elles possède sa propre température de fusion.

III.3. Résultats des tests organoleptiques:

Les résultats obtenus après les tests du goût, d'odeur et de l'homogénéité effectués sur la margarine sont résumés dans le tableau VIII.

Tableau VIII : Résultats du (Goût-Odeur et Homogénéité) effectués sur le produit fini :

Paramètre Échantillon	Goût - Odeur	Homogénéité
1	Caractéristiques	Bonne
2	Caractéristiques	Bonne
3	Caractéristiques	Bonne
4	Caractéristiques	Bonne
5	Caractéristiques	Bonne
6	Caractéristiques	Bonne

7	Caractéristiques	Bonne
Norme	Caractéristiques du beurre	Bonne (Homogène)

- ✓ **Goût et odeur** : Tous les résultats sont conformes à la norme car tous les échantillons ont tous un goût et une odeur caractéristiques du beurre ce qui indique le bon choix de la quantité d'arôme de beurre ajoutée, cela peut être due aussi à la bonne pratique des conditions de conditionnement (installation propre et emballage adéquat).
- ✓ **Homogénéité** : l'homogénéité de tous les échantillons testés est bonne donc ces derniers sont en accord avec la norme. Cette bonne homogénéité (absence de grumeaux) indique le bon déroulement de l'étape, refroidissement et cristallisation (bonne agitation et un bon malaxage).

D'après cette étude physicochimique, on déduit que les produits analysés sont de bonne qualité physicochimique étant donné la conformité aux normes pour les différents paramètres analysés soit pour les matières premières ou pour les produits finis.

IV. Résultats des analyses microbiologiques :

Les résultats des analyses microbiologiques effectuées pour les cinq échantillons du produit fini sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IX:Résultats et normes des analyses microbiologiques :

Germes recherchés	Unité	Ech 1	Ech 2	Ech 3	Normes	Méthode d'essai
Germes aérobies	UFC/g	<10 ²	<10 ²	<10 ²	10 ²	ISO :4833
Coliformes fécaux	UFC/g	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO :4832
<i>Staphylococcus aureus</i>	UFC/g	<10	<10	<10	10	ISO :6888-1
Levures	UFC/g	<10	<10	<10	10	ISO :21527-2
Salmonelles	UFC/g	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO :6579

UFC : Unité Formant Colonie.

Les résultats des analyses effectuées, concernant les produits finis, montrent que ces derniers sont des produits de bonne qualité microbiologique, puisqu'ils sont conformes aux normes du **JORA N° 35 du 24/01/1998**.

Les valeurs peuvent être expliquées par le fait que la margarine constitue un milieu défavorable pour le développement des micro-organismes puisqu'elle ne contient pas d'autres sources de carbone tel que les protéines, et que l'eau utilisée est une eau osmosée de bonne qualité bactériologique, elle est dispersée en fines gouttelettes au sein de la matière grasse et elle ne dépasse pas 16%.

La conformité aux normes des germes mésophiles (germes aérobies) pourrait refléter la bonne pratique dans l'entreprise : chaîne de froid respectée, bon refroidissement, pasteurisation efficace et la bonne pratique d'hygiène.

L'absence de ces germes dans les échantillons de margarine analysés s'explique aussi par l'addition de certains ingrédients (sel, acide sorbique, antioxydant,...) apportés lors de préparation des différentes phases.

- **L'acide citrique** présent dans la phase aqueuse défavorise la croissance des bactéries basophiles et celles qui se développent à un pH compris entre 6 et 7, mais c'est un milieu qui reste toutefois favorable au développement des levures et des moisissures; c'est pour cette raison que l'acide sorbique est ajouté (pour son effet fongistatique et bactériostatique).
- **Le sel** additionné, dans la margarine, permet de capter l'eau et par conséquent d'empêcher le développement et la croissance des microorganismes.
- De par son effet bactériostatique; le **BHT** est un antioxydant qui inhibe aussi la croissance des microorganismes aérobies.

En plus, de tous ces ingrédients, l'émulsion subit un traitement thermique (pasteurisation à 80-85°C pendant 4 à 5°C, ce qui élimine les germes pathogènes tels que les Salmonelles et *Staphylococcus aureus* et diminue la charge des germes banaux.

Rappelons également que la température de stockage de la margarine (9°C) participe à l'inhibition de la croissance des bactéries thermophiles et mésophiles.

En conclusion, les analyses microbiologiques réalisées et les résultats obtenus nous permettent de dire que cette margarine est de qualité microbiologique satisfaisante.

Conclusion

Au terme de ce travail, les conclusions suivantes sont à noter :

La qualité de la margarine doit être évaluée et suivie d'une manière régulière afin de répondre aux exigences des consommateurs et de leur présenter un produit sain. De ce fait, un contrôle de qualité doit impérativement être effectué partant des matières premières jusqu'au produit fini.

Afin de s'assurer de cette qualité de point de vue nutritionnelle (composition) et hygiénique (salubrité), il est recommandé d'effectuer des contrôles de la phase grasse, la phase aqueuse et des additifs et de déterminer les meilleures conditions de stockage afin de protéger le produit des différentes altérations, notamment l'oxydation des acides gras, comme il est nécessaire de respecter les règles d'hygiène au niveau de toutes les étapes de fabrication.

Dans l'ensemble, les résultats des analyses physico-chimiques (humidité, point de fusion, taux de sel, indice de peroxyde, acidité, pH) effectuées durant tout le processus de fabrication de la margarine de table se sont révélés, tous conformes aux normes décrites à l'exception de certains paramètres où les résultats ont été soit d'une légère diminution c'était le cas du pH du lait, l'humidité du produit fini, soit d'une légère augmentation par rapport à la norme tel que le point de fusion de la margarine, mais ces erreurs ont été rapidement signalés afin de déterminer la cause et corriger l'erreur.

De même, les analyses microbiologiques réalisées sur la margarine ont montrés que tous les résultats sont conformes aux normes déposées par le journal officiel de la république algérienne (JORA) N°35 du 24/01/1998 et par l'organisation ISO d'où tous les échantillons sont exempts de germes pathogènes tels que : Salmonelles et *Staphylococcus aureus* qui sont à l'origine des intoxications alimentaires, l'absence des coliformes fécaux et la présence des germes aérobies à 30°C et des levures, mais leurs nombre est insignifiant. Ceci dénote un respect rigoureux des conditions d'hygiène et les paramètres technologiques ainsi que le bon déroulement des étapes de fabrication.

En terminant, ce travail mérite d'être poursuivi dans le cadre d'une orientation vers d'autres études sur :

- Les paramètres influençant sur la qualité de la margarine au cours du stockage.
- L'influence du type d'emballage sur la qualité de la margarine.

Références bibliographiques

A

Ahmad M. et Clyde S., (2002). Les matières grasses destinées aux produits de boulangerie. Edition : ASA American Soybean Association, p:60.

Ait Abdelouahab N., (2001). Microbiologie alimentaire. Office des publications universitaires, Édition : 1.04.4362, ISBN : 9961.0.05.18.X. p: 17-18.

Alais C., (2003). Biochimie alimentaire, édition : DUNOD. ISBN : 2-10-003827-3, p : 68-231.

Alais C. et Linden G., (1997). Abrégé à la biochimie alimentaire, 4^{ème} édition. ISBN : 2-225-82853-9, p: 234-241.

Alais C. Linden G et Miclo L., (2008). Biochimie alimentaire. 6^{ème} édition DUNOD, Paris, p: 241-250.

AFNOR, (1986). Recueil des normes françaises : corps gras, graines oléagineuses et produits dérivés, 3^{ème} édition, p: 327-863.

Apfelbaum M. Forrat C. et Nillus P., (1999). Lipides et besoins lipidiques. In «Diététique et nutrition». Masson, Paris. 44. ISBN : 2-225-85859-4.

Apfelbaum M. Romon M. et Dubus M., (2004). Diététique et nutrition, p: 535.

B

Beaumont S., (2005). Biochimie cours, exercices, annales et QCM corrigés. Edition : DUNOD, Paris, p : 55-110.

Becher P., (1976). Émulsion- La théorie et pratique, 2^{ème} édition, ACS Manographe N°106, Société Publishing de Reinhold.

Belitz H.D. Grosch W. et Schieberle P., (2004). Lipids. In «Food chemistry» Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Germany. 164-165. ISBN: 3-540-40818-5.

Bourgeois C-M et Larpent J-P., (1980). Microbiologie alimentaire (Tome 2) : fermentation alimentaire. ISBN : 2-85206-517-7.

Bradley D-G et Min D-B., (1992). Oxydation des aliments par l'oxygène singulet, CRC Crit Rev, p: 211-236.

C

CACQE, (1998). Centre Algérien de Contrôle de Qualité et Emballage Guide d'inspection : qualité de la margarine, p:22.

Campbell et Anthony, (2002).

Cheftel J-C. et Cheftel H., (1977). Les principaux systèmes biochimiques alimentaires-comportement au cours des traitements. Edition : Tec et Doc- Lavoisier, Paris, P: 381.

Cheftel J.C. et Cheftel H. (1977). In : « Oxydation des lipides». Introduction à la biochimie et la technologie des aliments, P: 303- 331.

Chevallier L., (2005). Nutrition : Principes et conseils, DOIN, Paris, p: 260.

Cossut J., Defrenne B., Desmedt C. et Ferroul S., (2002). Procédé de fabrication et contrôle qualité. In «Les corps gras : entre tradition et modernité». Institut agroalimentaire de Lille. p: 27, 40-42, 51.

Cuvelier C., Cabaraux J-F., Dufrasne I., et Hornick J-L., (2004). Acides gras : nomenclature et sources alimentaires. Faculté de médecine vétérinaire, Belgique. p: 135-148.

D

Denise J., (1992). Raffinage des corps gras. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. ISBN : 2-86206-662-9. p: 789, 790, 802, 840, 866.

Dilmi-Bouras A., (2004). Biochimie alimentaire. Paris, p: 35-67

Dilmi-Bouras A., (2004). Les constituants organiques. In «Biochimie alimentaire» Office des Publications Universitaires, Alger. ISBN : 9961-0-0705-0, p: 38-40

Ducause C., (2003). Fraudes alimentaires, aspect réglementaire et approche méthodologique, édition : Tec et Doc-Lavoisier, p: 453.

Dupin H., (1992). Alimentation et nutrition humaines, Esf Edition. ISBN : 2-71010-8925, p: 1533.

E

Eymard S., (2003). Mise en évidence et suivi de l'oxydation des lipides au cours de la conservation. Thèse de doctorat. École polytechnique de Nantes.

F

Faur L., (1992). Transformation des corps gras à des fins alimentaires (Tome 2). In «Manuel des corps gras, Paris, Tec et Doc-Lavoisier. ISBN: 2-86206-662-9, p:1579.

Feinberg M. Favier J-C. et Irland-Ripert J., (1987). Répertoire générale des aliments : Table de composition des corps gras (tome 1), édition : Tec et Doc-Lavoisier, Ciquel-Regal. ISBN: 2-8 5206-428-6, p: 11.

François R., (1974). Les industries des corps gras : biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Edition : Tec et Doc-Lavoisier. Paris, p: 283-291.

Frankel E-N., (1985). Chimie d'auto-oxydation. Mécanisme, de produits et de saveur. In «Chimie de saveur des graisses et huiles. AOCS, p:1-37.

Frénot M. et Vierling E., (2001). Les lipides. In «Biochimie des aliments : diététique du sujet bien portant». DOIN, Centre régional de documentation pédagogique d'aquitaine. 79-80, 87-88,94. ISBN: 1159-1102.

G

Gaillard T., (1991). Détérioration oxydant. Technologie et solution, p: 31.

Garder H-W. et Ghrove M-J., (1998). La lipoxygénase de soja est en activité à faible humidité, p: 75.

Gavrilovic M., Maginot MJ. et Wallach J. (1996). Manipulation d'analyse biochimique, Biosciences et technique. Edition : 3 DOIN, p:453.

Gontier E., Gougeon S., Guillot X., et Thomasset B., (2004). OCL : Oléagineux Corps Gras, Lipides. p: 10-11.

Graille J., (2003). Lipides et corps gras alimentaires, Pari, édition Tec et Doc-Lavoisier. ISBN : 2-7430-0594-7, p: 1-31.

Graille J., (2003). Lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et doc- Lavoisier, Paris. p: 1-47, 148-185.

Guiraud J-P., (2003). Microbiologie alimentaire, édition : DUNOD, Paris. ISBN : 2-10007-2595, p: 101-366.

Guiraud J-P. et Rosec J-P., (2004). Pratique des normes en microbiologie alimentaire, ISBN : 2-12-4452 11-8. p : 113, 117, 118, 126, 130, 132, 134,165.

Guilloton M. et Quintard B., (2003). Biochimie. Édition, DUNOD, Paris. p: 85-94.

I

ITERG., (2005). Institut des corps gras. www.ITERG.com.

J

Jacotot B. et Campillo B., (2003). Nutrition humaine, édition Elsevier Masson. ISBN : 2-29400-9886, p: 311.

Jacotot B., Campillo B., Bresson J-L., Corcos M., Hankard R., Jeammet P. et Peres G., (2003). Nutrition humaine, le panorama de la discipline, cas clinique commentés. Edition : Masson, Paris.

Jeantet R. Croguennec T. et Schuck P., (2006). Science des aliments : Biochimie – Microbiologie-Procédé- Produits (Volume 1), édition : Tec et Doc-Lavoisier, p: 383.

Joffin C. et Joffin J-N., (2003). Microbiologie alimentaire, ISBN : 2-86617-342-2. P : 122, 124, 132, 139.

JORA., (1998). Journal Officiel de la république algérienne N°35 du 24/01/1998.

K

Katušín R-B. et Mihaljević B. et Razem D., (1992). Produit chimique oxydant du post irradiation dépendant du temps, p : 1-40.

Karleskind A., (1992). Manuel des corps gras. Volume 1. Edition : Tec et Doc, pp 65-112, 318-617.

Karleskind A., (1992). Manuel des corps gras. Volume 2. Edition : Tec et Doc, pp 938-988.

Karleskind A., (1992). Manuel des corps gras, tome II. Ed. Tec et Doc -Lavoisier .Paris. 794p.

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

Kelly C., (2001). Introduction. In «graisses alimentaires et maladies cardiovasculaires». Flammarion, Paris. ISBN : 2-257-13114-2. p:48-49

Kessous C., (2008). Biochimie structurale. 10^{ème} édition, Alger, p: 133-151.

Koolman J. et Röhn K-H., (2004). Molécules biologiques. In «Atlas de poche : biochimie». Flammarion, Paris. ISBN : 2-257-13114-2. P: 48-49.

Kone S. (2001). Fabrication artisanale de margarine, Mars 2001 Issue

<http://www.gtz.de/gate/>

Kone Issa B., (2003). La margarine. Volume I. Edition : BETJ. Micouleau, p: 8-22.

L

Lambalais C., (1989). Les corps gras d'origine végétale. In «Les aliments». Edition : Maloine. Paris, p: 95-103.

Lananne P., (1992). Manuel des corps gras, édition : Tec et Doc-Lavoisier, p: 308.

Lefrancq É. et Roudaut H., (2005). Alimentation théorique Biosciences et techniques. Sciences des aliments. Edition : DOIN, p:303.

Love J-A., (1996). Animal fats. In «Bailey's industrial oil and fat products, 5^{ème} edition, Wiley & Sons Inc, New York, p: 1-18

Louissot P., (1980). Biochimie générale et médicale : structurale, métabolique et sémiologique. Volume 2 : Vitamine et coenzymes, Simpsa France. ISBN : 2-85334.162.3, p: 193-257.

M

Marouf A. et Tremblin G., (2009). Abrégé de biochimie appliquée. Edition : EDP sciences, France, pp. 100-116.

Moll M. et Moll N., (1998). Additifs alimentaires et auxiliaires technologiques. 2^{ème} édition. DUNOD, Paris, pp. 7-19, 89-96.

Morin O., (2005). Acides gras trans : récents développements. OCL : Oléagineux Corps Gras, Lipides. 12 N° 5-6 : 415, 417.

N

Naudet M., (1992). Principaux constituants chimiques des corps gras. In «Manuel des corps gras». Tec et Doc-Lavoisier, Paris. 1: 88-92. ISBN : 2-86206-662-9.

Nelson K-A. et Labuza T-P., (1992). La relation entre l'eau et l'oxydation des lipides. In «Oxydation des lipides dans les aliments». Société Chimique Américaine, Washington, p: 93-103.

Norme ISO 660, (1996). Deuxième édition 1996-05-15.

Norme ISO 662, (1998). Deuxième édition 1998-09-15.

Norme ISO 15305, (1998). Première édition 1998-09-15.

O

O'brien R-D., (2008). Fats and Oils: Formulating and processing for application. Edition: 3. CRC Press, p: 680.

Oteng-Gyang K., (1984). Introduction à la microbiologie alimentaire dans les pays chauds, édition : Tec et Doc-Lavoisier. ISBN: 2-8506-244-2, p: 43-92.

P

Petit J., (1997). Manger avec des enfants : Pour le Plaisir et pour la Vie, édition : Presses Université Laval. ISBN : 2-76377-4873, p : 328.

Platon J-F., (2003). Lipides et corps gras alimentaires, édition : Tec et Doc-Lavoisier. ISBN : 0-243-5624.

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

R

Rajendre P. et Bulga S., (1990). Propriétés d'émulsion des margarines. In «les émulsions des aliments et écumes, Institut Américain des Ingénieurs Chimiques, N°277, p: 44-51.

RODIER J., Bazin C., Chanbon P., Broutin J.P., Champsaur H., et Rodi L., (1996). L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires et eaux de mer. 8^{ème} Ed. DUNOD, Paris.

Roger F., (1974). Les industries des corps gras, édition : Tec et Doc-Lavoisier, Paris. ISBN : 2-88020-00, p: 55-292.

S

Saito H. et Ishihara K., (1997). Activité antioxydant et sites actifs des phospholipides comme antioxydants, Société Chimique Américaine, p: 1531-1536.

Scriben R., (1988). Les industries des corps gras, édition : Tec et Doc-Lavoisier, Paris. ISBN: 2-85206-449-9, p: 267.

Shahidi F. et Hong C., (1991). Rôle des ions en métal et des pigments de fer dans l'auto-oxydation des produits alimentaires, édition : ACTA. P : 158-169.

Siscovick D-S. Raghunathan T. et King I., (2000). L'intact des acides gras polyinsaturés n-3 à longue chaîne et le risqué d'arrêt cardiaque primaire, édition: CAN, p: 158-169.

Soullier J. et Farines M., (1992). Principaux constituants chimiques des corps gras. In «Manuel des corps gras». Édition Tec et Doc-Lavoisier, Paris. Volume 1 : 95. ISBN : 2-85206-662-9.

Stuyvenberg J-H., (1969). Margarine, An economic, Social and scientific-history. Liverpool University Press, Liverpool.

T

Tremoliere J. Serville Y. Jaquot R. et Dupin H., (1984). Les aliments (tome 2). ISBN : 2-7101-0067-3, p: 166.

Tremoliere J. Serville Y. Jacquot R. et Dupin H., (1980). Lipides. In «Manuel d'alimentation humaine : les bases de l'alimentation». ESF. 1 : 147-148, 152. ISBN : 2-7101-0067-3.

Tremoliere J. et Dupain H., (1984). Manuel d'alimentation humaine. Tome II. Edition : Tec et Doc-Lavoisier, Paris, pp. 95-140.

U

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

Uzzan A., (1984). Corps gras. In «Manuel d'alimentation humaine : les aliments». ESF. ISBN : 2-7101-0067-3. p: 212-213.

V

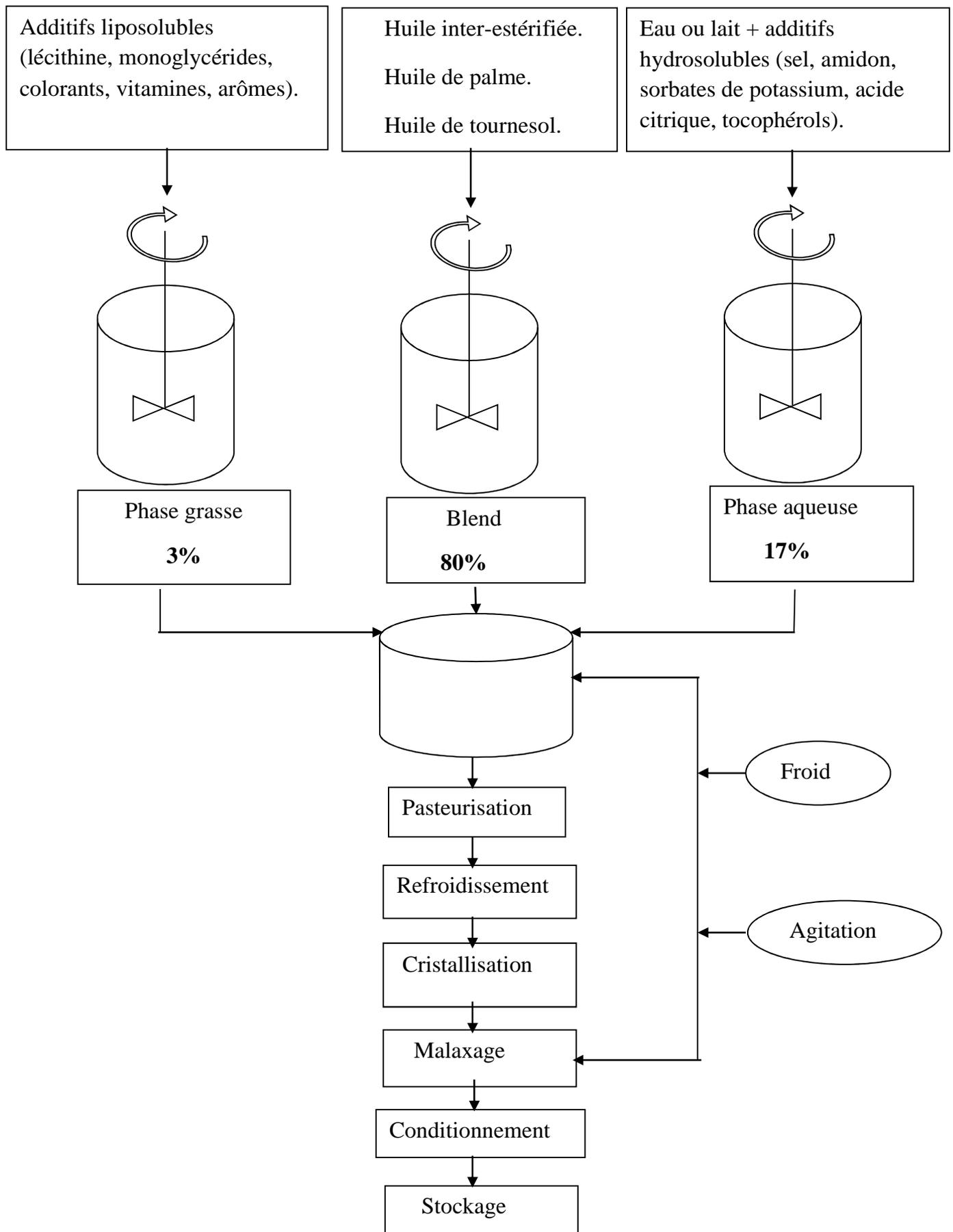
Vierling H., (2008). Biosciences et techniques, Aliments et boissons, Filières et produits. 3^{ème} édition, Pays-Bas.

Vierling E. et Guy L., (2004). Technologie et aspect réglementaire, sciences des aliments. ISBN : 2-7040-1184-2, p: 58-71.

W

Woerfel J-B., (1990). Techniques de production de l'huile de soja et produits dérivés de haute qualité, édition : ASA (American Soybean Association), p:9.

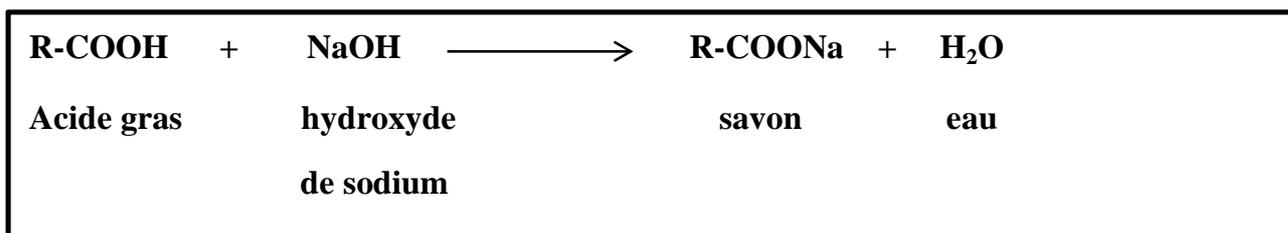
Wolff J.P., (1981). Technologie d'analyses et de contrôle dans les industries agro-alimentaires., «analyse des constituants alimentaires», vol. 4, p: 144.



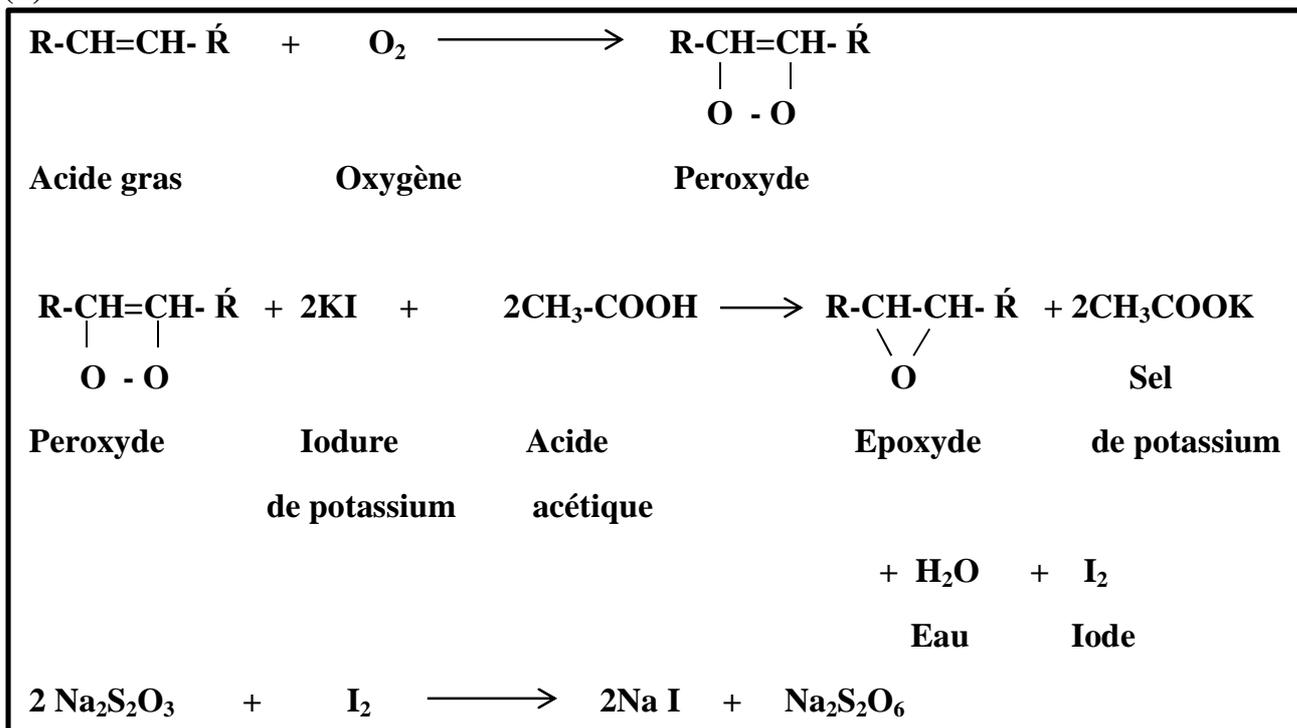
Annexe 1 : Schéma général de fabrication de la margarine

Annexe 2 : Réactions chimiques :

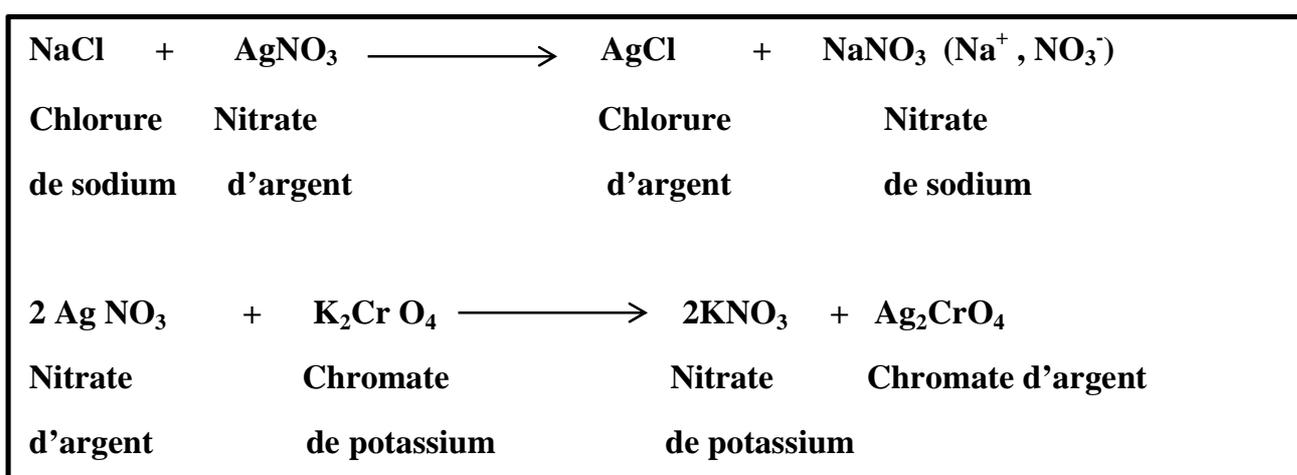
(a)



(b)



(c)



(a) Lors de la saponification.

(b) Lors de l'oxydation.

(c) Lors du titrage du taux de sel.

Annexe 3 : Définition et types d'émulsions

a) Définition de l'émulsion:

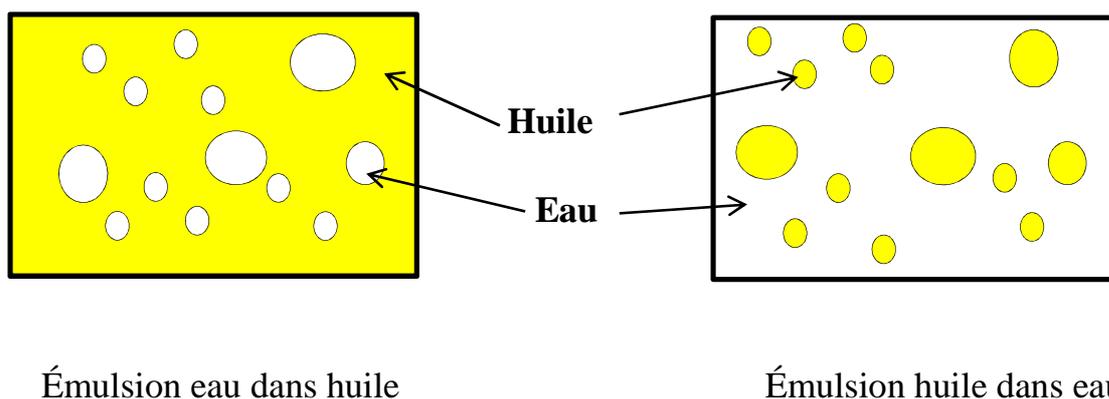
Le terme émulsion définit un système constitué d'un liquide dispersé sous la forme de fines gouttelettes dans un autre liquide. Le caractère essentiel d'une émulsion est la non-miscibilité des constituants en présence (**Friberg, 1976**).

Une émulsion comprend deux liquides non miscibles (en principe de l'huile et de l'eau) dont l'un est dispersé sous forme de fines gouttelettes dans l'autre (**Becher, 1976**).

b) Les types de l'émulsion:

b1) Un système comprenant des gouttelettes d'huile dispersées dans une phase aqueuse est appelé émulsion huile dans eau, c'est le cas de mayonnaise, lait, crème, sauces et savons.

b2) Un système comprenant des gouttelettes d'eau dispersées dans une phase huileuse est appelé émulsion eau dans huile, c'est le cas de margarine. Un émulsifiant ayant une partie hydrophile relativement forte et une partie lipophile faible et préférentiellement soluble dans l'eau est nécessaire pour stabiliser une émulsion eau dans huile (**McClements, 1999**).



Annexe 4 : Présentation de l'organisme d'accueil «ceVital» agroalimentaire :

1) Historique :

Le complexe «ceVital» SPA de Béjaia représente une grande force industrielle et économique africaine, c'est le plus grand complexe privé en Algérie, créé par l'homme d'affaires «**ISAAD Rebrab**» en 1998, c'est la première entreprise privée dans l'industrie des huiles sur le marché Algérien.

C'est une société privée par action (SPA), d'un montant de 97 000 000,00 DA, cevital agroalimentaire offre des produits de qualité supérieure à des prix compétitifs, grâce à son savoir-faire, ses unités de production ultramodernes, son contrôle strict de qualité, et son réseau de distribution performant. Elle couvre les besoins nationaux et a permis à faire passer l'Algérie du stade d'importateur pour les huiles et les margarines et s'apprête à le faire pour le sucre.

L'entreprise cevital de Béjaia (Abréviation de l'expression «**C'est Vital**», avec sa phonétique) est l'une des plus grands importateurs des huiles brutes en Algérie, lancé le 12 mai 1998, le complexe cevital a commencé par la mise en bouteille et conditionnement d'une huile raffinée importée le 12 décembre 1998. Pour être parmi les meilleures sur le marché international cevital a fait appel aux leaders mondiaux pour chaque type de machines et d'équipements, faisant ainsi de ce complexe de raffinage l'un des plus performants et modernes ce qui a permis à la raffinerie d'entrer en production le 12 Août 1999, date d'écoulement des premières gouttes d'huiles raffinées.

2) Implantation :

Le complexe «ceVital» est implanté au nouveau quai du port de Béjaia à 3 Km du sud-ouest de cette ville, à proximité de RN°26 soit à 280 Km d'Alger. Cette situation géographique de l'entreprise est d'un grand profil en lui conférant l'avantage de proximité économique (reçoit des navires au sein du complexe). En effet, elle se trouve proche du port et aéroport ainsi que de la zone industrielle d'Akbou (Thaharacht). Le port de Béjaia est devenu un pôle économique de première importance.

Il s'étend sur 45000 mètre carrée d'installation, le terrain d'implantation est une concession d'une durée de 30 ans renouvelables. D'une part, il joue un rôle important dans l'économie

national (a créé 2000 emplois directs en 4 ans et demi), d'autre part, il est considéré comme l'un des meilleurs contribuant du secteur privé à l'échelle nationale.

Le complexe agroalimentaire «cevital» offre des produits de qualité supérieure, grâce à des unités de production ultra-moderne, des contrôles de qualité stricte et un réseau de distribution performant.

Cevital continue de mobiliser tous les moyens humains et matériels afin d'élargir et de diversifier les secteurs de production telles la fabrication du verre et de produits électroniques.

3) Activités et Approvisionnement :

L'ensemble des activités de «cevital» de Béjaia est concentré sur la production et la commercialisation des huiles végétales, margarine et sucre qui se présente comme suit :

- Raffinage des huiles avec une capacité de production de 1800 t/jours.
- Production de Smen «**Medina**».
- Conditionnement des huiles.
- Production de margarines et raffinage des graisses végétales avec une capacité de production 600t/jour.
- Fabrication d'emballage et des bouchons.
- Raffinage de sucre avec une capacité de production 1600 t/jour pour la première raffinerie, et 3200 t/jour pour la 2ème raffinerie.
- Crème pâtissière.
- Tourteaux pour l'alimentation des animaux.

Cevital présente plusieurs unités qui sont :

- + La raffinerie d'huile.
- + Margarinerie.
- + Raffinerie du sucre.

Pour s'imposer sur le marché, cevital négocie avec de grandes sociétés en France, en Suisse, et autres sociétés spécialisées dans l'import-export en Ukraine, Russie et en Libye.

Contrôle de qualité :

Le complexe «cevital» est doté de 4 laboratoires de contrôle de qualité qui sont bien équipés et dont le personnel respectent et appliquent les règles d'hygiène. Ces laboratoires sont:

- Deux laboratoires pour les huiles.
- Un laboratoire pour la margarine.
- Un laboratoire pour le sucre.

Annexe 5 : Verrerie et autres :

- Fiole conique de capacité d'environ 250ml.
- Fioles jaugées.
- Burette de 50ml graduée en 0,1ml et éprouvettes.
- Pipettes de 25ml.
- Pipettes pasteur.
- Tubes à essai.
- Flacons en verre.
- Erlenmeyer.
- Tubes capillaires.
- Boîtes de Pétri.
- Anses à platine stérile.
- Pipettes stérile.
- Flacon stérile.
- Spatule stérile.
- Étaleur stérile.

Annexe 6 : Appareillage :

- Balances analytiques.
- Bains maries.
- Étuves.
- Plaque chauffante.
- Agitateur chauffant.
- Thermomètre.
- pH-mètre.
- Réfrigérateurs.
- Dessiccateur.
- Bec bunsen.

Annexe 7 : Réactifs et solutions :

- Hydroxyde de potassium à 0,1N.
- Acide chlorhydrique (HCL) à 0,1N.
- Eau distillée.
- Solution de chromate de potassium.
- Solution alcoolique de phénolphtaléine.
- Noir eriochrome T(NET).
- Sel disodique d'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA).
- Solution tampon ammoniacal.
- Solution de l'hélianthine (méthyl orange).
- Solution de nitrates d'argent à 0,1N.
- Chloroforme.
- Chromates de potassium à 0,1N et a 10%.
- Solution saturée d'iodure de potassium (KI).
- Empois d'amidon.
- Thiosulfate de sodium à 0,01 N.
- Réactif de wijs.
- Eau peptonnée tamponnée (EPT).
- Solution Ringer.
- Milieux de culture (Milieu SS, gélose OGA, gélose PCA, GC, Chapman, Baird Parker, VRBL).

Annexe 8 : Définition des germes recherchés dans la margarine :

Définition des Salmonelles :

Les salmonelles sont des Entérobactéries, appartenant à la famille des Entérobactériaceae, non sporulées, aérobies facultatifs, catalase (+), galactosidase (-), uréase (-), indole (-), citrate (+). Elles réduisent le nitrate et ne fermentent pas le lactose; [lactose (-)], produisent du H₂S.

Les salmonelles peuvent se multiplier a des pH compris entre 4,5 et 9 (pH optimum de 7) et leur température de croissance est de 37°C (**Otang-Gyang, 1984; Guiraud et Rosec, 2004**).

Définition des germes aérobies :

La flore mésophile aérobie totale est constituée d'un ensemble de microorganismes variés correspondant aux germes banals de contamination; il s'agit d'un groupe microbien qu'il n'est pas toujours nécessaire de définir au plan taxonomique.

Ces germes n'agissent pas sur l'aliment et n'ont pas de répercussion du point de vue qualitatif (altération du produit) et hygiénique (santé du consommateur) qu'au-delà d'une certaine quantité, il est donc possible d'en tolérer un certain nombre (**Guiraud et Rosec, 2004**).

Définition des levures :

Les levures sont des Eucaryotes hétérotrophes faisant partie du groupe des champignons dont on les distingue par leur caractère unicellulaire et l'absence d'un vrai mycélium.

Les cellules des levures sont sphériques, elliptiques ou apiculées (en citron). La division se fait par bourgeonnement, plus rarement par scissiparité. Leurs métabolismes selon les espèces sont exclusivement oxydatif ou bien mixte; (oxydatif et fermentaire).

Elles sont aérobies et celles qui possèdent un métabolisme fermentaire se développent mal en anaérobiose strict. Elles sont en général acidophiles et mésophiles se multipliant à des Ph compris entre 3 et 7,5 et à des températures optimales voisinant les 25 et 28°C (**Guiraud, 2003; Guiraud et Rosec, 2004**).

Définition des coliformes :

Les coliformes appartiennent à la famille des Entérobacteriaceae, ce sont des bacilles à gram négatif non sporulés, oxydase (-), aérobies ou anaérobies facultatifs, capables de se multiplier en présence de sels biliaires.

Également capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz à 30°C en 48 heures (coliformes totaux), et aussi capable de le fermenter à 44°C (Coliformes fécaux). Ces coliformes vivent notamment dans l'intestin des humains et des animaux provoquant une contamination fécale (**Bourgeois et Larpent, 1980; Guiraud, 2003; Guiraud et Rosec, 2004**).

Pour la recherche et le dénombrement des coliformes fécaux, il faut d'abord passer par la recherche de coliformes totaux, c'est pour cela qu'il existe deux tests : un test présomptif et un test confirmatif : le premier étant pour la recherche des coliformes totaux et le second pour confirmer la présence des coliformes fécaux tels que *Escherichia coli*.

Définition de *Staphylococcus aureus* :

La recherche et le dénombrement de *Staphylococcus aureus*, seule espèce à produire éventuellement une entérotoxine protéique qui cause les intoxications alimentaires, permet de savoir si l'aliment présente des risques pour le consommateur (**Joffin et Joffin, 2003**).

Les Staphylocoques sont très répandus dans la nature et ils présentent des capacités de développement et de résistance importantes : ils sont souvent thermorésistants, halophiles, parfois psychrophiles, peu exigeants du point de vue nutritif.

Ce sont des Saprophytes de la peau et des muqueuses des êtres vivants ce qui en ont fait des agents de contamination par manipulation.

Ils sont en générale non pathogènes, sauf pour une espèce : *Staphylococcus aureus*. Ce sont des coques à gram positif, immobiles, asporulés, généralement en amas irrégulier, parfois en tétrade. Ils sont catalase (+), mésophiles, le type respiratoire étant aérobie ou anaérobie sur gélose viande foie (**Ait Abdelouahab, 2001; Guiraud, 2003; Guiraud et Rosec, 2004**).

Annexe 15: Résultats des analyses physico-chimiques effectués sur l'eau osmosée.

Paramètre Échantillon	pH	TH (°F)	TA (°F)	TAC (°F)	Cl ⁻ (mg/l)
1	7	0,4	0	10	28,3
2	6,5	0,2	0	1	21,4
3	7,33	0,4	0	12	54,7
4	7,1	0,4	0	8	50,4
5	6,5	0,4	0	2	21,3
6	6,8	0,2	0	1	21,3
7	6,5	0,2	0	1	14,2
N	7	7	7	7	7

Annexe 16 : Résultats du pH et d'acidité dornique effectués sur le lait :

Paramètre Échantillon	pH	Acidité dornique (°D)
--------------------------	----	-----------------------

1	5,95	15
2	5,95	14
3	6,67	15
4	6,5	15
5	6,85	15
6	7,1	14
7	6,63	15
Norme	6,5 - 8,5	14 - 18

Annexe 17: Résultats d'acidité, du point de fusion, d'indice de peroxyde et d'analyses des impuretés du blend.

Paramètres Échantillon	Acidité (%)	Point de fusion (°C)	Indice de peroxyde (méqO₂/kg CG)	Impuretés (%)
1	0,1	36,2	0,28	Absence
2	0,1	37,4	0,26	Absence
3	0,11	36,8	0,32	Absence
4	0,1	42	0,3	Absence
5	0,1	43,5	0,24	Absence
6	0,076	39	0,21	Absence
7	0,11	36	0,33	Absence
Norme	≤ 0,3	33-41	≤ 5	Absence

Annexe 18: Résultats du taux de sel et d'Humidité effectués sur le produit fini :

Paramètre Échantillon	Taux de sel (%)	Humidité (°C)
1	0,31	15,45
2	0,33	15,59
3	0,32	15,57
4	0,35	15,69
5	0,32	15,81
6	0,34	15,76
7	0,32	15,89
8	0,37	15,83
Norme	0,3 à 0,4	15-16

Annexe 19: Résultats du point de fusion effectués sur le produit fini :

Paramètre	Point de fusion (°C)
1	38
2	37,2
3	36
4	39
5	38,5
6	42
7	36,5
Norme	33-41

