

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département de science alimentaire
Spécialité : Qualité des produits, sécurité alimentaire.



Réf :.....

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

MASTER

Thème

*Suivie de la qualité de deux margarines de
feuilletage une avec conservateur (acide sorbique) et
une autre sans conservateur.*

Présenté par :

Mialet Taous & Naceri Amina

Soutenu le : **23 Juin 2018**

Devant le jury composé de :

Mme. Merzouk

MAA

Président

Mme. Oukil.N

MCA

Encadreur

Mme. Tamendjari.S

MCB

Examineur

Année universitaire : 2017 / 2018

Dédicaces

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

réaliser ce travail, DIEU qui a toujours été près de moi et qui m'a toujours aidé à surmonter mes difficultés dans les situations les plus dures et les moments les plus difficiles de ma vie.

Je dédie ce modeste travail à :

Mes parents qui m'ont soutenu et épaulé tout le temps, qui ont tout, absolument tout fait pour que je réussisse dans mes études, sans eux, je n'aurais pu être là aujourd'hui.

Mon très cher frère et ma très chère sœur.

Nacéri Amina

Remerciements

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude et nos sincères remerciements à notre promotrice **Mme. Oukil. N**, Maître de conférences à l'université de Abderrahmane Mira de Béjaia pour avoir accepté de nous encadrer et suivre ce travail.*

*A **Mme Merzouk**, Maître assistante à l'Université de Abderrahmane Mira de Béjaia, qui nous a fait l'honneur de présider la commission du jury.*

*Nos remerciements vont également à **Mme Tamendjari**, Maître de Conférences à l'université Abderrahmane Mira de Béjaia, d'avoir consacré son précieux temps à juger ce manuscrit.*

Ce travail n'aurait pas pu voir la lumière du jour sans l'aide précieuse des personnes suivantes :

***Mr. Djemaoune.L** Chef de laboratoire microbiologie, de nous avoir accueillie et intégré au sein de Cevital et pour toutes les conditions techniques mises à notre disposition afin de réaliser ce modeste travail.*

*Nous remercions également à **Mr. Tounes.M** et toutes les équipes des laboratoires microbiologique et physicochimique pour leurs remarques percutantes et aide précieuse qui nous ont permis d'avancer dans notre travail.*

Et enfin à tous les employés de CEVITAL SPA qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce manuscrit.

Sommaire

Liste des abréviations.

Liste des figures.

Liste des tableaux.

Introduction.....01

Première partie

Partie théorique

I-Historique.....02

II-Définition de la margarine.....02

II-1 Composition globale de la margarine.....02

II-1-1-La Phase grasse ou le blend.....02

II-1-2-La Phase aqueuse.....04

IV- Processus de fabrication de la margarine : (Guille et *al*, 2016).....08

V-Traitement de modification.....10

VI-Les facteurs d'altération de la margarine.....10

VII-les germes d'altération12

VIII- Caractéristiques de la margarine.....13

Deuxième partie

Partie pratique

Matériel et méthodes

I-Matériel15

II-Méthodes.....15

II-1- Analyses physicochimiques15

II-1-1- Teneur en eau (Humidité :H).....	16
II-1- 2-Détermination du potentiel hydrogène (pH) dans la phase aqueuse	17
II-1-3-Détermination de la teneur en sel (NaCl).....	17
II-1-4- Détermination du point de fusion.....	18
II-1-5-Détermination de l'indice de peroxyde	19
II-1-6-Détermination de la teneur en solide (SFC).....	21
II-2- Analyse sensorielle	22
II-3- les analyses microbiologiques	22
II-3-1 - Recherche et dénombrement des germes aérobies à 30°C	23
II-3-2- Recherches des coliformes fécaux.....	24
II-3-3- Dénombrement des levures par comptage des colonies à 25 °C	24
II-3-4 - Recherche des salmonelles	24

Résultats et discussion

I-Analyses physico-chimiques	26
I-1- Teneur en eau (Humidité :H).....	26
I-2- Potentiel hydrogène (pH) dans la phase aqueuse.....	26
I-3- Teneur en sel (NaCl)	27
I-4- Point de fusion	28
I-5- Indice de peroxyde	29
I-6- Teneur en solide (SFC).....	30
Analyses microbiologiques	32
Conclusion et perspectives.....	34

Liste des abréviations

W/O: Water in oil (eau dans huile).

SPA: Société par action.

CE : Communauté européenne.

U.I : Unités internationales.

pH : Potentiel hydrogène.

Kcal : Kilocalories.

E / H : Eau dans huile.

AG : Acides gras.

Aw : Activité de l'eau.

SIN : Système international de numérotation.

H : Humidité.

ISO : International organization for standardization (organisation internationale de standardisation).

NE : Norme entreprise.

NaCl : Chlorures de sodium.

AgNO₃ : Nitrates d'argent.

N : Normalité.

K₂CrO₄ : Chromate de potassium.

Ts : Teneur en sel.

Eq.g : Equivalent grammes.

O₂ : Oxygène.

KI : Iodure de potassium.

Na₂S₂O₃ : Thiosulfate de sodium.

CHCl₃ : Chloroforme.

CH₃COOH : Acide acétique.

Ip : Indice de peroxyde.

SFC : Solid fat content (teneur en solide).

p-RMN : Résonance magnétique nucléaire pulsée.

NPP : Nombre le plus probable.

Σc : somme totale des colonies comptées.

M1 : Margarine avec conservateur (acide sorbique).

M2 : Margarine sans conservateur (acide sorbique).

Liste des figures

<i>Figure 01</i> : Diagramme de fabrication de la margarine.....	8
<i>Figure 02</i> : schéma du processus de fabrication de la margarine.....	9
<i>Figure 03</i> : Humidité des deux margarines avec et sans conservateur.....	26
<i>Figure 04</i> : pH de la phase aqueuse pour les deux margarines M1 et M2.....	27
<i>Figure 05</i> : Teneur en sel dans les deux margarines avec et sans conservateur.....	28
<i>Figure 06</i> : point de fusion des deux margarines avec et sans conservateur.....	29
<i>Figure 07</i> : Indice de peroxyde des deux margarines avec et sans conservateur.....	30
<i>Figure 08</i> : SFC des deux margarines avec et sans conservateur.....	31
<i>Figure 09</i> : Organigramme du complexe CEVITAL.....	Annexe 3
<i>Figure 10</i> : Dénombrement des germes aérobies à 30°C.....	Annexe 4
<i>Figure 11</i> : Recherche des coliformes fécaux à 44°C	Annexe 5
<i>Figure 12</i> : Recherche des salmonelles	Annexe 6
<i>Figure 13</i> : Dénombrement des levures	Annexe 7

Liste des tableaux

<i>Tableau I</i> : Exemples de conservateurs utilisés dans la fabrication de la margarine feuilletage.....	05
<i>Tableau II</i> : Types de margarine et leur utilisation	07
<i>Tableau III</i> : Tableau résumant les facteurs d'altération de la margarine.....	11
<i>Tableau IV</i> : Les germes d'altération de la margarine.....	12
<i>Tableau V</i> : Teneurs en solide (SFC) des deux margarines M1 et M2.....	20
<i>Tableau VI</i> : Les résultats d'analyses microbiologiques de la margarine feuilletage avec conservateur pendant trois mois.....	32
<i>Tableau VII</i> : Les résultats d'analyses microbiologiques de la margarine feuilletage sans conservateur pendant trois mois.....	33
<i>Tableau VIII</i> : Composition des milieux de culture.....	annexe 1

Introduction

Plus de 50% des lipides sont consommés sous forme de matières grasses « dissimulées » dans le lait, les œufs, les viandes, certains fruits comme les olives ou les avocats, les noisettes, les noix... L'autre partie est « apparente », ce sont des produits issus d'un traitement industriel : le beurre, le saindoux, les huiles de poisson, les huiles végétales ou leurs produits de transformation comme sauces émulsionnées, les matières grasses à point de fusion contrôlé adapté aux applications industrielles (pâtisserie, biscuiterie, etc.) ou encore les margarines (**Jeantet et al, 2008**).

Inventée par Mège-Mouriès, la margarine était préparée à l'origine avec des graisses animales émulsionnées avec de l'eau et du lait ou de la crème. Par la suite, les graisses végétales, coprah, palme et palmiste ont pris une place de plus en plus grande dans la formulation de la phase lipidique des margarines. Actuellement, elles sont obtenues à partir de matières grasses variées allant des huiles hydrogénées de poisson et de baleine aux huiles végétales plus ou moins hydrogénées (**Alais et Linden, 1987**).

Selon les usages, il existe différents types de margarines : margarines pour usage domestique, pour l'industrie alimentaire, margarines dites « basses calories » encore appelées pâtes à tartiner, graisses émulsifiables ou « shortenings » (**Alais et Linden, 1987**).

On cherche à maintenir le plus longtemps possible la qualité initiale de la denrée, ou du moins le plus haut degré de qualité. Pour ce faire, il faut évidemment inhiber ou ralentir les divers mécanismes d'altérations qui modifient la qualité dans les trois directions : qualité alimentaire, qualité nutritionnelle, et qualité hygiénique. Ceci se fait par exemple par l'ajout de conservateurs (**Alais et Linden, 1987**).

Dans notre présent travail, nous allons procéder à un suivi de la qualité de deux margarines produites au niveau de la chaîne pilote de Cévitall Food SPA pendant une durée de trois mois. Ces deux graisses sont du même type mais une avec conservateur (acide sorbique) et une autre sans ce dernier. Est-ce possible d'éliminer cet acide de la composition de ce produit ? Pour répondre à cette question, nous allons effectuer des analyses physico-chimiques et des analyses microbiologiques.

I/ Historique :

La margarine a été développée en 1869 en France à la suite d'un concours ouvert par Napoléon III pour la recherche d'un produit propre à remplacer le beurre qui était à cette époque cher, rare et se conservait mal. Hippolyte MEGEMOURIES réalisa une émulsion blanche résultant du mélange de graisse de bœuf et de lait et d'eau baptisée Margarine (du grec *margaron* = blanc de perle). Le brevet est déposé en 1872 et la commercialisation de la Margarine va dès lors se développer. Puis, les progrès de la science au début du xxe siècle vont permettre d'utiliser les huiles végétales dans la fabrication des margarines. La margarine est aujourd'hui bien différente de son produit d'origine (**Saillard, 2010**).

II/ Définition de la margarine :

La margarine est une émulsion eau-dans-huile et se compose d'au moins 80% de phase grasse et d'au plus 16% de phase aqueuse. La phase grasse se compose à la fois d'huile liquide et de graisse cristalline. La structure solide est réalisée par une matrice d'agrégats de cristaux de graisse dans laquelle de minuscules gouttelettes d'eau sont piégées (**Bongersa et Almeida-Riveraa, 2011**).

II-1 Composition globale de la margarine :

Dans les faits, il s'agit d'une émulsion, du type eau-dans-l'huile, (W/O) dont la composition moyenne est la suivante (**Kone, 2001**) :

- Matière grasse : 80 %
- Eau ou lait : 18 %,
- Additifs et produits auxiliaires : 2 %

II-1-1 /La Phase grasse ou le blend :

La phase grasse représente la partie la plus importante de l'émulsion, 82 à 84% dans les margarines traditionnelles qui doivent présenter une teneur maximale en eau de 16% et seulement 60% dans les nouvelles margarines « dites allégées » (**Karleskind et Wolff, 1992**). Elle peut être d'origine végétale, animale, ou marine selon les performances souhaitées par la production.

En effet, le choix des huiles de cette phase détermine les qualités du produit fini, notamment le point de fusion, la texture, la consistance et la stabilité, et par conséquent leur utilisation

comme margarine de table, pâtes à tartiner, plats cuisinés, produits divers (*Ben achour et Hikem, 2012-2013*).

- **Les additifs liposolubles:**

✓ **Définition des additifs alimentaires:**

Les additifs sont des substances chimiques ajoutées intentionnellement à certains produits alimentaires dans le but d'améliorer les qualités organoleptiques du produit, sa conservation... Ils sont très nombreux et classés suivant leurs propriétés qui sont très variées : conservateurs, colorants, texturants, arômes, émulsifiants (*Aboiron et Hameury, 2004*).

- **Les émulsifiants :**

D'après la directive modifiée 95/2/CE (1995) du parlement européen, les émulsifiants sont : « substances qui, ajoutées à une denrée alimentaires, permettent de réaliser ou de maintenir le mélange homogène de deux ou plusieurs phases non miscibles telles que l'huile et l'eau » (*Sadouki, 2011*).

- **Les colorants :**

La couleur est un élément déterminant dans le choix d'un aliment car elle contribue à éveiller l'appétit.

La technologie alimentaire utilise les colorants alimentaires pour renforcer les colorants naturellement présents dans les denrées alimentaires ou pour restaurer la couleur que les aliments ont perdue au cours de leur fabrication ou encore identifier des arômes normalement associés à certaines denrées alimentaires.

Bien entendu, l'utilisation de colorants comme de tout autre additif alimentaire ne doit pas servir à dissimuler une altération ou laisser croire à la présence d'un constituant de qualité alors que l'aliment en est dépourvu (*Multon, 2002*).

- **Les arômes :**

Ils sont définis comme étant des produits ou des substances qui sont ajoutés aux denrées alimentaires pour leur donner une odeur, un goût, à l'exception des substances ayant exclusivement un goût sucré, acide ou salé (*Branger et al, 2007*).

Les arômes ont donc une fonction organoleptique : restaurer une note aromatique ou bien en conférer une à une denrée qui n'en a pas particulièrement au départ.

- **Les vitamines liposolubles :**

La fortification de la margarine avec de la vitamine A est obligatoire ; elle doit contenir pas moins de 15.000 unités internationales (UI) par litre. L'utilisation de la vitamine D est facultative, mais une fois supplémentée, elle doit être présente à raison de 1500 (UI) par litre de margarine. Les antioxydants naturels des huiles végétales « tocophérols » sont des sources importantes de vitamine E et des teneurs variables survivent aux traitements (**Chikhouné, 2010**).

II-1-2/-La Phase aqueuse :

Cette phase dispersée est constituée soit d'eau soit de lait écrémé.

- **L'eau :**

C'est le constituant le plus important de la phase aqueuse des margarines sans lait. Les autres ingrédients y sont dissouts ou dispersés. Elle doit être pure, de bon goût, bactériologiquement saine (**Kirleskind et Wolff, 1992**).

L'eau utilisée, doit avoir un pH aux alentours de 6 et ne doit pas contenir de sels de fer ou de manganèse, agents favorisant l'oxydation, elle est donc préalablement traitée et filtrée.

- **Le lait :**

Il est uniquement utilisé dans les margarines de qualités supérieures à forte valeur ajoutée.

(Anonyme1).

- **Les additifs hydrosolubles :**

• **Le sel :**

Le sel joue un rôle d'agent de sapidité et de conservation. On utilise en général des sels très fins qui se répartissent dans la masse en fonction de l'eau incluse dans la matière grasse (**Colin & de Teissier, 2004**).

- **Les conservateurs :**

Ce sont des additifs chimiques utilisés en vue d'augmenter la stabilité chimique ou microbiologique d'un produit alimentaire et d'accroître sa durée de vie commerciale. Les conservateurs représentent la catégorie d'additifs dont l'intérêt est le plus évident. La plupart des agents utilisés pour prévenir la pollution microbiologique sont des sels d'acides organiques (benzoïque, propionique, sorbique) ou minéraux (nitrique, nitreux, sulfureux) (Adrian et al, 2003).

Le rôle des conservateurs : (Sghaier, 2013).

Les conservateurs sont principalement utilisés dans des buts sanitaires ou hygiéniques, car ils permettent :

- De prolonger la durée de conservation des produits alimentaires en les protégeant des altérations dues aux microorganismes et d'empêcher toute modification de leur goût ou parfois de leurs aspects.
- De garantir leurs innocuités en éliminant l'influence de facteurs biologiques.
- Ils ralentissent le développement des germes indésirables de façon à prolonger la durée de conservation du produit (Guibert et Vennetier, 2005).
- En voici quelques exemples :

Tableau I : Exemples de conservateurs utilisés dans la fabrication de la margarine feuilletage (Sghaier, 2013 ; Aboiron et Hameury, 2004).

Conservateurs	Rôles	Applications
Sorbate de potassium (E202)	Activité anti microbienne et fongistatique	Pain en tranche, lait fermenté, yaourt, confiserie, fruit confis, margarine.
Lecithine de soja (E322)	<ul style="list-style-type: none">• Emulsifiant eau dans huile• Agent diminuant les éclaboussures• Agent anti bruissant	Margarine, chocolaterie , Produit de boulangerie et biscuiterie

- **Les correcteurs de PH :**

Les correcteurs d'acidité sont utilisés pour modifier l'acidité ou l'alcalinité et la maintenir à un niveau donné : ceci est important pour la fabrication, le goût et la sécurité alimentaire. Un mauvais contrôle du pH du produit peut entraîner le développement de bactéries indésirables susceptibles de présenter un risque pour la santé (**Anonyme2**).

III-Types de margarine et leur utilisation :

Tableau II : Types de margarine et leur utilisation (Saillard, 2010 ; Anonyme3 ; Amaouche et Kerrache, 2017).

<i>Type de margarine</i>	<i>Utilisation</i>
Margarine pâtissière	C'est une margarine à destination des professionnels. Elle est utilisée pour les feuilletages, pâtes levées feuilletées (croissants, pains au chocolat, pâtes levées (brioches, cakes, pâtes sablée, salée et sucrée, etc.), garnitures (crèmes, mousselines, etc).
Margarine de cuisine	De qualité supérieure, destinée à une utilisation à cru, fondue dans les sauces ou à la cuisson.
Margarine végétale	Composée exclusivement d'une ou plusieurs huiles végétales.
Margarine allégée	Produit obtenu à partir de matières grasses d'origine végétale et/ou animale avec une teneur en matières grasses de 60% au moins et de 62% au maximum.
Margarine de table (tartinable)	C'est une margarine à usage domestique. Ce type de margarines doit être suffisamment ferme à 20 °C, tartinable facilement et avoir des qualités organoleptiques proches de celles du beurre. Elles sont le plus souvent préparées à partir des triglycérides riches en acides gras insaturés. Elles apportent 740Kcal pour 100g du produit.

IV- Processus de fabrication de la margarine : (Guille et al, 2016).

La production de la margarine comprend les étapes suivantes:

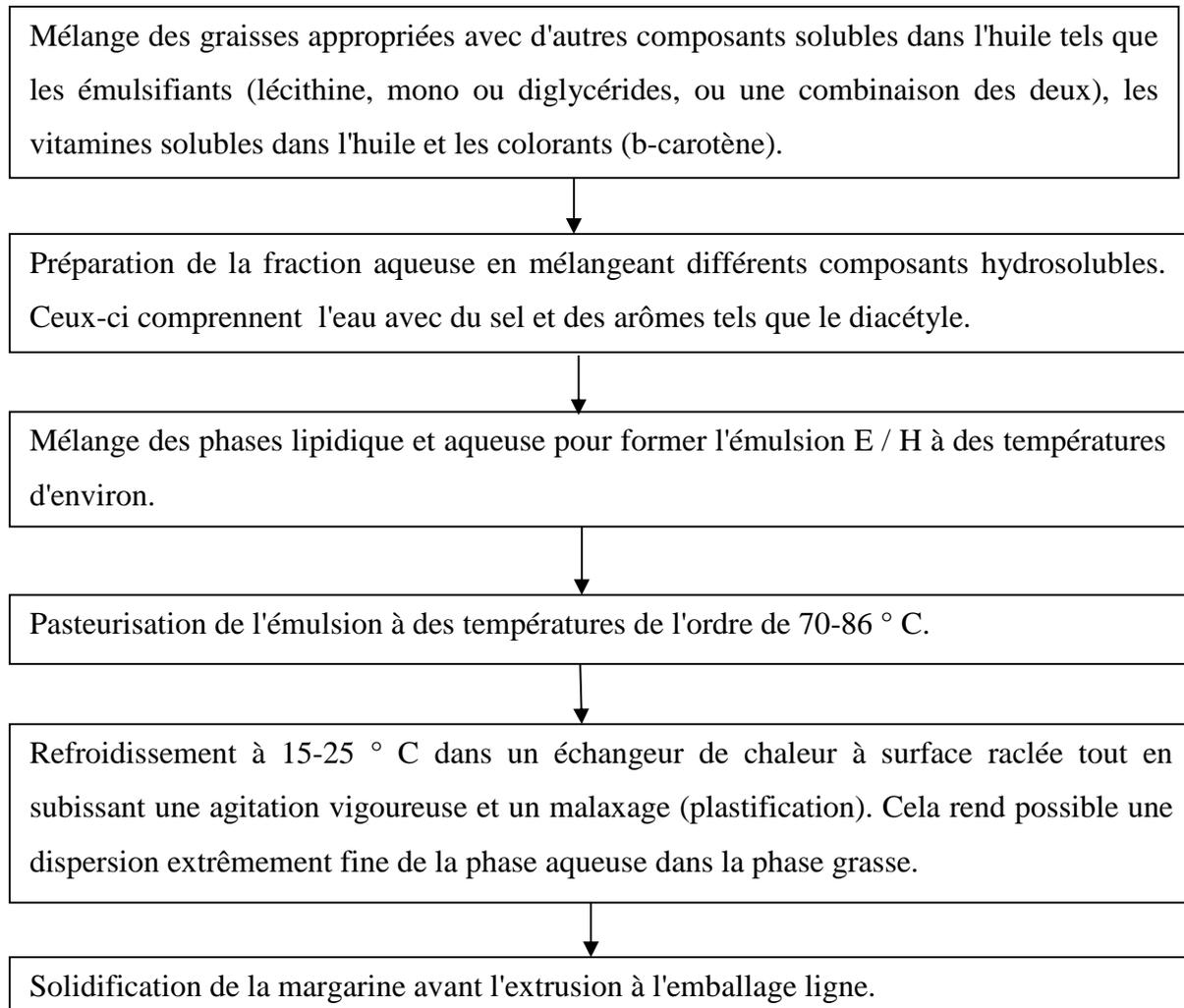


Figure 01 : Diagramme de fabrication de la margarine (Guille et al, 2016).

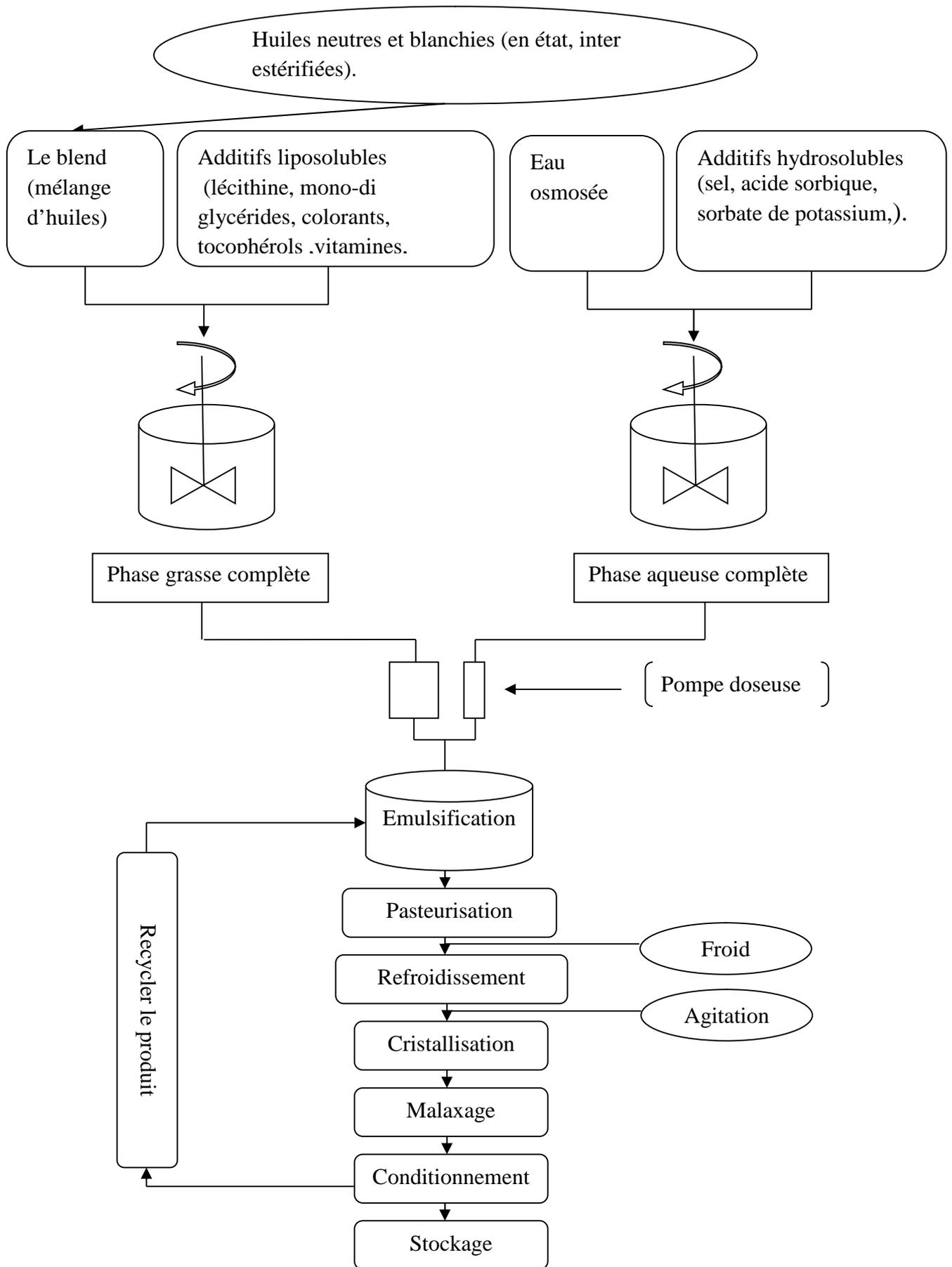


Figure 02 : schéma du processus de fabrication de la margarine (Chikhoun, 2010).

V- Traitement de modification :

Avant la production de n'importe quel produit à base d'huile, cette dernière subit dans certains cas un processus de raffinage tel que l'hydrogénation, fractionnement. Dans le cas de la margarine parisienne (feuilletage) il s'agit de l'interesterification.

L'interestérification :

L'interestérification est un procédé qui a pour but de redistribuer les acides gras (AG) sur le glycérol, provoquant ainsi une modification des propriétés de fusion de l'huile. Il s'agit d'une modification chimique (catalyse basique) ou enzymatique (action de lipases) : dans le premier cas, la redistribution se fait au hasard ; dans le second, la spécificité des lipases conduit à ne redistribuer que les AG en positions externes du glycérol (1 et 3), laissant la position interne (2) inchangée.

Note : L'interestérification d'une huile ne modifie pas sa composition en AG totaux mais la structure de ses triglycérides. (Morin, 2007).

VI-Les facteurs d'altération de la margarine :

Les altérations surviennent depuis la production de la margarine jusqu'à sa consommation : que ce soit pendant le stockage des matières premières ou le stockage du produit fini, on peut observer un certain nombre d'altérations :

Tableau III : Tableau résumant les facteurs d'altération de la margarine(**Anonyme4**).

<i>Types d'altération</i>	<i>Origines</i>
altérations physiques	les chocs, les blessures, les modifications d'état, la variation de la teneur en eau, changement de couleur
altérations chimiques	oxydation (rancissement)
altérations biochimiques	par les enzymes (brunissement enzymatique, lyses, destruction des vitamines, de certains nutriments)
altérations microbiologiques	développement des microorganismes pathogènes, production de toxines et enzymes (putréfaction, toxicité).
<p>Ces altérations sont plus ou moins importantes en fonction, principalement :</p> <ul style="list-style-type: none">• de la protection physique des produits contre les chocs, la lumière, le contact de l'air... <p>C'est une des fonctions de l'emballage</p> <ul style="list-style-type: none">• de la température (réfrigération, congélation, température ambiante)• de la teneur en eau des produits (Activité de l'eau : Aw)• de la qualité de l'air et de la ventilation des lieux de stockage• et bien évidemment de la durée du stockage. <p>La durée de conservation possible est inversement proportionnelle à la vitesse des réactions d'altération. Ce qui fait varier le plus cette vitesse est la température de stockage.</p>	

VII-les germes d'altération :

Tableau IV : Les germes d'altération de la margarine (**Fiche microbe cevital; Abdelmassih et al; Zuliani et Garry, 2004**).

Bactéries	Source de contamination	Effets sur le consommateur	Aliments affectés (sensibles)
<u>Salmonelles</u>	<ul style="list-style-type: none"> • Mains mal lavées • Selles • Personne malade • Environnement 	<ul style="list-style-type: none"> • Mort possible mais rare • Infection gastro-intestinal • Fièvre • Vomissement 	Margarine, eau, plat à base d'œuf, volaille, viande, lait cru, chocolat.
<u>Levures</u>	<ul style="list-style-type: none"> • Mauvaise pratique d'hygiène et de fabrication • L'environnement 	Majoritairement celles rencontrées en industrie agro alimentaire ne représentent aucun risque sur la santé	Margarine, fruit frais et sec, jus de fruit, confiserie et biscuit, sirop, confiture et miel.
<u>Germes aérobies totaux</u>	<ul style="list-style-type: none"> • Environnement • Matière première • Défaut de manipulation 		Margarine, sucre
<u>Staphylococcus aureus</u>	<ul style="list-style-type: none"> • La peau • Les muqueuses de L'homme et des animaux 	<ul style="list-style-type: none"> • Enterotoxine provoquant vomissement • Malaise a court terme 	Margarine, lait, produit laitier, œuf, poisson, fruit de mère

VIII- Caractéristiques de la margarine :

✓ **Caractères physiques :**

Ils sont liés à l'état de corps plastique de la margarine et à son état d'émulsion très fine eau/huile. Dire que la margarine est plastique, revient à dire qu'elle n'est pas tout à fait solide, ni tout à fait liquide, puisqu'elle contient une phase solide (la partie concrète) baignant dans une phase liquide (la partie fluide). Dire qu'elle est une émulsion se justifie par le fait que l'eau se trouve dispersée dans le corps gras sous forme de fines gouttelettes de quelques microns de diamètre. Cette émulsion est très stable en raison des liaisons entre les phases lipophile et hydrophile, renforcées par les émulsifiants existants ou ajoutés (**Champier, 1956**).

✓ **Caractères olfacto-gustatifs :**

Parmi l'ensemble des caractères sensoriels de la margarine, le goût, la saveur et pour employer un terme récemment introduit dans le langage de la dégustation, la flaveur, sont certainement les plus importants. Il ne faut pas perdre de vue que la margarine est, avec le beurre, le corps gras alimentaire que l'on consomme le plus à l'état cru, en tartine, dans les hors-d'œuvre, gouters, etc. Il est donc indispensable qu'elle soit appétissante, agréable à goûter. L'ensemble complexe de stimuli qui résultent de la dégustation d'une margarine, est lié d'une part, à la flaveur propre des constituants lipophiles (matières grasses), hydrophiles (lait, sucre, sel) et des aromatisants (diacétyle par exemple), ainsi qu'à l'état physique de l'émulsion, et d'autre part, à l'état de fraîcheur du produit (**Champier, 1956**).

✓ **Caractères chimiques :**

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

- La composition centésimale du produit.
- La composition en acides gras de la phase grasse et, en particulier, la teneur en AG essentiels.
- La nature et la teneur en divers éléments non glycéridiques de la phase grasse (stérois, vitamines, tocophérols).
- Les indices du degré de fraîcheur : acidité, indice de peroxyde (**Champier, 1956**).

✓ **Caractères bactériologiques :**

Comme tout produit alimentaire, les margarines risquent d'être contaminées par des microorganismes qui, en se développant, provoquent une altération des qualités organoleptiques (flaveur, apparence, texture) et/ou des propriétés chimiques. Ces microorganismes ne proviennent généralement pas de la phase grasse mais des constituants de la phase aqueuse (eau elle-même, lait, amidon, sucre), de l'air et de l'appareillage de fabrication et de conditionnement (**Champtier, 1956**).

✓ **Caractères nutritionnels :**

Les margarines sont avant tout, des corps gras alimentaires. A ce titre, rien ne doit différencier, sur le plan nutritionnel, des autres corps gras alimentaires, elles apportent les éléments biologiquement importants que l'on trouve dans ces derniers :

- Energie métabolisable (7500cal/kg) ;
- Acides gras essentiels (surtout linoléique) ;
- Vitamines et provitamines liposolubles (vitamines A, D, E et carotènes). Elles sont douées d'une bonne digestibilité (**Champtier, 1956**).

Matériel et méthodes

Notre stage a été effectué au niveau du complexe agroalimentaire CEVITAL, pendant une durée de trois.

Le but de notre travail est de réaliser une étude comparative entre deux margarines du même type qui est la margarine feuilletage l'une avec deux conservateurs (sorbate de potassium et acide sorbique) et l'autre sans acide sorbique. Plusieurs essais ont été réalisés au sein de la chaîne pilote de la margarinerie du complexe CEVITAL.

I- Matériel :

La parisienne est un corps gras solide. C'est une margarine de feuilletage utilisée en (boulangerie, pâtisserie, biscuiterie,...). Elle est conditionnée en plaquette de 500 gr ou en bloc de 5Kg prédécoupée en petits blocs de 1Kg ou de 500g et emballé dans un papier sulfurisé imperméable.

Les principales matières premières utilisées pour la fabrication de la margarine de feuilletage sont :

- Les huiles et graisses végétales raffinées (tournesol, palme, coprah).
- Eau osmosée.
- Sel.
- Additifs alimentaires : Mono et di glycéride d'acide gras végétal SIN 471, Lécithine de soja SIN 322 et Esters polyglycérolique d'acide gras SIN475; Acide lactique SIN270, Sorbate de potassium SIN 202, Acide sorbique SIN200, dl-alpha-tocophérol SIN 307c, Arôme beurre, Béta carotène SIN 160(a)ii.

II- Méthodes :

II-1- Analyses physicochimiques :

II-1-1- Teneur en eau (Humidité :H) : (ISO 662 Deuxième édition 1998-09-15) :

- **Définition :**

On entend par teneur en eau, la perte en masse que subit le produit chauffé à 103 ± 2 °C dans les conditions spécifiques.

- **Principe :**

Il consiste à faire évaporer l'eau et les matières volatiles de la margarine sous l'effet de la chaleur sur une plaque chauffante, et à déterminer le poids de la prise d'essai avant et après évaporation et refroidissement.

- **Mode opératoire :**

- Peser un bécher vide (P_0).
- Tarer et peser 2g de margarine dans le même bécher (P_1).
- Déposer sur une plaque chauffante, en agitant délicatement (afin d'éviter les éclaboussures et ainsi les pertes de matières) jusqu'à évaporation complète de l'eau.
- Laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Procéder à une deuxième pesée du bécher contenant l'échantillon (P_2).

- **Expression des résultats :**

L'humidité (teneur en eau) est exprimée par la formule suivante :

$$H (\%) = \frac{(P_0 + P_1) - P_2}{P_1} * 100$$

Où:

H (%) : Humidité exprimée en pourcentage massique.

P₀ : poids du bécher sec et vide en gramme (g).

P₁ : poids de la prise d'essai en gramme(g).

P₂ : poids en gramme (g) du bécher contenant l'échantillon après chauffage et refroidissement.

II-1- 2-Détermination du potentiel hydrogène (pH) dans la phase aqueuse :

(NE.1.2.430/89)

- **Définition :**

Le pH est l'abréviation du potentiel hydrogène. Il sert à mesurer l'activité des ions hydrogènes nommés aussi protons. Le pH est ainsi un indicateur d'acidité ou d'alcalinité d'une solution aqueuse.

- **Principe :**

Il consiste à la mesure de la différence de potentiel entre une électrode en verre et une électrode de référence dans la phase aqueuse séparée de la margarine fondue.

- **Mode opératoire :**

- Faire fondre une quantité de margarine dans une étuve à 100°C pour obtenir la séparation des deux phases grasse et aqueuse.
- Récupérer la phase aqueuse.
- Etalonner le pH mètre.
- Introduire les deux électrodes à la température de mesure.
- Après stabilisation des valeurs affichées sur le pH mètre, lire la valeur du pH indiquée.

II-1-3-Détermination de la teneur en sel (NaCl) : (NE.1.2.429/89)

- **Définition :**

C'est la quantité de sel contenue dans l'échantillon de margarine, sous forme de chlorures de sodium (NaCl).

- **Principe :**

Selon la méthode de Mohr, c'est un titrage des chlorures contenus dans la prise d'essai, par une solution de nitrates d'argent (AgNO_3) à 0.1 normal (0.1 N) en présence d'un indicateur coloré (le chromate de potassium : $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$).

- **Mode opératoire :**

- Peser 5g d'échantillon dans un Erlenmeyer.
- Ajouter 100ml d'eau distillée préalablement chauffée jusqu'à ébullition.
- Agiter pour faire fondre la margarine.
- Après refroidissement, ajouter quelques gouttes de chromate de potassium (indicateur coloré jaune).
- Titrer avec la solution de nitrates d'argent jusqu'au virage de la couleur (obtention d'une couleur rouge brique persistante pendant 30secondes).

- **Expression des résultats :**

La teneur en (NaCl) est exprimée comme suite :

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

Où :

Ts : Teneur en sel exprimée en pourcentage (%).

N : Normalité de la solution d'AgNO₃ (0.1N).

V : Volume de la solution d'AgNO₃ utilisé pour le titrage en ml.

Eq.g NaCl : Equivalent grammes d'NaCl égal à 58.5.

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

II-1-4- Détermination du point de fusion : (NE.1.2.91/88)

- **Définition :**

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

- **Principe** :

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

- **Mode opératoire** :

- Faire fondre une quantité de margarine puis filtrer le blend obtenu.
- Introduire la matière grasse dans deux tubes capillaires en verre sur une hauteur de 1 cm, puis les refroidir au réfrigérateur (8 à 10 min).
- Une fois que la matière grasse est solidifiée, fixer les deux capillaires avec une pince en bois qui est elle-même suspendue sur les côtés d'un bécher.
- Les deux capillaires sont immergés dans l'eau osmosée, un thermomètre a été également immergé pour mesurer la température, ensuite le milieu est chauffé lentement sur une plaque chauffante de façon que la température s'élève d'environ 0.5 °C par minute (0.5°C/min).
- Surveiller, observer attentivement, et noter la température à laquelle le corps gras commence à remonter dans les tubes capillaires.

- **Expression des résultats** :

La température notée correspond au point de fusion de la margarine exprimée en °C.

II-1-5-Détermination de l'indice de peroxyde : (NE.1.2.98/88)

- **Définition** :

L'indice de peroxyde est la quantité de produit présente dans l'échantillon exprimée en meq g d'O₂ actif par 1000g du corps gras.

- **Principe** :

Il consiste au traitement d'une prise d'essai en solution dans un mélange d'acide acétique et de chloroforme, par une solution d'iodure de potassium (KI) ; et au titrage ensuite, de l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium Na₂S₂O₃ en présence d'empois d'amidon

comme indicateur coloré.

- **Mode opératoire :**

- Préparer un ballon bien séché et à l'abri du contact avec l'air.
- Remplir une burette avec du thiosulfate de sodium à 0.01N et veiller à ne pas avoir des bulles d'air lors du remplissage de la burette.
- Préparer les réactifs à utiliser durant l'analyse (12ml de chloroforme (CHCl₃), 18ml d'acide acétique (CH₃COOH)).
- Peser 5g de margarine dans le ballon préparé, faire fondre, et récupérer la phase grasse.
- Préparer dans un bécher 0.5g d'iodure de potassium (KI) et compléter à 1.5g d'eau distillée en assurant une bonne agitation.
- Rajouter le chloroforme et l'acide acétique au ballon préparé en agitant le tout pour bien dissocier le blend, puis ajouter en dernier lieu l'iodure de potassium.
- Boucher aussitôt le ballon, agiter durant une minute et laisser à l'abri de la lumière pendant une minute.
- Ajouter 75ml d'eau distillée (afin d'arrêter la réaction) et quelques gouttes d'empois d'amidon comme indicateur coloré et agiter vigoureusement.
- Titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à 0.01N jusqu'à décoloration totale de la solution, et lire sur la burette la chute de niveau correspondante.
- Parallèlement un test blanc (sans margarine) a été réalisé.

- **Expression des résultats :**

L'indice de peroxyde est exprimé par la formule suivante :

$$I_p = \frac{N * (V1 - V0) * 1000}{P}$$

Où :

I_p : Indice de peroxyde exprimé en milliéquivalent gramme par kilogramme de matière grasse.

N : Normalité de la solution du thiosulfate de sodium 0.01N.

V₀ : Volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc en ml.

V₁ : Volume de thiosulfate de sodium pour la détermination en ml.

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

II-1-6-Détermination de la teneur en solide (SFC) : (ISO 8292 : 1991 (f)).

- **Définition** :

Appelée aussi taux de solide, c'est une mesure de la quantité de graisse à l'état solide dans une graisse à une certaine température.

La teneur en graisse solide constitue une caractéristique physique importante influençant beaucoup de propriétés technologiques et sensorielles de corps gras. A une température donnée, elle est directement liée à la mollesse ou à la dureté de la graisse. Une fois la graisse incorporée dans un aliment, cette dernière influence la consistance (la dureté, la rigidité) de l'aliment (**Graille, 2003**).

- **Principe** :

Détermination de la teneur en corps gras solides avec un spectromètre à résonance magnétique nucléaire pulsée (p-RMN) (Minispec-mq20, Bruker, Karlsruhe, Allemagne).

- **Mode opératoire** :

- Faire fondre une prise d'essai de margarine dans un bécher à 70°C.
- Après refroidissement, il y'aura séparation des deux phases grasse et aqueuse.
- Récupérer la phase aqueuse à l'aide d'une micropipette, et filtrer la phase grasse avec un papier filtre contenant le sulfate de sodium, ce dernier capte toute l'humidité qui reste dans la phase grasse.
- Remplir trois tubes propres et secs par la phase grasse à hauteur de 3cm.
- Ensuite, on procède à des incubations : 15 min à 100°C, 5 min à 70°C, 60 min à 0°C, 30 min à 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 °C en faisant la lecture à chaque température.
- Les résultats sont donnés par le logiciel de l'appareil en pourcentage de solides.

II-2- Analyse sensorielle :

Emballage : Il doit contenir toutes les informations nécessaires sur le produit, et l'écriture doit être lisible.

Poids : Il est important de vérifier le poids du produit fini, afin d'éviter la fraude et d'économiser les pertes de produits. Il consiste à la pesée du produit avec des balances analytiques au laboratoire sur des échantillons prélevés de manière aléatoire au cours de la production.

Couleur : Elle doit être de couleur crème jaunâtre.

Odeur : Caractéristique au produit.

Texture : Bonne, absence de grumeaux, et non cassante.

II-3- les analyses microbiologiques :

➤ **Préparation de la solution mère : (ISO 6887-4/2003)**

Peser dans un flacon stérile préalablement taré, une prise d'essai d'une masse de 40g prélevée aseptiquement à partir de l'échantillon à contrôler, à l'aide d'une spatule stérile. Ajouter 34 ml du diluant (Solution Ringer 1/4). Placer les flacons au bain marie, réglé à $45 \pm 1^\circ\text{C}$ jusqu'à fusion complète du produit, et obtention d'une bonne séparation des deux phases grasse et aqueuse et les récupérer afin d'entamer les analyses microbiologiques.

➤ **Echantillonnage :**

Le contrôle doit porter sur 5 préemballages issus d'un lot de même fabrication Selon la masse conditionnée dans un préemballage. Les prélèvements sont transportés et conservés jusqu'au moment de l'analyse à une température positive n'excédant pas $+6^\circ\text{C}$ (**Fiche interne**).

➤ **Expression des résultats :**

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

Dans le cas des milieux solides, on comptera que les boîtes présentant un nombre de colonies qui se situe entre 20 et 300 et le nombre de germes se calcul par la formule suivante :

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

Où :

Σc : somme totale des colonies comptées.

n1 : nombre de boîtes comptées dans la première dilution.

n2 : nombre de boîtes comptées dans la seconde dilution.

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

II-3-1 - Recherche et dénombrement des germes aérobies à 30°C : (ISO 4833/2003)

- **Principe** :

Un volume connu de produit pur ou de dilution est incorporé dans un milieu solide préalablement fondu. On compte, après étuvage à la température choisie. (Joffin et Joffin, 2013)

- **Mode opératoire** :

- Le milieu de culture utilisée c'est la Gélose PCA (Plat count agar) Prendre deux boites de pétri stériles. Transférer, dans chacune des boites, à l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de la suspension mère. Couler dans chaque boite environ 15 ml de la gélose fondue au préalable et maintenue à 45 °C ± 1°C dans un bain marie.
- Le temps qui s'écoule entre la fin de la préparation de la suspension mère et le moment où le milieu est coulé dans les boites, ne doit pas dépasser 15 min.
- Mélanger soigneusement (en effectuant des mouvements en huit) l'inoculum au milieu et laisser se solidifier.
- Préparer également une boite témoin avec 15 ml du milieu pour contrôler sa stérilité. Retourner les boites et les incuber à l'étuve, à 30°C ± 1 °C, pendant 72h.
- Après la période d'incubation spécifiée, procéder au comptage des colonies, sachant que le nombre de colonies comptées ne doit pas dépasser 300colonies en raison d'un risque d'erreur.

II-3-2- Recherches des coliformes fécaux: (ISO 7251/2005)

- **Principe :**

Coliformes fermentant le lactose a 44°C (avec gaz). Le terme de thermotolérant est aujourd'hui préféré au terme fécal car plus juste par rapport à la technique utilisée. (**Joffin et Joffin, 2013**)

- **Mode opératoire :**

- Le milieu de culture utilisée c'est la Gélose VRBL (Bouillon lactosé au vert brillant). Prendre deux boites de pétri stériles. Transférer, dans chacune des boites, à l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de la suspension mère. Couler dans chaque boite environ 15 ml de la gélose fondu au préalable et maintenue à $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ dans un bain marie.
- laisser se solidifier. Puis rajouter une deuxième couche dans le but est de favoriser d'anaérobiose.
- Préparer également une boite témoin avec 15 ml du milieu pour contrôler sa stérilité.
- Retourner les boites et les incuber à l'étuve, à $44\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$, pendant 24h a 48h.
- Après la période d'incubation spécifiée, procéder au comptage des colonies, sachant que le nombre de colonies comptées ne doit pas dépasser 300colonies en raison d'un risque d'erreur.

II-3-3- Dénombrement des levures par comptage des colonies à 25 °C : (ISO 21527-2/2008)

- **Principe :**

Cette méthode est utilisée pour le dénombrement des levures viables, au moyen de la technique par comptage des colonies à $25\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$.

Le développement des levures se fait sur le milieu de culture : OGA (Oxytétracycline glucosé agar) se développent à la surface du milieu en formant des colonies présentant le plus souvent un contour régulier et une surface plus ou moins convexe.

- **Mode opératoire :**

- Prendre deux boites de pétri stériles ; Transférer, dans chacune de ces boites ; à l'aide d'une pipette stérile ; 1 ml de la solution mère ;

- Couler dans chaque boîte environ 15 ml de la gélose; Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu ;
- laisser se solidifier. Préparer également une boîte témoin avec 15 ml du milieu pour contrôler sa stérilité ; Retourner les boîtes et les incuber à l'étuve à $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Pendant 5 jours ;
- La lecture des résultats des levures se fait par le comptage des colonies qui se présentent sous forme ronde, opaque et parfois pigmentées.

II-3-4 - Recherche des salmonelles : (ISO 6579/2002)

- **Principe** :

Salmonella : bacilles à GRAM négatif se développent à 37°C formant des colonies typiques ou moins typiques sur des milieux sélectifs XLD (xylose,lysine,désoxycholate) ou SS (*salmonelle-shigella*) (Joffin et Joffin,2013).

.la législation en vigueur préconise l'absence totale de ce germe dans le produit. Il est nécessaire de procéder à un pré-enrichissement et à un enrichissement puis à un isolement.

- **Pré-enrichissement** : Ensemencer 25g de margarine dans 225 ml d'eau peptonée tamponnée puis incuber pendant $18\text{h} \pm 2\text{h}$ à $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

- **Enrichissement sélectif** : Transférer 0.1 ml de culture obtenue dans le pré-enrichissement, dans un tube contenant 10 ml de bouillon RVS (Bouillon Rappaport-Vassiliadis avec soja) et 1 autre ml dans 10 ml de bouillon MKTTn (tétrathionate-novobiocine), puis incuber respectivement à $41,5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et à $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ pendant $24\text{ h} \pm 3\text{ h}$.

Résultats et discussion

L'interprétation des résultats physico-chimiques et microbiologiques se fait à partir des résultats obtenus pendant une période de trois mois, dont le but est de vérifier la conformité ou la non-conformité du produit fini.

I- Analyses physico-chimiques :

I-1- Teneur en eau (Humidité :H) :

Les moyennes des résultats des deux margarines avec et sans conservateur (M1) et (M2) respectivement obtenus durant la période citée sont représentées sur la (figure 03). Elles sont de l'ordre de 15.75% pour M1 et 15.6% pour M2. On remarque que les deux valeurs sont presque égales et valident la composition de la margarine qui contient 84 % de phase grasse et 16 % de phase aqueuse, dont l'eau et les composés hydrosolubles.

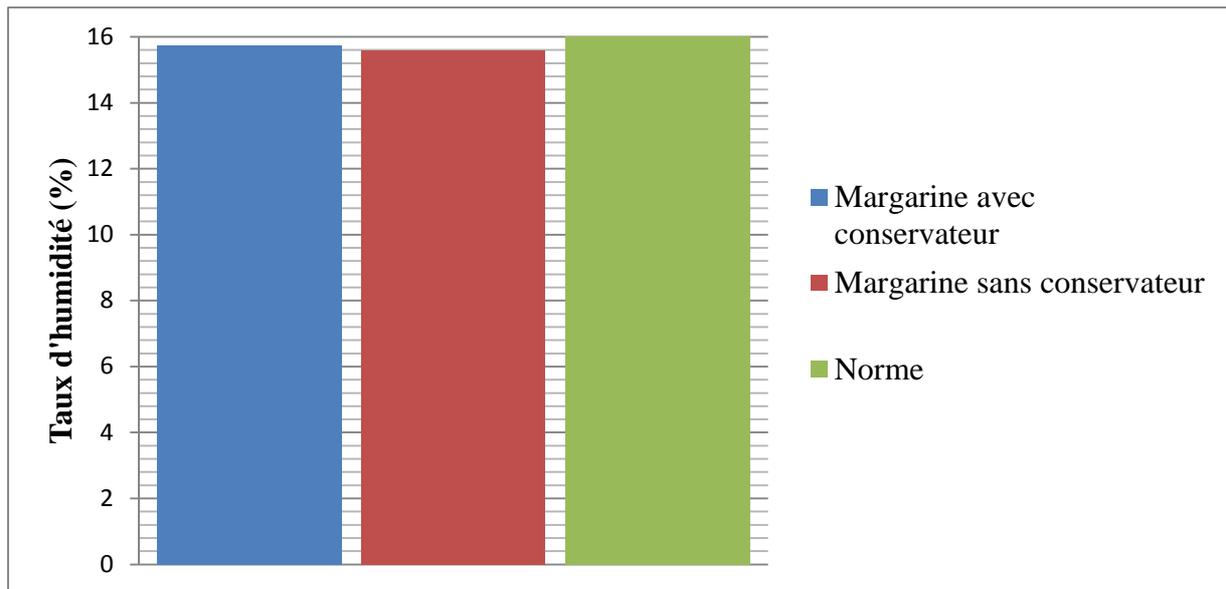


Figure 03 : Humidité des deux margarines avec et sans conservateur.

I-2- Potentiel hydrogène (pH) dans la phase aqueuse :

Les moyennes des valeurs de pH de la phase aqueuse sont respectivement : 3.45 et 3.04 pour M1 et M2 et sont présentées en (figure 04).

L'ajout de l'acide lactique dans la phase aqueuse explique les valeurs basses du pH.

Selon Karleskind et Wolff (1992), il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse.

Une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes. En général on fixe le pH entre 4,0 et 5,5 (dans certaines margarines de feuilletage on peut avoir des valeurs de 3,0 à

3,5). Ces faibles valeurs de pH, conduisent à une sensation acide, qui peut ne peut pas plaire aux consommateurs, d'où la nécessité de réaliser des émulsions fines et stables.

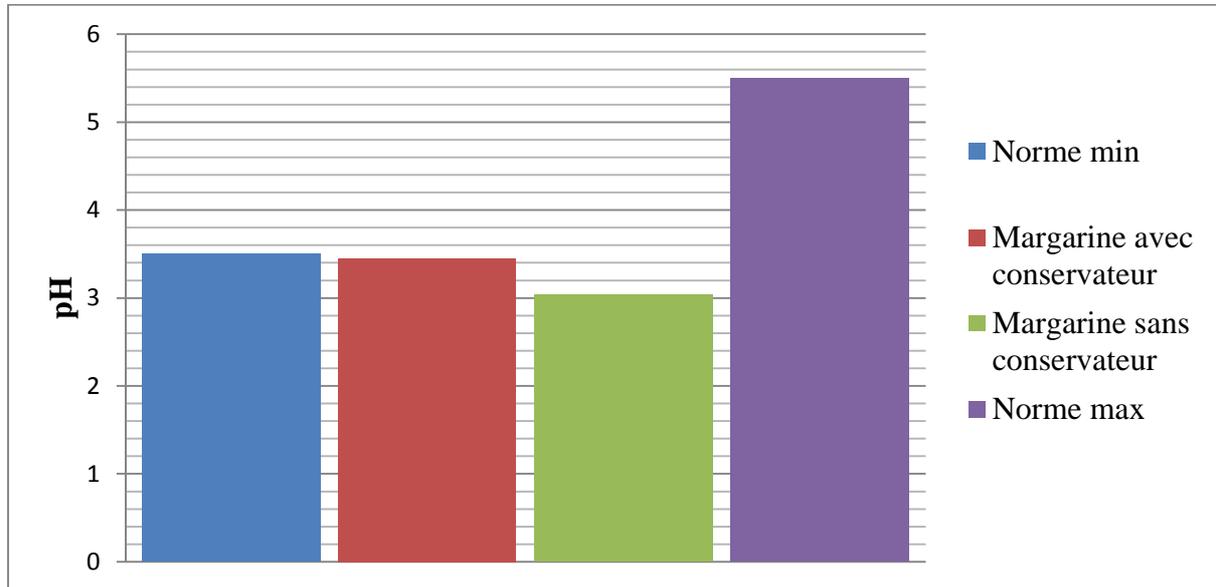


Figure 04 : pH de la phase aqueuse pour les deux margarines M1 et M2.

I-3- Teneur en sel (NaCl) :

Les teneurs en sel dans les deux margarines sont représentées dans la (figure 05). Elles sont très proches l'une de l'autre de l'ordre de 0.67% pour M1 et 0.65% pour M2 et sont dans l'intervalle de la norme.

Karleskind et Wolff (1992), affirment que le sel est en premier lieu ajouté pour améliorer la sapidité, mais il peut jouer un rôle protecteur car c'est un bactériostatique. Les teneurs peuvent varier selon l'utilisation de la margarine et sa texture de 0.1 à 1.0 même 2%.

Dans notre cas, elles peuvent aller de 0.3 à 0.8% c'est pour cela qu'il est nécessaire de contrôler la présence et le taux de sel.

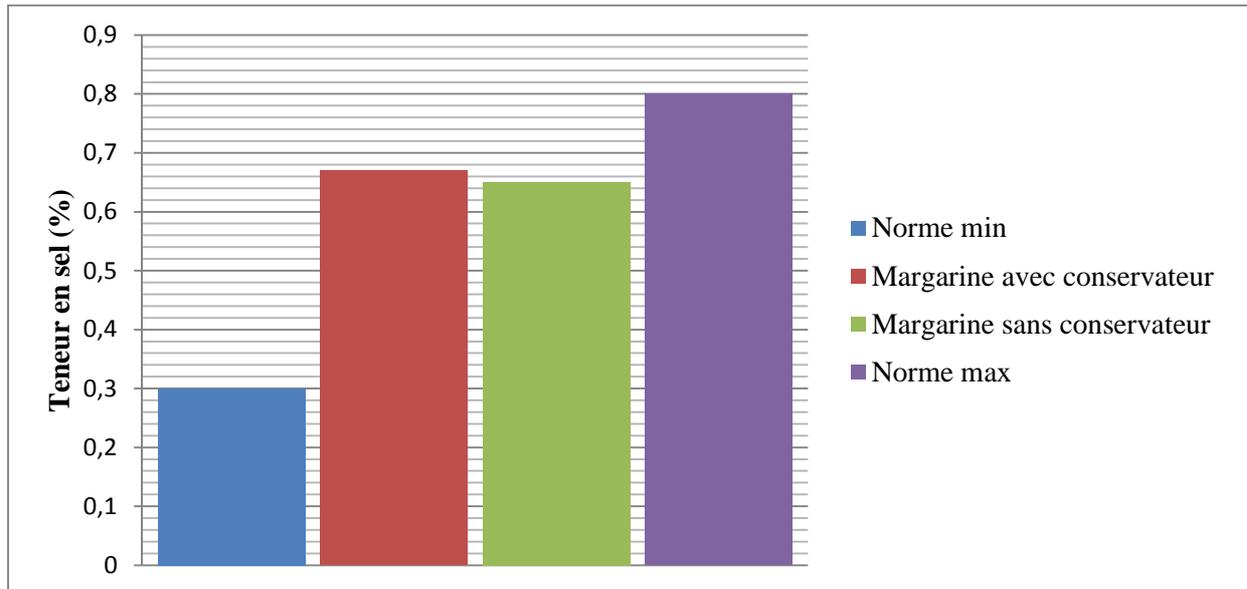


Figure 05 : Teneur en sel dans les deux margarines avec et sans conservateur.

I-4- Point de fusion :

Les points de fusion des deux margarines sont représentés en (figure 06). Ils sont identiques avec une valeur de 44°C pour M1 et M2 et répondent ainsi à l'intervalle de la norme [0.3-0.8°C].

D'après Cheftel et Cheftell, (1992), le point de fusion d'un triglycéride dépend de plusieurs paramètres. La présence d'acides gras à chaîne courte ou d'AG non saturés tend à abaisser le point de fusion de la molécule et par conséquent à la rendre liquide à la température ordinaire ; ainsi les huiles (liquides) contiennent moins de triglycérides à AG saturés que les graisses (solides).

Graille, (2003) rajoute que l'interesterification diminue le point de fusion des graisses animales et augmente celui des graisses végétales.

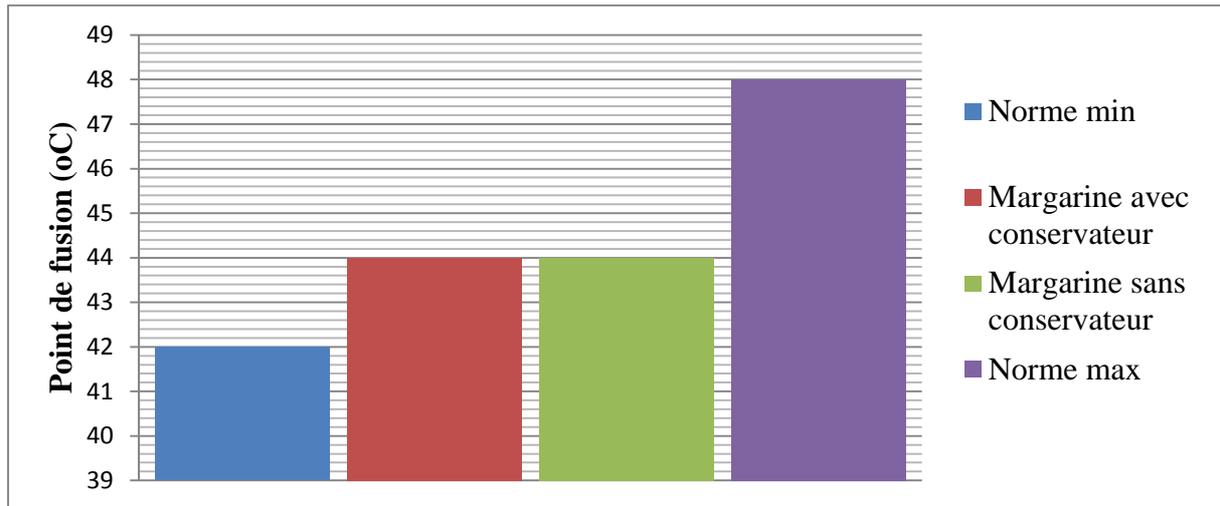


Figure 06 : point de fusion des deux margarines avec et sans conservateur.

I-5- Indice de peroxyde :

A part la dégradation due aux microbes, la dégradation des lipides par l’oxygène moléculaire est la cause majeure de la détérioration des aliments pendant le stockage. L’oxydation des lipides altère les graisses, les huiles et les aliments qui le contiennent. Elle peut aussi dégrader d’autres composants lipidiques tels que les vitamines et pigments liposolubles. On constate par là, que la dégradation d’un aliment peut aller d’une diminution acceptable de l’intensité de l’arome désirable jusqu’au rancissement total qui le rend immangeable, affection de la couleur et aussi diminution de la valeur nutritionnelle. Ceci d’une part. D’une autre part, l’oxydation affecte aussi la stabilité de l’aliment ; c’est pour cela qu’on utilise les antioxydants (Graille, 2003).

Sachant que les premiers produits formés par oxydation sont les peroxydes ou les hydroperoxydes, l’indice de peroxyde est un critère utile pour nous renseigner sur la détérioration oxydative de notre margarine.

Les résultats des indices de peroxyde pour les deux margarines sont présentés en (figure 07) montrent une valeur identique pour M1 et M2 qui est très basse de l’ordre de 0.28 meq O₂/kg matière grasse par rapport à la norme maximale qui est 10 meq O₂/kg matière grasse. On peut déduire alors que les deux margarines sont conformes.

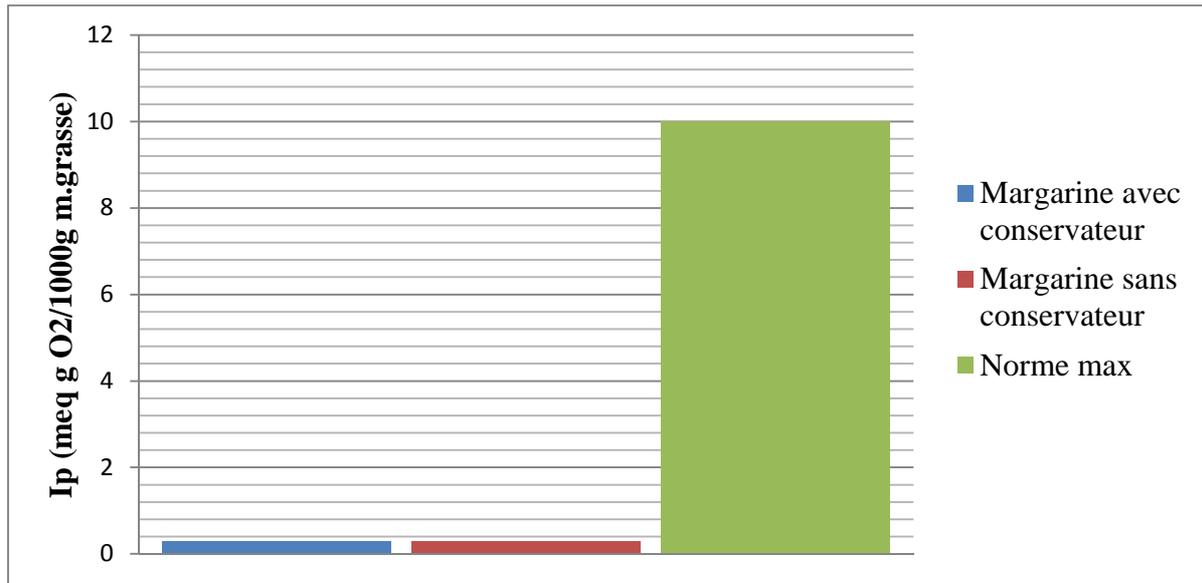


Figure 07 : Indice de peroxyde des deux margarines avec et sans conservateur.

I-6- Teneur en solide (SFC) :

Les résultats des SFC obtenus lors de l’analyse sont représentés dans le tableau V et traduits en courbe dans la (figure 08).

On remarque que les valeurs du SFC sont égales pour les deux margarines M1 et M2 et que le taux de solide diminue avec l’augmentation de la température ce qui est compatible avec la norme.

La courbe de teneur e solide en fonction de la température permet de prévoir une grande partie des caractéristiques finales du produit fini. En fait à chaque type de margarine (cuisine, à tartiner, crème, feuilletage) correspond un type de courbe de solide déterminé (Karleskind et Wolff, 1992).

Tableau V : Teneurs en solide (SFC) des deux margarines M1 et M2.

Température	SFC (%) M1	SFC (%) M2
10	58	58
20	42.6	42.6
25	36	36
35	18	18

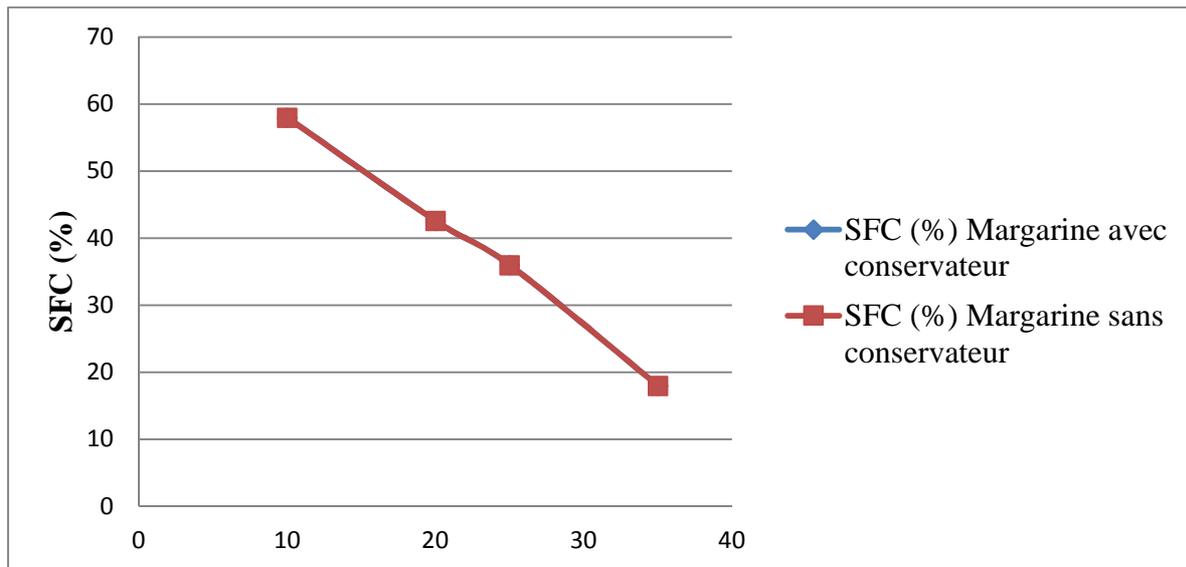


Figure 08 : SFC des deux margarines avec et sans conservateur.

II- Analyses microbiologiques :

Les résultats des analyses microbiologiques des germes recherchés sont représentés dans les tableaux suivants :

Tableau VI : Les résultats d'analyses microbiologiques de la margarine feuilletage avec conservateur pendant trois mois.

Désignation	Mois	Unité	Ech 1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech 5	Normes	Méthode d'essai
Germes aérobie	Mois 1	Ufc/g	00	00	00	00	00	10 ²	ISO : 4833
	Mois 2		00	00	00	00	00		
	Mois 3		00	00	00	00	00		
Coliformes fécaux	Mois 1	Ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 7251
	Mois 2		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
	Mois 3		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
Levures	Mois 1	Ufc/g	00	00	00	00	00	10	ISO :21527-2
	Mois 2		00	00	00	00	00		
	Mois 3		00	00	00	00	00		
Salmonelles	Mois 1	Ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 6579
	Mois 2		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
	Mois3		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		

Résultats et discussion

TableauVII : Les résultats d'analyses microbiologiques de la margarine feuilletage sans conservateur pendant trois mois.

Désignation	Mois	Unité	Ech 1	Ech 2	Ech 3	Ech 4	Ech 5	Normes	Méthodes d'essai
Germe aérobies	Mois 1	Ufc/g	00	00	00	00	00	10 ²	ISO : 4833
	Mois2		00	00	00	00	00		
	Mois3		00	00	00	00	00		
Coliformes fécaux	Mois 1	Ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 7251
	Mois 2		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
	Mois 3		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
Levures	Mois 1	Ufc/g	00	00	00	00	00	10	ISO:21527- 2
	Mois 2		00	00	00	00	00		
	Mois 3		00	00	00	00	00		
Salmonelles	Mois 1	Ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 6579
	Mois 2		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		
	Mois3		Absence	Absence	Absence	Absence	Absence		

- Le résultat de la flore mésophile aérobie totale de la margarine de feuilletage est Conforme à la norme $< 10^2$ UFC/g ce qui montre une bonne qualité microbiologique qui s'explique par un respect et une application vigoureuse des pratiques de fabrication et d'hygiène ceci pour les deux types de margarines avec et sans conservateur qui est acide sorbique.

- L'absence des coliformes dans notre produit final confirme l'absence de ces bactéries, Indiquant ainsi la bonne pratique d'hygiène pendant tout le processus de fabrication.

- D'après les résultats obtenues, l'absence des levures et des salmonelles dans notre produit se traduit par le fait que le produit est de qualité satisfaisante par rapport aux normes exigées cela est due à l'application d'un traitement thermique efficace (pasteurisation), et le respect de la chaîne de froid et la présence de certains ingrédients qui ont des propriétés fongistatiques et bactériostatique (sel et acide sorbique par exemple).

Conclusion et perspectives

Les consommateurs exigent des produits frais à longue durée de conservation, tout en réclamant avec de plus en plus d'insistance une qualité régulière et irréprochable (**Graille, 2003**). Ceci implique que le fabricant alimentaire doit comprendre et maîtriser le processus de fabrication.

Les produits alimentaires ne se conservent pas éternellement. Les aliments se dégradent naturellement avec le temps : le lait s'acidifie, les graisses rancissent, les légumes flétrissent et pâlissent ou des microorganismes se développent qui rendent l'aliment impropre à la consommation.

Les aliments ne sont pas stériles. Les produits frais, par définition, ne rendent pas malade, ils peuvent cependant être contaminés s'ils ne sont pas traités ou conservés correctement. Une bonne connaissance des risques de contamination et le respect de bonnes conditions de préparation et de conservation permettent d'empêcher le développement de microorganismes indésirables (**Hassam, 2011**).

Le type de micro-organisme est important parce que seul un nombre limité de microorganismes est nocif. Le nombre est important parce qu'un micro-organisme nocif seul ne présente pas de danger pour l'homme. Il en faut au moins une certaine quantité pour que le consommateur en soit malade (**Hassam, 2011**).

De plus en plus, de divers types de conservateurs sont utilisés dans les produits industriels que l'on consomme au quotidien. Ceci dit, ces derniers peuvent avoir un effet aussi bien positif que négatif sur la santé du consommateur. C'est pour cela qu'il est de notre devoir de diminuer leur utilisation pour remédier au risque de santé qui surgit suite à leur consommation.

Pour atteindre cet objectif, on a procédé à une étude comparative entre deux margarines M1 et M2 de feuilletage du même type dont le but était d'éliminer dans l'un de ces échantillons un conservateur qui est l'acide sorbique et laisser le sorbate de potassium additionnés dans la phase grasse et aqueuse respectivement. Un suivi physicochimique et microbiologique a été réalisé.

Conclusion et perspectives

Pour ce qui est des caractéristiques physico-chimiques des deux formulations de margarine étudiées, les moyennes de résultats des analyses effectuées sont ; pour les deux margarines M1 et M2, l'humidité est de 15.75 % et 15.6 % respectivement, pH de la phase aqueuse : 3.45 et 3.04 respectivement, teneur en sel : 0.67% et 0.65% respectivement, point de fusion : 44°C pour les deux échantillons, l'indice de qualité qui est l'indice de peroxyde est de 0.28 meq O₂/1000g d'échantillon pour les deux formulations. On peut par là affirmer qu'elles répondent aux normes en vigueur

Les taux de solide (SFC) par RMN pulsée ont permis d'étudier l'influence des huiles dans les deux margarines M1 et M2.

Quant aux analyses microbiologiques, les résultats obtenus (nombre des germes aérobies ($\leq 10^2$ Ufc/g), levures (≤ 10 Ufc/g), et absence des coliformes fécaux et des Salmonelles) sont conformes aux exigences des normes de l'entreprise.

on remarque qu'il n'ya pas eu de changement déterminant au niveau des caractères physico-chimiques ou de la charge bactérienne et que le produit est resté conforme durant toute la période d'essai, ceci s'explique par le fait qu'à des PH bas, le sorbate de potassium se transforme en acide sorbique et donc au lieu d'utiliser deux conservateurs on peut en utiliser qu'un seul.

On pourrait même éliminer les deux conservateurs, oui ceci est possible mais à condition de :

- Ne pas rompre la chaîne froide ;
- Conserver le produit dans les meilleures conditions ;
- Consommer pendant de courtes périodes.

L'absence des germes dans la margarine revient aussi d'une part, au pH bas (3.5-5.5) qui inhibe l'activité bactérienne. Et d'une autre part, aux bonnes pratiques d'hygiène, de laboratoire, ainsi que le respect de toutes les exigences recommandées par les normes ISO et le journal officiel des analyses et des suivis quotidien et vigoureux.

Afin de minimiser l'utilisation des conservateurs chimiques qui peuvent avoir des effets négatifs à long terme sur la santé du consommateur, et pour encourager l'utilisation des substances naturelles « Bio », une incorporation d'huiles essentielles de pamplemousse par exemple, ou encore des composés phénoliques dans la composition de la margarine peut être proposée.

Références bibliographiques

A

Abdelmassih M, Mahillon J, Gollaut M, Ferber F et Planchon U. Guide de la microbiologie alimentaire à l'usage des producteurs. Edition : Wallonie.

Aboiron J et Hameury E. (2004). Additifs alimentaires : les lécithines, université de paris val de marne.

Adrian J, Potus J et Fragne R. (2003). La science alimentaire de A à Z. 3^{ème} édition : Tec et Doc. Londres-Paris-New York. 131-132p.

Alais C et Linden G. (1987). Biochimie alimentaire. Edition : Masson. Paris. 211p.

Anonyme1 : <http://dictionnaire.sensagent.leparisien.fr/Margarine/fr-fr/>.

Anonyme2 : Alexandre G. (2005). Les correcteurs d'acidité : des produits à tout faire, [<https://www.i-dietetique.com/articles/les-correcteurs-d-acidite-des-produits-a-tout-faire/2186.html>] (consulté le.14.05.18).

Anonyme3 :Technologie professionnelle de la margarine, http://ri.search.yahoo.com/_ylt=A2KLfaL4aPBafVYAF58PxQt.;_ylu=X3oDMTEycTIIY2ImBGNvbG8DYmYxBHBvcwMxBHZ0aWQDQjUzMzFfMQRzZWMDc3I-/RV=2/RE=1525733752/RO=10/RU=http%3a%2f%2fwww.je-passe-mon-cap-patisserie.com%2fwpcontent%2fuploads%2f2016%2f09%2fTP_La_margarine.pdf/RK=2/RS=r0FLrq0Dg1Mbyk.MBrN36e7MMjE- .

Anonyme4 : [Amrouche](#). (2016).L'altération des aliments. [<http://geniealimentaire.com/spip.php?article190>] (consulté le 29.05. 18).

B

Bongersa P et Almeida-Riveraa C. (2011). Dynamic modelling of the margarine production process. Elsevier B.V

C

Champetier G. (1956). Les industries de corps gras. Edition : Tec et Doc. Paris. 284-285-286p.

Cheftel JC et Cheftell H. (1992). Introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Edition Tec et Doc. Volume1. Paris. 246-247p.

Chikhoun A. (2010). Texture d'une margarine nouvellement formulée et effet des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées). Diplôme de Magister en Sciences Alimentaires. Université Mentouri – Constantine Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires.

Colin C et de Teissier T. (2004). Le sel dans les industries alimentaires. Université de paris XII val de marne.

E

Elizabeth P. (2003). Usage des corps gras alimentaires dans les différents secteurs de la technologie alimentaire. In : Graille J. lipides et corps gras alimentaires. Edition : Tec et Doc. Londres-Paris-New York. Pp148-187.

G

Guibert F, Vennetier P et Victoria R. (2005). 60 MILLIONS DE CONSOMMATEURS.

Guillen MD, Ibargoitia ML et Sopelana P. (2016). Margarine: Composition and Analysis. University of the Basque Country (UPV/EHU), Vitoria, Spain. Elsevier Ltd. 646-653p.

H

Hassam A. (2011). La prévention des risques en restauration collective. Thèse doctorat en médecine.

I

ISO Norme Internationale. (2008). Méthode ISO 21527:2008(f) : Microbiologie des aliments-méthode horizontale, pour le dénombrement des levures et moisissures. Edition : 2.

ISO Norme Internationale. (2005). Méthode ISO 7251:2005 : Microbiologie des aliments-méthode horizontale, pour le dénombrement des coliformes.

ISO Norme Internationale. (2003). Méthode ISO 6887 :2003. Microbiologie des aliments- partie1 : règle générale pour la préparation de la suspension mère et des dilutions décimales. Edition : 4.

ISO 4833 Norme Internationale. (2003). Méthode ISO 4833:2003 : Microbiologie des aliments – méthode horizontale pour le dénombrement des miro-organismes-technique par comptage des colonies a 30°C.

ISO Norme Internationale. (2002). Méthode ISO 6579 :2002. Microbiologie des aliments-méthode horizontale pour la recherche des *Salmonella SSP*.

ISO Norme Internationale. (1998). Méthode ISO 662:1998-09-15. Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en eau. Edition : 2.

ISO Norme Internationale. (1991). Méthode ISO 8292:1991 (F). Corps gras d'origines animale et végétale – détermination de la teneur en corps gras solides par la méthode de la résonance magnétique nucléaire pulsée.

J

Jeantet R, Croguennec T, Schuck P et Brulé G. (2008). Science des aliments. Edition : Tec et Doc. France. 44p.

Joffin C et Joffin JN. (2013). Microbiologie alimentaire. édition 6 :2010 scérén. Bordeaux.

K

Karleskind A et Wolff JP. (1992). Manuel des corps gras. Edition : Tec et Doc. Londres-Paris-New York. pp695-1013.

KONE S. (2001). Fabrication artisanale de Margarine.

M

Morin O. Huiles végétales et margarines: Evolution de la qualité, les solutions technologiques à la réduction des acides gras trans. Décembre 2006 ; Cah. Nutr. Diét., 42, 5, 2007 245-253p.

Multon JL. (2002). Additifs et auxiliaires de fabrication dans les industries agroalimentaires. Edition : Tec et Doc. Londres-Paris-New York. 60p.

N

NE : Norme Entreprise. (1989). Méthode :1.2.430. Détermination du potentiel hydrogène.

NE : Norme Entreprise. (1998). Méthode :1.2.429. Détermination de la teneur en sel.

NE : Norme Entreprise. (1988). Méthode :1.2.91. Détermination du point de fusion.

NE : Norme Entreprise. (1988). Méthode :1.2.98. Détermination de l'indice de peroxyde.

P

Pasteur. (1978). Milieux et réactifs de laboratoire Pasteur. Edition : 1. Paris.

S

Sadouki M. (2011). Effets des émulsifiants (lécithine et ester citrique) sur l'absorption intestinale des lipides. Ecole supérieure agronomique, ENSA.

Saillard M. (2010). Margarines et matières grasses tartinables. Elsevier Masson SAS 45, 274-280.

Z

Zuliani V et Garry P. (2004). Les germes pathogènes dans l'industrie agroalimentaire.
Maison-Alfort. France.

Tableau VIII : Compositions des milieux de culture (Pasteur, 1987).

<i>Milieux</i>	<i>Compositions (g/l1 d'eau)</i>	
Gélose OGA (Oxytétracycline glucosé agar)	Extrait de levure	5
	Glucose	20
	Agar	16
Gélose S.S (Salmonella-Shigella)	Peptone	5
	Extrait de viande de bœuf	5
	Sels biliaires	8.5
	Citrate de sodium	10
	Thiosulfate de sodium	8.5
	Citrate de fer	1
	Lactose	10
	Rouge neutre	0.025
	Vert brillant	0.0033
	Agar	15
Gélose PCA (plat count agar)	Tryptone	5.0
	Extrait de levure déshydraté	2.5
	Glucose anhydre	1.0
	Agar – agar	12.0
	Eau distillé	1000ml
VRBL (Bouillon lactose et vert brillant)	Peptone bactériologique	10
	Bile de bœuf	20
	Lactose	10
	Vert brillant	0.0033
Eau peptone tamponnée	Digesta enzymatique de caséine	10.0
	Chlorure de sodium	5.0
	Disodium hydrogénophosphate	9.0g
	Dodécahydraté (Na ₂ HPO ₄ , 12H ₂ O)	

Annexe1

	Dihydrogénophosphate de potassium (KH ₂ PO ₄)	1.5
Diluant Ringer	Chlorure de sodium Chlorure de potassium Chlorure de calcium anhydre Bicarbonate de sodium	2,25 0,105 0,12 0,05

Pour l'expression des résultats il existe deux types de plan ; plan à deux classes utilisé pour les salmonelles et les coliformes fécaux, et plan à trois classes pour les germes aérobies et les levures :

Le plan à deux classes :

Deux réponses seulement sont possibles :

- « présence dans » Non satisfaisant.
- « absence dans » Satisfaisant.

Le plan à trois classes :

On fixe 3 classes de contamination :

m = critère microbiologique officiel : tous les résultats sont inférieurs ou égaux à ce nombre sont : Satisfaisants.

M = seuil limite d'acceptabilité : chiffre au-delà duquel les résultats ne sont plus considérés Comme satisfaisants, sans que pour autant le produit soit toxique. Les valeurs de M varient en Fonction de la denrée mais le plus Souvent **M = 10m**

n : nombre d'unités constituant l'échantillon prélevé. Il varie en fonction de la nature de la Denrée, il est en général égal à 5 (peut être supérieur dans certains cas)

c : nombre maximal de résultats compris entre m et M.

La qualité est **satisfaisante** si tous les résultats sont **inférieurs ou égal à m**.

La qualité est **acceptable** si un maximum de c/n **entre m et M** (soit **1 à 2** résultats le plus Souvent).

La qualité est **insatisfaisante** si plus de c/n ont un résultat compris **entre m et M** (soit **3** au Moins des unités le plus souvent) ou dès qu'un résultat est **supérieur à M**.

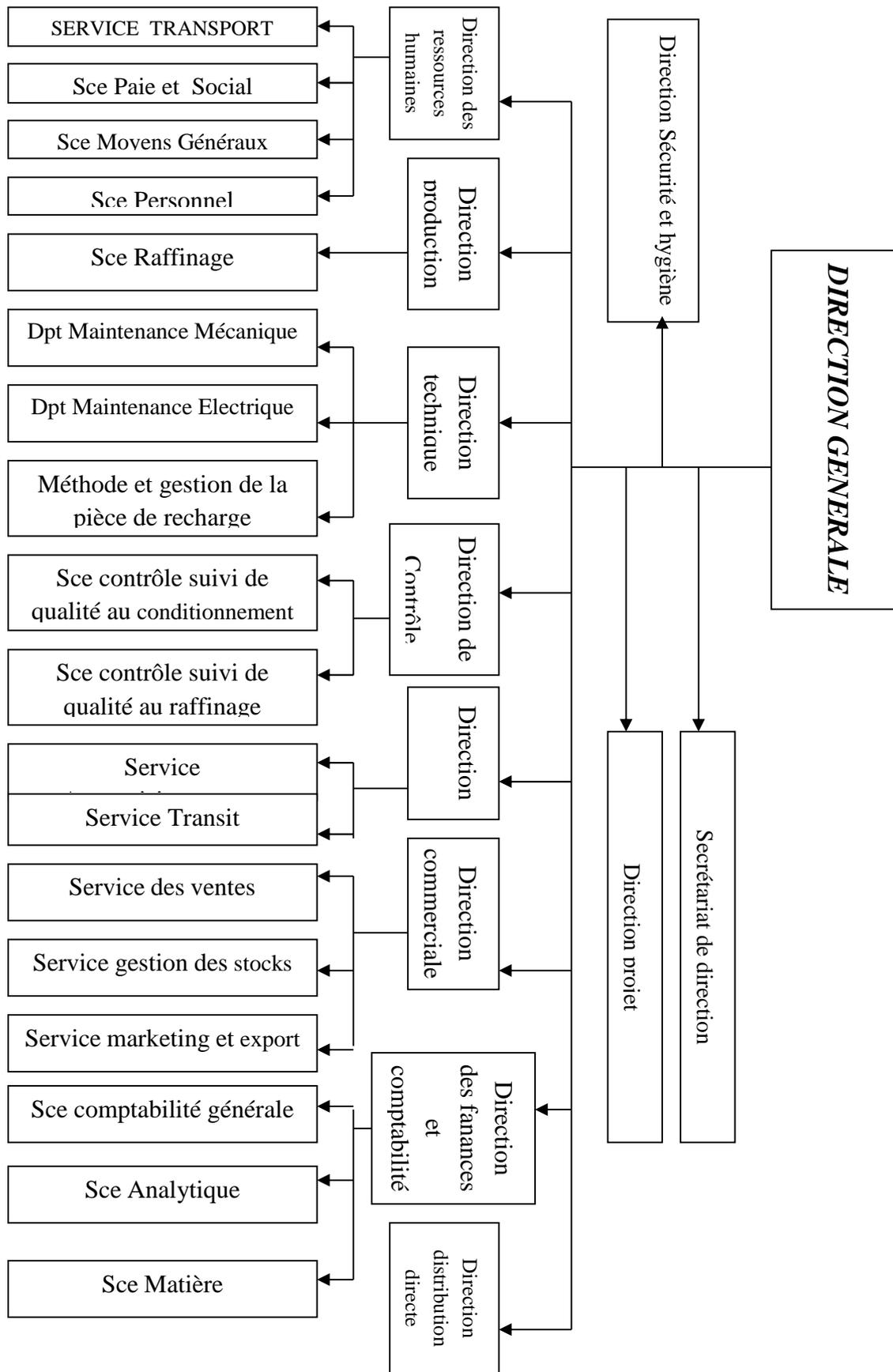


Figure 09 : organigramme du complexe CEVITAL

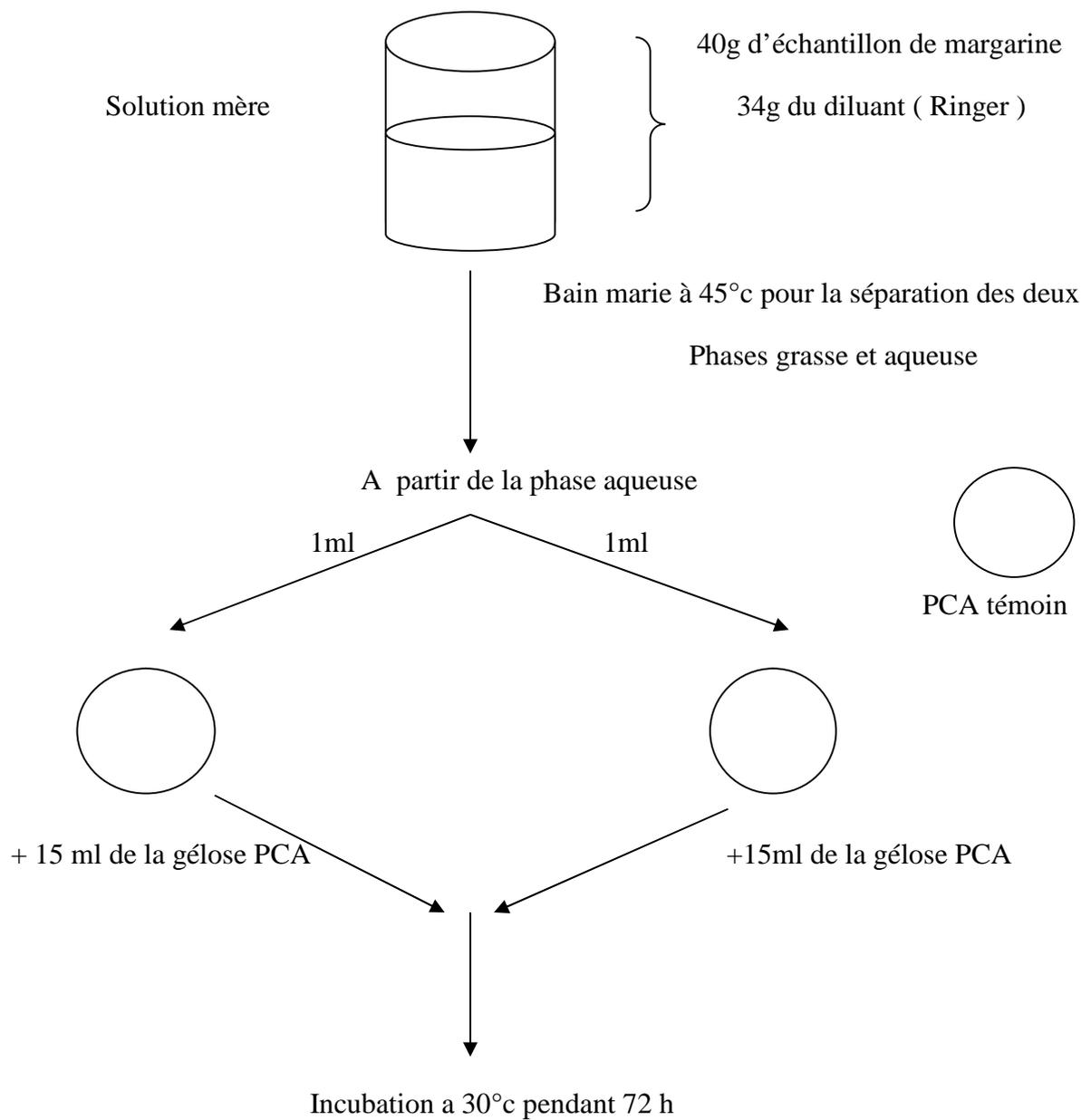


Figure 10: Dénombrement des germes aérobies à 30°C.

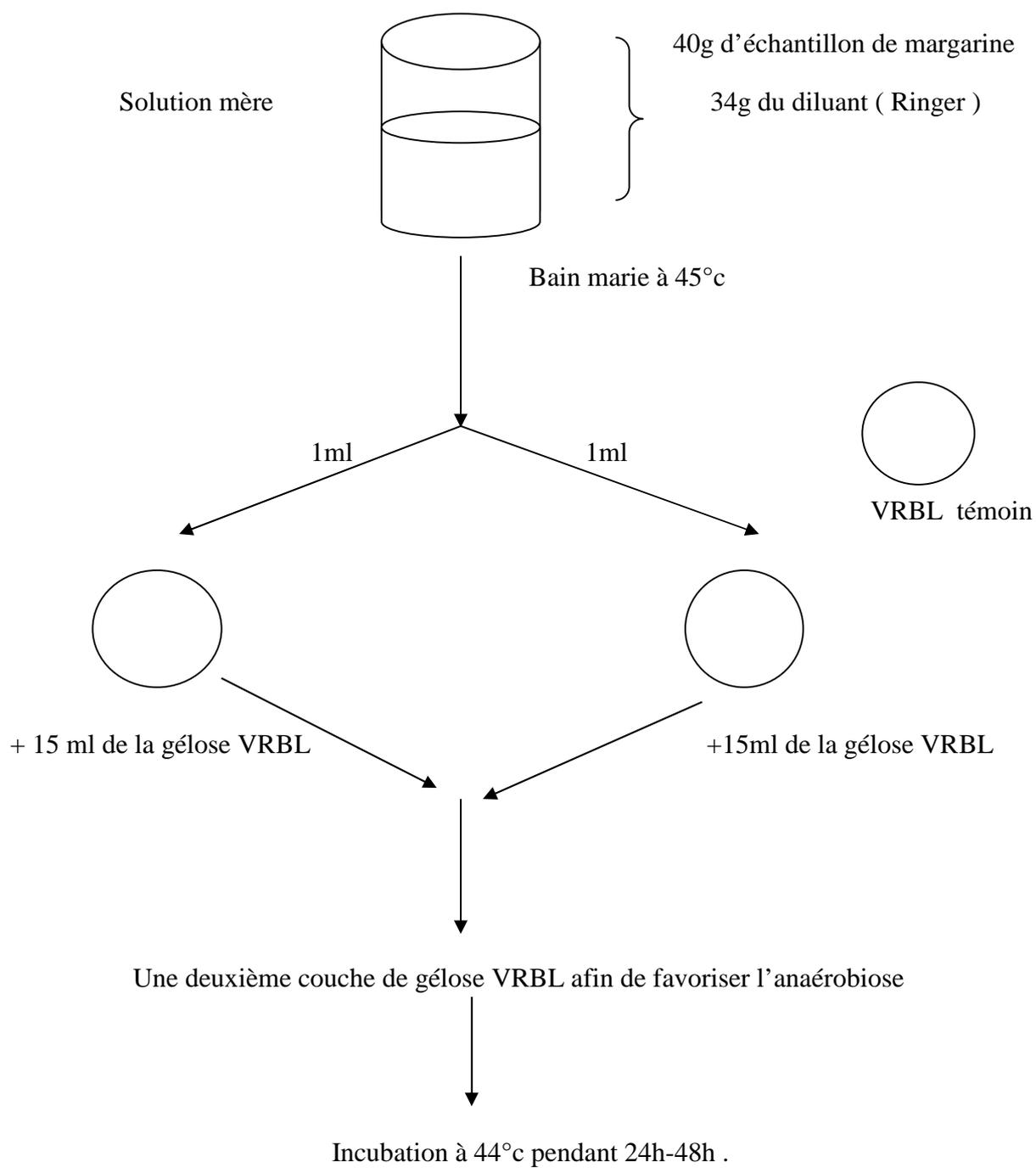


Figure 11 : Recherche des coliformes fécaux à 44°C

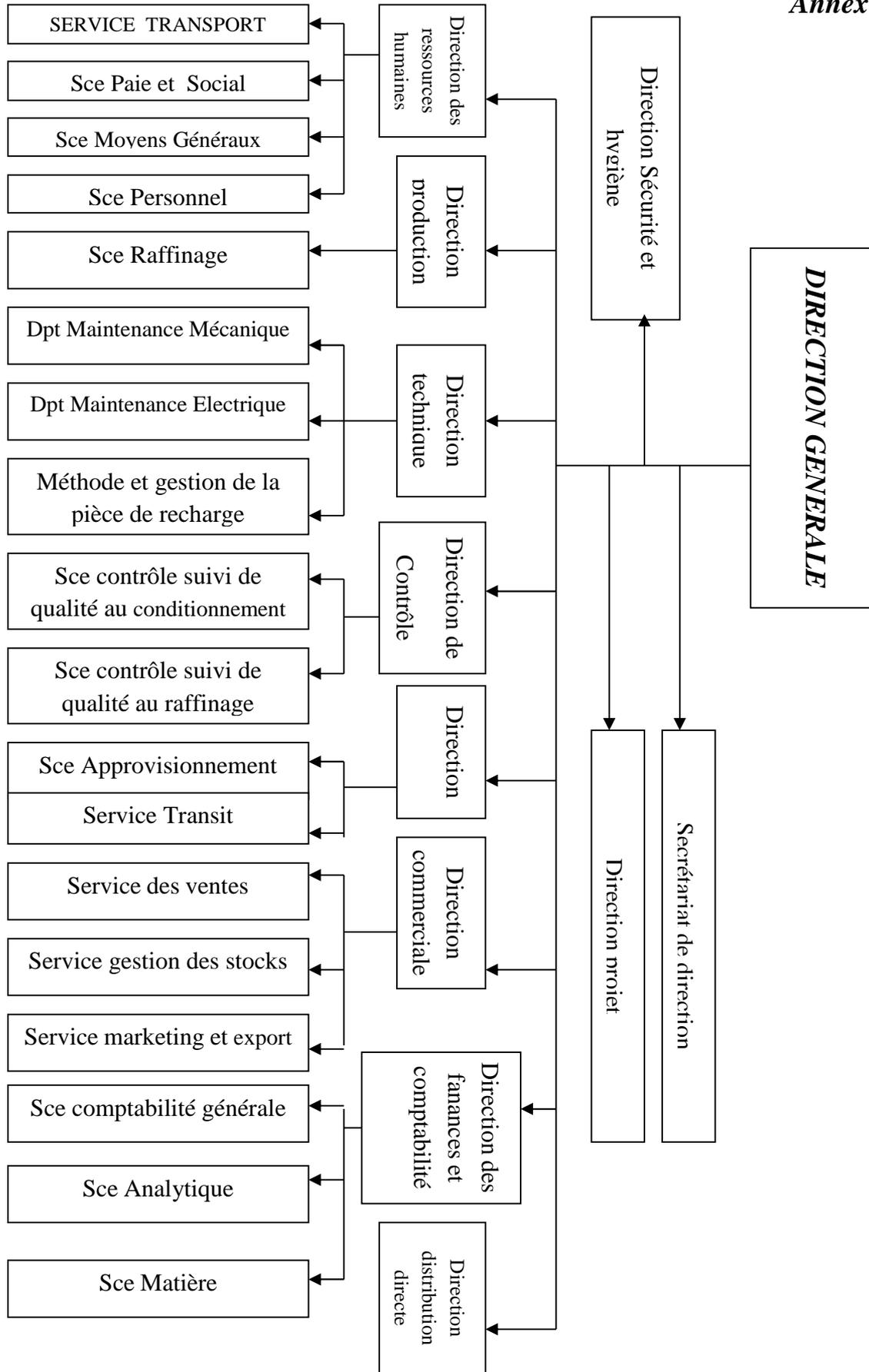


Figure 09 : organigramme du complexe CEVITAL.

Résumé

La margarine est un aliment de très large consommation à table (Matina, Fleurial), ou incorporée dans les préparations culinaires comme par exemple celle utilisée pour préparer de la pâte feuilletée surnommée « La parisienne ».

Lors de notre stage aux laboratoires physico-chimique et microbiologique du complexe Cevital, nous avons procédé au suivi du produit fini « La parisienne » avec conservateur (acide sorbique) et sans conservateur.

Les résultats d'analyses physico-chimiques effectuées sont similaires (taux d'humidité (15.75%, 15.6), pH (3.45, 3.04), teneur en sel (0.67%, 0.65%), point de fusion, indice de peroxyde et SFC) pour les deux échantillons. Quant aux analyses microbiologiques, une absence totale de germes (aérobies, coliformes, levures et salmonelles) a été notée dans les deux formulations. D'où la conformité du produit aux normes de référence de l'entreprise.

La conclusion tirée de cette présente étude, est la possibilité d'élimination de l'acide sorbique puisque le sorbate de potassium présent au préalable dans la composition de la phase aqueuse remplit suffisamment la fonction de conservation du produit.

Mots clés : Margarine « La parisienne », conservateur (Acide sorbique), Analyses physico-chimique, Analyses microbiologique, élimination.

Abstract :

Margarine is a product of very wide consumption at table (Matina, Fleurial), or incorporated in the culinary preparations like for example that used to prepare puff pastry nicknamed "La Parisienne".

During our internship at the physico-chemical and microbiological laboratories of the Cevital complex, we proceeded to monitor the finished product "La Parisienne" with preservative (sorbic acid) and without preservative.

The results of physicochemical analyzes carried out are similar (moisture content (15.75%, 15.6), pH (3.45, 3.04), salt content (0.67%, 0.65%), melting point, peroxide number and SFC) for both samples. As for the microbiological analyzes, a total absence of germs (aerobic, coliform, yeasts and salmonella) was noted in both formulations. Hence the conformity of the product with the reference standards of the company.

The conclusion drawn from this present study is the possibility of removal of sorbic acid since the potassium sorbate present in the composition of the aqueous phase has sufficiently fulfilled the function of preserving the product.

Key words: Margarine “La parisienne”, preservative (sorbic acid), physicochemical analyzes, microbiological analyzes, removal.

Introduction

Partie

Bibliographique

Partie

Expérimentale

Matériel et méthodes

Résultats et discussion

*Conclusion et
perspectives*

Références
bibliographiques

Annexes