

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



**Réf : .....**

Mémoire de Fin de Cycle

En vue de l'obtention du diplôme

**MASTER**

***Thème***

**Étude de la composition en acides gras de deux margarines (MATINA et FLEURIAL) fabriquées à Cevital par chromatographie en phase gazeuse**

Présenté par :

**REDJDAL Cirina et TITOUAH Nawel**

Soutenu le : Mercredi 21 juin 2017

Devant le jury composé de :

<b>M<sup>lle</sup> TOUATI N.</b>	<b>MAA</b>	<b>Présidente</b>
<b>M<sup>me</sup> LAINCER F.</b>	<b>MAA</b>	<b>Examinatrice</b>
<b>M<sup>lle</sup> BOUKTIT N.</b>	<b>MAA</b>	<b>Promotrice</b>

**Année universitaire : 2016/2017**

# ***Remerciements***

*Nous tenons à remercier avant tous Allah le tout puissant qui nous a donné santé, courage, volonté et patience pour réaliser ce travail.*

*On adresse nos vifs remerciements pour notre promotrice **M<sup>lle</sup> Bouktit. N***

*Pour ses précieux conseils, son extrême amabilité et son soutien constant durant la*

*Préparation de ce mémoire.*

*A la présidente du jury **M<sup>lle</sup> Touati** et à notre examinatrice **M<sup>me</sup> Laincer. F** Merci d'avoir accepté d'évaluer ce modeste travail.*

*A toute l'équipe de **Cevital***

***Mr Larbi.O** directeur des ressources humaines et ses adjoints **Mr Takka.M** et **Mr Oukaour.F***

***Mme Boualit.S** chef du laboratoire margarinerie, **Mme Yanat.L**, **Boukhiana.H** contrôleurs de qualité.*

***Mr Zaroual.B** ingénieur recherche et développement chargé formulation*

***Mr Djemaoune.L** chef de service contrôle de qualité microbiologie et eau, **Mr Ouremdane.F** contrôleur de qualité microbiologique.*

***Mr Maouche.A** copromoteur et chef du département qualité corps gras et ses collègues **Mme Terki.D** chef de service et **Mme Kouadri.L** contrôleur de qualité sans oublier **Mr Bahiren.M** le directeur des laboratoires corps gras.*

*Qui nous ont mis à l'aise tout au long de notre stage et qui nous ont bien orienté et aidé.*

## *Dédicace*

*Je dédie ce travail à :*

*Ma mère et mon père pour leur soutien, leur aide, leur patience et leur amour, ce travail est l'aboutissement de votre dévouement constant, de vos sacrifices, de vos consolantes sollicitudes et de vos prières.*

*Puisse ce modeste travail vous procurer la satisfaction du devoir Accompli et que Dieu m'accorde un jour l'occasion de relever le défi.*

*J'espère qu'aujourd'hui, un de vos vœux les plus chers se réalise.*

*Ma petite sœur Dassine*

*Mes deux petits frangins Amassine et Jildass*

*Mes deux grands-mères Fatima et Tounsia*

*Khalti Houria et Jeddi*

*Mes oncles et leurs femmes, mes tantes et leurs maris*

*En particulier ma tante Mériame et son mari Mr Brahim Tazarart et leur petite fille Iswilhane*

*Mes cousins et cousines*

*Tafsouth, Lydia, Hanane, Florinda, Mazighe, Nélia, Aylimasse, Chaabane...*

*Mes amies : Massilva, zahoua, Naima, Saliha, Hanane Z, Sihame, Thiziri,*

*Amal, Tatou, Djoudjou, Hanane M*

*Mon binôme et copine Nawel et sa famille. Ce travail est le reflet de toute une complicité inoubliable*

*A tous ceux que j'aime*

*À mes collègues et camarades de ma promotion Biotechnologie microbienne 2016/2017 ; Courage et réussite dans la vie professionnelle.*

*Cirina*

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail à :*

*Mes très chers parents*

*À qui je dois ce que je suis*

*Je leur exprime ma profonde gratitude pour les sacrifices consentis pour mon  
éducation*

*La bienveillance avec laquelle ils m'ont toujours entourée*

*Et leur soutien qu'ils n'ont jamais cessé de m'approvisionner.*

*Mes très chères sœurs : Hania et Camélia à qui je souhaite une vie pleine  
de bonheur, santé et réussite.*

*Mes oncles et tantes*

*En particulier Tata Karima et Tata Naima*

*La mémoire de Tata Wahiba*

*Mes cousins et cousines*

*Hanane, Chafiaa, Amel, Lilia, Sonia, Sarah, Madjid, Yanis et Fares*

*Mes amies*

*Massilva et sa sœur Zahoua, Celia, Katia et sa sœur Sarah, Saliha, Naima,*

*Madiha, Thiziri et Tatou, Nawel, Nadjjet, Meriem et Siham*

*Pour tous les merveilleux moments passés ensemble.*

*Pour Tous ceux qui me connaissent et que je n'ai pas pu citer leurs noms*

*Mon binôme et copine Cirina et sa famille. Ce travail est le reflet de toute une  
complicité inoubliable*

*Toute la promotion master 2 Biotechnologie Microbienne 2016/2017*

*Nawel*

# *Table des matières*

Tables des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction .....01

## Chapitre I : Bibliographie

### Margarine

I.1. Historique.....02

I.2. Définition .....02

I.3. Composition globale de la margarine .....02

I.4. Classification et caractérisation des margarines .....02

I.5. Procédé de fabrication.....04

I.5.1. Préparation des huiles .....05

I.5.2. Préparation de la charge .....06

I.5.3. Obtention du produit fini .....06

I.6. Oxydation de la margarine.....07

## Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1. Echantillonnage .....08

II.2. La composition des deux formulations analysées .....08

II.3. Méthodes d'analyse physico-chimiques ..... 09

II.3.1. Teneur en eau.....09

II.3.2. Détermination du point de fusion.....	09
II.3.3. Détermination du taux de solide.....	10
II.3.4. Détermination du pH de la phase aqueuse.....	11
II.3.5. Détermination de la teneur en sel (chlorure de sodium).....	11
II.3.6. Détermination de l'indice de peroxyde.....	12
II.3.7. Détermination de l'acidité.....	13
II.4. Détermination de la composition en acides gras par CPG.....	15
II.5. Analyses microbiologiques.....	16
II.6. Analyses sensorielles effectuées sur le produit fini.....	23

### Chapitre III : Résultat et discussion

III .1. Résultats des analyses physico-chimiques.....	24
III.2. Composition en acides gras des deux margarines de table analysées.....	30
III.2.1. Résultats et analyse du profil en acides gras fait à Cevital.....	30
III.2.2. Résultat et analyses du profil en acides gras fait à l'ITERG.....	33
III.3. Interprétation des résultats de la CPG.....	34
III.4. Résultats des analyses microbiologiques.....	37
III.5. Résultats d'analyse sensorielle.....	39
Conclusion.....	40

Références bibliographiques

Annexes

---

## *Liste des tableaux*

---

Tableau I : Lots, dates de fabrication et de péremption des deux margarines MATINA et FLEURIAL utilisé dans l'échantillonnage.....	08
Tableau II : résultats de SFC de MATINA et FLEURIAL.....	26
Tableau III : teneurs en acide palmitique, oléique et linoléique de MATINA et FLEURIAL.....	35
Tableau IV : résultats des analyses microbiologique de MATINA.....	37
Tableau V : résultats des analyses microbiologique de FLEURIAL.....	38
Tableau VI : résultats des analyses sensorielles de MATINA et FLEURIAL.....	39

# Liste des figures

---

Figure 01 : Organigramme des types de la margarine de table.....	03
Figure 02 : Schéma de fabrication de la margarine.....	04
Figure 03 : Spectromètre à Résonance magnétique nucléaire (RMN) Marque : BRUKER ; Nom équipement : minispec RMN Model : mq 20 ; N° série : ND 1881.....	10
Figure 04 : Photographie de la chromatographie en phase gazeuse du complexe agroalimentaire Cevital.....	16
Figure05 : Humidité des deux margarines Matina et Fleurial.....	24
Figure 06 : Point de fusion des échantillons étudiés.....	25
Figure 07 : pH des échantillons étudiés.....	27
Figure 08 : la teneur en sel des deux échantillons étudiés.....	28
Figure 09 : indice de peroxyde des échantillons étudiés.....	29
Figure 10 : indice d'acide des échantillons étudiés.....	30
Figure 11 : chromatogramme obtenu par CPG de MATINA.....	31
Figure 12 : chromatogramme obtenus par CPG de FLEURIAL.....	31
Figure 13 : Diagramme de la composition en acides gras de MATINA et FLEURIAL étudiées à Cevital.....	32
Figure14 : Diagramme de la composition en acides gras de MATINA et FLEURIAL étudiées à l'ITERG.....	33

# *Liste des abréviations*

---

AGT : Acide gras trans

CG : Corps gras

CPG : Chromatographie en phase gazeuse

CTI : Centre technique industriel

F : FLEURIAL

FID : Détecteur à ionisation de flamme

ITERG : Institut des corps gras

M : MATINA

MG : Matière grasse

MGLA : Matières grasses laitières anhydres

MKTTn : Muller-Kauffmann au tétrathionate-novobiocine

NPP : Nombre le plus probable

PCA : Plat count agar

pH : Potentiel Hydrogène

RMN : Résonance magnétique nucléaire

RN : Route nationale

RVS : Rappaport-Vassiliadis

SFC: Solid fat content

SS: *Salmonella-Shigella*

TG: Triglyceride

XLD: Xylose lysine désoxycholateW/O: Water / Oil

# *Introduction*

---

Depuis des années, les acides gras alimentaires, souffrent des tendances sociales actuelles : les régimes, l'obésité, etc. et voient ainsi leur image ternie mais ceci ne nie pas du tout le rôle essentiel des matières grasses dans le maintien d'une bonne santé.

Les lipides sont utilisés dans le transport de molécules organiques et dans plusieurs processus biologiques déterminants (**Bockish, 1993**). Ils constituent l'une des sources énergétiques principale en alimentation humaine ; en plus de l'aspect énergétique, les lipides sont aussi vecteurs de vitamines liposolubles et d'acides gras essentiels éléments bénéfiques pour notre santé (**De Kock et al., 2005**).

La margarine, émulsion plastique constituée essentiellement de deux phases grasse et aqueuse, contient en outre 2 % d'additifs hydro et liposolubles (**Karleskind, 1992**).

C'est un produit riche en lipides qui englobe de multiples acides gras avec des teneurs bien différentes selon les recettes utilisées pour sa confection.

L'information globale concernant la longueur des chaînes constituant les margarines, l'insaturation et la présence de fonctions secondaires peut être fournie par la détermination des indices de qualité. Les acides gras sont des constituants essentiels des triglycérides des margarines, c'est par leur caractérisation que l'analyste peut déterminer l'identité du corps gras selon la présence ou l'absence de certains acides gras et leurs proportions (**Karleskind, 1992**, **Ollé, 2002**), ce qui fait du dosage de ces acides gras par chromatographie en phase gazeuse une étape capitale dans l'analyse d'une margarine.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressées à l'analyse de la composition en acides gras par CPG de deux margarines produites par le complexe agro-alimentaire Cevital soit MATINA et FLEURIAL. Des analyses physico-chimiques et microbiologiques ont été aussi effectuées sur les deux margarines afin de confirmer la conformité de ces deux produits aux normes recommandées.

# *Chapitre I : Bibliographie*

---

## Margarine

### I.1. Historique

La margarine a été découverte en 1869 par le chimiste et pharmacien Français Hippolyte Mège-Mouriès dans le but de trouver une alternative au beurre dont la formulation originale contenant le suif de bœuf a été remplacé par le lait ; afin de donner à la margarine une faible teneur en matières grasses avec des propriétés nutritionnelles et sensorielles similaires à celles du beurre (la saveur, la sensation dans la bouche et la tartinabilité) (**Arellano et al., 2015**). Hippolyte Mège-Mouriès réalisa une émulsion blanche à partir du mélange de graisse de bœuf et de lait et d'eau baptisée Margarine (du grec margaron=blanc de perle) (**Saillard, 2010**).

### I.2. Définition

La margarine est une émulsion de type eau dans l'huile (W/O) dont la composition moyenne en matière grasse est de 80 %, en eau ou lait de 18 % et en additifs et produits auxiliaires de 2 % (**Kone, 2001**).

### I.3. Composition globale de la margarine

Les margarines partagent presque une même composition :

- Une phase grasse qui constitue 80 à 82% de la masse totale,
- Une phase aqueuse qui constitue 16 à 18% d'eau et/ou du lait,
- 2% d'additifs obligatoires ou facultatifs (**Karleskind, 1992**).

### I.4. Classification des margarines

#### I.4.1. Classification de la margarine

Il existe un grand nombre de margarines qui se différencient par la composition de la phase grasse mais aussi, par le type d'ingrédients ajoutés.

Du point de vue commercial, on peut distinguer plusieurs types de margarines :

#### 1. Margarines de table

Elles sont destinées aux emplois ménagers culinaires, dont :

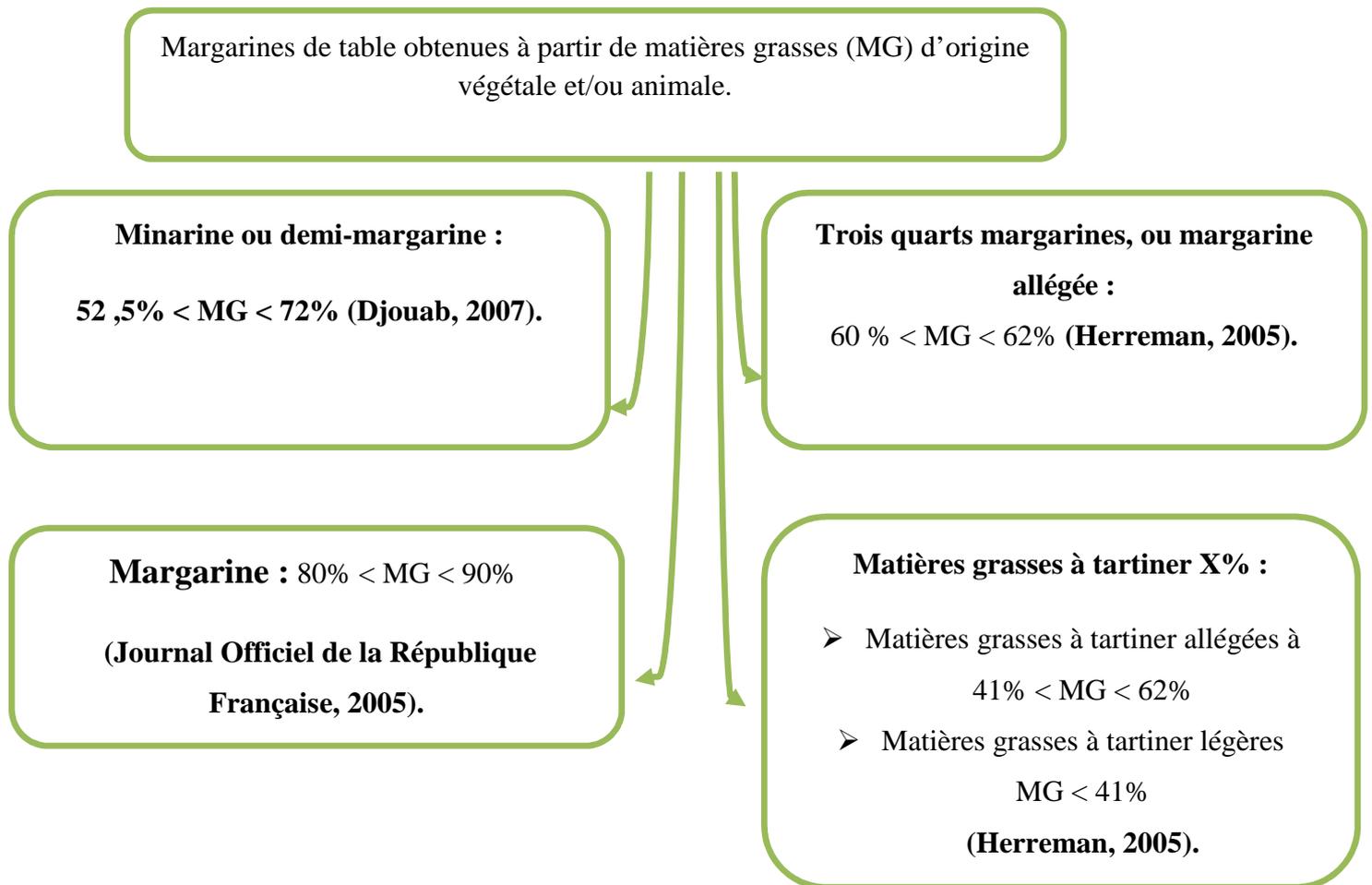


Figure 01 : Les différents types de la margarine de table.

## 2. Margarine pour les industries alimentaires

C'est une variété assez étendue de produits pour feuilletages, pâtes levées, utilisée en boulangerie, pâtisserie, biscotterie, etc. (François, 1974).

## 3. Margarines diététiques

Elles sont destinées particulièrement pour certains emplois (sportifs, régimes, amaigrissants, enfants et vieillards, etc.), par exemple : la margarine aux phytostérols ou « margarine santé », lancé par une marque européenne « Fruit d'or », elle réduit le taux de cholestérol ce qui réduit de plus de 40% des risques cardiovasculaires sans toucher au bon cholestérol (Djouab, 2007).

**I.5.Procédé de fabrication :** ce schéma présente le procédé de fabrication de la margarine

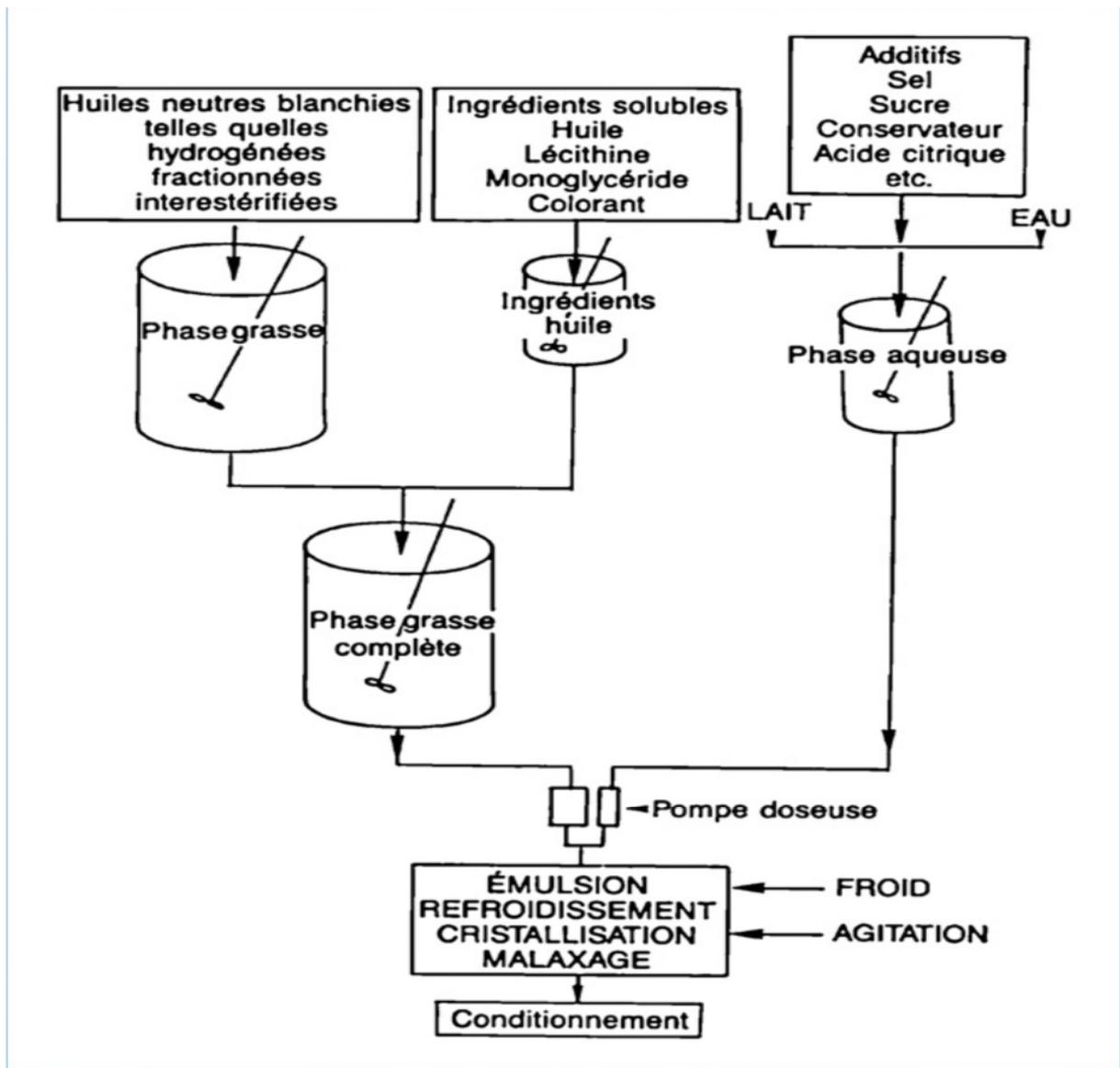


Figure 02 : Schéma de fabrication de la margarine. Manuel des corps gras, A. (Karleskind 1992)

### I.5.1. Préparation des huiles

#### 1. Raffinage

Les huiles brutes obtenues renferment un certain nombre d'impuretés indésirables responsables du goût et de l'odeur désagréables et de leur mauvaise conservation (**Nia, 2008**).

Le raffinage a pour but de maintenir ou d'améliorer les caractères organoleptiques et la stabilité des corps gras alimentaires (**Morin, 2007**).

Le raffinage se compose classiquement des opérations de dégommage ou conditionnement acide, neutralisation chimique, décoloration, désodorisation, et dans certains cas, de frigidisation ou « winterisation » (**ITERG, 2015**).

#### 2. Traitements de modification des huiles

##### Interesterification

Cette technique permet de modifier le profil de fusion d'une graisse, c'est-à-dire ses paramètres de fusion et ses propriétés de cristallisation pour la rendre plus appropriée à la fabrication de margarine (**Saillard, 2010**).

La redistribution des acides gras sur le noyau glycérol par action catalytique est le principe de base de l'interesterification. L'interesterification modifie le profil et/ou le point de fusion, améliore la compatibilité entre les différents triglycérides ainsi que la plasticité de la matière. Le procédé peut être mené en catalyse chimique (interesterification aléatoire et interesterification dirigée) ou en catalyse enzymatique (**De Kock et al., 2005**).

##### Hydrogénation

L'hydrogénation est un processus chimique qui ajoute l'hydrogène aux liaisons non saturées sur les chaînes d'acides gras attachées au squelette triglycéride. De cette façon, une graisse insaturée devient une graisse saturée et voit son point de fusion augmenter (**Arellano et al., 2015**).

##### Fractionnement

Le fractionnement des corps gras est un procédé physique qui sépare les triglycérides solides (les plus riches en acides gras saturés) de ceux qui sont fluides ou liquides (les plus insaturés) par un refroidissement bien contrôlé du corps gras provoquant la cristallisation d'une

fraction stéarine solide et la séparation d'une fraction oléine plus fluide. La composition en acides gras des deux fractions obtenues est évidemment différente de celle du corps gras de départ (MORIN, 2007). La séparation se fait typiquement par filtration sur filtre- presse à membrane : basse /moyenne pression de comptage (5 à 15 bars) (De Kock et al., 2005., Gibon, 2006).

### **I.5.2.Préparation de la charge**

#### **Préparation de la phase grasse**

La phase grasse est constituée d'un mélange de corps gras dans les proportions définies selon la recette (Kone, 2001).

Outre le mélange de graisse, la phase grasse se compose généralement des ingrédients mineurs solubles dans les graisses tels que l'émulsifiant, la lécithine, et les antioxydants. Ces ingrédients mineurs sont dissous dans le mélange de graisse avant l'ajout de la phase aqueuse, avant le processus d'émulsification (Gerstenberg, 2012).

#### **Préparation de la phase aqueuse**

Elle constitue 16% à 18% d'eau et/ou lait (écrémé et pasteurisé) de la masse totale (Karleskind, 1992). Auxquels peuvent être incorporés des ingrédients protéiques, du sel et des arômes (Saillard, 2010).

#### **Préparation de l'émulsion**

Elle se fait avec une pompe à haute pression pour bien homogénéiser les deux phases (grasses et aqueuses).L'agitation qui suit est indispensable pour bien proportionner et disperser les deux phases (Aboiron et Hameury, 2004). C'est l'étape où les émulsifiants sont ajoutés à la margarine lui apportant ainsi la stabilité, la texture et le goût voulu. Pour obtenir une dispersion fine des gouttelettes d'eau par la phase huileuse, la lécithine est le plus, souvent utilisée (Vierling, 2008).

### **I.5.3. Obtention du produit fini**

#### **Refroidissement et cristallisation**

Elle est considérée comme la dernière étape de la fabrication de la margarine. L'émulsion préparée est acheminée dans le cylindre refroidisseur (15C°), elle se fige et cristallise (Aboiron et Hameury, 2004).

### **Malaxage**

L'émulsion cristallisée est acheminée par la trémie (contrôle du passage de l'émulsion) jusqu'au malaxeur. Cet appareil va désaérer et malaxer le mélange en lui donnant consistance, souplesse et homogénéité (**Himed et Barkat, 2014**).

### **Conditionnement**

Une fois refroidie et cristallisée, la margarine est pompée, grâce à des pompes hautes pressions, puis conditionnée. Il existe deux types de conditionnement pour la margarine :

-En barquette PVC

-En papier aluminium.

Selon le type de conditionnement, l'appareillage sera différent(en fonction de la texture de la margarine). Par ailleurs, c'est à cette étape que sont prélevés les échantillons de produit nécessaires au contrôle qualité du produit fini (**Cossut et al., 2002**).

### **Stockage**

Le produit fini (margarine) sera stocké au réfrigérateur à une température de 4 °C pour éviter le rancissement et l'altération de ce dernier (**Himed et Barkat, 2014**).

### **I.6. L'oxydation de la margarine**

Les acides gras insaturés sont oxydés en présence de l'air (les doubles liaisons s'ouvrent et fixent des atomes d'oxygène), à température élevée ou sous l'action des ultraviolets ce qui engendre des conséquences sur les qualités alimentaires : qualités nutritionnelles, hygiéniques et organoleptiques (**Cossut et al., 2002**).

## *Chapitre II : Matériel et méthodes*

---

L'objectif de ce travail est la détermination de la teneur quantitative et qualitative en acides gras et la caractérisation physico-chimique des deux margarines de table Matina et Fleurial produites par Cevital et leurs intérêts nutritionnels.

### II .1.Echantillonnage

Deux échantillons de margarines Matina et Fleurial prélevés au hasard après le conditionnement sont utilisés pour la réalisation de notre travail comme illustré dans le tableau ci-dessous :

**Tableau I : Lots, dates de fabrication et de péremption des deux margarines MATINA et FLEURIAL utilisé dans l'échantillonnage.**

Margarines	Matina	Fleurial
Lot	L1BE240117	L1HA040117
Date de fabrication	24/01/2017	04/01/2017
Date de péremption	23/07/2017	03/01/2018
Date d'échantillonnage	20/02/2017	20/02/2017

### II.2. La Composition des deux formulations analysées

**MATINA** : elle se compose de 30% de phase aqueuse et 70% de phase grasse dont 50% représente des graisses animales et 50% représente des huiles et des graisses végétales.

**FLEURIAL** : elle se compose de 16% de phase aqueuse et 84% de phase grasse 100% végétale.

Les Deux formulations de margarine à tartiner MATINA et FLEURIAL sont confectionnées à base de trois huiles : huile de tournesol, huile de palme et coprah et de matières grasses laitières anhydres (MGLA) en plus pour MATINA ainsi que de huile de soja pour FLEURIAL. Le blend des huiles des deux margarines précédentes est additionné d'additifs liposolubles (un émulsifiant de type acide mono lactique, un colorant :  $\beta$ -carotène et deux antioxydants :  $\beta$ -carotène et tocophérol (vitamine E), un arôme de beurre commun pour les deux formulations et enfin les vitamines : A, D et E). À la phase aqueuse qui se compose d'eau et de lait écrémé sont ajoutés les additifs hydrosolubles suivants : sel, un

conservateur qui est le sorbate de potassium (E202) et un correcteur de pH qui est l'acide lactique. <sup>1</sup>

### II.3. Méthodes d'analyses physico-chimiques

#### II.3.1. Teneur en eau (Humidité) (NE 1.2-47, 1985)

##### Définition

La teneur en eau consiste en l'élimination complète de l'eau à  $103 \pm 2^\circ\text{C}$  et détermination de la perte de masse.

##### Mode opératoire

Peser le bécher de 20 ml vide ( $m_1$ ) et la masse de la prise d'essai M (MATINA) et F (FLEURIAL) ( $m_2$ ), puis déposer le bécher qui contient l'échantillon sur une plaque chauffante et agiter soigneusement afin d'éviter la formation des gouttelettes d'eau jusqu'au moment où il n'y a plus de dégagement de bulles.

Laisser refroidir dans un dessiccateur jusqu'à température ambiante puis le peser.

##### Expression des résultats

$$H(\%) = \frac{(m_1+m_2)-m}{m_2} \times 100$$

**H (%)** : humidité exprimée en pourcentage massique.

**$m_1$**  : masse du bécher vide en grammes (**g**).

**$m_2$**  : masse de la prise d'essai en grammes (**g**).

**$m$**  : masse du bécher contenant l'échantillon après chauffage (**g**).

#### II.3.2. Détermination du point de fusion (NE. 1. 2.91, 1988)

##### Définition

C'est la température de chauffage nécessaire pour que l'échantillon passe de l'état solide à l'état liquide.

##### Mode opératoire

Introduction de deux tubes capillaires propres dans la phase grasse de la margarine après filtration et les remplir à une hauteur de 1 à 2 cm puis ils seront refroidis dans un congélateur pendant 20 min.

Une fois les 20 min sont achevés on fixe les deux capillaires à une pince en bois et sur une plaque chauffante agitatrice contenant le bécher qui a de l'eau, un thermomètre et un baromagnétique la pince sera suspendue et les deux capillaires sont immergés et chauffés, tout en observant attentivement pour noter la température à laquelle l'huile remonte.

---

<sup>1</sup> Notes de Cevital.

### Expression des résultats

Le point de fusion de la margarine correspond à la température obtenue exprimée en °C.

### II.3.3. Détermination du taux de solide

#### Définition

La résonance magnétique nucléaire (RMN) correspond à un phénomène physique exploité en chimie pour résoudre les problèmes de détermination de structure des composés ou matériaux organiques et inorganiques.

Etant une méthode rapide et non destructrice, la RMN nécessite de connaître la nature de la matière grasse, car l'appareil doit être étalonné avec un corps gras identique celui que l'on veut doser (Ollé, 2002).

#### Mode opératoire

Une quantité de 15 g de margarine est fondue dans un bûcher à l'étuve à 100°C, puis filtrée à l'aide d'un papier filtre Whatman N°1 sur lequel une quantité de sulfate de sodium est déposé pour absorber les impuretés. À partir de la phase grasse récupérée on procède à l'analyse grâce à un spectromètre de marque **BRUKER** ; **Nom équipement : minispec RMN Model : mq 20 ; N° série : ND 1881**, comme c'est présenté dans la figure 03.



**Figure 03 : Spectromètre à Résonance magnétique nucléaire (RMN)**

#### Méthode rapide

Faire fondre la margarine dans un bûcher à 70°C puis on procède à la filtration sur un papier filtre préalablement séché et on remplit trois tubes propres et secs à 2 cm et on les remet à l'étuve à 100°C pendant une à deux minutes, ensuite les mettre encore une fois à 70°C.

Le premier tube est mis au bain marie à 20°C, le deuxième tube à 30°C et le troisième à 40°C pour 30min chacun.

Une fois les 30 min sont achevés les tubes sont placés dans le spectromètre à RMN et lire la première valeur en %.

### II.3.4. Détermination du pH de la phase aqueuse (NE.1.2.430/89)

#### Définition

La notion de pH qui traduit « l'acidité » d'une solution rend compte sur la concentration en ions  $H^+$  ou ( $H_3O^+$ ) de la solution grâce à la relation suivante :

$$pH = -\log [H_3O^+]$$

#### Principe

Le pH est déterminé directement sur la phase aqueuse après sa séparation de la phase grasse par un pH-mètre.

#### Mode opératoire

Une quantité de 10 g de margarine est prise dans un bécher pour la faire fondre dans une étuve à 100°C pour être analyser en récupèrent la phase aqueuse à l'aide d'une pipette dans une cuve après séparation des deux phases puis on procède à l'étalonnage du pH mètre avant que la sonde de ce dernier ne soit immerger dans la phase aqueuse à température ambiante pour en fin faire la lecture du pH.

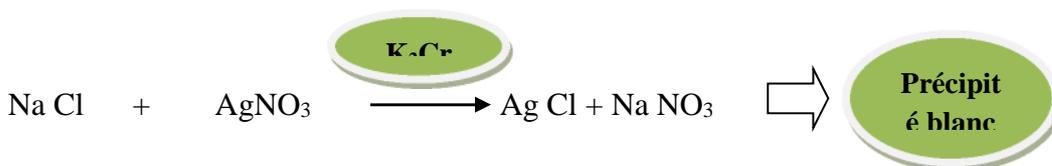
### II.3.5. Détermination de la teneur en sel (chlorure de sodium) (NE .1.2.87-429/1989)

#### Définition

C'est la quantité de sels présents dans l'échantillon de margarine (ou sa phase aqueuse), sous forme de chlorure de sodium.

#### Principe

La réaction se fait par titrage de la prise d'essai avec le nitrate d'argent ( $AgNO_3$ ) et cela en présence de chromate de potassium ( $K_2CrO_4$ ).





Coloration rouge  
brique

### Mode opératoire

Peser dans un Erlen Meyer 5 g de la margarine à analyser puis ajouter 100 ml d'eau distillée préalablement chauffée à 100°C, agiter et laisser refroidir jusqu'à température ambiante pour en fin titrer avec la solution de nitrates d'argent jusqu'au virage de la couleur (obtention d'une couleur rouge brique) après avoir ajouté quelques gouttes de chromates de potassium.

### Expression des résultats

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

TS : Taux ou teneur en chlorure de sodium exprimé en pourcentage.

V : Volume de la solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) en ml utilisé pour le titrage.

N : Normalité de la solution de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) 0,1N.

P : Prise d'essai en g.

Eq.g NaCl : Equivalents grammes de NaCl = 58,5.

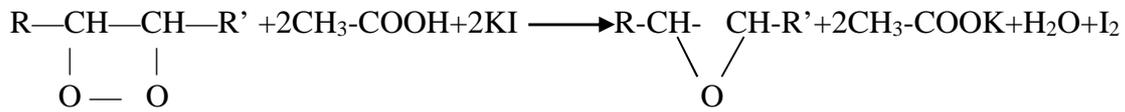
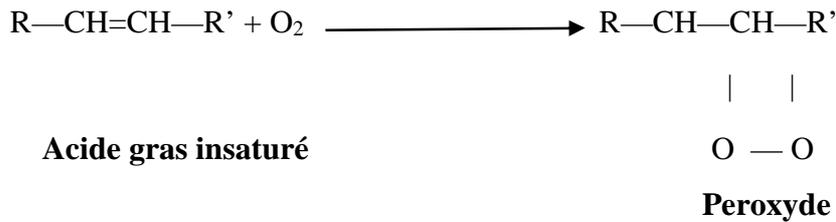
### II.3.6. Détermination de l'indice de peroxyde (NE. 1. 2. 98, 1988)

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

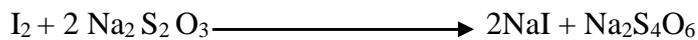
#### Principe

Le degré d'oxydation du corps gras est déterminé en titrant l'iode libéré par une solution de thiosulfate de sodium en présence d'amidon comme indicateur coloré.

### Reactions



**Peroxyde**                      **Acide acétique**                      **hydroperoxyde**                      **sel de potassium**



**Thiosulfate de sodium**

**Mode opératoire**

Peser 2 g de chaque margarine dans une fiole conique et ajouter 30 ml du mélange acide acétique et chloroforme à cette prise d'essai (12 ml de chloroforme et 18 ml d'acide acétique) en agitant rapidement jusqu'à ce que la margarine soit complètement dissoute, puis ajouter 1ml d'iodure de potassium (KI).

Boucher la fiole, agiter pendant une minute et la mettre à l'obscurité pendant 5 minutes (pour éviter l'oxydation par l'O<sub>2</sub> de l'air) pour titrer avec une solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N une fois sortie de l'obscurité, à la fin 75 ml d'eau distillée sont ajoutés pour arrêter la réaction et quelques gouttes de la solution d'amidon comme indicateur coloré et titrer avec une solution de thiosulfate de sodium à 0,01 N tout en réalisant un témoin (contient tous les composants sans l'échantillon) pour comparer.

**Expression des résultats :**

$$I_p \text{ (meq /KgMG)} = \frac{(V_1 - V_0) \times N}{m} \times 1000$$

**V<sub>0</sub>** : le volume en ml de la solution de thiosulfate de sodium utilisée pour l'essai à blanc.

**V<sub>1</sub>** : le volume de la chute en ml de la solution de thiosulfate de sodium.

**N** : la normalité exacte de la solution de thiosulfate utilisée 0,01N.

**m** : la masse en g de la prise d'essai.

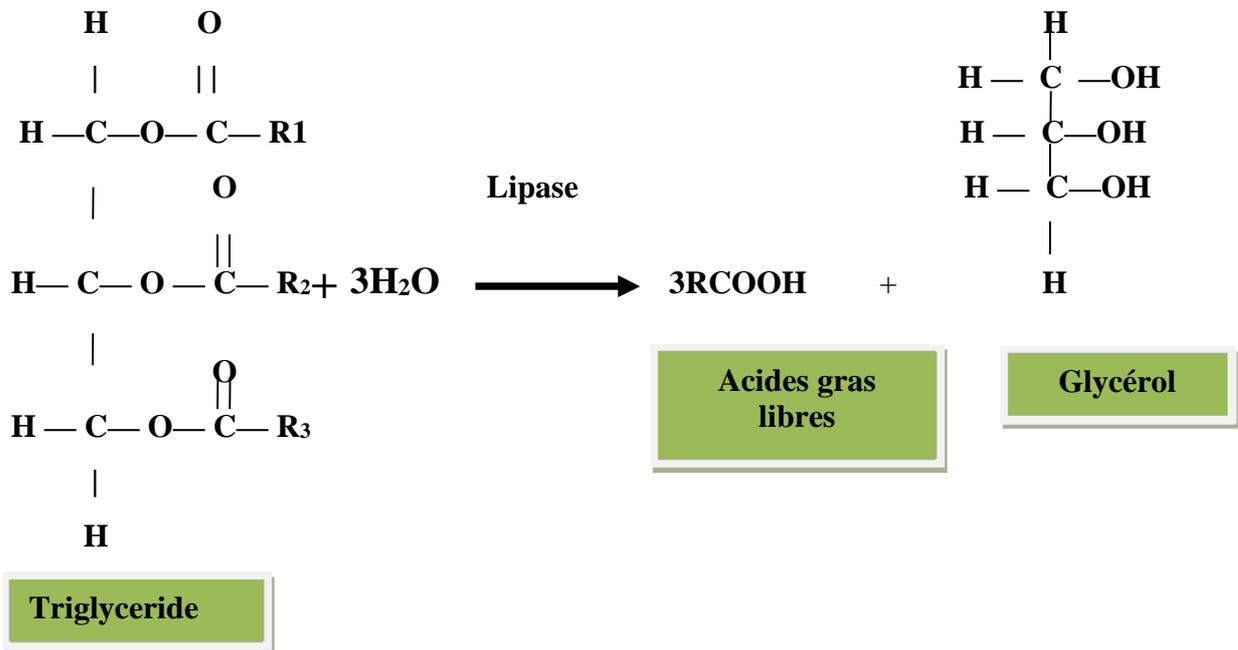
**II.3.7. Détermination de l'acidité (NE. 1. 2.97, 1988)**

**Définition**

**Acidité**

C'est le pourcentage (A%) d'acides gras libres exprimé conventionnellement selon la nature du corps gras.

L'hydrolyse des triglycérides et la formation des acides gras libres se font comme suit :



Titration des acides gras libres par l'hydroxyde de potassium comme suit :



### Mode opératoire

Peser 10g de chaque margarine dans une fiole conique et ajouter 50 ml d'éthanol avec quelques gouttes de phénolphthaléine, puis titrer avec une solution d'hydroxyde de potassium jusqu'à l'obtention d'une couleur rose pâle qui dure pendant 10 secondes environ.

### Expression des résultats

$$A\% = \frac{N \times V \times \text{Eq. Acide oléique} / 100}{m} \times 100$$

**A** : acidité exprimée en %

**N** : normalité du KOH utilisé 0,1 N

**V (ml)** : volume du KOH

**Eq. g** : équivalent gramme de l'acide oléique (282 g/mole)

**m** : masse de la prise d'essai en g

L'indice d'acide peut être déterminé en fonction de l'acidité :

$$I_a = 2 (\text{Acidité})$$

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

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

#### Principe de la CPG

Le principe de base repose sur l'équilibre de concentration des composés présents entre deux phases non miscibles dont l'une dite stationnaire emprisonnée dans une colonne et l'autre dite mobile se déplaçant au contact de la première. L'entraînement à des vitesses différentes des composés présents par la phase mobile conduit à leur séparation (annexe 05).

#### Mode opératoire

On commence par la préparation des esters méthyliques par dissociation d'une aliquote de 0,5 g de la phase d'huile dans 5ml d'hexane pour chromatographie, puis 0,5 ml de KOH méthylique (2N) sont ajoutés en agitant le tout pendant 30 secondes, on met le tout dans une centrifugeuse à 3000 tours/min pendant 5 minutes.

Prélever 2 gouttes de surnageant et mélanger avec 1 ml d'hexane pour qu'à la fin analyser les esters méthyliques obtenus par injection d'un microlitre de ces esters sur une colonne de chromatographie en phase gazeuse de type « 6890 Network GC system » représentée dans la Figure 04.

#### Les conditions de la chromatographie :

Injecteur : Split ;

Détecteur : FID (détecteur à ionisation de flamme)

Gaz vecteur : H<sub>2</sub> ;

Colonne capillaire DB-23 Agilent 122-2362 : (60 m de longueur ; 0,25 mm de diamètre et 0,25 µm d'épaisseur) ;

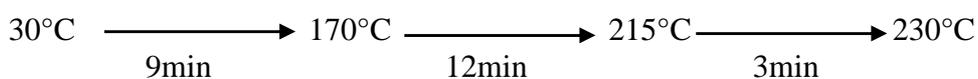
Température : (injecteur : 270°C, détecteur : 230°C, four : 190°C) ;

Volume injecté : 1 µl ;

Pressions : 0,6 bar pour l'azote ; 1,5 bar pour l'air, 0,8 bar pour l'hydrogène ;

Debits: N<sub>2</sub> (gaz make up) : 45 ml /min ; H<sub>2</sub> : 1ml / min ; l'air : 450 ml/min;

Programme (gradient de température).



L'identification des acides gras est obtenue par leurs temps de rétention par rapport à un chromatogramme de référence réalisé à partir d'un mélange standard d'esters méthyliques de concentration et de composition connue (Djouab, 2007).



**Figure 04 : Photographie de la chromatographie en phase gazeuse du complexe agroalimentaire Cevital.**

### **Information générale concernant l'ITERG**

#### **Définition**

L'ITERG est créé en 1943 et correspondait à « l'Institut Technique d'Etude et de Recherche sur les corps Gras ». En 1950, l'ITERG est devenu Centre Technique Industriel (CTI) et a été renommé « Institut des Corps Gras ». Son siège se situe à Bordeaux en France.

#### **Les analyses effectuées à l'ITERG**

Pour une meilleure confirmation de la composition en acides gras des deux margarines MATINA et FLEURIAL l'industrie agro-alimentaire Cevital n'a pas hésité d'envoyer nos échantillons à l'ITERG pour doser et quantifier les acides gras qui constituent les deux formulations étudiées afin de faire une étude comparative avec les résultats trouvés au niveau de Cevital et les résultats ont été obtenus 20 jours plus tard.

### **II.5. Analyses microbiologiques**

#### **II.6.1. Préparation des échantillons pour analyse (Norme internationale ISO 6887-4/2003)**

Toutes les analyses effectuées dans cette partie ont été réalisés sur la phase aqueuse de la solution mère préparée et la composition de chaque milieu de culture utilisé est représenté dans l'annexe 10.

#### **Préparation de la solution mère (Norme internationale ISO 6887-4/2003)**

- Des prises d'essai de 40 et 50 g de FLEURIAL et MATINA respectivement ont été prélevés aseptiquement et misent dans des flacons stériles, puis dilués dans 34 ml de la solution Ringer  $\frac{1}{4}$  pour FLEURIAL et 36 ml pour MATINA
- Afin d'obtenir une fusion complète des deux margarines, les deux flacons sont chauffés à  $45 \pm 1^\circ\text{C}$  au bain marie pendant une durée ne devant pas excéder 20 min.
- Agiter jusqu'à l'obtention d'une émulsion homogène.
- Laisser reposer à température ambiante afin d'obtenir une bonne séparation de la phase grasse et de la phase aqueuse.

### I.6.2. Réalisation des différents essais (Recherche des différentes flores)

#### A. Recherche et dénombrement de la flore mésophile totale (Norme internationale ISO 4833/2003)

##### a. Domaine d'application:

Cette méthode consiste en la recherche et le dénombrement des micro-organismes dans les produits destinés à la consommation par comptage des colonies à  $30^\circ\text{C}$  sur une gélose Plat Count Agar (PCA).

##### b. Ensemencement et incubation

- Déposer stérilement 1 ml de chaque suspension mère dans une boîte de Pétri à l'aide d'une pipette stérile.
- Couler dans chaque boîte 15 ml de la gélose fondu au préalable et maintenue à  $45^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  dans un bain marie (le temps de cette manipulation ne doit dépasser 15min)
- Mélanger avec mouvements en 8 et laisser la gélose se solidifier.
- Préparer une boîte témoin contenant 15 ml du milieu gélosé pour contrôler sa stérilité.
- Retourner les boîtes et les incuber à l'étuve à  $30^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  pendant 72h.

##### c. Comptage des colonies

Après l'incubation, le comptage a été réalisé avec un compteur de colonies.

##### d. Expression des résultats

Retenir les boîtes contenant plus de 15 colonies et moins de 300 colonies.

Calculer le nombre N de microorganismes par gramme de produit :

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

$\sum C$  : la somme des colonies comptées sur toutes les boites retenues

$n_1$  : le nombre de boites retenues à la première dilution

$n_2$  : le nombre de boites retenues à la seconde dilution.

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

### e. Estimation des petits nombres

Si les deux boites de la suspension mère contiennent moins de 15 colonies, faire la moyenne  $m$  des colonies comptées sur les deux boites.

$$NE = m \times d^{-1}$$

$d^{-1}$  : le taux de dilution de la suspension mère.

Si les deux boites de la suspension mère ne contiennent aucune colonie, estimer le résultat comme suit :

Moins de  $1 \times d^{-1}$  microorganisme par gramme,

$d^{-1}$  : le taux de dilution de la suspension mère.

## B. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux (Norme internationale, ISO 7251/2005)

### a. Domaine d'application

- Cette méthode consiste en la détection et le dénombrement d'*Escherichia coli* présumés.
- Culture en bouillon au lauryl sulfate et en bouillon EC (milieu d'enrichissement sélectif) avec calcul du nombre le plus probable (NPP) après incubation à 37 °C, puis à 44 °C.
- Pour la confirmation on utilise l'eau peptonée exempte d'indole.

### b. Ensemencement et incubation

- Ajouter 1 ml de la suspension mère à 9 ml du bouillon lauryl sulfate contenu dans des tubes à cloches de Durham préalablement dégazifiés.
- Bien homogénéiser, puis incuber à 37 °C pendant 24h ± 2h.
- Si aucune production de gaz, ni de trouble n'est observée, prolonger l'incubation jusqu'à 48 h ± 2h.

### c. Confirmation

- Si un trouble, une opacité ou un dégagement gazeux est observé, inoculer un tube du bouillon de confirmation (bouillon EC) qui sera incubé 24-48h à 44 °C,
- Si après incubation, un dégagement gazeux est observé, une recherche d'indole en ensemencant un tube d'eau peptonée doit être effectuée.
- Après incubation à 44°C /24-48h, quelques gouttes du réactif de Kovacs sont ajoutées.

### **d. Expression des résultats**

Le milieu d'enrichissement sélectif incubé est positif s'il montre après subculture et incubation un dégagement gazeux visible dans le tube bouillon EC et une production d'indole dans le tube d'eau peptonée.

## **C. Dénombrement des staphylocoques à coagulase positive (*S. aureus*) (Norme internationale, ISO 6888-1/2003)**

### **a. Les milieux de culture utilisés**

Le milieu utilisé est la gélose Baird Parker.

Pour la confirmation, le Bouillon cœur-cerveille et le plasma de lapin sont utilisés.

### **b. Ensemencement et incubation**

Transférer trois fractions de 1 ml de la phase aqueuse à l'aide d'une pipette stérile, de la suspension mère à la surface de trois boîtes de Pétri contenant un milieu gélosé,

Étaler l'inoculum à la surface du milieu gélosé rapidement mais soigneusement pour éviter de toucher les bords des boîtes avec l'étaleur. Laisser sécher les boîtes, avec leur couvercle environ 15 min à la température ambiante,

Effectuer les opérations en double de façon à avoir six boîtes,

Retourner les boîtes, les incuber pendant 24h ± 2h, puis les réincuber pendant 24h ± 2 h supplémentaires à 37°C.

### **c. Comptage des colonies**

Après 24h et 48h d'incubation, marquer sur le fond des boîtes les colonies caractéristiques et/ou non caractéristiques

Les colonies caractéristiques sont noires ou grises, brillantes, convexes et entourées d'une auréole d'éclaircissement. Après au moins 24h d'incubation peut apparaître dans cette zone claire un anneau opalescent au contact des colonies.

Les colonies non caractéristiques peuvent présenter l'une des morphologies suivantes : colonies noires et brillantes avec ou sans bord blanc étroit la zone claire et l'anneau

opalescent sont absents ou à peine visibles ou sous forme de colonies grises dépourvues de zone claire.

### d. Confirmation (recherche de la coagulase)

Avec une anse bouclée stérile, prélever une partie de chaque colonie sélectionnée et l'ensemencer dans un tube de bouillon cœur-cervelle et l'incuber à 37°C pendant 24 h ± 2 h.

- Ajouter aseptiquement 0,1 ml de chaque culture à 0,3 ml de plasma de lapin dans des tubes à hémolyse stériles et incuber à 37°C dans un bain marie,
- En inclinant le tube, examiner la coagulation du plasma après 4 h à 6 h d'incubation et si le test est négatif, réexaminer après 24 h d'incubation,
- La réaction à la coagulase est considérée positive quand le coagulum occupe plus de la moitié du volume initialement occupé par le liquide,

À titre de contrôle négatif, pour chaque lot de plasma 0,1 ml de bouillon cœur-cervelle stérile et ajouté à la quantité recommandée de plasma de lapin puis incubé sans ensemencement. Pour que la réaction soit valable, le plasma du tube témoin ne devra pas montrer de signes de coagulation.

### e. Expression des résultats

#### Cas général

Le calcul du nombre  $a$  de staphylocoques à coagulase positive identifiés pour chaque boîte retenue est effectué, selon l'équation suivante :

$$a = \frac{b_c}{A_c} \times c_c + \frac{b_{nc}}{A_{nc}} \times c_{nc}$$

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

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

$A_{nc}$  : le nombre de colonies non caractéristiques soumises au test de la coagulase.

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

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

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

Si 1 ml d'inoculum a été réparti sur 3 boîtes les opérations de dénombrement et de confirmation doivent être effectuées sur l'ensemble de ces boîtes comme s'il s'agissait d'une seule boîte.

### Estimation des petits nombres :

Si les deux séries de boîtes au niveau de la suspension mère contiennent chacune moins de 15 colonies identifiées, le nombre de staphylocoques à coagulase positive par gramme est estimé comme suit :

$$N_e = \frac{\sum a}{V \times 2}$$

$\sum a$  : la somme des colonies de staphylocoques à coagulase positive identifiées sur les boîtes retenues.

$V$  : le volume étalé sur chaque série de trois boîtes.

Dans le cas où les deux séries de boîtes au niveau de la suspension mère ne contiennent aucune colonie de staphylocoque à coagulase positive, le résultat exprimé comme suit : moins de 1/d staphylocoques à coagulase positive par gramme.

### D. Dénombrement des levures par comptage des colonies à 25 °C (Norme internationale ISO 21527-2/2008)

#### a. Domaine d'application

Cette méthode est utilisée pour le dénombrement des levures viables présentes dans les produits finis par le comptage des colonies à 25 °C ± 1 °C.

#### b. Le milieu de culture utilisé

Gélose dichloran a 18% (concentration en masse) de glycérol (DG18).

#### c. Ensemencement et incubation

Prendre deux boîtes de pétri stériles. Mettre dans chacune de ces boîtes, à l'aide d'une pipette stérile, 1 ml de la solution mère.

Couler dans chaque boîte environ 15 ml de la gélose fondu au préalable et maintenue à 45 °C ± 1°C dans un bain marie (la manipulation ne doit pas dépasser 15min)

Mélanger soigneusement l'inoculum au milieu et laisser se solidifier.

Préparer également une boîte témoin avec 15 ml du milieu pour le contrôle de sa stérilité.

Retourner les boîtes et les incuber à l'étuve à 25 °C ± 1 °C.

#### d. Comptage des colonies

Sur chaque boîte, le nombre de colonies est compté après 3, 4 et 5 jours d'incubation. Au 5<sup>ème</sup> jour, les boîtes contenant moins de 150 colonies sont retenues.

Si des parties des boîtes sont envahies par des moisissures ou s'il est difficile de compter des colonies bien isolées, les comptages obtenus au 4<sup>ème</sup> jour, ou même ceux du 3<sup>ème</sup> jour d'incubation seront retenus.

### e. Expression des résultats

Le nombre de levures par gamme est exprimé selon la formule suivante :

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

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

$n_1$  : le nombre de boîtes retenues à la première dilution.

$n_2$  : le nombre de boîtes retenues à la seconde dilution.

$d$  : le taux de dilution correspondant à la première dilution retenu.

### E. Recherche des salmonelles (Norme internationale ISO 6579/2002)

**Remarque :** les milieux utilisés pour la recherche des salmonelles sont représentés dans l'annexe 11.

#### a. Protocole d'analyse

##### 1. Pré-enrichissement en milieu non sélectif liquide

Ensemencer 25g de chaque margarine M et F dans 225 ml d'eau peptonée tamponnée puis incubé pendant  $18h \pm 2h$  à  $37 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ .

##### 2. Enrichissement sélectif

Transférer 0,1 ml de culture obtenue du pré-enrichissement dans un tube contenant 10 ml de bouillon RVS et 1 ml dans 10 ml de bouillon Muller-Kauffmann au tétrathionate-novobiocine (MKTTn), puis incubé respectivement à  $41,5 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$  et à  $37 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$  pendant  $24 h \pm 3 h$ .

#### b. Isolement et identification

À partir des cultures obtenues dans le milieu Bouillon Rappaport-Vassiliadis avec (RVS), la surface d'une boîte de pétri du premier milieu d'isolement la gélose xylose lysine désoxycholate (XLD) et du deuxième *Salmonella-Shigella* (SS) ont été ensemencé avec une anse.

Répéter l'opération décrite ci-dessus, pour la culture obtenue dans le milieu MKTTn.

Incuber le tout pendant  $24 h \pm 3 h$  à  $37 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$ .

#### c. confirmation

Il convient de soumettre toute colonie suspecte à une confirmation. À partir de chaque boîte de chacun des milieux sélectifs les colonies considérées comme typiques sont prélevées.

Les colonies ainsi sélectionnées sontensemencées sur la surface des boites de gélose nutritive puis incubés à  $37\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$  durant  $24\text{ h} \pm 3\text{ h}$  en vue d'une confirmation biochimique et sérologique.

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

### **d. Expression des résultats**

La présence ou l'absence de salmonella dans une prise d'essai de 25g de produit est indiquée selon l'interprétation des résultats.

### **II.6. Analyse sensorielle effectuée sur le produit fini**

La margarine est un produit alimentaire utilisé dans la préparation et la cuisson des aliments ou cru comme le beurre, d'où la nécessité d'un contrôle organoleptique :

- Flaveur (goût et odeur caractéristique) : lorsqu'on déguste la margarine, on déclare en fonction des sensations qu'elle est : fondante, épaisse, fraîche, etc.
- Texture (homogénéité et dureté) : elle est contrôlée par une compression de la margarine entre les doigts.

## *Chapitre III : Résultats et discussions*

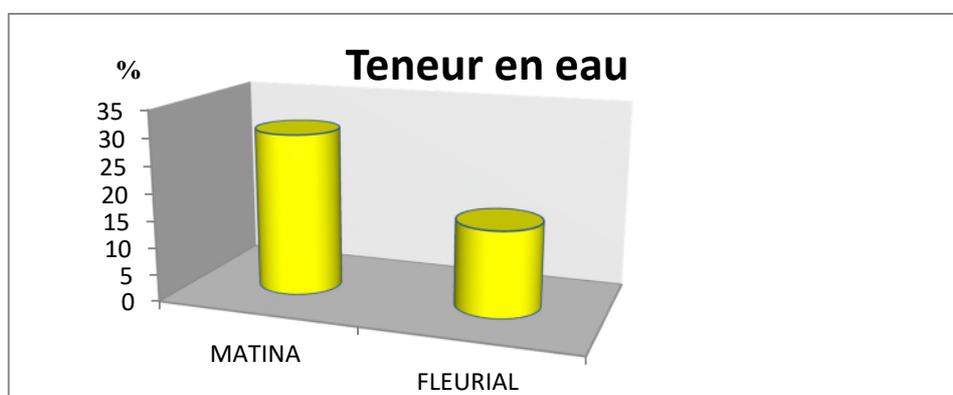
---

### III.1. Résultats des analyses physico-chimiques

Le tableau ci-dessous représente les résultats des analyses physicochimiques des deux margarines de table : MATINA et FLEURIAL.

#### III.1.1. Teneur en eau

La teneur en eau ne doit pas dépasser 16% max pour les margarines (FLEURIAL), et 30% max pour les margarines qui contiennent du beurre soit MATINA<sup>2</sup>, et comme on le constate dans la Figure 05 ci-dessous :



**Figure 05 : Taux d'humidité des deux margarines Matina et Fleurial**

**La norme du codex alimentarius** : 16 % max pour FLEURIAL et 30 % max pour MATINA.

Les taux d'humidité de Matina et Fleurial sont respectivement de l'ordre de 29,85 et 15,84 % comme présenté dans la Figure 05 par conséquent les deux margarines correspondent aux critères fixés pour leur élaboration et sont ainsi conformes à la norme **ISO 622 deuxième édition 1998**.

Le taux d'humidité retrouvé pour Matina est compatible avec le taux de 30% de sa recette. Le taux d'humidité de la margarine Fleurial étudié est très proche des valeurs trouvées par **Chikhoun (2011)** soit 15,97 et 16,13%.

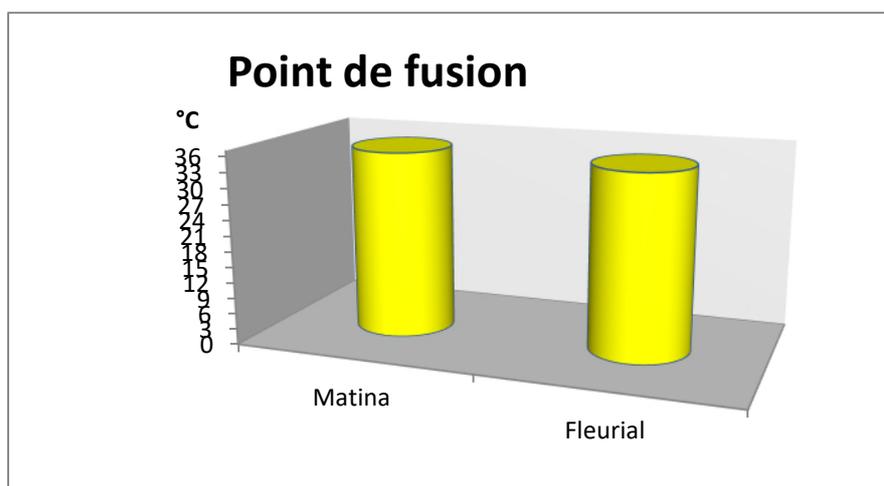
<sup>1</sup> Normes de Cevital.

### III.1.2. Le point de fusion

Il doit être inférieur à la température du corps humain (37°C) afin que la margarine puisse fondre facilement dans la bouche. Le point de fusion doit avoir une valeur bien précise pour que la margarine ait une texture plastique à température ambiante.

Selon **François (1974)**, les facteurs qui ont une influence sur le point de fusion sont :

- La longueur de la chaîne carbonée : le point de fusion croît avec le nombre d'atomes de carbone.
- Le nombre de doubles liaisons : pour une même longueur de la chaîne carbonée, le point de fusion décroît avec le nombre de doubles liaisons.
- La forme géométrique : le point de fusion des formes cis est plus bas que celui des formes trans.



**Figure 06 : Point de fusion des deux margarines étudiées**

**La norme du codex alimentarius** : entre 33 °C et 37 °C.

Les points de fusion des deux margarines Matina et Fleurial représentés dans la Figure 06 sont évidemment inférieurs à 37°C et sont respectivement de 35,8 et 35,1°C.

À titre comparatif, les résultats des mesures enregistrées pour Matina et Fleurial sont conformes aux normes de l'entreprise représentée dans le (Tableau II).

Les valeurs obtenues pour Matina et Fleurial concordent avec celles obtenues par **Karabulut et Turan (2006)** pour les 15 margarines Turques qu'ils ont étudiées dont les valeurs trouvées sont comprises entre 31,2 et 34,9°C.

Par contre nos valeurs sont nettement inférieures aux valeurs obtenues par **Zhang et collaborateurs (2005)** ; soit 47,9 et 43,6°C pour les deux margarines commerciales qu'ils ont étudiées.

### III.1.3. Le taux de solide ou teneur en corps gras solide (SFC)

L'indice SFC est le pourcentage des matières grasses qui sont solides à différentes températures. Les résultats obtenus sont présentés dans l'annexe 14 et le (Tableau II).

Chaque valeur de SFC nous renseigne sur la qualité du produit :

- L'intervalle allant de 0,5 à 10°C nous renseigne sur la facilité de la tartinabilité du produit à des températures basses comme celles du réfrigérateur.
- L'intervalle allant de 15 à 20°C nous donne des informations sur la dureté de la margarine ainsi son exsudation huileuse.
- L'intervalle allant de 20 à 25°C a une grande relation avec la stabilité de la margarine (stabilité oxydative).
- L'intervalle allant de 30 à 35°C a une relation avec la texture lors de certaines utilisations lors de la dégustation par exemple et la libération de la saveur dans la bouche.

**Tableau II : résultats de SFC de MATINA et FLEURIAL.**

	20°C	30°C	40°C
Matina	17,5	7,8	0,2
Fleurial	13	5,6	1,7

Comme le montre le (tableau II), à 20 et 30°C MATINA représente un taux de solide plus élevé que celui de FLEURIAL, mais à 40°C le SFC de FLEURIAL dépasse celui de Matina qui est presque nul.

Si on compare nos résultats à ceux de **Chikhouné (2011)**, on peut dire qu'ils sont compatibles avec les deux margarines « Margarine à tartiner formulation 1 » MF<sub>1</sub> et « Margarine à tartiner formulation 2 » MF<sub>2</sub> à 20, 30 et 40°C, par contre on a eu des résultats intermédiaires

avec Karabulut et Turan (2006) à 20 et 30°C mais ils sont compatible avec MATINA uniquement.

Le SFC influe grandement sur l'adéquation des huiles et graisses pour une application particulière. Généralement il est responsable de plusieurs caractéristiques du produit fini : son aspect général, sa facilité d'emballage, sa tartinabilité, son exsudation d'huile et ses propriétés organoleptiques (Noor et al., 2002).

Les résultats obtenus confirment la facilité de tartinabilité ainsi que la plasticité des deux margarines étudiées.

### III.1.4. Le pH de la phase aqueuse

Il est préférable de contrôler le pH de la phase aqueuse. Une valeur basse de ce dernier freine la croissance des microorganismes. En général le pH doit se situer entre 4,0 et 5,5 (Karleskind, 1992).

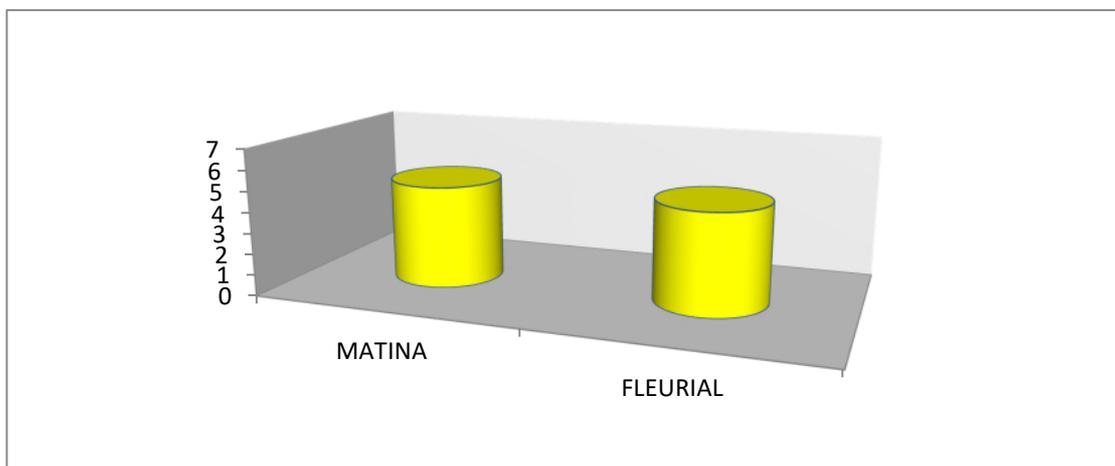


Figure 07 : pH des échantillons étudiées

**La norme du codex alimentarius : de 4,0 à 5,5.**

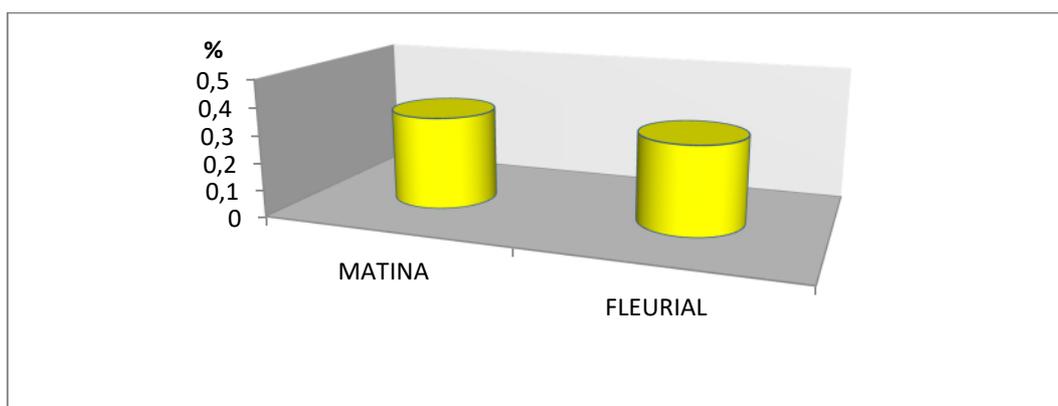
La figure ci-dessus montre que le pH de la phase aqueuse de nos deux margarines Matina et Fleurial sont de 4,9 et 4,8 respectivement.

Les valeurs du pH des deux margarines Matina et Fleurial répondent aux normes de Cevital car à ces pH les émulsions sont stables.

Les valeurs précédemment trouvées concordent avec celles trouvées par **Himed et Barkat (2014)** qui sont de 4,8 et 5 pour les deux margarines à HE<sub>1</sub> et à HE<sub>2</sub>, comme elles sont aussi similaires au pH de la margarine élaborée par **Djouab (2007)**, qui est de 4,5.

### III.1.5. La teneur en sel

Le sel est un ingrédient qui vise à améliorer la sapidité et apporter une meilleure conservation.



**Figure 08 : Teneur en sel des deux margarines étudiées.**

**La norme du codex *alimentarius* : de 0,1 % à 0,4 %.**

La figure ci-dessus montre que les teneurs des deux margarines sont assez proches : (0,34)% pour Matina et (0,32)% pour Fleurial ce qui les rends conforme à la norme de Cevital comprises entre 0,1 et 0,4. Ces résultats sont similaires à ceux obtenues par **Chikhoune (2011)** qui sont de 0,32 et 0,31 pour MF1 et MF2 respectivement.

D'après **Frasch- Melnik et collaborateurs(2010)**, le sel joue un rôle important sur la texture d'une margarine. L'utilisation des émulsifiants de type cristaux monoglycérides et triglycéride améliore la stabilité de l'émulsion eau dans l'huile grâce à la formation de coquilles solides autour des gouttelettes d'eau qui contiennent le sel

### III.1.6. L'indice de peroxyde

Les peroxydes issues de l'oxydation évoluent ensuite vers des structures plus stables, de ce fait l'indice de peroxyde est essentiel pour apprécier la détérioration oxydative d'une margarine (**Karleskind, 1992**).

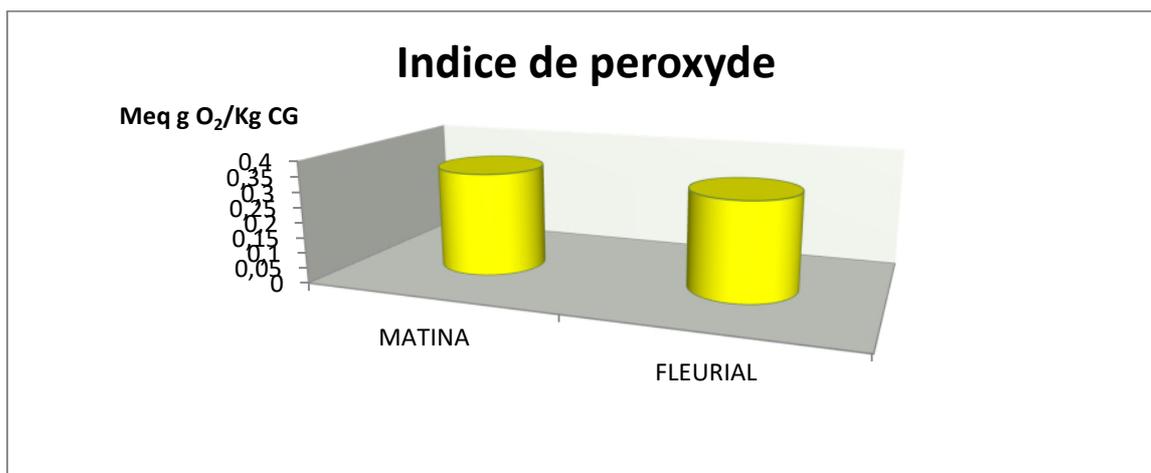


Figure 09 : Indice de peroxyde des deux margarines étudiées

La norme du codex *alimentarius* : 10 Meq g O<sub>2</sub>/Kg CG

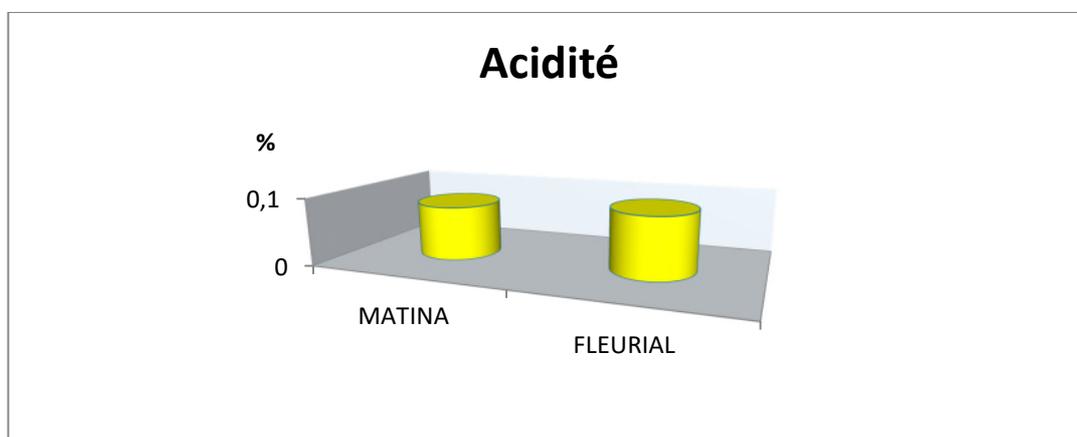
Les valeurs de l'indice de peroxyde obtenues à partir de la Figure 09 sont de 0,34meq O<sub>2</sub>/Kg CG pour Matina et 0,32meq O<sub>2</sub>/Kg CG pour la Fleurial sont nettement inférieures à la limite fixée par Cevital de « 10 meq O<sub>2</sub>/Kg CG ». Ces valeurs sont aussi inférieures à 5meq g O<sub>2</sub>/Kg CG qui requis par les normes utilisées par **Djouab (2007)**.

Nos résultats sont très proches avec ceux de **Chikoune (2011) soit** : avec des valeurs de 0,19 ± 0,01meq O<sub>2</sub>/Kg CG pour MF1 et 0,21± 0,01meq O<sub>2</sub>/Kg CG pour MF2, cependant nos résultats sont inférieure à 1,89±1,12meq O<sub>2</sub>/Kg CG(margarine à HE1), 1,92±1,14meq O<sub>2</sub>/Kg CG(margarine à HE2) et 1,97± 0,02 margarine au tocoblend obtenue par **Himed et Barkat (2014)**.

La conformité de nos résultats revient à l'utilisation de Cevital des huiles fraîchement raffinées pour la fabrication de ses margarines.

### III.1.7. L'acidité

L'acidité nous renseigne donne des renseignements sur le degré d'hydrolyse des triglycérides qui constituent la margarine pendant la période de stockage, ou de leur teneur initiale en triglycéride TG, comme elle peut refléter le degré d'altération de la margarine (**ISO 660/96**).



**Figure 10 : acidité des deux margarines étudiées.**

**La norme du codex *alimentarius* : 0,3 % max**

La Figure 10 montre que l'acidité des deux margarines est inférieure à la limite maximale et qui est de 0,3 % donc leur degré d'altération n'est pas du tout avancé.

Nos résultats sont inférieurs aux valeurs d'acidité obtenues par **Djouab (2007)** dans son étude sur une margarine allégée avec l'extrait de datte qui est de 0,17 %.

D'après **Karleskind (1992)**, les corps gras sont à l'abri de l'altération par hydrolyse lorsque leurs acidités sont inférieures à 0,1% ce qui est le cas des deux margarines que nous avons analysées.

### **III.2.Composition en acides gras des deux margarines de table analysées**

#### **III.2.1. Résultats et analyse du profil en acides gras fait à Cevital**

Les résultats sont présentés dans les chromatogrammes sur les figures 11 et 12 et le tableau de l'annexe 12 bien que sur l'histogramme de la figure 13

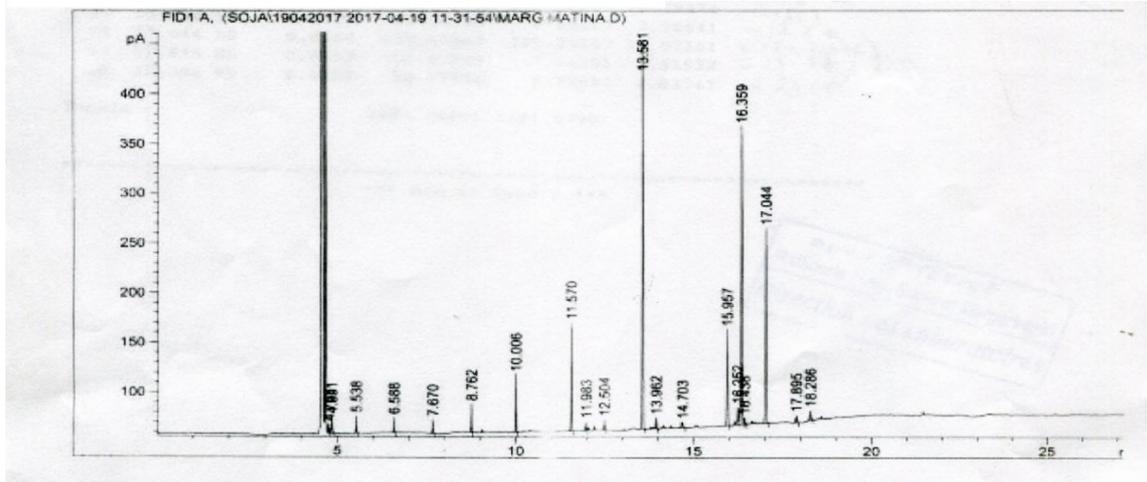


Figure 11 : chromatogramme obtenu par CPG de MATINA

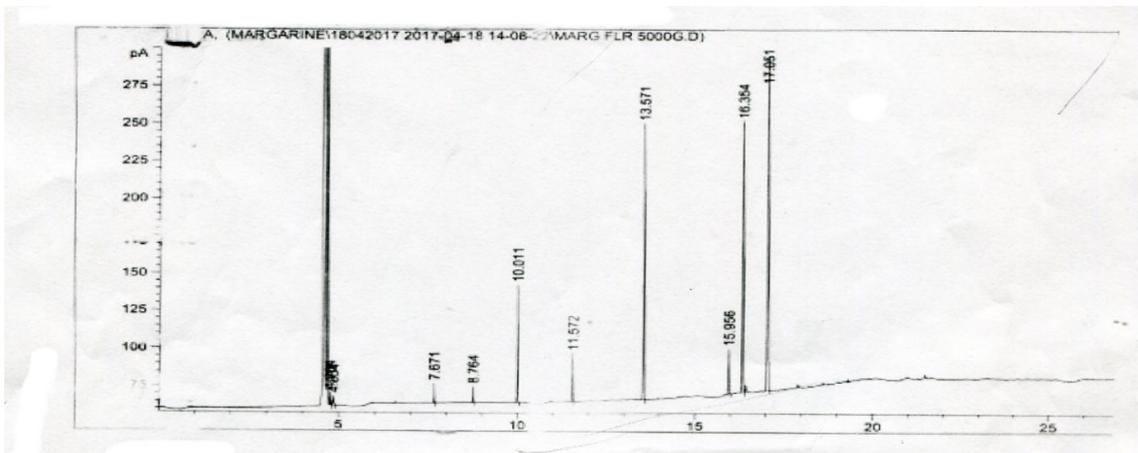


Figure 12 : chromatogramme obtenu par CPG de la FLEURIAL

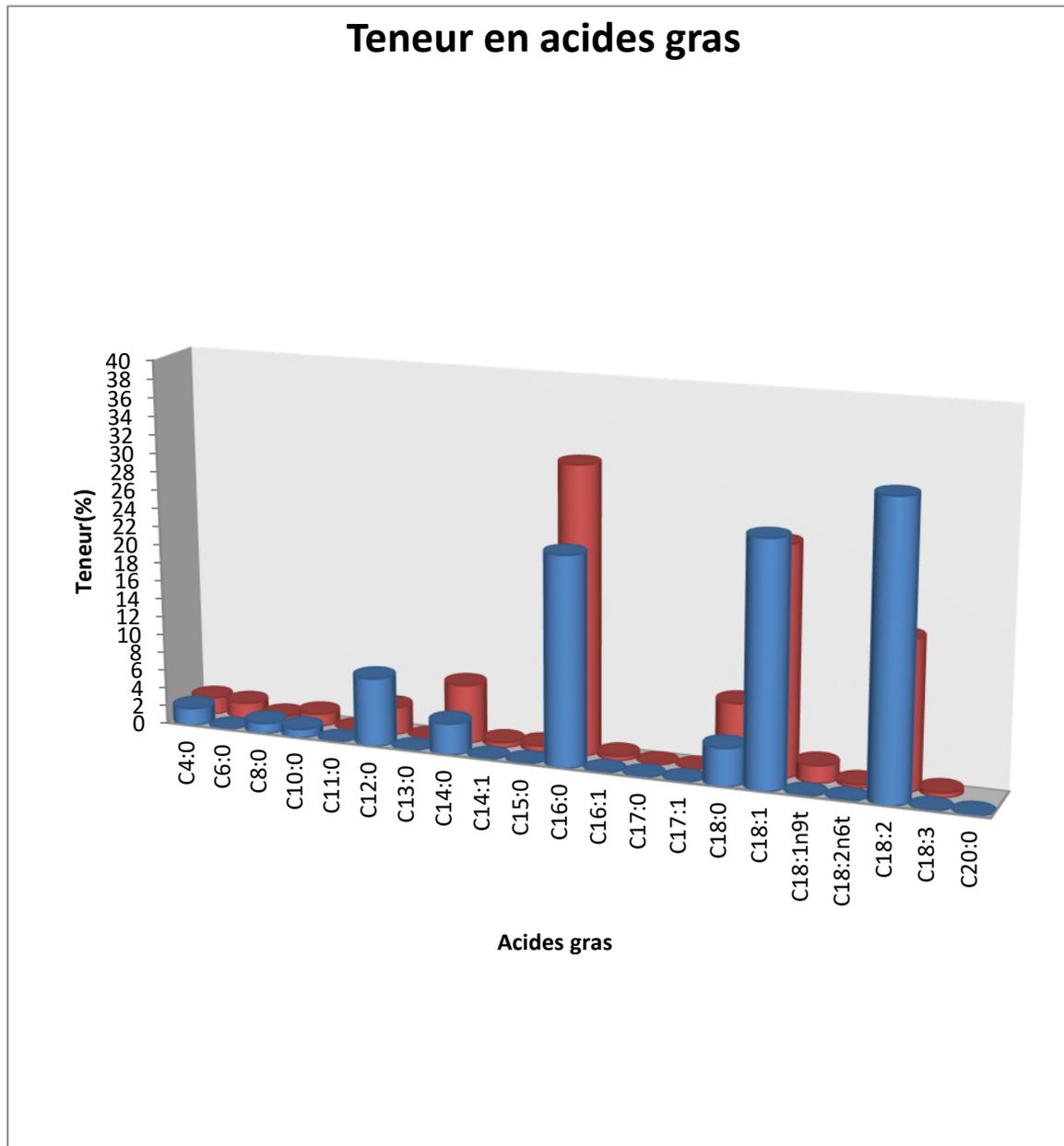
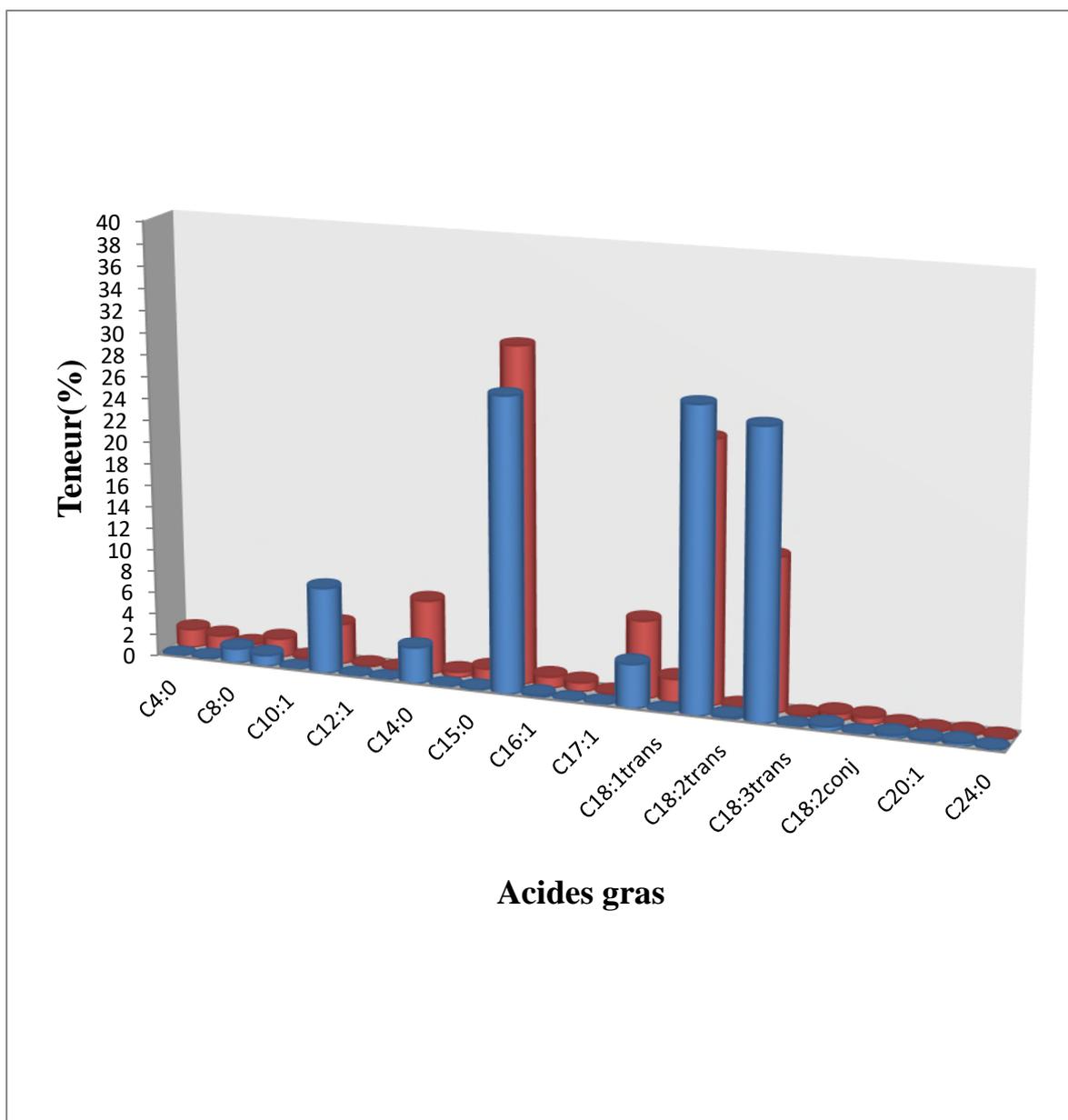


Figure 13 : Composition en acides gras de MATINA et FLEURIAL étudiées à Cevital.

FLEURIAL : Bleu  
Matina : Rouge vif

**III.2.2. Résultats et analyse du profil en acides gras fait à l'ITERG**

Les résultats obtenus par l'ITERG des deux échantillons de margarines analysées sont illustrés dans l'annexe et l'histogramme ci desous



**Figure 14 : Composition en acides gras de MATINA et FLEURIAL étudiées à l'ITERG.  
FLEURIAL : Bleu  
MATINA : rouge**

### III.3. Interprétation des résultats de la CPG

#### III.3.1. Résultats de FLEURIAL

La composition en acides gras de FLEURIAL déterminée par la CPG a donné les résultats suivants :

On remarque la présence des acides gras à différents nombres d'atomes de carbones allant de C6 jusqu'à C18 dans les résultats obtenus à Cevital et de C6 à C24 dans les résultats obtenus à l'ITERG (Figures 13 et 14, annexes 12 et 13).

Cette vaste différence de composition reflète la teneur en acides gras des huiles végétales utilisées (huile de tournesol, palme, soja, etc.) à l'état interestéifié.

On constate que les acides laurique C12 :0, palmitique C16 :0, oléique C18 :1 et linoléique C18 :2 (n-6) constituent le plus grand pourcentage dans la composition de la FLEURIAL.

L'acide caprylique détecté par les résultats de la CPG effectuée à Cevital est absent dans les résultats obtenus à l'ITERG contrairement aux acides gras pentadécyclique C15 :0, palmitoléique C16 :1, stéarique C18 :0, linoléique C18 :2trans, C18 :3trans, et linoléique C18 :3(n-3) qui sont détectés par la CPG de l'ITERG mais pas par celle de Cevital.

#### III.3.2. Résultats de Matina

La composition en acides gras de Matina déterminée par la CPG à donner les résultats suivants :

-On remarque la présence des acides à différents nombres d'atomes de carbone allant de C4 à C24 au niveau des résultats obtenus à l'ITERG et de C4 à C20 dans les résultats obtenus à Cevital.

-Cette composition reflète la teneur en acides gras des huiles végétales (l'huile de palme, de soja, de tournesol et du coprah) et de la matière grasse laitière animale (MGLA) utilisés à l'état interestéifié.

-Les acides butyrique (C4 :0) et caproïque (C6 :0), sont détectés dans Matina soit dans les résultats obtenus à Cevital ou à l'ITERG et la présence de ces deux acides gras est reliée à l'origine des matières premières utilisées dans la fabrication de cette margarine, par exemple

l'acide butyrique est un acide gras appartenant au beurre sachant que Matina est constitué de 50% de MGLA.

- On remarque que les acides myristique (C14 :0), palmitique (C16 :0), oléique (C18 :1), Stéarique (C18 :0), et linoléique (C18 :2(n-6)) présentent le plus grand pourcentage et l'essentiel de la composition en acides gras de MATINA.

- On distingue la présence de certains acides gras détectés par l'ITERG mais pas par Cevital tels que l'acide caproléique C10 :1, acide tridécylique C13 :0, acide margarique C17 :0, C17 :1, C18 :3 trans, CLA C18 :2 conj, l'acide gondoïque C20 :1, l'acide béhénique C22 :0, et l'acide lignocérique C24 :0 ; dont la présence pourrait être en relation avec la sensibilité et qualité des appareils utilisés.

### III.3.3. Synthèse générale des résultats de la CPG

La présence de l'acide palmitique, oléique et linoléique à des teneurs importantes est remarquable dans les deux margarines MATINA et FLEURIAL comme présenté dans le tableau suivant :

**Tableau III : teneurs en acide palmitique, oléique et linoléique de MATINA et FLEURIAL.**

	MATINA		FLEURIAL	
	ITERG	CEVITAL	ITERG	CEVITAL
A .palmitique	30,7	31,32552	26,9	22,85437
A .Oléique	23,9	24,79474	27,6	26,44360
A .Linoléique	14,00	16,07361	26,2	31,74670

Les taux élevés en acides gras palmitique et oléique sont similaires aux taux retrouvés dans l'huile de palme ; et ceux de l'acide oléique et linoléique à ceux de l'huile de tournesol : ces deux huiles étant utilisées dans l'élaboration des deux margarines.

Le pourcentage élevé en acide linoléique dans FLEURIAL est issu de l'huile de soja utilisée pour sa préparation.

La différence de la teneur en acide palmitique et linoléique de FLEURIAL entre les résultats de Cevital et ceux de l'ITERG pourrait être due au matériel utilisé, à la manipulation elle-même ou aux conditions de travail.

Les acides caprylique, caprique et laurique présents dans les deux formulations proviennent de l'huile de coprah.

Dans la composition globale en acides gras saturés MATINA représente la teneur la plus élevée avec 55,30161 à Cevital et 56,7 à l'ITERG ce qui la rend moins fragile, supporte mieux la chaleur et moins susceptible de rancir.

La mauvaise réputation de plus en plus justifiée des acides gras trans (AGT) fait qu'ils sont de plus en plus indésirables dans les produits alimentaires surtout dans les margarines qui se retrouvent dans presque tous les produits de grande consommation (**BRISSEAU, 1982**).

En effet le 31 Mars 2003 les autorités danoises (Danemark) décident d'adopter une réglementation avec prise d'effet le 1<sup>er</sup> Juin 2003 visant à limiter le taux des AGT des lipides totaux présents dans les aliments vendus au consommateur à 2% (**AFSSA, 2005**).

D'après les résultats de l'ITERG et de CEVITAL le pourcentage en AGT de MATINA et FLEURIAL est différent et les analyses démontrent que :

La teneur la plus élevée en AGT a été détectée dans la margarine MATINA à une teneur de 2,28585 et 2,4 à CEVITAL et l'ITERG respectivement, tandis que la FLEURIAL présente des taux presque nuls en AGT, malgré que MATINA contient un petit pourcentage d'AGT (pourcentage limite de la réglementation), ceci n'a pas d'impact négatif sur la santé car les AGT présents dans MATINA ne proviennent pas de la partie margarine qui constitue les 50% de cette dernière mais plutôt de la MGLA qui lui est issue des ruminants (lait et produits dérivés).

En comparant nos résultats à ceux de **Karabulut et Turan (2006)**, on peut dire que la teneur en acide palmitique et oléique est similaire à celles de quelques margarines Turques parmi celles qu'ils ont étudiées ( 29 , 3 et 22,3 pour l'acide palmitique , 27,9 et 22 ,9 pour l'acide oléique)

Les teneurs en acide palmitique et oléique de MATINA soit 30,7 et 23,9 % sont en accord avec les valeurs obtenues par **Antoniani et Daghetta (1964)** sur le beurre qu'ils ont étudié de 20,47 à 45,41 % pour l'acide palmitique et de 16,53 à 32,22 % pour l'acide oléique.

La teneur en acide linoléique est supérieure par rapport à l'intervalle proposé par **Antoniani et Daghetta (1964)**, ce qui justifie la présence de l'huile de soja dans la composition de la FLEURIAL et la composition mixte en matières grasses de MATINA (ça revient aux autres huiles végétales qu'elle contient).

Le taux de l'acide butyrique (1,7 %) dans la composition en acides gras de MATINA correspond à la moitié de la teneur minimale (2,7 %) proposée par **Antoniani et Daghetta (1964)** ce qui confirme que MATINA contient 50% de matières grasses animales.

Il est indiqué que les AGT augmentent le taux sanguin de cholestérol LDL et diminuent le taux de cholestérol HDL augmentant les chances de contracter des maladies cardiovasculaires.

L'acide linoléique ou oméga 6 est un acide gras essentiel trouvé dans les deux margarines, bien qu'il soit important pour l'organisme et qu'il ne peut pas le synthétiser lui-même, c'est pour cela qu'il doit être apporté par alimentation.

On conclue que MATINA et FLEURIAL sont deux produits conformes et bénéfiques pour la santé et apportent un intérêt nutritionnel considérable à notre organisme.

### **III.4. Résultats des analyses microbiologiques**

Les tableaux N° IV et V ci-dessous indiquent que les deux margarines étudiées sont de bonne qualité microbiologique puisqu'elles sont conformes aux normes du journal officiel de la république algérienne (**J.O.R.A**) de 1998.

Tableau IV : Résultats des analyses microbiologique de MATINA.

Désignation	Unité	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	Ech5	Normes	Méthode d'essai
Germes aérobies	ufc/g	10	09	05	02	07	10 <sup>2</sup>	ISO : 4833
Coliformes fécaux	ufc/g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 7251
<i>Staphylococcus aureus</i>	ufc/g	<10	<10	<10	<10	<10	10	ISO : 6888-1
Levures	ufc/g	<10	<10	<10	<10	<10	10	ISO : 21527-2
<i>Salmonella</i>	ufc/25g	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	ISO : 6579

Tableau V : résultats des analyses microbiologiques de FLEURIAL.

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

À partir des résultats obtenus on constate que :

Les deux margarines sont exemptes de Salmonelles, *Clostridium* et de *Staphylococcus aureus* (germes pathogènes) qui sont à l'origine des intoxications alimentaires, ce qui permet

de conclure que les échantillons sont de bonne qualité de point de vue hygiénique, ce qui révèle au consommateur le respect des règles d'hygiène et de désinfections des lieux de fabrication.

L'absence des coliformes, indices de contamination d'origine fécale, dans tous les échantillons analysés traduit le respect rigoureux des conditions d'hygiène par les travailleurs au cours des étapes de production.

Du moment que la margarine est une émulsion de type eau dans l'huile, cette combinaison c'est un milieu défavorable pour le développement des microorganismes puisque l'eau se trouve sous forme de gouttelettes emprisonnées dans la phase grasse et par conséquent inaccessible aux microorganismes ce qui ne favorise pas leurs croissance.

Il est connu que la plupart des bactéries se développent et croient à un PH avoisinant la neutralité et l'acidité de la margarine cause l'inhibition de la plupart de ces bactéries et de quelques espèces sporulées comme *Clostridium botulinum*.

L'utilisation des antioxydants dans la composition de la margarine est aussi derrière l'inhibition de la croissance des microorganismes aérobies en influant sur le pouvoir oxydatif du milieu.

Les levures qui possèdent une gamme de pH très large sont détruites par le traitement thermique de 80°C que subie la margarine.

### III.5. Résultats d'analyses sensorielles

**Les résultats des analyses sensorielles sont représentés dans le tableau suivant et dans les annexes 08 et 09.**

**Tableau VI : Résultats des analyses sensorielles de MATINA et FLEURIAL.**

Margarines	Date de production	Date de péremption	Numéro de lot	Poids en (g)	Texture	Gout et odeur	Couleur
MATINA	24/01/2017	23/07/2017	L1BE2401 17	400	Bonne et fondante	Caractéristiques au produit	Crème jaunâtre foncé
FLEURIAL	04/01/2017	03/01/2018	L1HA040 117	500	Bonne et fondante et légère	Caractéristiques au produit	Crème jaunâtre claire

En résumé, on dira qu'à travers ce test sensoriel les deux margarines ont une très bonne texture, elles sont fondantes, légères, avec une agréable odeur de beurre et facile à tartiner comme c'est représenté sur le (tableau VI).

## *Conclusion*

---

# Conclusion

L'histoire de la margarine se confond avec le développement des sciences et techniques en particulier ce qui concerne les méthodes et techniques d'analyse, processus de fabrication, les conditions de conservation et les connaissances des caractères du produit.

Le contrôle des deux margarines étudiées MATINA et FLEURIAL produites par le complexe agro-alimentaire Cevital est réalisé par les analyses physico-chimiques et microbiologiques nécessaires pour les matières premières ainsi que pour le produit fini.

Les résultats des analyses physico-chimiques effectuées au laboratoire du complexe sont tous conformes aux normes, ce qui montre le respect des paramètres technologiques de fabrication et la compétence du personnel de l'unité.

Les résultats des analyses microbiologiques, obtenues montrent aussi la conformité des deux margarines et ce grâce au respect des règles d'hygiène au niveau de toutes les étapes de fabrication.

L'engagement de nouvelles techniques au niveau de l'industrie agro-alimentaire Cevital telle que l'utilisation de la CPG nous a permis d'étudier la composition en acides gras des deux margarines MATINA et FLEURIAL pour conclure que les deux margarines sont très riches en acides gras insaturés bénéfiques au système cardio-vasculaire.

Comme la priorité de Cevital est de protéger le consommateur en lui assurant un produit sain et en minimisant la quantité d'acides gras trans qui entraîne de graves répercussions sur la santé ; l'entreprise a opté pour l'utilisation des huiles interestérifiées afin d'éviter l'hydrogénation ce qui a été confirmé par les résultats obtenus par CPG.

*Références  
bibliographiques*

---

### A

- **Aboiron, J. et Hameury, E. (2004) Additifs alimentaires : Les lécithines.** Université Paris Val de Marne, 31p.
- **AFSSA.** Maisons-Alfort, (2005).
- **Antonioni, CL. et Daghetta, A. (1964).** Application de la chromatographie en phase gazeuse à l'analyse des corps gras, détermination de la composition en acides gras du beurre et de ses succédanés. Qualitas plantarum et materiae vegetabiles ; vol.11, n°2, p.299–308.
- **Arellano M, Norton I.T. et Smith P. (2015).** Specialty oils and fats in margarines and low-fat spreads In Specialty Oils and Fats in Food and Nutrition Properties, Processing and Applications. A volume in Woodhead Publishing Series in Food Science, Technology and Nutrition, p241-270.

### B

- **Bockish,Michael. (1993).** Fats and oils Handbook inAOCS press, Illinois, États-Unis 899p.
- **Brisson G.J. (1982).** Corps gras alimentaires et autres composés lipidiques : la Signification des mots In : Lipides et nutrition humaine Analyse des données récentes sur les corps gras alimentaires, Les presses de l'université Laval Québec/ Masson Paris, 181p.

### C

- **Chikhoun A.(2011).**Texture d'une margarine nouvellement formulée et effets des huiles incorporées (hydrogénées et interestérifiées).Mémoire de magister en Sciences Alimentaires.Université Mentouri,Constantine. 205p.

### D

- **De Kock J., De Greyt W., Gibon V. et Kellens M.** (2005). Développements récents en matière de raffinage et de modifications :élimination des contaminants dans les huiles alimentaires et réductiondu taux d'acides gras trans.OLC, vol.12, n° 5-6, p. 378-384.
- **Djouab A.** (2007).Préparation et incorporation dans la margarine d'un extrait de dattes des variétés sèches .Thèse de Magister en Génie Alimentaire, université M'Hamed Bougara, Boumerdes, 148p.

### F

- **François R.** (1974). Les industries des corps gras : Biochimie, extraction, raffinage, nuisances et réglementation. Edition : Technique et Documentation, Paris, 431p.
- **Frasch Melnik, S, Norton I.T. et Spyropoulos F.** (2010). Fat-crystal stabilized W/O emulsions for controlled salt release. Journal of Food Engineering, vol.98, n°4, p. 437–442.

### G

- **Gerstenberg Schroder.** (2012). Margarine Production: Technology and Process,SPX Corporation, 9p.
- **GibonV.** (2006). Fractionation of lipids for use in food In: Gunstone F.D. (Ed.), modifying Lipids for Use in Food. Woodhead Publishing, Cambridge, UK, 624p.

### H

- **Herreman Inneke.** (2005). Marché Européen des margarines et des matières grasses à tartiner. OCL, Vol 12, n° 5-6, p 393-394.
- **Himed L. et Barkat M.** (2014). Élaboration d'une nouvelle margarine additionnée des huiles essentielles de citrus limon. OCL, Vol 21, n°1, A102 (1-5).

### I

- **ITERG**, 2015. Institut des corps gras .

### J

- **COSSUT J., HUMBERT S., DEFRENNE B., ROELSTRAETE L., DESMEDTC., VANUXEEM M., FERROUL S., VIDAL D. et GARNETS. (2002)** Les Corps Gras : Entre Tradition et Modernité , Institut Agro-alimentaire de Lille, Université des Sciences et Technologies de Lille, 140p.

### K

- **Karabulut, I. et Turan, S.** (2006). Some properties of margarines and shortenings marketed in Turkey. Journal of Food Composition and Analysis, Vol.19, n° 1, p 55-58.
- **Karleskind A.** (1992). Manuel des corps gras. Edition : Technique et Documentation, Paris. Volume 1, 787p.
- **Kone S.** Fabrication artisanale de margarine. Infogate, (2011), 6p.

### M

- **Mahboubeh, Zaeromali., Yahya, Maghsoudlo., Peyman, Aryaey.** (2014). Effect of storage time on table margarine characterization in refrigerated temperature. European Journal of Experimental Biology, Vol.4, n°3, p182-184.
- **Morin O.** (2007). Huiles végétales et margarines : évolution de la qualité: Les solutions technologiques à la réduction des acides gras *trans*. Cahiers de Nutrition et de Diététique, Vol.42, n°5, p 247-253.

### N

- **Nia N.**(2008).Suivi et comparaison des paramètres physicochimiques de l'huile de soja raffinée chimiquement et enzymatiquement produites par Cevital .Mémoire ingénieur .Université Abderrahmane Mira de Bejaia.
- **Noor Lida H.M.D., Sundram, K., Siew, W.L., Aminah, A. et Mamout ,** (2002). **S**.TAG composition and solid fat content of palm oil, some flower oil, and palm Kernel olein blends before and after chemical interstérification. *JAOCS*, Vol. 79, n°11, p 1137-1144.

### O

- **Ollé M.** (2002). Analyse des corps gras. Techniques de l'ingénieur : traité de Génie des procédés, Réf : P3325 v1.

### S

**Saillard M. (2010).** Margarine et matières grasses tartinables. Cahier de nutrition et diététique in ScienceDirect, vol 45 pp 274-280.

### V

- **Viereiling E (2008).** Aliments et boissons filières et produits. Edition : Biosciences et techniques 3ème édition, Paris, 277p.

### Z

**Zhang H., Jacobsen C. et Alder-Nissen J.** (2005).Storage stability study of margarines produced from enzymatically interesterified fats compared to margarines produced by conventional methods. *European Journal of Lipid Science and Technology*, Vol 107,n°-78p530-539.

## TEXTES REGLEMENTAIRES

- **Journal officiel de la république algérienne JORA (1998).**
- **Journal Officiel de République Française. (2005). Arrêté du 15 septembre numéro 219.**  
Texte numéro 3 : 15-143.
- **Norme européenne .1.2.91,1988**
- **Norme européenne .1.2.430/89**
- **Norme européenne .1.2.87.429/1989**
- **Norme européenne .1.2.97,1988**
- **Norme européenne .1.2.98,1988**
- **Norme européenne .1.2-47.1985**
- **Norme internationale ISO 21527-2/2008**
- **Norme internationale ISO 4833/ 2003.**
- **Norme internationale ISO 5508, 2000**
- **Norme internationale ISO 622 2ème édition 15-09-1998**
- **Norme internationale ISO 6579/2002**
- **Norme internationale ISO 660/96**
- **Norme internationale ISO 6887-4/2003**
- **Norme internationale ISO 6888-1/2003**
- **Norme internationale ISO 7251/2005**

# *Annexes*

---

Créé dès l'entrée de notre pays en économie de marché en 1998 par des fonds privés, le complexe agroalimentaire de Cevital (société par actions au capital de 4 milliards de Dollars) est la plus jeune et la plus importante des entreprises d'un groupe familial diversifié, fondé en 1971.

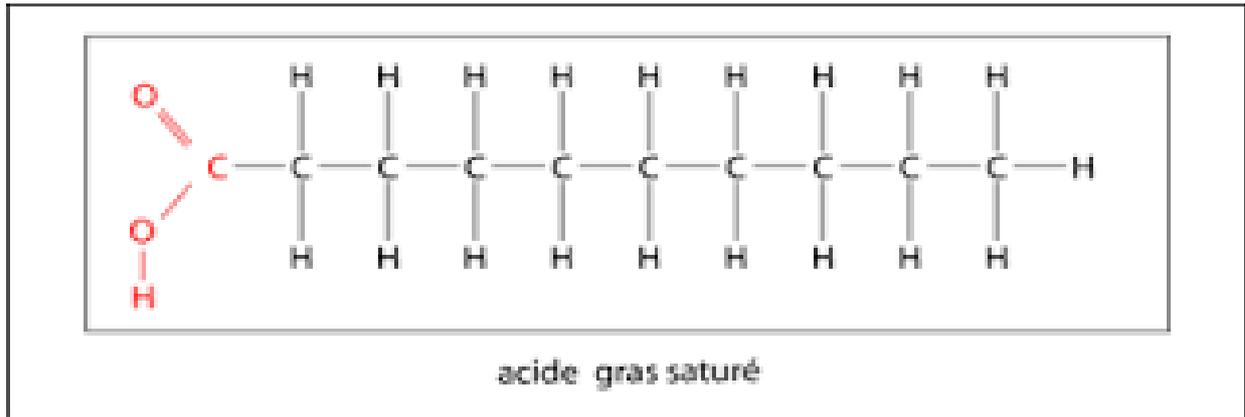
Son complexe de production se situe au niveau du nouveau quai, port de Bejaia comme il est représenté dans l'annexe N°07, sur la RN 26 à 250Km à l'est d'Alger et s'étend sur une superficie de 45000m<sup>2</sup>.

Le complexe Cevital est composé de plusieurs unités de production :

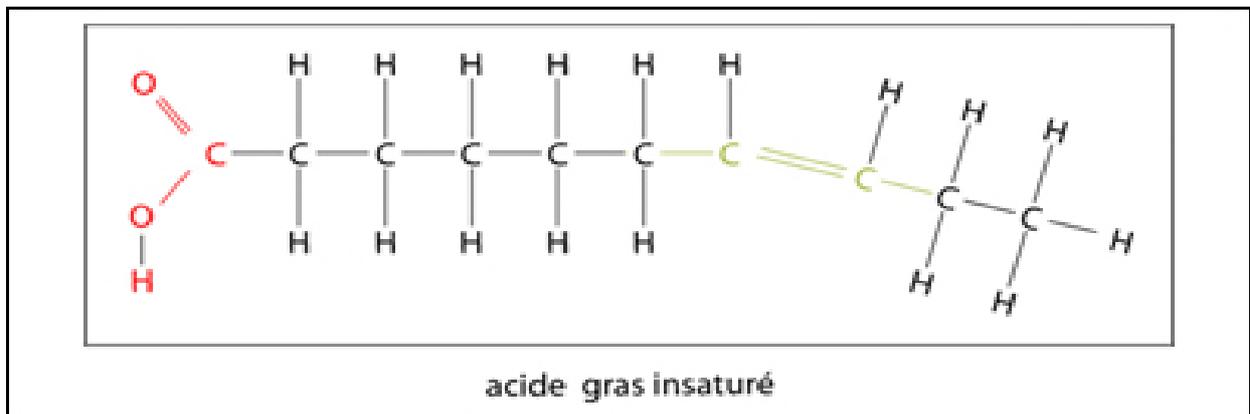
- Huiles végétales,
- Margarines et graisses végétales,
- Sucre cristallisé extra blanc CCE N°2 et sucre roux,
- Sucre liquide,
- Silos portuaires,
- Boissons,
- Conserves.

Il produit une variété de margarines riches en vitamines A,D et E dont quelques-unes sont destinées à la consommation directe telle que Matina, Fleurial plaquette, Elio et Fleurial barquette ; d'autres sont destinées pour les besoins de la pâtisserie telles que la Parisienne et Smen MEDINA, ainsi que des graisses 100% végétales (shortening) pour les industries alimentaires (gaufrettes, biscuits, etc.), avec une capacité de production de 180 000 tonnes /an . Une partie de la production est exportée vers l'Europe, le Maghreb et le Moyen-Orient.

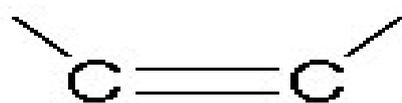
### **Annexe 01 : présentation de l'organisme d'accueille**



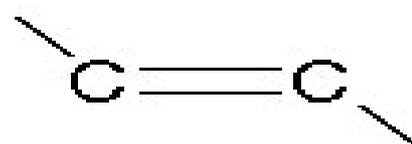
Annexe 02 : structure d'un acide gras saturé



Annexe 03 : structure d'un acide gras insaturé

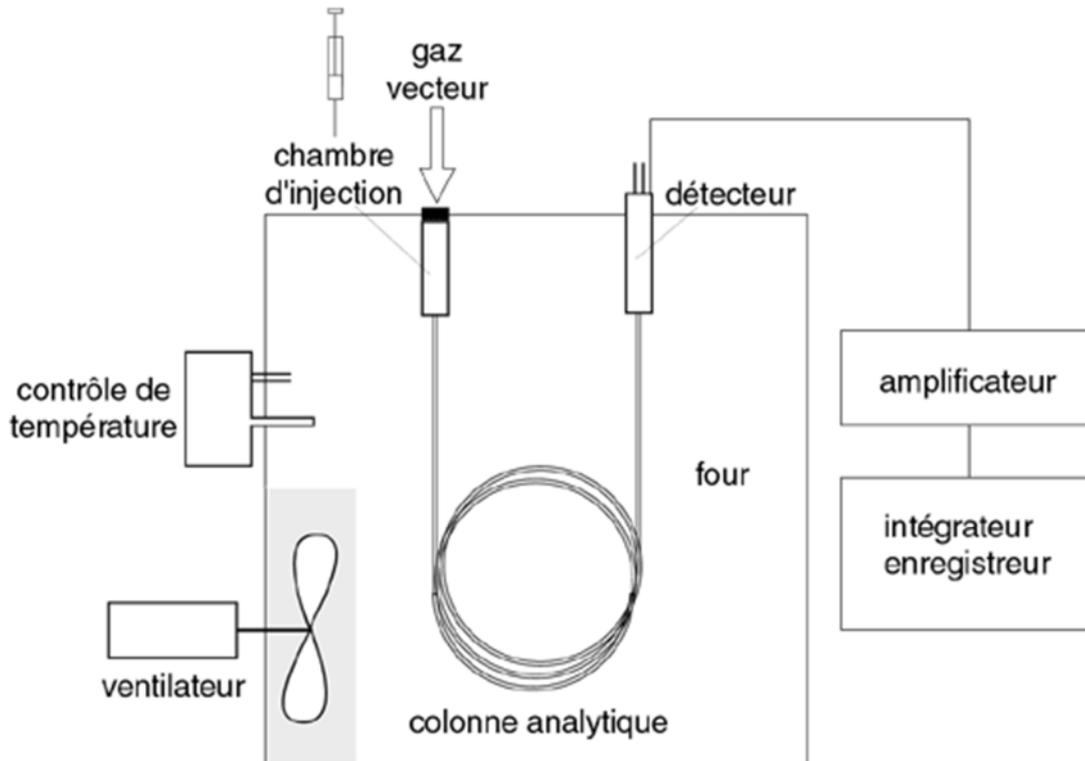


Liaison "cis"  
("bateau")



Liaison "trans"  
("chaise")

Annexe 04 : structure des liaisons trans et cis

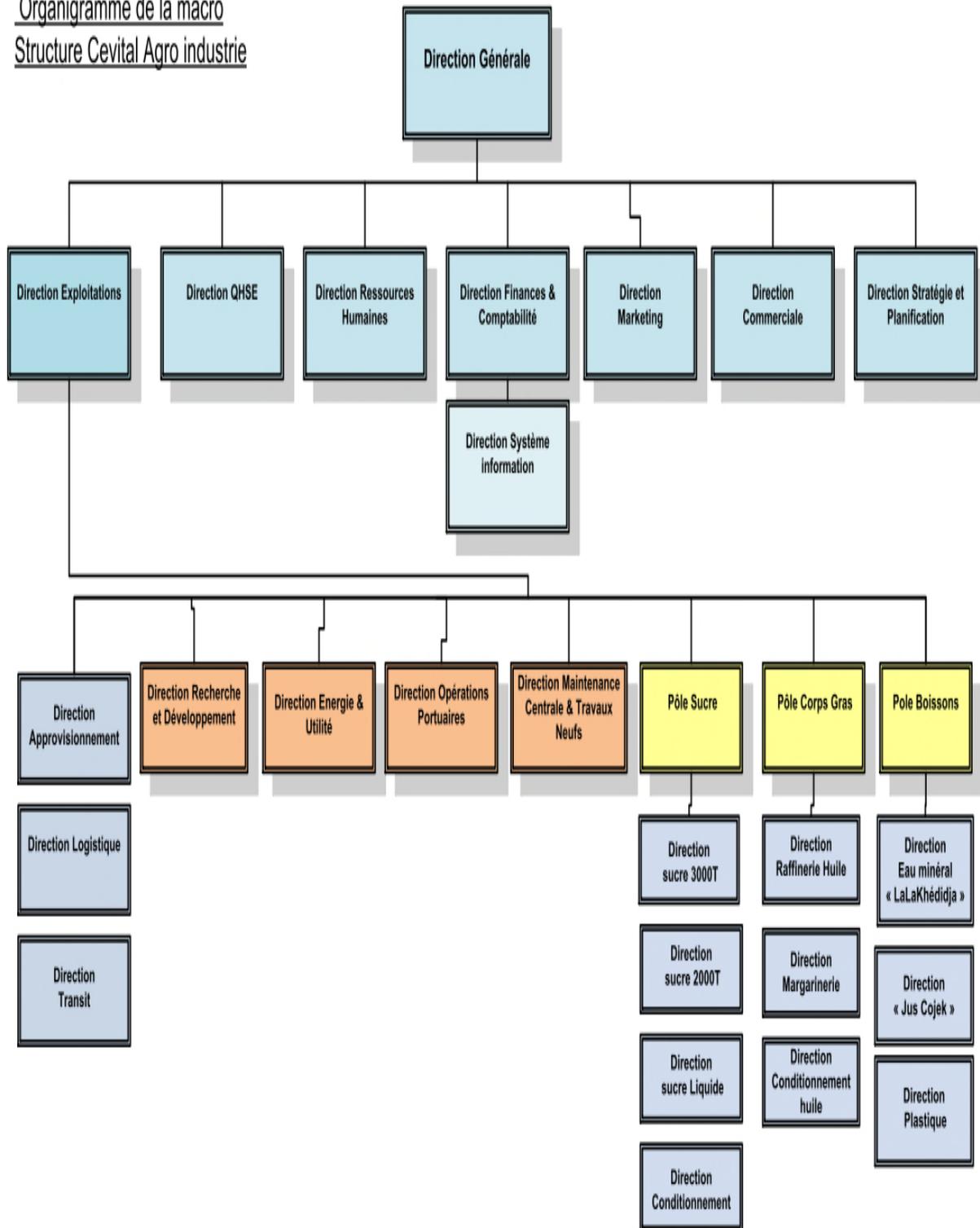


**Annexe 05 : schéma représentant d'une chromatographie phase gazeuse**

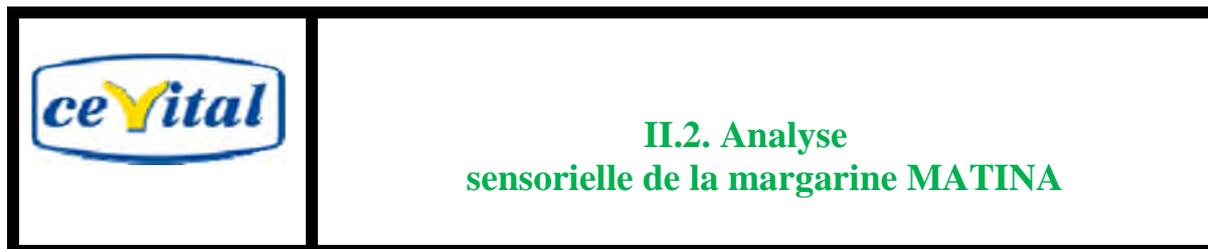
**Annexe 06 : photographie du complexe agroalimentaire Cevital.**



Organigramme de la macro  
Structure Cevital Agro industrie

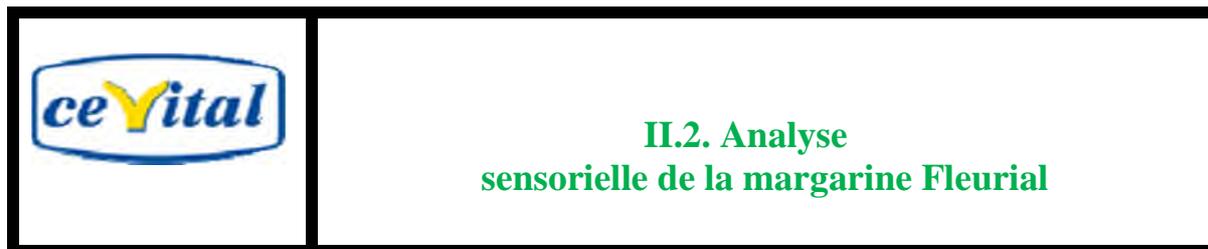


Annexe 07 : Organigramme du complexe Cevital.



Noms et prénoms	1	Redjdal cirina	2	Titouah nawel	3		N° Dégustateurs					1	D1	2	D2	3	
	4		5		6							4		5		6	
	7		8		9							7		8		9	
Heuremati							Heuresoir										
Couleur	Nature	N°Lot	Conforme					Non conforme					Observation				
	Produit		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5					
	MATINA	L1BE240117	+	+	+	+	+									Ras	
Aspect	Nature	N°Lot	Conforme					Non conforme					Observation				
	Produit		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5					
	MATINA	L1BE240117	+	+	+	+	+									Ras	
Odeur	Nature	N°Lot	Conforme					Non conforme					Observation				
	Produit		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5					
	MATINA	L1BE240117	+	+	+	+	+									Ras	
Saveur	Nature	N°Lot	Conforme					Non conforme					Observation				
	Produit		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5					
	MATINA	L1BE240117	+	+	+	+	+									Ras	
Défauts	Notation de l'intensité des défauts <b>1 : Intensité très faible // 5 : Intensité très forte</b>																
Rancissement	Nature	N°Lot	1		2		3		4		5						
	Produit		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
	MATINA	L1BE240117															
Brunissement	Nature	N°Lot	1		2		3		4		5						
	Produit		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
	MATINA	L1BE240117															

Annexe 08 : fiche d'analyse sensorielle de la margarine Matina.



Noms et prénoms	1	Redjdal cirina	2	Titouah nawel	3	N° Dégustateurs	1	D1	2	D2	3
	4		5		6		4		5		6
	7		8		9		7		8		9
Heurematin	10H05					Heuresoir	15H25				

	Nature	N°Lot	Conforme					Non conforme					Observation
	Produit		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	
Couleur	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	+	+	+	+	+						Ras
Aspect	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	+	+	+	+	+						Ras
Odeur	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	+	+	+	+	+						Ras
Saveur	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	+	+	+	+	+						Ras
Défauts	Notation de l'intensité des défauts <b>1 : Intensité très faible // 5 : Intensité très forte</b>												
Rancissement	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	1	2	3	4	5	+					
Brunissement	FLEURIAL barquette 500g	L1HA040117	1	2	3	4	5	+					

Annexe 09: fiche d'analyse sensorielle de la margarine Fleurial.

### Gélose pour dénombrement (plat count agar) :

Tryptone	5,0g
Extrait de levure déshydraté	2,5g
Glucose anhydre	1,0g
Agar-agar	12,0g
Eau distillée	1000ml

### Bouillon lauryl sulfate :

Digesta enzymatique de tissus végétaux et animaux	20,0g
Lactose	5,0g
Monohydrogénophosphate de dipotassium( $K_2HPO_4$ )	2,75g
Dihydrogénophosphate de potassium( $KH_2PO_4$ )	2,75g
Chlorure de sodium	5,0g
Lauryl sulfate de sodium[ $CH_3(CH_2)_{11}OSO_3Na$ ]	0,1g
Eau	1000ml

### Bouillon EC:

Digesta enzymatique de caséine	20,0g
Lactose	5,0g
Sels biliaires n°3	1,5g
Monohydrogénophosphate de potassium ( $K_2HPO_4$ )	4,0g
Dihydrogénophosphate de potassium( $KH_2PO_4$ )	1,5g
Chlorure de sodium	5,0g
Eau	1000ml

### **Eau peptonée sans indole :**

Digesta enzymatique de caséine	10,0g
Chlorure de sodium	5,0g
Eau	1000ml

### **Braid-Parker**

Digesta pancréatique de caséine	10,0g
Extrait de levure	1,0g
Extrait de viande	5,0g
Pyruvate de sodium	10,0g
L-glycine	12,0g
Chlorure de lithium	5,0g
Agar-agar	12g à 20g
Eau pour obtenir un volume finale de	1000ml

### **Bouillon cœur cervelle :**

Digestat enzymatique de tissu animaux	10,0g
Extrait déshydraté de cervelle de veau	12,5g
Extrait déshydraté de cœur de bœuf	5,0g
Glucose	2,0g
Chlorure de sodium	5,0g
Hydrogénorthophosphate disodique anhydre( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )	2,5g
Eau	1000ml

**Plasma de lapin** : utiliser un plasma déshydraté de lapin, disponible dans le commerce, et le réhydrater en se conformant aux instructions du fabricant.

### **Gélose dichloran a 18% (concentration en masse) de glycérol (DG18) :**

#### **Composition DG18 :**

Digestat enzymatique de caséine	5,0g
D-glucose( C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O <sub>6</sub> )	10,0g
Phosphate monopotassique(KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	1,0g
Sulfate de magnésium (MgSO <sub>4</sub> , H <sub>2</sub> O)	0,5g
Dichloran (2.6-dichloro-4-nitro-aniline)	0,002g
Glycerol anhydre	220g
Gélose	12g à 15g <sup>a</sup>
Chloramphénicol	0,1g
Eau distillée ou déionisée	1000ml

#### **Eau peptonée tamponée :**

Digesta enzymatique de caséine	10,0g
Chlorure de sodium	5,0g
Disodium hydrogénophosphate dodécahydraté (Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> , 12H <sub>2</sub> O)	9,0g
Dihydrogénophosphate de potassium(KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> )	1,5g
Eau	1000ml

#### **Bouillon Rappaport-Vassiliadis avec soja (bouillon RVS) :**

Digesta enzymatique de soja	5,0g
-----------------------------	------

Chlorure de sodium	8,0g
Dihydrogénophosphate de potassium( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )	1,4g
Dipotassium hydrogénophosphate ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ )	0,2g
Eau	1000ml

### **Bouillon Muller-Kauffmann au tétrathionate-novobiocine(MKTTn) :**

Extrait de viande	4,3g
Digesta enzymatique de caséine	8,6g
Chlorure de sodium( $\text{NaCl}$ )	2,6g
Carbonate de calcium( $\text{CaCO}_3$ )	38,7g
Thiosulfate de sodium pentahydraté ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, 5\text{H}_2\text{O}$ )	47,8g
Sels biliaires à usage bactériologique	4,78g
Vert brillant	9,6mg
Eau	1000ml

### **Gélose xylose lysine désoxycholate (gélose XLD) :**

Extrait de levure en poudre	3,0g
Chlorure de sodium( $\text{NaCl}$ )	5,0g
Xylose	3,75g
Lactose	7,5g
Saccharose	7,5g
Hydrochlorure de L-lysine	5,0g
Thiosulfate de sodium	6,8g
Citrate d'ammonium-fer	0,8g

## Annexes

---

Rouge de phénol	0,08g
Désoxycholate de sodium	1,0g
Gélose	9,0g à 18,0g
Eau	1000ml

### **Gélose SS :**

Peptone	5,0g
Extrait de viande de bœuf	5,0g
Sels biliaires	5,6g
Citrate de sodium	10,0g
Thiosulfate de sodium	8,5g
Citrate de fer	1,0g
Lactose	10,0g
Rouge neutre	0,025g
Vert brillant	0,00033g
Agar	15,0g
Eau	1000ml

### **Hektoen :**

Proteose peptone	12g
Extrait de levure	3g
Chlorure de sodium	5g
Thiosulfate de sodium	5g

## Annexes

Sels biliaires	9g
Citrate de fer ammoniacal	1,5g
Salicine	2g
Lactose	12g
Saccharose	12g
Fuchsine acide	1g
Bleu de bromothymol	0,064g
Agar	14g
Eau distillée	1000ml

### Gélose nutritive :

Extrait de viande	3g
Peptone	5g
Gélose	12,0g à 18,0g
Eau	1000ml

### Annexe 10: compositions des différents milieux de culture utilisés

- Eau peptonée tamponnée pour le pré-enrichissement.
- Bouillon Rappaport-Vassiliadis avec soja (bouillon RVS) et Bouillon Muller-Kauffmann au tétrathionate-novobiocine (MKTTn), pour l'enrichissement sélectif.
- Gélose xylose lysine désoxycholate (gélose XLD) et un autre milieu d'isolement au choix (SS, Hektoen).
- Gélose nutritive pour la confirmation.

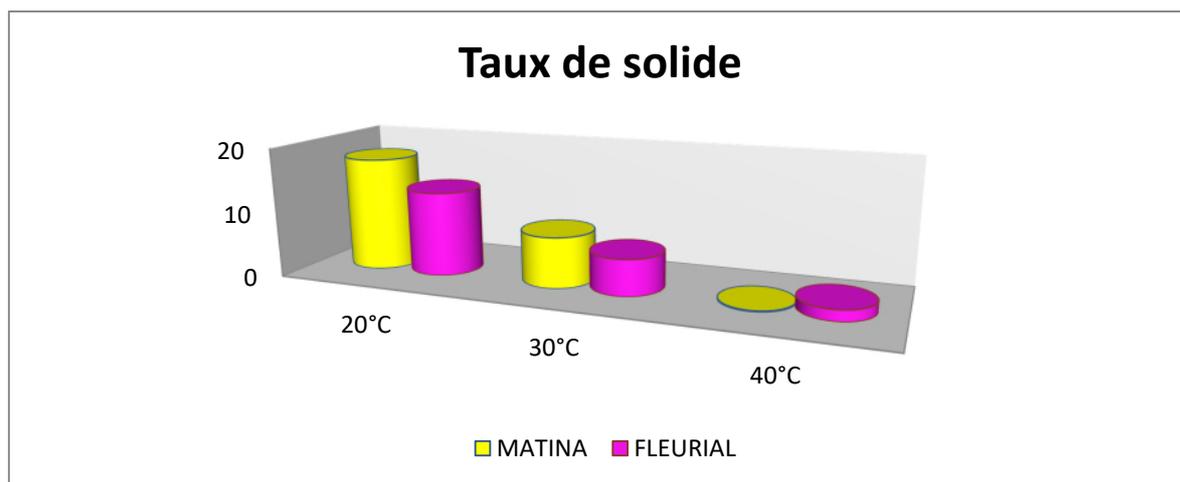
### Annexe 11 : Les milieux de culture utilisés dans la recherche des salmonelles

Appellation commune	Acides gras (%)	Margarine	
		Fleurial	Matina
Acide butyrique	C4 :0	----	1,81903
Acide caproïque	C6 :0	1,89756	1,67825
Acide caprylique	C8 :0	1,13838	0,66933
Acide caprique	C10 :0	0,93164	1,37333
Acide laurique	C12 :0	7,45152	2,97049
Acide tridécylrique	C13 :0	---	---
Acide myristique	C14 :0	3,42253	6,37857
Acide myristoléique	C14 :1	---	0,53985
Acide pentadécylrique	C15 :0	---	0,66623
Acide palmitique	C16 :0	22,85437	31,32552
Acide palmitoléique	C16 :1	---	0,48899
Acide margarique	C17 :0	---	---
	C17 :1	---	---
Acide stéarique	C18 :0	---	7,58344
Acide oléique	C18 :1	26,44360	24,79474
	C18 :1n9t	---	1,90044
	C18 :2n6t	---	0,38541
Acide linoléique	C18 :2(n-6)	31,74670	16,07361
Acide linoléique	C18 :3(n-3)	---	0,51532
Acide Arachidique	C20 :0	---	0,83743
% Acides gras saturés(AGS)		37,696	55,30161
%Acides gras mon- insaturés		26,44360	25,82358
% Acides gras polyinsaturés (AGPI)		31,74670	16,58893
Dont (n-3)		---	---
Dont (n-6)		---	0,38541
% Total des acides gras trans (AGT)		0,00	2,28585

Annexe 12 : composition en acides gras des deux margarines Matina et Fleurial analysées à Cevital.

Appellation commune	Acides gras (%)	Margarine	
		Fleurial	Matina
Acide butyrique	C4 :0	---	1,70
Acide caproïque	C6 :0	0,1	1,4
Acide caprylique	C8 :0	1,3	0,9
Acide caprique	C10 :0	1,0	1,7
Acide caproléique	C10 :1	---	0,2
Acide laurique	C12 :0	7,9	3,7
Acide lauréique	C12 :1	---	0,1
Acide tridécylique	C13 :0	---	0,1
Acide myristique	C14 :0	3,3	6,8
Acide myristoléique	C14 :1	---	0,5
Acide pentadécylique	C15 :0	0,1	1,1
Acide palmitique	C16 :0	26,9	30,7
Acide palmitoléique	C16 :1	0,2	1,0
Acide margarique	C17 :0	---	0,8
	C17 :1	---	0,1
Acide stéarique	C18 :0	4,0	7,1
	C18 :1trans	<0,05	2,1
Acide oléique	C18 :1	27,6	23,9
	C18 :2trans	0,2	0,2
Acide linoléique	C18 :2 (n-6)	26,2	14,0
	C18 :3trans	<0,05	0,1
Acide linoléinique	C18 :3 (n-3)	0,4	0,6
CLA	C18 :2 conj	---	0,6
Acide arachidique	C20 :0	0,3	0,2
Acide gondoïque	C20 :1	0,2	0,1
Acide béhénique	C22 :0	0,3	0,2
Acide lignéocérique	C24 :0	0 ,1	0,1
Non identifié	---		0,0
% Acides gras saturés(AGS)		45,3	56,5
%Acides gras mon- insaturés		27,9	25,9
% Acides gras polyinsaturés (AGPI)		26,6	14,6
Dont (n-3)		0,4	0,6
Dont (n-6)		26,2	14,0
% Total des acides gras trans (AGT)		0,2	2,4

**Annexe 13 : composition en acides gras des deux margarines Matina et Fleurial analysées par l'ITERG.**



**Annexe 14 : Taux de solide (SFC) des deux margarines étudiées Matina et Fleurial.**

# Résumé

Ce travail s'est concentré sur deux margarines produites par Cevital SPA : MATINA et FLEURIAL dont chacune présente des caractéristiques propres à elle.

Les analyses physico-chimiques réalisées nous ont montré que les deux produits sont conformes, présentant quelques différences au niveau de leur taux d'humidité et de solide, ces deux paramètres reflètent la différence qui existe dans leurs recettes et l'origine des huiles utilisées.

L'objectif principal de cette étude est de définir la composition en acides gras des deux formulations par CPG. Les analyses effectuées à Cevital et à L'ITERG montrent que les deux margarines sont très riches en acides gras insaturés et présentent une très grande diversité de composition nutritionnelle dans la mesure où il s'agit de produits formulés pour des usages et des intérêts nutritionnels parfois très spécifiques.

Les analyses microbiologiques des deux margarines répondent aux normes et montrent que la sécurité et la santé du consommateur sont le souci majeur de Cevital avant toutes autres considérations. La légèreté, l'agréable odeur de beurre et surtout la grande facilité à tartiner obtenues suite aux analyses sensorielles montrent l'intérêt primordial que porte Cevital pour la finesse de ses produits.

**Mots clés :** Margarine, MATINA, FLEURIAL, analyses physico-chimiques, composition en Acide gras, CPG.

## **Abstract**

This work has been focused on two margarines produced by Cevital SPA: MATINA and FLEURIAL, each one having its own specific characteristics.

The physicochemical analyses carried out show that the two products are in conformity, presenting some differences in their humidity rates and SFC. These two parameters reflect the difference in the two margarines recipes and the used oils origin.

The main objective of this study is to characterise the fatty acid composition of the two formulations by GC. The analyses performed at Cevital and ITERG exhibit the richness of the two margarines in unsaturated fatty acids and the very wide diversity of their nutritional composition insofar as they are products sometimes formulated for very specific uses and nutritional interests.

The microbiological analyses of the two margarines meet the standards and show that the safety and health of the consumer are the main concern of Cevital before any other considerations. The lightness, the pleasant smell of butter and first and foremost the great ease of spread ability reached after the sensorial analysis prove Cevital's overriding interest in the finesse of its products.

**Keywords:** Margarine, MATINA, FLEURIAL, physicochemical analyses, fatty acids composition, GC.