



Université SAAD Dahlab de Blida

Faculté des Sciences Agro-Vétérinaires et biologiques

Département de Biologie

MÉMOIRE

Présenté en vue de l'obtention du Diplôme de Master II en Sciences de la Nature et de la Vie

Spécialité : Microbiologie et Toxicologie Alimentaire

Thème :

Analyses physicochimiques microbiologiques et
toxicologique au cours de la fabrication du couscous
issue de deux types de blé dur local et importé à
l'unité MOULA pâte

Présenté par :

 CHELABI Djamilia
 MEGHDOUR Meryem

Devant le jury composé :

Présidente	: Mme DEFFAIRI D.	MAA	USDB
Examinatrice	: Mme KHALDOUN H.	MAA	USDB
Examinatrice	: Mme BOUDJEMA N.	MAA	USDB
Promotrice	: Mme BOULKOUR S.	MAA	USDB

Année universitaire : 2012/2013

SOMMAIRE

INTRODUCTION

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Caractéristique générale de blé dur	2
1-1.Morphologie et histologie	2
1-2.Composition biochimique du grain de blé	3
2- Semoule.....	5
2-1. Technologie semoulière	5
3. Couscous	10
3-1. Semoule	10
3-2. Qualité de la semoule	10
3-3. Qualité de semoule destinée à la fabrication du couscous	11
3-4. Définition du couscous	11
3-5. Procédés de fabrication du couscous	12
4. Analyse microbiologique	15
4-1. Moisissures	15
4-2. Clostridium sulfito-réducteur	15
5. 5. Analyse toxicologique.....	15
5-1. Pesticides	15

CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES .

1. Matériels	17
1-1.Matériels biologique	17
1-2. Matériels non biologique	17
1-3. Echantillonnage	17
2- Analyse physico-chimique	18
2-1. Analyses effectuées sur les grains	18

2-2. Analyses effectuées sur la semoule	21
2-3. Analyses effectuées sur le couscous	23
3- Analyses microbiologiques	24
3-1. Recherche et dénombrement des moisissures	27
3-2. Recherche des spores de Clostridium sulfito-Réducteur	29
4. Analyse toxicologique.....	32
4-1. Extraction des pesticides à froid.....	32
4-2. Chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC).....	32

CHAPITRE III : RESULTAT ET DISCUSSION

1. Résultats des analyses physico-chimiques.....	34
1.1. Résultats des analyses effectuées sur les grains de blé dur	34
1.2. Résultat des analyses effectuées sur les semoules	38
1.3. Résultat des analyses effectuées sur le couscous	44
2. Résultats des analyses microbiologiques.....	46
3. Résultats des analyses toxicologiques.....	46

CONCLUSION

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES

Remerciements

Remerciements

Nous remercions **DIEU** de nous avoir donné la santé, la patience et les moyens, à fin que nous puissions accomplir ce modeste travail.

Nous sommes redevables pour l'élaboration de ce mémoire à notre promotrice **M^{me} BOULKOUR Soraya**. Sans qui ce travail n'aurait pu aboutir. Pour son aide précieuse, sa dynamique, et sa disponibilité. Sincères remerciements.

Nous tenons à remercier la Présidente Mme DEFFAIRI. D ; qui a aimablement accepté de faire partie de notre jury du mémoire. Sincères remerciements.

Nous tenons à remercier Mme KHALDOUN. N, et Mme BOUJEMA. N qui ont bien voulu accepter d'être membre de jury et d'examiner ce travail.

Nous témoignons notre gratitude à l'ensemble de l'équipe de l'unité MOULA pâte.

Nous exprimons également nos remerciements à tous les enseignants de département de biologie, et tous ceux qui ont participé de près ou de loin.

Dédicace

- ✚ Tout d'abord je remercie ALLAH le tout puissant de m'avoir donné la foi, et qui m'a guidé sur le droit chemin tout au long du travail, et de m'avoir permis d'en arrivé là.
- ✚ A mes chères parents Ahmed et Kheira ; qui étaient toujours à mes cotés, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur. Ce travail et le fruit de leurs sacrifices qu'ils ont consentis pour mon éducation et ma formation.
- ✚ Je dédie ce travail à Mme BOULKOUR, notre promotrice, dont la disponibilité, le savoir faire et le soutien ne nous ont jamais fait défaut.
- ✚ Je le dédie particulièrement à ma chère amie et mon binôme, Meryem qui a partagé avec moi les moments difficiles et les beaux souvenirs de ce travail, et sa bonne famille.
- ✚ Je le dédie aussi a Mr Moussa qui nous a faciliter l'accès à l'usine pour faire notre stage.
- ✚ A mes chères frères ; Kaddour, Nadjib et sa femme Sabrina.
- ✚ A mes chers sœurs ; Manel, Inaam, Fatma zahra, Nassima, Imene.
- ✚ A mes amies : Nassima, Fahima, Kenza, Zola, Zola, Safia . Wahchia, Soumia RA, Soumia ben, Wafaa, Soumia ch, Souhila, Imene, Soumia, Houda, Asma, Lamia.
- ✚ En fin je le dédie à tous mes amies que je n'ai pas citées et à tous ceux qui me connaissent.

Djamila

Dédicace

Je remercie Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage et la patience pour réaliser un de mes rêves. C'est avec un très grand honneur que je dédie le fruit de ce travail comme un geste de reconnaissance à :

 *Mes très chers parents: M'hamed et Fatma, source de tendresse, qui ont sacrifié pour mon bonheur, qui m'ont constamment soutenu dans ma vie, pour leur amour et leurs prières.*

« Que dieu me les gardes »

 *BILAL spécialement. L'homme de ma vie pour leur amour et leur tendresse.*

 *Ma grande mère Alia que Dieux me la garde.*

 *Mes adorables Sœurs et frères :F.Zohra ,Mohamed,Nacira,Leila,Zineb et Yousef ,à qui je souhaite beaucoup de bonheur et réussite dans leur vie.*

 *Mimi , Ziad, Houria, Ibtissam, Anes, Houda , Siham et soundous.*

 *Ma Promotrice: BOULKOUR S pour leur soutien.*

 *Ma chère amie et ma sœur et ma binôme Djamila que Dieu me la garde pour toute ma vie, pour leur soutien, leur patience et leur amour.*

 *Touts mes cousins et mes cousines surtout, Fatma, Asma, Khawla, Rabeh.*

 *Toutes mes amies de l'enfance à l'université surtout Fatma, Amina, Soumia, Kenza, Zola, wafa, Rabea ,soumia, soumia, souhila.*

 *Enfin, à tous ceux que j'aime et m'aiment.*

Meryem



RESUME

La présente étude a pour objectif de contrôler le couscous issu de deux types de blé dur au cours de leur fabrication. L'étude a été menée au niveau de laboratoire de l'usine MOULA PATE et le laboratoire de contrôle de qualité de Koléa.

Dans ce contexte trois types d'analyses ont été réalisées :

Analyses physico-chimiques comporte différents tests dont les résultats des échantillons importés sont rapprochés aux lesquels des échantillons locaux (la teneur en cendre 0.86% et teneur en protéine 14.02% des semoules. teneur en cendre 0.83% et teneur en protéine 13.20%. et acidité grasse du couscous ($0.028 \text{ g } H_2SO_4/100\text{g MS}$ de couscous local et $0.034 \text{ g } H_2SO_4/100\text{g MS}$ pour le couscous importe).

Analyses microbiologiques sont basées seulement sur la recherche des moisissures et *Clostridium sulfite-réducteur*, nous avons trouvé une absence totale de ces germes.

Analyses toxicologiques pour confirmer l'absence totale des résidus d'un pesticides Kléra.

A la fin de notre travail, on a trouvé que le couscous issu de blé dur local et importé a la même qualité.

Mots clé : Couscous, Blé dur, Semoule, Analyse Microbiologique, Analyse Physicochimique, Analyse Toxicologique.

ملخص

هذه الدراسة تهدف إلى مراقبة نوعية الكسكس الناتج عن نوعين من القمح محلي ومستورد خلال فترة صنعه، الدراسة تمت على مستوى المخبر الخاص بالمصنع ومخبر المراقبة النوعية بالقلية. وفي هذا السياق استخدمنا ثلاث أنواع من التحاليل:

التحاليل الفيزيوكيميائية، تشمل عدة اختبارات حيث كانت نتائج النوع المستورد مقارنة لنتائج النوع المحلي (نسبة الرماد 0.86% و نسبة البروتين 14.20%) بالنسبة للدقيق، و حموضة الكسكس $0.028 \text{ g H}_2\text{SO}_4/100\text{g MS}$ (الكسكس المصنوع من القمح المحلي) و $0.034 \text{ g H}_2\text{SO}_4/100\text{g MS}$ (الكسكس المصنوع من القمح المستورد).

التحاليل الميكروبيولوجية، تعتمد على البحث عن الفطريات المجهرية و *Clostridium sufito-réducteur* فقط، وجدنا غياب كلي لهما

التحاليل السمية، للتأكد من غياب بقايا سماد كليرا.

في النهاية وجدنا تشابه في نوعية الكسكس المصنوع من القمح المحلي و الكسكس المصنوع من القمح المستورد.

الكلمات المفتاحية:

الكسكس، القمح، السميد، التحاليل الفيزيوكيميائية، التحاليل الميكروبيولوجيا، التحاليل السمية.

ABSTRACT

The present Survey has for objective to control the couscous descended of two varieties of hard wheat during their manufacture. The Survey has been led to the level of laboratory of the factory and the laboratory of control of quality of Kolea.

In this context three types of analyses have achieved summers:

Physico-chemical analyses include different tests of which the results of the samples imported are brought closer to the which of the local samples (the content in ash 0.86% and content in protein 14.02% of the semolinas. content in ash 0.83% and content in protein 13.20%. and fat acidity of the couscous (0.028 g H₂SO₄/100g MS of local couscous and 0.034 g H₂SO₄/100g MS for the imported couscous).

Microbiological analyses based on the research of mildews and *Clostridium sufito-réducteur*, us before found a total absence of these germs.

Toxicological analyses to confirm the total absence of the residues of one Kléra pesticides.

At the end our work, one found that the couscous descended of local hard wheat and imported has the same quality.

Words key: Couscous, Hard wheat, Semolina, Microbiological analysis, Physico-chemical analysis, Toxicological analysis.

Liste des figures

Figure 1 : Structure d'un grain de blé.....	2
Figure 2: Diagramme du procédé de la première transformation de blé dur.....	9
Figure 3: Diagramme de la chaine de fabrication du couscous industriel (moula).....	14
Figure 4: Préparation de la suspension mère et des dilutions décimales.....	26
Figure 5 : Les étapes de la recherche des moisissures.....	28
Figure 6 : Les étapes de la recherche des spores de <i>Clostridium sulfito-réducteur</i>	31
Figure7: Courbes granulométriques des échantillons des semoules local et importé analysés.....	38
Figure 8: La granulométrie du couscous local et couscous importé.....	44
Figure 9 : Résultat de la recherche des moisissres	annexe 5
Figure 10 : Résultat de la recherche de <i>Clostridium sulfito-réducteur</i>	annexe 5
Figure 11 : Chromatogramme résultant de l'analyse du Kléra par chromatographie liquide à haute performance (HPLC).....	47
Figure 12 : Chromatogramme résultant de l'analyse du solvant d'extraction correspondant à l'acétonétrile par chromatographie liquide) haute performance (HPLC).....	47
Figure13 : Chromatogramme résultant de l'analyse de l'échantillon de la semoule de blé dur local par chromatographie liquide à haute performance.....	48
Figure 14 : Chromatogramme résultant de l'analyse de l'échantillon de la semoule de blé dur importé. Par chromatographie à haute performance.....	49
Figure 15 : Chromatogramme résultant de l'échantillon du couscous local par chromatographie liquide à haute performance.....	49

Figure 16 : Chromatogramme résultant de l'échantillon du couscous importé par chromatographie liquide à haute performance (HPLC).....50

Liste des tableaux

Tableau I : échantillons prélevé	17
Tableau II : Conditions opératoire de l'analyse en HPLC.....	33
Tableau III : Poids spécifique du blé dur 100% local et 100 importé.....	34
Tableau IV: Poids de 1000 grains du blé dur 100% local et 100 importé.....	34
Tableau V: Teneur en eau dans les deux variétés de blé dur analysé.....	35
Tableau VI: Teneur en cendre dans les échantillons des grains de blé dur local et importé.....	36
Tableau VII: Teneur en protéines totales dans les grains de deux variété de blé dur (local et importé).....	37
Tableau VIII: Teneur en eau dans la semoule de deux variétés de blé dur.....	49
Tableau IX: Taux de cendre des semoules.....	40
Tableau X: Valeurs de la teneur en gluten sec des semoules.....	40
Tableau XI: Teneur en gluten humide des semoules.....	41
Tableau XII: Capacité d'hydratation des semoules.....	42
Tableau XIII: Teneur en protéine des semoules.....	42
Tableau XIV: Acidité grasse des semoules (locale et importé).....	43
Tableau XV: Teneur en eau du couscous (local et importé).....	45
Tableau XVI: Acidité grasse des échantillons de couscous.....	45
Tableau XVII: Résultats des analyses microbiologiques de la semoule, et du couscous issus de deux variétés de blé dur local et importé.....	46

Tableau XVIII : Composition biochimique des différentes parties du grain de blé.....annexe 3

Tableau XIX : Composition moyenne en minéraux pour 100g de blé.....annexe 3

Tableau XX : Composition biochimique et valeur nutritive du blé dur, semoule, et couscous...
.....annexe 3

Tableau XXI : Méthodes physiques et aérodynamiques de la gaine de blé de la phase de
nettoyage..... annexe 3

Tableau XXII : Granulométrie de semoule..... annexe 4

Tableau XXIII : Granulométrie de couscousannexe 4

Introduction

Introduction

Les graines de céréales de la famille des Poacées sont des fruits dont le nom botanique est caryopse. **(Godon et Willm, 1998)**. Le blé est actuellement une des céréales les plus cultivées au monde avec une production annuelle totale de près de 680 millions de tonnes. Le blé dur est une céréale cultivée notamment dans tout le bassin méditerranéen. Du fait de sa faible résistance au froid et à l'humidité, sa culture nécessite un ensoleillement élevé. Aux vues de ces exigences, le rendement annuel est sujet à de fortes variations liées aux conditions climatiques. **(Simoës, 2011)**.

Le couscous est le dominateur commun des peuples Africains. C'est le symbole de leur authenticité, l'origine de leur fierté et de la perpétuation de leur civilisation. L'appellation *Couscous* s'applique à tout produit composé de semoule de blé dur (*Triticum durum*) dont les particules sont agglomérées en ajoutant de l'eau potable et qui a été soumis à des traitements physiques tels que la cuisson et le séchage. Il est préparé à partir de semoule dite "grosse-moyenne" **(FAO, 1995)**. Selon la même référence, la dénomination *Couscous* peut être attribuée à des produits destinés aux mêmes usages mais préparés à partir d'autres céréales que le blé dur, à condition que cette appellation soit immédiatement suivie d'une spécification des céréales utilisées.

Dans les pays du Maghreb, le couscous le plus courant est sous forme de petits grains fabriqués à base de blé dur. **(Kaup et Walker, 1986)**.

La fabrication du couscous est passée de l'échelle artisanale à l'échelle semi-industrielle ou industrielle dans de nombreux pays de l'Afrique du Nord (Tunisie, Algérie et Maroc) **(Kaup et Walker, 1986)**. Elle est en cours d'industrialisation dans certains pays de l'Afrique de l'Ouest **(Aluka et al., 1985)**.

Pour cela nous nous sommes intéressés à savoir :

Une étude physicochimique.

Une recherche des *Clostridium sulfito-réducteur* et seulement des moisissures présentes, selon les normes algériennes.

Une étude toxicologique permettant de rechercher les résidus d'un pesticide Kléra, au niveau de semoule et couscous.

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1. Caractéristique générale de blé dur

Le blé est une espèce annuelle qui fait partie de la classe botanique des monocotylédones et de la famille des Graminées. C'est une espèce autogame de jours longs. C'est la première céréale cultivée et largement consommée en Algérie et dans le monde. (Hamadache, 2001).

1-1.Morphologie et histologie

Le grain de blé est un caryopse. C'est un fruit sec. Il est de couleurs blanchâtre à brunâtre selon l'espèce, blé dur ou blé tendre, et selon les variétés. (Hamadache, 2001).

Histologiquement, le grain de blé dur est formé de trois types de tissu : le germe (3%), les enveloppes (13-16% du grain) et l'albumen (80-85% du grain) (Barron et al., 2007).

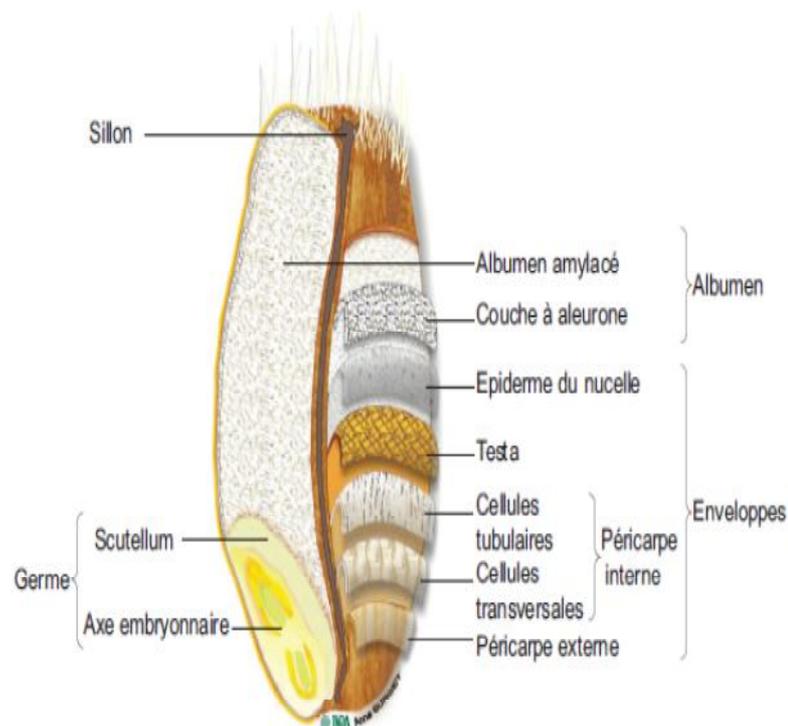


Figure 1 : Structure d'un grain de blé
(Surget et Barron, 2005).

1-1-1.Le germe

Souvent appelé embryon, c'est lui qui donne naissance aux racines et à la tige lorsque le grain est planté en terre, dans de bonnes conditions de chaleur et d'humidité. C'est la partie la plus nutritive du grain. Certains nutritionnistes en font le meilleurs des aliments, allant jusqu'à parler à son propos d'aliment miracle. **(Darrigol, 1978).**

Le germe représente 3% du poids du grain et constitue la future plante. Il forme de l'embryon et du scutellum, qui entoure l'embryon, le protège et joue un rôle nourricier grâce à sa richesse en protéines, matières grasses et vitamines **(Fredot, 2006).**

1-1-2. Les enveloppes

Les enveloppes du grain sont composées de cinq tissus superposés, chacun de ces tissus possède une épaisseur et une nature différente **(Barron et al., 2007)**. De la surface externe vers le centre du grain se trouvent successivement le péricarpe externe (épicarpe) et le péricarpe interne constitué par le mésocarpe et l'endocarpe. Viennent ensuite la testa et l'épiderme du nucelle (ou couche hyaline) **(Surget et Barron, 2005)**. Ces tissus sont essentiellement constitués de cellules vides dont les parois sont riches en fibres et en composés phénoliques **(Hemery et al., 2007)**. (Voir figure 1)

1-1-3. Albumen ou amande

L'albumen ou amande farineuse, représente 80% du poids du grain et sa partie inférieure est déterminée par le germe. C'est une substance blanche friable, constitué d'un ensemble de grains d'amidon entourés par un réseau de gluten (nature protéique) mais elle est pauvre en minéraux. **(Fredot, 2006)**. Se distingue par de longues cellules transversales et d'une couche de cellules tubulaires, qui transportent l'humidité des grains. **(Sall Khaly, 1998)**

1-2. Composition biochimique du grain de blé

La composition du grain de blé est très complexe. Elle dépend de l'espèce et de la variété de blé mais, également du climat, des méthodes de cultures, et des conditions de stockage **(Godon et willm, 1998)**. (Tableau XVII, Annexe 1).

1-2-1. Eau :

Le grain de blé constitué de 13.5% d'eau. Cette faible teneur lui permet d'être stocké lentement en évitant ainsi le développement des micro-organismes en particulier de moisissures. **(Feillet, 2000).**

1-2-2.Glucides :

L'amidon représente la majeure partie des glucides complexes répartis en amylose et amylopectine, c'est l'un des polymères fonctionnels les plus importants des aliments en raison de son pouvoir gélifiant, viscosifiant et fixateur d'eau **(Feillet, 2000)** retrouvé essentiellement dans l'amande à l'opposé de l'écorce et le germe qui sont peu riche en amidon. Le glucose, fructose, saccharose et du raffinose sont localisés dans le germe et l'assise protéique de l'écorce **(Fredot, 2006).**

1-2-3.Protéines :

Ce sont des enchainements d'acides aminés leurs principales fonctions alimentaires sont :

- Des fonctions nutritionnelles: par l'apport d'acides amines essentiels et de peptides à activité biologique.
- Des fonctions organoleptiques : par leurs contribution à la couleur des aliments, la texture (capacité de rétention d'eau), et à la saveur **(Jeantet et al., 2006).**

Dans le grain de blé il existe 2 types de protéines : les protéines solubles (albumines et globulines) et les protéines insolubines (prolamine ou glianine et glutéline).

Les gluténines et gliadines constituent 80 à 90% des protéines totales du blé et forment le gluten qui est responsable de l'élasticité de la pâte.

1-2-4.lipides :

Les lipides jouent un rôle important dans l'alimentation et dans l'agroalimentaire, ils ont :

- Un rôle nutritionnel par l'apport d'énergie, et d'acides gras essentiels.
- Un rôle organoleptique par la contribution à la texture des aliments en tant que précurseurs de molécules aromatiques **(Jeantet et al., 2006).**

Ils sont présents dans le grain de blé en faible quantité, essentiellement localisés dans le germe et l'assise protéique. Lors du pétrissage de la pâte ces lipides vont se lier aux protéines et glucides et permettent la rétention d'eau, l'extensibilité et l'élasticité de la pâte.

1-2-5.Matières minérales

Les éléments minéraux cités dans (le tableau XVIII annexe 1), n'ont pas d'influence sur le rendement meunier et sur la valeur boulangère. Par contre, ils ont un rôle important en nutrition.

1-2-6.Vitamines

Les vitamines sont de petites molécules indispensables à l'homme pour nombreuses activités métaboliques fondamentales et dont la carence conduit à des syndromes spécifiques (**Jeantet et al, 2006**).

- Vitamines hydrosolubles: diverses vitamines surtout du groupe B (B1, B2, B6) sont présents dans les grains mais à des concentrations faibles (**Godon et Willm, 1998**).
- Vitamines liposolubles : la seule vitamine liposoluble présente dans le grain de blé est la vitamine E qui se trouve essentiellement dans le germe.

Les produits céréaliers sont consommés après avoir subi des cuissons à températures souvent élevées ce qui risque de réduire l'intérêt vitaminique des céréales.

1-2-7. Fibres alimentaire végétale (FAV)

Se sont des cellules végétales, encore appelées« indigestible glucidique » résistant à l'hydrolyse par les enzymes alimentaires de l'homme (**Moll et Moll, 2008**).

1-2-8.Enzymes :

Les enzymes localisées dans le grain de blé sont : la carboxylase, lipase, lipoxygénase, alpha-amylase, beta-amylase et protéase. L'activité la plus importante sur le plan technologique et celle qui affecte l'amidon, les lipides et les protéines. (**Moll et Moll, 2008**). (Voir tableau XVII annexe 3).

2- Semoule

2-1.Technologie semoulière

Selon **Godon et Willm, (1998)**, l'objectif de la première transformation de blé dur est d'isoler l'albumen des parties périphériques (à savoir les enveloppes, la couche à aleurone et le germe). C'est une opération de fragmentation et de séparation.

Ce procédé s'articule sur les phases suivantes :

2-1-1.Le pré-nettoyage

Le blé pesé est envoyé vers le séparateur aspirateur, cet appareil a pour but d'enlever les impuretés de blé de taille notamment différentiels, les méthodes de séparation des impuretés sont résumées dans (**le Tableau XX, Annexe 3**).

Le séparateur aspirateur est constitué par 3 tamis légèrement inclinés est munis d'un mouvement de va et vient avec forte aspiration permettent d'enlever les poussières.

- **1^{er} tamis** : A grosses perforations, laisse passer plus rapidement le blé et retient les impuretés les plus grosses que lui.
- **2^{ème} tamis** : A perforations plus étroites, laisse encore traverser le blé et retient les déchets légèrement plus volumineux que celles qui traversent le premier tamis.

3^{ème} tamis : Dont les perforations sont inférieures à la taille du blé retenu, le rôle de celui-ci est de laisser passer les petites impuretés et l'aspiration de la poussière présente dans le blé. (**Feillet, 2000**)

2-1-2.Le nettoyage

Selon **Feillet, (2000)**, cette opération est principale car elle consiste à éliminer complètement tous les grains étrangers (cailloux, pierres..), ce qui risque d'affecter l'apparence du produit fini (la semoule), il y aura donc lieu de prendre certaines précautions et adapter un grand soin lors des opérations de calibrage de la semoule.

A-Le triage

Le blé passe par des trieurs à surfaces inclinées pour séparer du blé les grains ronds et les pierres. Le blé est amené sur une surface vibrante inclinée afin d'enlever les impuretés du blé qui ont le même diamètre que celui-ci mais dont la longueur est différente. (**Boudreau et Menard, 1992**)

- Soit plus courtes, telle que les grains ronds,... etc.
- Soit plus large, telle que les grains d'avoine, d'orge,... etc. (**Feillet, 2000**)

B-Brossage

Après l'étape du triage, le blé subit une opération du brossage, dont le but est enlever la poussière qui se trouve dans le sillon, cette opération est réalisée par la brosse à blé, dans cette machine, le grain est roulé entre une paroi métallique, généralement en tôle perforée, et une brosse qui est fixée sur un arbre tournant. La poussière est détachée du grain et aspirée à travers la tôle au moyen d'une aspiration qui refoule l'air dans un cyclone ou un filtre.

(Bourdeua et Menard, 1992).

C-Lavage I

Le nettoyage du blé souvent complété par le lavage, opération qui peut être considérée également comme la première phase de la préparation à la mouture, celle-ci consiste généralement à additionner une légère quantité d'eau, il a pour but d'enlever dans le sec de laveuse est brassé dans l'eau, les pierres et le sable lourd tombent au fond et sont évacués, les grains de blé creux flottent et sont également évacués. **(Feillet, 2000)** voir tableau 4 annexe 1.

2-1-3. Préparation du blé à la mouture (le mouillage)

Selon **Godon, (1991)**, le blé arrive au moulin avec une teneur en eau faible et ne se trouve pas de ce fait dans les conditions voulues, donc il sera nécessaire de procéder à la préparation du grain et de se livrer à une double opération qui comprendra ; une addition d'eau ou mouillage suivi d'un temps de repos ou conditionnement. Le mouillage est une humidification du grain, au départ le grain de blé possède une teneur en eau égale à 11 ou 12%. Le grain est humidifié jusqu'à une humidité de 16.5% même à 17%. Cette action se fait simplement par addition d'une certaine quantité d'eau au blé (eau froide parfois chaude ou en vapeur).

2-1-4. Mouture

La structure anatomique du grain de blé présente la particularité que l'ensemble des couches histologiques se replie à l'intérieur de grain pour constituer le sillon qui conduit au développement d'un procédé original de première transformation du blé que l'on appelle procédé de mouture, impliquant les mêmes opérations unitaires ; après nettoyage et préparation des grains quel que soit le type de blé considéré **(Godon et Willm, 1998)**.

La mouture est l'opération centrale de la transformation du blé en semoule, est réalisée par la succession des opérations suivantes :

2-1-4-1. Broyage

Le broyage constitue une des étapes déterminantes de la mouture du blé dur, comme dans le cas du blé tendre, il a pour fonction de séparer l'amande des enveloppes. Mais ici, cette séparation doit être réalisée avec une production minimale de produits finis.

Ce broyage est réalisé par une série d'appareils à cylindre appelés «broyeur» doté de paires de rouleaux cannelés et dont chaque passage est désigné par un numéro l'identifie : B1, B2, B3.... Etc. **(Feillet, 2000)**.

2-1-4-2. Blutage ou tamisage

Consiste à classer les produits de mouture : gros broyat, grosse semoule, moyenne, fine,... etc. ce procédé est réalisé par une série de tamis renfermé dans des compartiments, chacun est réalisé individuellement et directement à chaque opération réalisée par chacun des appareils) cylindre. Chaque plansichter est identifié une par appellation : PB1, PB2, PB.,.... etc.

(Feillet, 2000).

2-1-4-3. Sassage

Consiste à épurer toutes les semoules produites écrasement et classement en les débarrassant au maximum des particules de son qui s'y trouvent encore mélangées. Les «sasseurs» assurent cette opération, ils sont pourvus de tamis adéquats. **(Feillet, 2000)**.

2-1-4-4. Convertissage

S'effectue au niveau des minoteries, à réduire toutes les semoules propres et épurées pour leur transformation en farine. Cette opération est réalisée par appareils) cylindres appelé «convertisseurs» dotés chacun da paires de rouleaux lisses et portant individuellement aussi un numéro d'identification tel que : C1, C2, C3,...etc. **(Feillet, 2000)**.

2-1-4-5. Désagrégage

Par des appareils à cylindre munis de très cannelures appelées «désagréateurs». Ils interviennent dans le traitement des semoules vêtues en éliminant les fragments de son qui adhèrent à l'amande. Les semoules étaient classés en fonction de la densité et de la granulométrie, les semoules refusées au niveau duasseur sont appelées semoules vêtues (amande+ enveloppes) :

- Si l'amande prédomine : on parle de semoules vêtues.
- Si les enveloppes prédominent : on parle de refus. (**Feillet, 2000**).

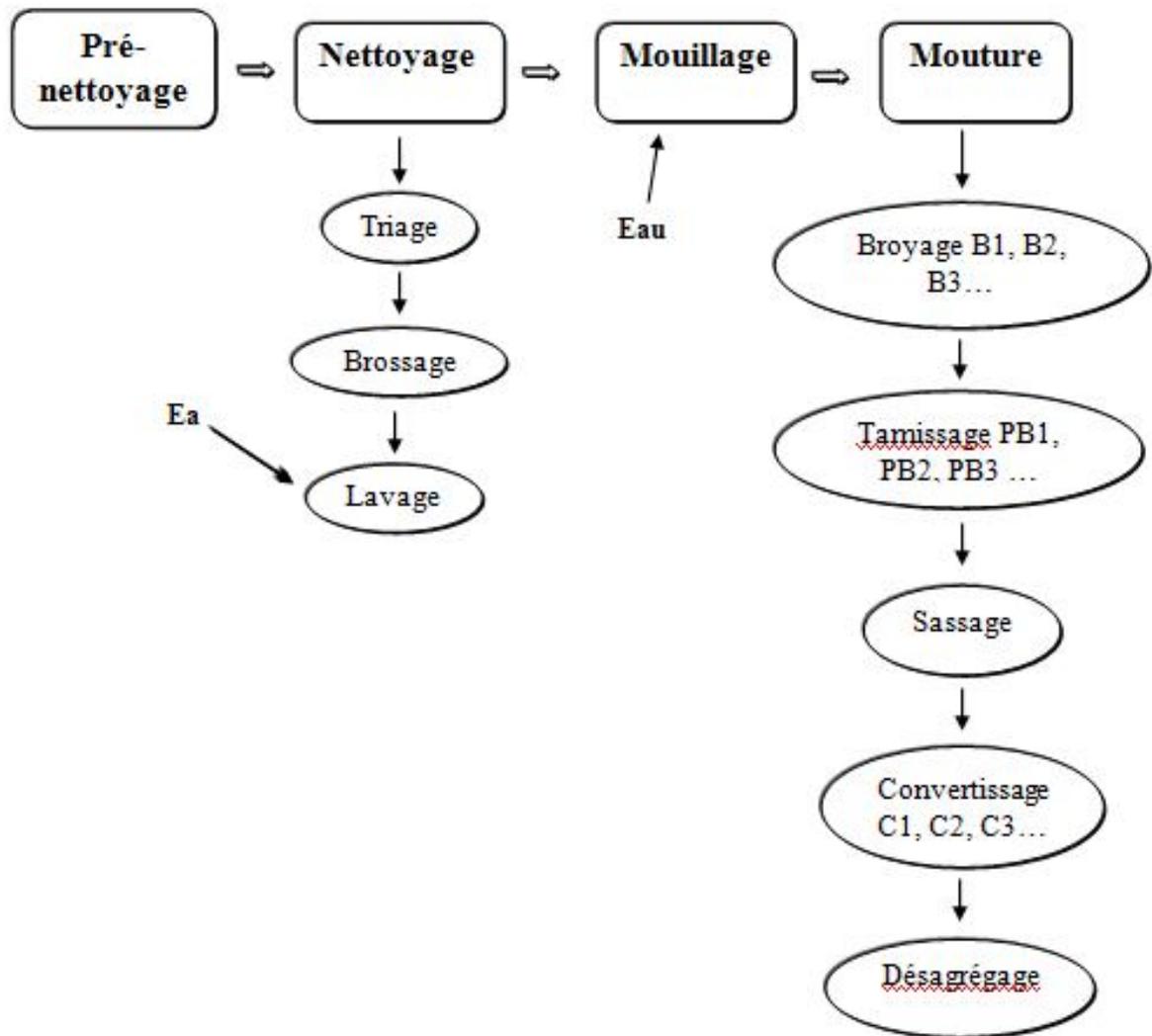


Figure 2: diagramme du procédé de la première transformation de blé dur (documentation de l'unité MOULA pâte, 2013)

3. Couscous

3-1. Semoule

La semoule constitue le produit fini de la première transformation du blé dur par le procédé de mouture. Elle est constituée des fragments de l'amande du grain aussi pour que possible dont la taille granulométrique est supérieure à 150 μ m. en fait, il n'existe pas un seul, mais de nombreux types de semoules qui sont définies principalement d'après leur granulométrie. (Bailly, 1985).

Selon le **Codex (1991)**, La semoule de blé dur est le produit obtenu à partir des grains de blé dur (*Triticum durum* Desf.) par procédés de mouture ou de broyage au cours desquels le son et le germe sont essentiellement éliminés, le reste étant broyé à un degré de finesse adéquat. La semoule complète de blé dur est préparée par procédé de broyage similaire, mais le son et une partie du germe sont préservés.

3-2. Qualité de la semoule

Pour la fabrication des pâtes alimentaires ou de couscous, on recherche des semoules pures non contaminées par le son ou la présence de moucheture avec une qualité protéique satisfaisante. Les caractéristiques de la qualité de semoule sont :

3-2-1. Odeur

La semoule ne doit présenter aucune odeur particulière, car il existe des semoules présentant une odeur acide et un goût de rance à l'altération des lipides, ce qui influe sur la qualité du produit fini. (Yousfi, 2002).

3-2-2. Granulation

Selon **Godon et Willm (1998)**, la granulation des semoules varie en fonction des marchés et des usages locaux. Dans les pays Maghreb et de moyen orient on utilise surtout des grosses semoules pour la fabrication du couscous.

3-2-3. Coloration

La coloration est la somme d'une composante jaune que l'on souhaite élevée et d'une composante brune ou qui doit être faible.

- La composante jaune : dépend de la quantité des pigments caroténoïdes des semoules et des oxydases (lipozygénase).
- La composante brune : due à l'activité des enzymes peroxydasiques ou polyphényloxydasique, toute action à diminuer l'activité de ces enzymes soit par la sélection de variété qui on possède que de faible quantité, soit par la mise en œuvre de technologie appropriée (bonne purification des semoules durant la mouture en particulier, température élevée en début de séchage) aura un effet bénéfique sur la coloration des produits finis. (**Guezlane, 1993**)

3-2-4. Elasticité

Les semoules très pures, provenant du centre de l'albumen, possèdent de bonnes propriétés rhéologiques (en particulier d'élasticité) mais ont tendance à se déliter si la cuisson se prolonge. Inversement les produits les plus périphériques fournissent des produits finis qui manquent d'élasticité mais qui peuvent conserver un remarquable état de surface même après cuisson. (**Abcassis, 1991**)

3-3. Qualité de semoule destinée à la fabrication du couscous

Le couscous industriel est préparé à partir d'un mélange d'un tiers de grosse semoule (630 à 800 μ m) et deux tiers de fines semoules (250 à 630 μ m) (**Bourdreua et al., 1992**). Dans les recommandations du Codex alimentaires (**FAO,1996**), la semoule utilisée pour la fabrication du couscous doit être soit un mélange de 20 à 30% de semoule fine (130 à 183 μ m) et 70 à 80% de semoule grosse (475 à 700 μ m) ou une semoule dite «grosse moyenne» dont le grain a un diamètre compris entre 183 et 700 μ m.

Une enquête de **Derouiche, (2003)**, montre que les ménagères algériennes choisissent leur semoule selon trois critères principalement : la couleur, la granulométrie et la pureté, la plupart des ménagères préfèrent l'utilisation d'une semoule moyenne (**Yousfi, 2002**).

3-4. Définition du couscous

Le couscous est un produit composé de semoule de blé dur auquel est ajouté de l'eau potable et il soumit à des traitements mécaniques (malaxage et roulage) et technique (pré-cuisson et séchage). Aucun additif alimentaire ni aucuns autres ingrédients n'entre dans la composition de ce produit sauf éventuellement l'eau d'hydratation utilisé pour l'agglomération de la semoule. (AFNOR, 1991)

Selon (Arkoun, 2004), le couscous est un aliment constitué de protéines, fibres, glucides et de vitamines B3, il est pauvre en lipides et en sodium.

3-5. Procédés de fabrication du couscous (Guezlane, 1993)

Le procédé de fabrication du couscous industriel est inspiré de la méthode manuelle, les grandes étapes de fabrication sont les suivantes :

3-5-1. Hydratation et malaxage

Le but de cette opération est de préparer et d'amalgamer le mélange eau/semoule et de le rendre apte à la production du couscous, en faisant en sorte que les composants se mélangent de façon constante et dans les proportions préalablement fixées.

Mélange de semoule de blé dur (100 kg), d'eau (30 L), et parfois de sel (0.3 – 0.5 kg), cette opération dure environ 15 à 25 min. (Feillet, 2000)

3-5-2. Roulage

Roulage des particules de semoule pour les agglomérer en grains de dimension variable, habituellement comprise entre 500 et 800 µm, parfois plus, cette opération est réalisée dans des cylindres alvéolés rotatifs (rouleurs) ou de simples plansichters. (Feillet, 2000)

Selon Yousfi, (2002), les cylindres alvéolés sont des tambours rotatifs dans les quels la semoule est roulée par frottement des palettes sur une toile en sens inverse du tambour. Le module a pour fonction de rouler et de tamiser en même temps le produit, alors que, le plansichter est composé de deux tamis munis d'un mouvement circulaire. Il assure le roulage et le calibrage simultané du produit.

3-5-3. Cuisson

Selon Guezlane (1993), la cuisson des produits (pates alimentaires et couscous..) répond à un triple intérêt :

- ◆ Gélatiniser l'amidon pour le rendre hydrophyle.

- ◆ Modifier l'aspect textural des produits de manière à leur conférer les caractéristiques souhaitées.
- ◆ Elever la température des produits.

Selon **Boudreau et Menard, (1992)**, la cuisson s'effectue à la vapeur à une température de 180°C pendant 8 minutes. La section de cuisson à la vapeur est composée de quatre éléments dont l'ensemble est monté sur robuste charpente métallique, et le tunnel de vaporisation est construit en acier inoxydable à double parois isolée et équipées de portes d'insertion afin de pouvoir effectuer aisément les opérations de nettoyage.

Ces éléments sont :

- Distributeur: le couscous déposé sur le tapis roulant en couche est égalisé en largeur grâce à un distributeur réglable. Cet appareil est constitué de vis sans fin en acier inoxydable à enroulement dans les deux sens (à droite et à gauche) à partir du centre.
- Tapis transporteur : se localise à l'intérieur du tunnel de vaporisation, ses mailles permettent juste le passage des vapeurs, il tourne à vitesse réglable qui permet ainsi le contrôle du temps de cuisson. Après chaque déchargement, ce tapis passe sur une brosse qui le débarrasse des dépôts qui restent collés.
- Concasseur (démotteur) : à la suite du cuiseur, le couscous passe dans un démotteur qui provoque la rupture des grumeaux du couscous cuit qui est transporté par la suite vers les rotantes.
- Aspirateur vapeur : a pour but de capter la vapeur en excès qui n'est pas utilisée et qui, autrement, se répandit dans le milieu ambiant.

3-5-4. Séchage

Selon **Boudreau et Menard, (1992)**, le séchage s'effectue en deux stades, le premier à 65°C pendant 120 min et le second à 55°C pendant 270 min ; et il joue un rôle important dans les caractéristiques organoleptiques du produit fini.

Le séchage à 50-70°C pendant quelques heures pour atteindre une humidité finale de 12-14% ms. Suivi d'un refroidissement. (**Feillet, 2000**)

3-5-5. Calibrage

C'est la phase qui permet de classer les différents types de couscous. Ce dernier passe dans un plansichter muni de plusieurs tamis d'ouverture de mailles différents, permettent ainsi le classement des particules selon leurs dimension.

Les fines particules sont retournées à travers un vice fin vers le début de la chaîne pour être recyclé (au niveau de la mélangeuse). Les grosses particules et les boules vont être broyées puis retournées vers la chaîne au niveau des séchoirs.

3-5-6. Stockage et conditionnement

Le produit fini est stocké dans des silos et il sera ensuite conditionné pour être enfin destiné à la mise sur le marché.

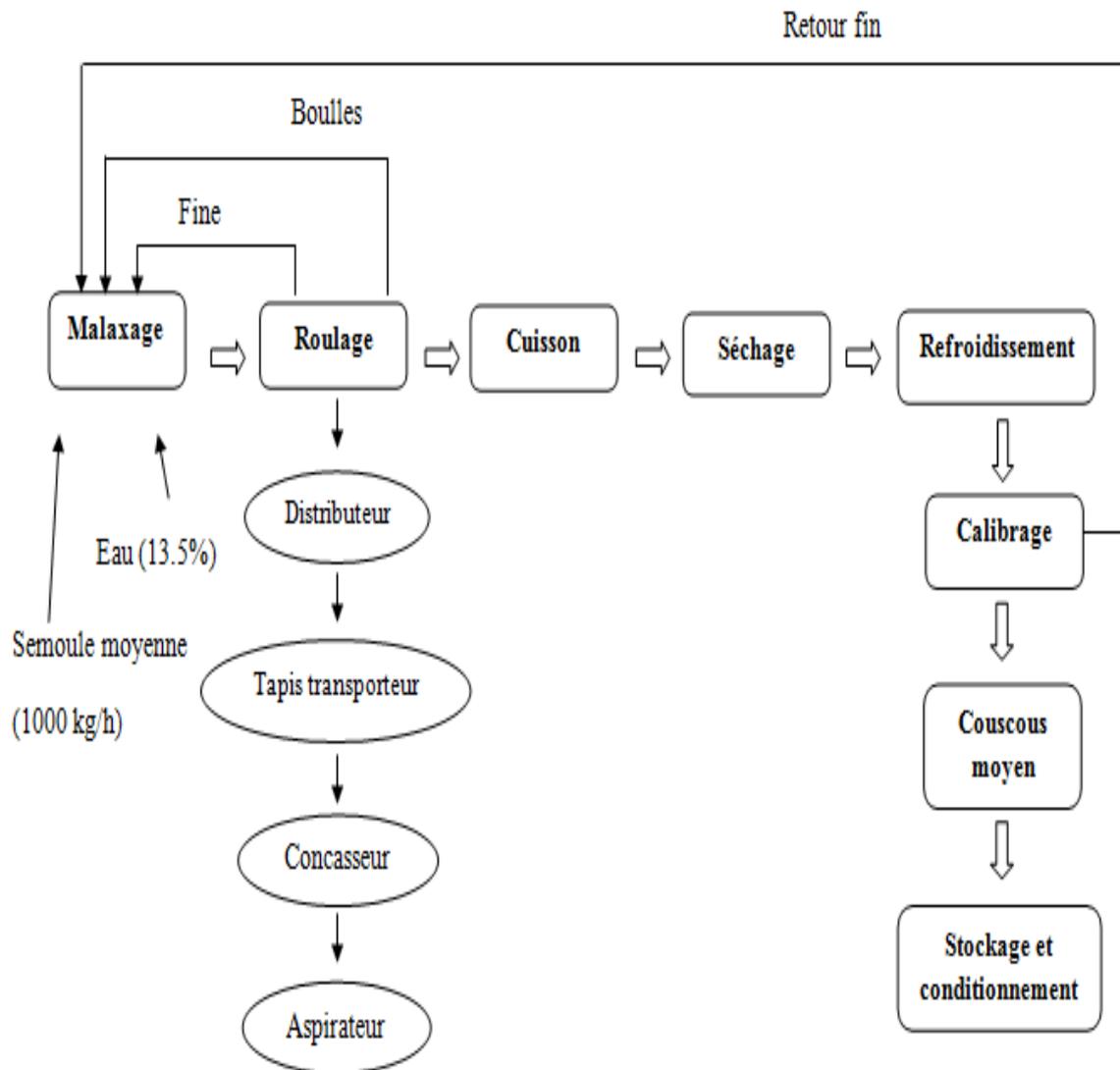


Figure 3: diagramme de la chaîne de fabrication du couscous industriel (moula)
(documentation de l'unité MOULA pâte, 2013)

4. Analyse microbiologique

4-1. Moisissures

Les moisissures sont des champignons microscopiques filamenteux. Les cellules sont organisées en mycélium se développant sur des déchets organiques et contaminant les produits alimentaires. Elles sont souvent dotées de propriétés hydrolytiques importantes (sur cellulose, pectine, amidon, protéines, lipides...) (**Guiraud et Rosec, 2004**)

Les moisissures sont aérobies, en général acidophiles (ph de développement entre 3 et 7) et mésophiles (température optimale de 20 à 30°C ; Cependant certaines espèces sont psychrophiles. Les moisissures produisent souvent des métabolites secondaires dont des mycotoxines. (**Guiraud et Rosec, 2004**).

4-2. Clostridium sulfito-réducteur

Les clostridiiums sont des espèces de la famille des Clostridiaceae, se sont des bacilles, Gram positif anaérobie stricte, sont des spores ovales ou sphériques déformantes, à flagelles péritriches, résistantes aux facteurs physico-chimiques (thermorésistance...) (**Carbonnelle et al., 1990**)

Selon la norme (**ISO 66 49**), Le Clostridium Sulfito-réducteur est un bacille de longueur de 3 à 4 μm et d'une largeur de 1 μm , isolé ou en courtes chênnettes, immobile, capsulé, sporulé (spore de grande taille, ovale centrale ou subterminale), la culture se fait sur gélose au sang de mouton réalisé en anaérobiose.

5. Analyse toxicologique

5-1. Pesticides

Le terme de pesticide dérive du mot anglais Pest qui désigne tout animal ou plante successible d'être nuisible à l'homme et /ou à son environnement.

On qualifie de pesticides toutes les substances chimiques naturelles ou de synthèses utilisées en agriculture (**Moll et Moll, 1995**).

On distingue plusieurs groupes importants tels que : les insecticides, les herbicides, les fongicides, les rodenticides, les hélicides et les nématicides (**Leryal et Vierling, 1997**).

L'emploi de pesticides s'est largement répandu ces dernières années ce qui permet de lutter contre les ennemis des cultures et des produits récoltés afin d'améliorer la qualité, la quantité ou la conservation. Les pesticides sont peu dégradables et peuvent résister durant plusieurs années, on les retrouve au niveau du sol, de l'air, et de l'eau de pluie, ils peuvent conduire à la contamination des plantes qui ont la capacité d'absorber ces molécules (**Multon, 1991**).

La présence de pesticides dans notre alimentation peut provoquer des troubles graves.

En effet, les intoxications par les produits chimiques sont rarement immédiates, étant donné que le seuil de toxicité apparent n'est franchi qu'après absorption accumulée des résidus de pesticides dans un produit. La nocivité chimique de toute substance s'étend en termes de doses et de fréquences de consommation (**Daoudi, 2006**).

A long terme ces intoxications se manifestent par : des troubles digestifs (vomissement, diarrhée), une perte de conscience, une baisse de sensibilité tactile, une leucémie, des troubles respiratoires, des troubles cardiaques, et parfois une paralysie musculaire (**Nicolino et Veillerette, 2007**).

CHAPITRE II : MATERIEL ET METHODES

Matériel et méthodes

➤ Objectif de travail

Notre travail a été réalisé au niveau de l'usine MOULA PATE qui est installé dans la région de Blida dans la localité de Beni Tamou.

Notre objectif consiste à :

- Un contrôle physicochimique qui a pour but d'assurer au consommateur la qualité organoleptique et nutritionnelle des produits alimentaires et à l'unité de production, le respect et la confiance des clients.
- Un contrôle microbiologique pour évaluer la qualité de produit.
- La recherche des résidus d'un pesticide Kléra.

1. Matériels

1-1. Matériels biologique

- Le blé dur utilisé : un d'origine 100% local, l'autre d'origine 100% importé.
- Deux types de la semoule issue de blé dur 100% local et de blé dur 100% importé.
- Deux types de couscous issu de blé dur 100% local et de blé dur 100% importé.

1-2. Matériels non biologique : nous avons utilisées plusieurs matériels tel que :

Etuve, Dessiccateur. (Voir annexe1)

1-3. Echantillonnage

Nous avons effectué des prélèvements des deux types (local et importer) :

Tableau I : échantillons prélevé

	Blé dur (à partir du camion)	Semoule (après l'étape de mouture)	Couscous (au moment de calibrage)
Local	5 kg	5 kg	5 kg
Importé	5 kg	5 kg	5 kg

Nous avons effectuée deux essais pour chaque échantillon.

2- Analyse physico-chimique

2-1. Analyses effectuées sur les grains

2-1-1. Masse à hectolitre : (NA.1.1.61/1986) La masse à hectolitre correspond à la masse des grains de blé dur contenus dans un hectolitre rempli de grains, d'impureté et d'air interstitiel. C'est une mesure ancienne qui date de l'époque où l'on mesurait la qualité des grains au volume appelée aussi poids spécifique, elle représente un intérêt commercial.

Principe

Dans la pratique, la masse à hectolitre est la masse de grains mesurés en kg, elle est calculée à partir de la masse d'un litre (Nélima-litre) pour le blé dur sur un échantillon débarrassé manuellement de grosses impuretés.

2-1-2. Poids de Mille Grains (PMG) : (NA.731/1989)

C'est un critère variétal qui dépend de condition de culture. Le PMG est la détermination en gramme de la masse de 1000 grains entiers. L'analyse est réalisée grâce à un appareil automatique «NUMIGRAL».

Les résultats sont exprimés en poids de grain sec (g) :

$$\text{PMG} = M \times \frac{100-H}{100}$$

M : la masse de 1000 grains.

H : l'humidité de grain.

2-1-3. Teneur en eau (NA : 1.1.32/1990)

Principe

La teneur en eau est la perte de masse, déterminée par séchage de 5g de l'échantillon après broyage (s'il est solide) à une température de 130°C.

Mode opératoire

- Sécher les capsules avec leurs couvercles à l'étuve pendant 15 mn à 130°C, puis refroidir dans un dessiccateur.
- Peser 5g de l'échantillon et broyer rapidement si l'échantillon nécessite un broyage.
- Verser dans la capsule et adapter rapidement le couvercle.
- Introduire la capsule contenant la prise d'essai dans l'étuve et laisser séjourner 2 heures.
- Retirer rapidement la capsule de l'étuve, et laisser refroidir dans un dessiccateur.
- Peser la capsule.

La teneur en eau est exprimée en % :

$$H = (M_1 - M_2 / M_0) \times 100$$

H : humidité.

M₀ : la masse en gramme de la prise d'essai (5g).

M₁ : la masse en gramme de la capsule + la prise d'essai avant séchage.

M₂ : la masse en gramme de la capsule + la prise d'essai après séchage.

2-1-4. Taux de cendre :(NA. 732/1991)

Principe

La détermination de la teneur en cendre s'effectue par incinération d'une prise d'essai dans une atmosphère oxydante, à une température de 900°C jusqu'à combustion totale de la matière organique et par pesée du résidu obtenu.

Mode opératoire

- Détermination de la teneur en eau.
- Peser 5g d'échantillon dans une nacelle tarée.
- Placer les nacelles dans un four réglé à 900°C pendant une durée de 2 heures jusqu'à incinération totale.

- Retirer les nacelles ensuite les laisser refroidir dans un dessiccateur, puis les peser rapidement.

Le taux de cendre est exprimé en % de matière sèche :

$$T_c = \frac{M_2 - M_1}{M_1 - M_0} \times 100 \times \frac{100}{100 - H}$$

T_c : taux de cendre.

M₀ : la masse en gramme de la nacelle vide.

M₁ : la masse en gramme de la nacelle + la prise d'essai (avant incinération).

M₂ : la masse en gramme de la nacelle + le résidu (après incinération).

H : la teneur en eau exprimée en % de masse de l'échantillon.

2-1-5. Teneur en protéine totale : (NF V 03-050)

Principe

Le principe de la méthode de KJELDAHL est basé sur la minéralisation de l'échantillon par voie humide en utilisant l'acide sulfurique (0.1N) en présence de catalyseur qui facilite et accélère la réaction (sulfate de potassium).

La minéralisation est suivie par une alcalinisation du produit de la première réaction par addition d'une quantité suffisante d'hydroxyde de sodium puis on effectue une distillation de l'ammoniac libéré. Après la distillation on fait un titrage de l'ammoniac en utilisant une solution d'acide borique en présence d'un indicateur coloré tel que le rouge de méthyle.

Après titrage on peut calculer la teneur en azote totale rapportée à la matière sèche par la relation :

$$\text{Teneur en azote (g/100g)} = \frac{V}{M} \times 0.0014 \times 100$$

V : volume en millilitre de la solution d'acide sulfurique versé à la burette lors du titrage.

M : masse en gramme de la prise d'essai (1g).

La teneur en protéines est obtenue par la relation suivante :

$$\text{Teneur en protéine (g/100g)} = \text{TA} \times \text{K.}$$

TA : teneur en azote exprimée de l'azote en protéines totales.

K : 5.7 cas du blé.

2-2. Analyses physico-chimiques effectuées sur la semoule

2-2-1. Granulométrie (taux d'affleurement) : (NF V03 – 721/1994)

Principe

La granulométrie des semoules est une sorte de classement dimensionnel des particules selon leurs tailles on utilisant un sasseur de type «BUHLER» avec des tamis mobiles dont les ouvertures des mailles sont respectivement les suivantes (du haut en bas) :

500 µm, 450µm, 350µm, 250µm, 160µm, <160µm

Mode opératoire

- Pesage de 100g d'échantillon à analyser (semoule de blé dur).
- Déposer la prise d'essai sur le tamis supérieur.
- Placer les tamis sur un appareil qui exerce des mouvements circulaires vibratoires uniformes, dont la vitesse est de 60 tr/mn pendant 10 mn.
- Pesage de refus de chaque tamis.

2-2-2. Teneur en eau

La détermination de la teneur en eau est effectuée à partir de la méthode normalisée : NA 1.1.32/1990 citée dans la page 19.

2-2-3. Taux de cendre

La détermination du taux de cendre est effectuée à partir de la méthode normalisée : NA.732/1991 citée dans la page 19.

2-2-4. Teneur en gluten : (NA 735/1989)

Principe

Préparation d'une pâte au moyen d'un échantillon de semoule et d'une solution de chlorure de sodium, isolement de gluten par lessivage au filet d'eau, lavage puis essorage et pesage du produit obtenu.

Réactif : Chlorure de Sodium, solution à 25g/l.

Expression des résultats

Gluten sec ;

$$\text{GS}(\%) = \frac{\text{qualité du gluten sec}}{\text{PE}} \times 100$$

PE : prise d'essai (10g)

Gluten humide :

$$\text{GH}(\%) = \frac{\text{qualité du gluten humide totale}}{\text{PE}} \times 100$$

La capacité d'hydratation:

C'est la capacité du gluten à retenir l'eau, exprimée en % et donné par la relation :

$$\text{GH}(\%) = \frac{\text{GH} - \text{GS}}{\text{GH}} \times 100$$

GH: gluten humide.

GS: gluten sec.

GH: gluten humide.

2-2-5. Teneur en protéines totales

La détermination de la teneur en protéines totales est effectuée à partir de la méthode normalisée : **NA.1185/1990** citée dans la page 20.

2-2-6. Mesure de l'acidité grasse : (NF. ISO. 7305)

Principe

La mesure repose sur le dosage colorimétrique. Les acides gras libres sont mis en solution dans l'éthanol à 95%. Après centrifugation, le surnageant est titré par l'hydroxyde de sodium (0.05 N).

Mode opératoire

- Broyer 5g de produit.
- Déterminer la teneur en eau de l'échantillon.
- Effectuer un essai à blanc par titration de 20ml d'alcool auquel on ajoute 5 gouttes de phénolphthaléine, par le NaOH jusqu'au virage de la couleur du blanc au rose pale.
- Introduire la prise d'essai dans un tube de 50ml et lui ajouter 30ml d'alcool « éthylique à 95%.
- Agiter pendant une heure à l'aide d'un agitateur mécanique.
- Centrifuger le produit pendant 2 mn.
- Prélever 20ml du surnageant limpide et lui ajouter 5 gouttes de phénolphthaléine.
- Titrer à l'aide d'une micro burette avec la solution d'hydroxyde de sodium (0.05N) jusqu'au virage à la rose pale.

L'acidité grasse est exprimée en gramme d'hydroxyde de sodium par 100g de MS :

$$\text{acidité grasse} = 7.13 \times \frac{(V_1 - V_2) \times T}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

V₁ : Le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée dans la titration de l'échantillon.

V₂ : Le volume en ml de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée dans l'essai à blanc.

T : le titre exact de la solution d'hydratation de sodium utilisée.

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

H : la teneur en eau.

7.13 : le coefficient de conversion en acidité grasse.

2-3. Analyses physico-chimiques effectuées sur le couscous

2-3-1. Granulométrie

D'après **Linden et Lorient (1994)**, la granulométrie du couscous est une opération de classement dimensionnel des granules selon leurs tailles, par présentation sur des surfaces

perforées qui laissent passer de granules de dimensions inférieures aux dimensions des perforations tandis que les grains de dimensions supérieures sont retenus.

Le but est de déterminer l'homogénéité du couscous tel que la taille de grain formé.

Les tamis utilisés sont différents de ceux des semoules, et les ouvertures des mailles sont respectivement les suivantes (du haut en bas) :

2000 μ m, 1600 μ m, 1400 μ m, 1250 μ m, 1000 μ m, 710 μ m, 630 μ m.

Mode opératoires

- Pesage de 100g d'échantillon à analyser.
- Déposer la prise d'essai sur le tamis supérieur.
- Placer les tamis sur un appareil qui exerce des mouvements circulaires vibratoires uniformes dont la vitesse est 60 tr/mn pendant 10mn.
- Pesage du refus de chaque tamis.

2-3-2. Teneur en eau

La détermination de l'acidité de la teneur en eau est effectuée à partir de la méthode normalisée : **NA.1.1.32/1990** citée dans la page 19

2-3-3. Mesure de l'acidité grasse

La détermination de l'acidité grasse est effectuée à partir de la méthode normalisée : **NF.ISO.7305** cité dans la page 23.

3- Analyses microbiologiques

Les analyses microbiologiques visent le contrôle des aliments du point de vue présence ou absence des micro-organismes. Elles se font par isolement des micro-organismes du substrat solide et les mettre en suspension dans un diluant et les placer après au contact d'un milieu nutritif et dans les conditions favorables de développement (humidité et température).

Dans le cas des céréales, les micro-organismes recherchés sont surtout les Moisissures et *Clostridium Sulfito-Réducteur*.

Dans les laboratoires de contrôle de qualité, les analyses microbiologiques se réalisent en trois étapes fondamentales :

- La préparation des suspensions mères.
- La préparation des dilutions décimales.
- La recherche et le dénombrement des germes.

A-Préparation des suspensions mères

Pour préparer une suspension mère, nous procédons comme suit :

- Tirer un récipient stérile que l'on pourra utiliser pour le broyage.
- Introduire aseptiquement 25 g de produit à analyser.
- Ajouter environ 70 ml d'Eau Tryptone-sel (TSE) (**Annexe 2**) et broyer le mélange (produit + TSE), ce broyage permet d'extraire tous les micro-organismes qui se trouvent dans le produit.
- Verser la solution obtenue dans le flacon qui contient le reste de TSE (environ 155 ml)
- Il faut bien homogénéiser la solution pour assurer une meilleure dispersion des micro-organismes

B-Préparation des dilutions décimales

La technique de dilution s'effectue aseptiquement avec un maximum de précision.

La préparation des dilutions décimales s'effectue comme suit :

- Préparer une série de tubes contenant chacun 9 ml d'eau physiologique stérile (TSE).
- Introduire aseptiquement et à l'aide d'une pipette graduée 1 ml de la solution mère dans 1^{er} tube de la série préparée précédemment, on obtiendra donc la 1^{ère} dilution 10^{-1} .
- Prélever en suite 1 ml de la dilution 10^{-1} et la portée dans le 2^{ème} tube de TSE, on obtiendra donc la 2^{ème} dilution 10^{-2} , on procède de la façon jusqu'à l'obtention de la dilution recherchée.

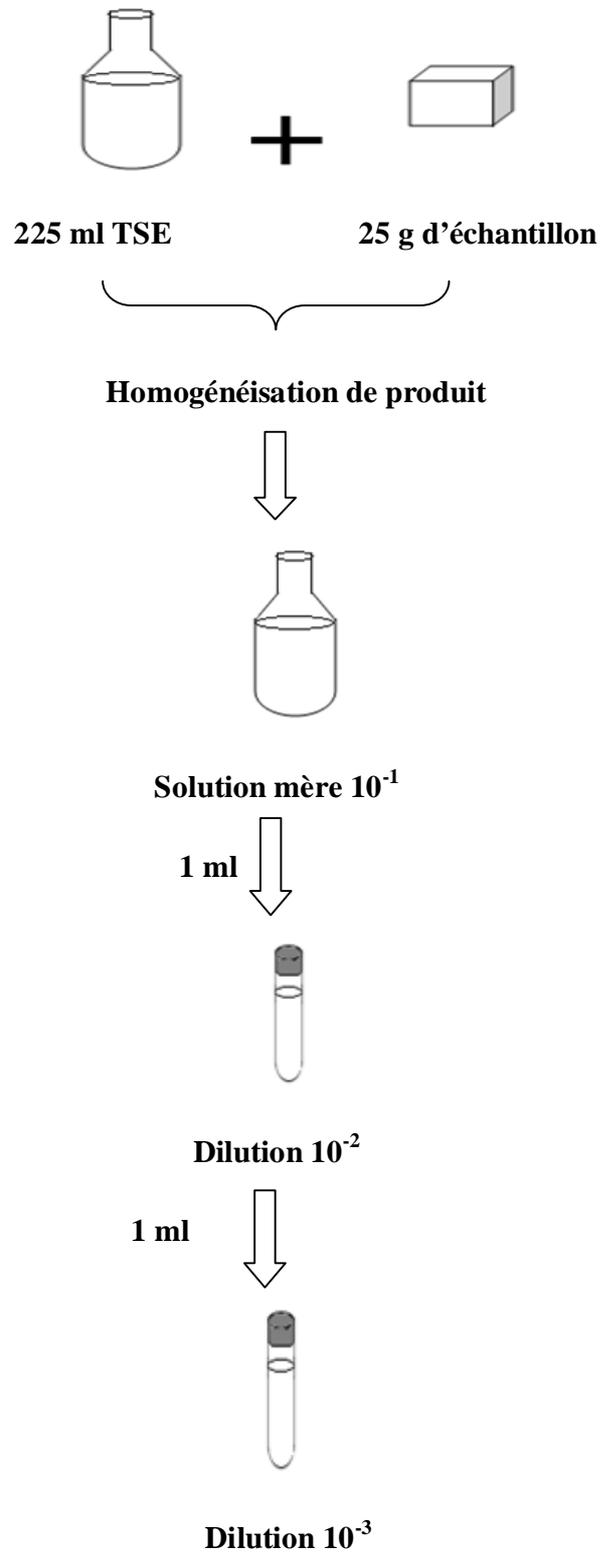


Figure 04: Préparation de la suspension mère et des dilutions décimales

3-1. Recherche et dénombrement des moisissures

Les moisissures sont des champignons filamenteux, aérobie, acidophile (pH=3 à 7) et mésophile, se développe sur les aliments à faible activité d'eau. (**JO n°35/1998**).

Principe

Pour l'isolement des moisissures, on utilise le milieu sélectif OGA (gélose glucosé additionnée d'un antibiotique sélectif «Oxytétracycline»). (**Annexe 2**)

Mode opératoire

Préparation du milieu : Fondre préalablement un flacon de gélose OGA, puis le refroidir à 45°C et couler dans 3 boîtes de pétri et laisser solidifier sur pailleasse.

Ensemencement : La technique d'ensemencement en surface c'est-à-dire 4 gouttes de dilutions 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} , sont mises sur milieu solide OGA.

Etaler à l'aide d'un râteau en verre stérile pour chacune des boîtes.

Deux autres boîtes de pétri sont considérées comme témoin de OGA et de TSE (ensemencement en surface après avoir mis 4 gouttes de TSE).

Incubation : Incubation de ces boîtes à 20-25°C pendant 5 jours.

Lecture : Les colonies sont épaisses, pigmentées ou non parfois envahissantes.

Le comptage se fait sur les boîtes contenant entre 15 et 300 colonies et le nombre trouvé est multiplié par l'inverse de la dilution.

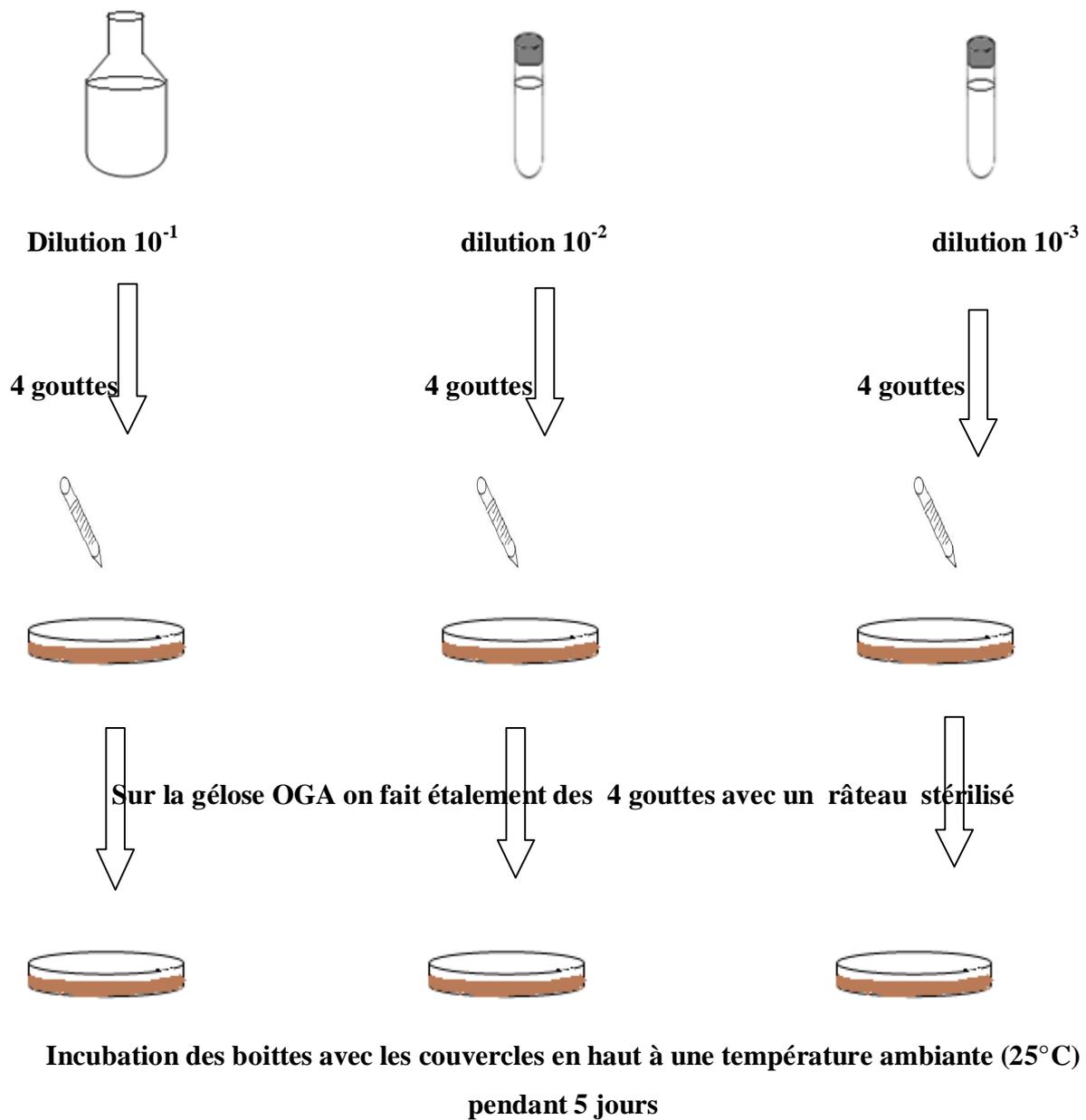


Figure 05 : Etapes de la recherche des moisissures

3-2. Recherche des spores de *Clostridium sulfito-Réducteur* :(ISO 66 49)

Principe

Les *Clostridium sulfito-réducteur* sont mis en évidence en utilisant la gélose viande foie (VF) (**Annexe 2**) à laquelle on ajoute le sulfite de sodium (milieu sélectif des *Clostridium* qui réduisent les sulfites en sulfures) et l'alun de fer qui permettent la formation d'un complexe noir entre le fer et le sulfite réduit par les *Clostridium*.

Mode opératoire

-Préparation de la gélose :

- Fondre un flacon de gélose de VF, le refroidir dans un bain d'eau à 45°C et ajouter une ampoule d'alun de fer et une ampoule de sulfite de sodium.
- Mélanger soigneusement et aseptiquement.
- Le milieu est ainsi prêt à l'emploi, mais il faut le maintenir dans une étuve à 45°C jusqu'au moment de l'utilisation

-Ensemencement :

- Les tubes contenant les dilutions 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} seront soumis : D'abord à un chauffage dans un bain marie à 80°C pendant 8 à 10 mn. Puis à un refroidissement immédiat sous l'eau de robinet, dans le but d'éliminer les formes végétatives et garder uniquement les formes sporulées.
- A partir de ces dilutions, porter aseptiquement 1 ml de chaque dilution en double dans deux tubes à vis de 16 mm de diamètre, puis ajouter dans chaque tube environ 15 ml de la gélose VF prête à l'emploi
- Laisser solidifier sur la paillasse pendant 30 mn

Incubation : incuber les tubes à 37°C pendant 16,24 ou 48 heures.

Lecture : la première lecture doit se faire impérativement à 16 h car :

-D'une part les colonies de *Clostridium sulfito-réducteurs* sont envahissantes auquel cas on se trouverait en face d'un tube complètement noir rendant alors l'interprétation difficile voir impossible et l'analyse à refaire.

-D'autre part, il faut absolument repérer toute colonie noir ayant poussé en masse et d'un diamètre supérieur à 0.5 mm.

-Dans le cas ou il n'ya pas de colonies caractéristique ré-incuber les tubes et effectué une deuxième lecture au bout de 24 h voir 48 h.

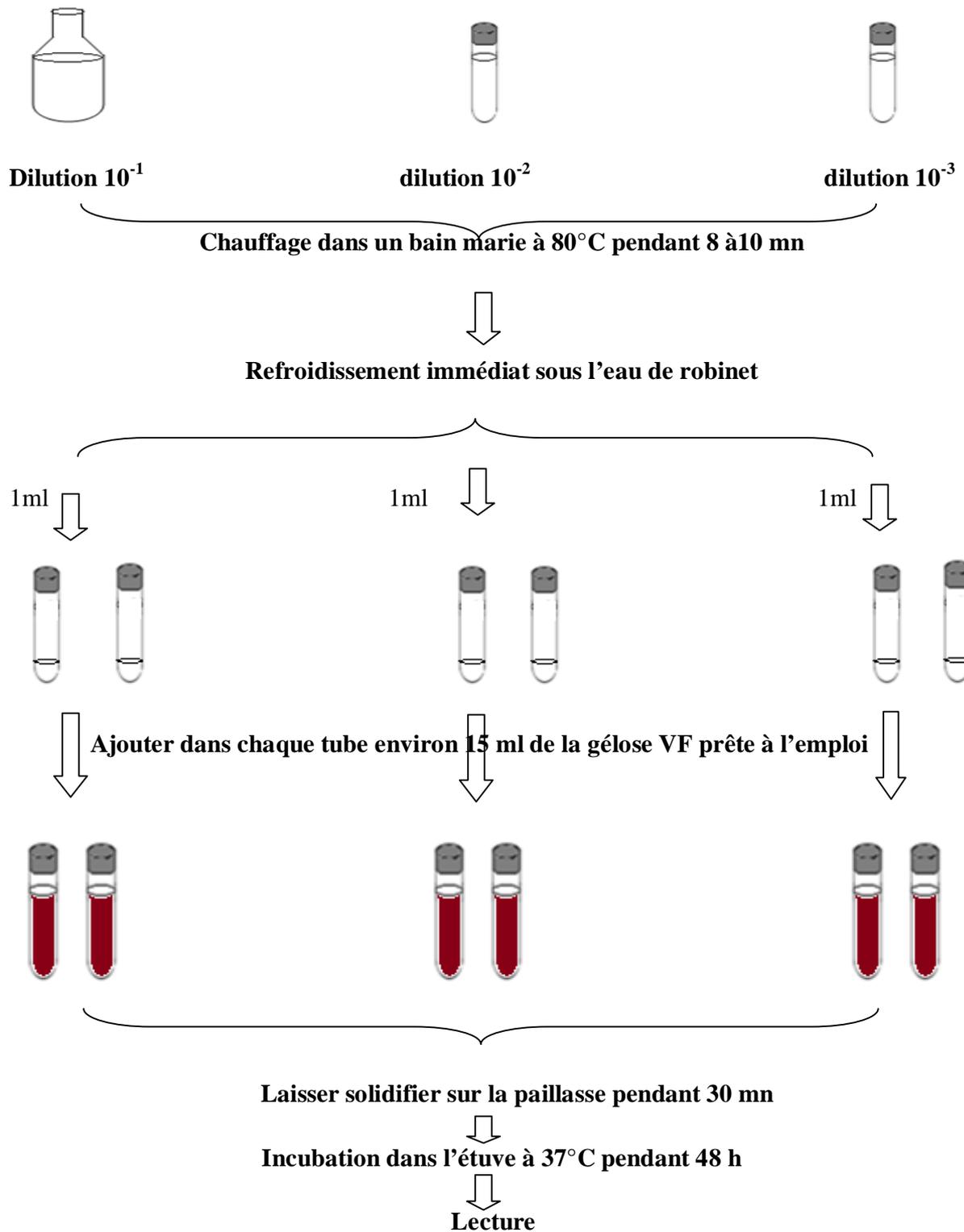


Figure 06 : Etapes de recherche des spores de *Clostridium sulfite-Réducteur*

4. Analyse toxicologique

Nous avons fait une étude comparative avec les résultats d'un mémoire d'ingénieur d'état; contrôle de qualité et recherche des toxines dans le blé. Car nous n'avons pas trouvés l'étalon de pesticide.

4-1. Extraction des pesticides à froid : (Sherma et Bernard, 1991)

Le but de cette extraction est la mise en évidence et le dosage éventuel des pesticides.

Elle est effectuée selon les étapes suivantes.

- **Broyage** : les échantillons de blé dur sont broyés dans un broyeur des échantillons de semoule et couscous local et importer. 50g de chaque échantillon sont prélevés afin d'en extraire les pesticides.
- **Ajout du solvant d'extraction** : on ajoute 50ml de solution d'Acétonitrile dans chaque échantillon placé dans des ampoules à décanter, le travail s'effectue sous hotte chimique.
- **Agitation** : pendant 20 minutes dans un agitateur rotatif.
- **Filtration des échantillons**

Remarque : Du carbonate de sodium Na_2CO_3 est utilisé pour éliminer les traces d'eau dans les échantillons qui pourraient gêner la migration.

- **Evaporation** : Après filtration, les échantillons sont évaporés sur plaque chauffante sous hotte chimique.

4-2. Chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC)

Mode opératoire

L'échantillon à analyser est poussé par un liquide (appelée phase mobile) dans une colonne remplie d'une phase stationnaire de fine granulométrie (les grains sont de très petite taille). Le débit d'écoulement de la phase mobile est élevé ce qui entraîne une augmentation de la pression dans le système. Ce débit élevé diminue le temps nécessaire pour séparer les composants le long de la phase stationnaire. Les solvants utilisés sont des combinaisons miscibles d'eau et de divers liquides organiques (alcools, acétonitrile, dichlorométhane, ...).

Souvent, la composition de la phase mobile est modifiée au cours de l'analyse, c'est le mode dit gradient ou élution graduée(en opposition au mode isocratique, pour lequel la composition de la phase mobile reste la même tout au long de l'analyse).

Ce procédé couvre un vaste champ d'applications analytiques et permet notamment l'analyse de très faibles quantités de molécules non volatiles, thermosensibles ou de polarité élevée (**Mahuzier et al ., 1999**).

Expression des résultats

Un enregistreur, le plus souvent différentiel, traduit graphiquement les informations des détecteurs concernant les variations du paramètre déterminé. Chaque soluté élué est représenté avec ce type d'enregistreur par un pic d'allure gaussienne dont la surface est proportionnelle à la quantité de substance présente (**Mahuzier et al., 1999**).

Conditions opératoire

Tableau II : Conditions opératoire de l'analyse en HPLC

Phase mobile	Acide acétique-acétate d'ammonium (5 mmole/L, pH4.5)/ méthanol (20 :80, v/v)
Phase stationnaire	Colonne type : ZORBAX Eclipse XDB-C18 (150mm 2,1 mm i,d, 5 mm particle size)
Détecteur	DAD
Longueur d'onde	230 nm
Volume injecté	5 µl
Débit	1 ml/min

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION

1. Résultats des analyses physico-chimiques

1.1. Résultats des analyses effectuées sur les grains de blé dur

1.1.1. Masse à hectolitre (poids spécifique)

Les résultats du poids spécifique sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau III : le poids spécifique du blé dur 100% local et 100% importé

	Le poids spécifique (Kg/hl)			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Blé dur 100% local	78.20 kg/hl	81.30 kg/hl	79.75 kg/hl	> 78 kg/hl
Blé dur 100% importé	79.50 kg/hl	81.50 kg/hl	80.50 kg/hl	

La masse à hectolitre correspond à la masse des grains de blé dur contenus dans un hectolitre rempli de grains, d'impureté et d'air interstitiel.

Les résultats obtenus dans les deux cas sont conformes aux normes recommandées. Le poids spécifique du blé dur importé se rapproche (80.50 kg/hl) par rapport au blé dur local (79.75 kg/hl) ce qui donne un rendement appréciable en semoule.

La norme algérienne précise un poids spécifique supérieur à 78 kg/hl pour le blé dur.

1.1.2. Poids de 1000 Grains (PMG)

Les résultats du poids de 1000 grains sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV : le poids de 1000 grains du blé dur 100% local et 100% importé

	PMG (g)			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Blé dur 100% local	40.90 g	41.04g	40.97g	≤ 45g
Blé dur 100% importé	42.04 g	42.64g	42.34g	

importé				
----------------	--	--	--	--

Le tableau montre les valeurs de PMG ; de blé dur local est de 40.97g alors que le PMG de blé dur importé est de 42.34g, ces résultats sont conformes aux normes algériennes ≤ 45 g.

Le PMG de blé dur importé élevé par rapport au PMG de blé dur local.

Selon **Bennerot et Galais, (1992)**, le PMG est un critère variétal pouvant subir des fluctuations liées particulièrement à l'échaudage (accident physiologique due à un déficit hydrique ayant pour conséquence un dessèchement du grain avant maturation).

Le PMG est considéré comme un facteur déterminant du rendement semoulier des grains.

1.1.2. La teneur en eau (%)

Les résultats de la teneur en eau sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau V: la teneur en eau dans les deux variétés de blé dur analysé

	Humidité (%)			Norme (NA)
	1^{er} essai	2^{ème} essai	Moyenne	
Blé dur 100% local	9.20%	10.28%	9.74%	<14%
Blé dur 100% importé	10.32%	10.78%	10.55%	

Nous avons mesuré la teneur en eau du blé dur local (9.74%), et du blé dur importé (10.55%). Nous remarquons que la teneur en eau du blé dur local est inférieure de la teneur en eau du blé dur importé.

Plus l'humidité est faible plus la conservation est meilleurs.

Nos résultats sont conformes aux normes algériennes (<14%).

Godon et Willm (1998), définissent la teneur en eau comme étant la quantité en gramme d'eau rapportée à 100g de substances sèches (teneur en eau %/ms). Elle nous permet donc de ramener tous nos résultats à la même échelle de grandeur, à savoir la matière sèche.

La teneur en eau de l'échantillon étudié est conforme aux normes. Plus l'humidité est faible mieux est la conservation.

1.1.4. Teneur en cendre

Les résultats de la teneur en cendre sont mentionnés dans le tableau suivant :

Tableau VI: la teneur en cendre dans les échantillons des grains de blé dur local et importé

	Teneur en cendre %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Blé dur 100% local	1.86%	1.88%	1.87%	1.6 – 2.1 %
Blé dur 100% importé	1.83%	1.91%	1.87%	

D'après le tableau ; pour les deux variétés de blé dur (local et importé) on a la même valeur de taux de cendre (1.87%).

Les résultats sont conformes aux normes (1.87%).

Les matières minérales sont des constituants mineurs dans les grains et la semoule (**Godon et loisel, 1997**).

Selon **Godon et willm (1998)**, la teneur des grains en matières minérales ainsi que la composition de ces matières minérales sont relativement fixes quelques soient les conditions externes de culture.

Selon **Guezlane (1993)**, la teneur en matière minérale augmente en allant de l'albumen central vers la périphérie, et la teneur en cendre des semoules augmente avec la progression de la mouture.

1.1.5. Teneur en protéines

Les résultats obtenus pour la détermination de la teneur en protéines totales sont consignés dans le tableau.

Tableau VII: la teneur en protéines totales dans les grains de deux variété de blé dur (local et importé)

	Teneur en protéines %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Blé dur 100% local	14.50%	13.86%	14.18%	11 - 15%
Blé dur 100% importé	14.90%	14.44%	14.52%	

Les résultats de la teneur en protéines totales des échantillons analysés sont conformes aux normes 11 - 15%.

La teneur de protéines totales de blé dur local (14.18%) est inférieure par rapport au teneur en protéines totales de blé dur importé.

La teneur en protéines des grains varie selon la variété en fonction des conditions de culture, elle joue un rôle important dans la qualité rhéologique des semoules parce que c'est à partir de cette fraction que se forme le gluten, donc plus la teneur en protéines des grains est importante, plus la qualité des semoules obtenues est meilleure (Melas et al.,1993).

1.2. Résultat des analyses effectuées sur les semoules de blé dur

1.2.1. Granulométrie

Les résultats sont groupés dans le tableau XXI (annexes 03) et représentés par le graphe suivant :

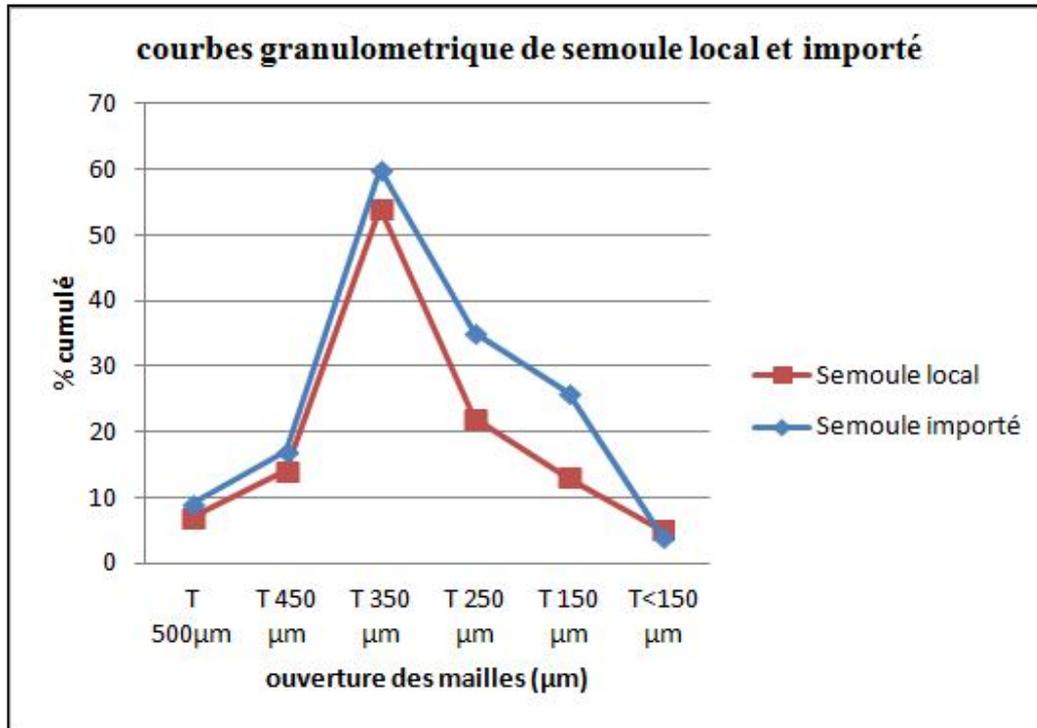


Figure7: courbes granulométriques des échantillons des semoules local et importé analysés

Les semoules étudiées ont une granulométrie homogène, la taille des particules de la semoule de blé dur local et blé importé varie entre 450μm et 250μm.

1.2.2. Teneur en eau

Les résultats obtenus de la teneur en eau dans la semoule sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau VIII: la teneur en eau dans la semoule de deux variétés de blé dur

	Teneur en eau %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	13.83%	14.01%	13.92%	<14%
Semoule de blé dur 100% importé	14.56%	14.36%	14.46%	

Selon le tableau ; les valeurs de la teneur en eau obtenus sont conformes aux normes (<14%).

La teneur en eau dans la semoule de blé dur importé (14.46%) est supérieure par rapport au teneur en eau dans la semoule de blé dur local (13.92%).

Dans le cas de la semoule de blé dur importé la teneur en eau est acceptée car la semoule est destinée directement vers la ligne de la fabrication du couscous.

Selon **Kiger et Kiger (1967)**, l'humidité est très variable en fonction d'une part, de la saison d'autre part, de la quantité d'eau ajoutée au blé avant mouture.

Selon **Feillet (2000)**, l'humidité est un facteur crucial dans l'évolution des phénomènes biologiques, le contrôle de l'humidité des semoules permet de minimiser le risque d'altération lors de conditionnement et du stockage, plus la teneur en eau est faible plus la qualité des semoules est meilleure.

1.2.3. La teneur en cendre

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IX: le taux de cendre des semoules

	Teneur en cendre %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	0.80%	0.86%	0.83%	0.80 – 1.10 %
Semoule de blé dur 100% importé	0.86%	0.86%	0.86%	

D'après le tableau la semoule de blé dur local présente une teneur en cendre de 0.83% et la semoule de blé dur importé présente un taux de 0.86%, ses résultats sont conformes aux normes (0.8 – 1.1 %).

On remarque que la teneur en cendre de la semoule est inférieure à la teneur en cendre des grains (son, germe, albumen) qui sont riches en éléments minéraux, ceci est probablement lié à la provenance de la semoule du centre de l'albumen qui est pauvre en cendre.

1.2.4. La teneur en gluten

1.2.4.1. Teneur en gluten sec

Les valeurs de la teneur en gluten sec sont mentionnées dans le tableau suivant :

Tableau X: les valeurs de la teneur en gluten sec des semoules

	Teneur en gluten sec %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	11.40%	11.00%	11.20%	11 – 13%
Semoule de blé dur 100% importé	13.10%	12.30%	12.70%	

Les résultats acquis sont conformes aux normes (11 – 13%), on observe que le pourcentage du gluten sec de la semoule de blé dur importé (12.70%) est supérieur à celle de la semoule de blé dur local (11.20%).

Selon **Godon, (1991)**, la teneur en gluten sec peut varier de 10 à 17%, mais la valeur optimale pour la fabrication des pâtes alimentaires est de l'ordre de 13%.

1.2.4.2. Teneur en gluten humide

Les résultats de la teneur en gluten humide sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau XI : la teneur en gluten humide des semoules

	Teneur en gluten humide %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	22.83%	23.03%	22.93%	<100%
Semoule de blé dur 100% importé	33.88%	34.18%	34.03%	

Nos résultats sont conformes aux normes (<100%), la teneur en gluten humide de la semoule de blé dur 100% local est de 22.93%, et celle de la semoule de blé dur 100% importé est de 34.03%.

D'après les résultats on observe que les échantillons de la semoule de blé dur (local et importé) présentent des teneurs satisfaisantes en gluten,

Il existe une relation entre la force de gluten (force de la pâte) et la qualité culinaire du produit fini (couscous). (**Cheftel et al., 1997**)

1.2.4.3. La capacité (coefficient) d'hydratation

La capacité d'hydratation du gluten, est calculée par la formule suivante

$$GH (\%) = \frac{GH - GS}{GH} \times 100$$

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau XII: la capacité d'hydratation des semoules

	Capacité d'hydratation %			Norme (NA)
	1^{er} essai	2^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	54.45%	52.24%	53.34%	50 – 70 %
Semoule de blé dur 100% importé	61.33%	64.01%	62.27%	

D'après le tableau, on remarque que les deux échantillons de semoule sont caractérisés par un taux d'hydratation moyenne et conforme aux normes (50 – 70 %).

Le coefficient d'hydratation de la semoule de blé dur importé (62.27%) est légèrement élevée par rapport au de semoule de blé dur local (53.34%).

1.2.5. Teneur en protéine

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau XIII: teneur en protéine des semoules

	Teneur en protéine %			Norme (NA)
	1^{er} essai	2^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	13.20%	13.20%	13.20%	10 – 15 %
Semoule de blé dur 100% importé	14.05%	14.00%	14.025%	

Les résultats sont conformes aux normes (10 – 15 %), Les semoules sont riches en protéine.

1.2.6. Acidité grasse des semoules

Les résultats obtenus de l'acidité grasse des semoules prélevées sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau XIV: acidité grasse des semoules (locale et importé)

	Acidité grasse ($g H_2SO_4/100g MS$)			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
Semoule de blé dur 100% local	0.046	0.039	0.0425	≤ 0.055
Semoule de blé dur 100% importé	0.054	0.056	0.055	

Les résultats sont conformes aux normes.

L'acidité grasse de la semoule de blé dur local est de $0.0425 g H_2SO_4/100g MS$ qui est inférieur par rapport à l'acidité grasse de la semoule de blé dur importé $0.055 g H_2SO_4/100g MS$.

L'acidité grasse est un indicateur de bonne conservation, Les valeurs sont proches à la norme alors les deux types de semoules sont mis à de bonnes conditions de stockage.

1.3. Résultat des analyses effectuées sur le couscous

1.3.1. La granulométrie

Les résultats obtenus sont groupés dans le tableau XXII (annexe 03) et sont présentés dans le graphique suivant :

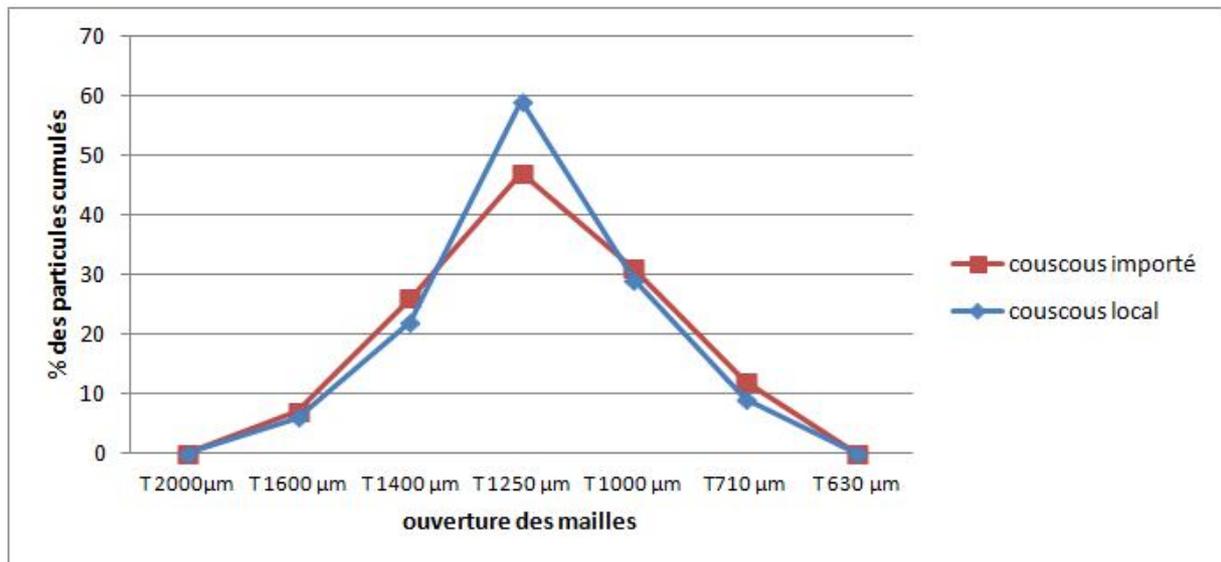


Figure 8: Granulométrie du couscous local et couscous importé

Le couscous local présente une granulométrie qui ne dépasse pas 59% remarqué à 1250 µm, et la granulométrie de couscous importé ne dépasse pas 47 % remarqué à 1250 µm.

La taille des particules est un critère déterminant de l'homogénéité des grains du couscous après séchage, ce critère est en fonction des conditions de l'opération du roulage.

1.3.2. La teneur en eau

Les résultats sont présentés dans le tableau suivant

Tableau XV: la teneur en eau du couscous (local et importé)

	Teneur en eau %			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
couscous de blé dur 100% local	12.40	12.53	12.47%	11.5%-12.5%
couscous de blé dur 100% importé	12.27	12.18	12.22%	

A partir du tableau la teneur en eau du couscous local (12.47%) est supérieure par rapport aux couscous importé (12.22%), ces résultats sont conformes aux normes (11.5%-12.5%). la détermination de la teneur en eau du couscous (après séchage) est très importante pour le stockage et la conservation du produit fini, plus l'humidité est faible, plus la conservation est meilleure.

1.3.3. acidité grasse

Tableau XVI: l'acidité grasse des échantillons de couscous

	Acidité grasse ($g H_2SO_4/100g MS$)			Norme (NA)
	1 ^{er} essai	2 ^{ème} essai	Moyenne	
couscous de blé dur 100% local	0.024	0.032	0.028	≤ 0.055
couscous de blé dur 100% importé	0.030	0.038	0.034	

L'acidité grasse est un indicateur de bonne conservation du couscous. Les résultats de tableau indiquent que nos échantillons du couscous ont une acidité grasse conformes à la norme, elle est de $0.028g H_2SO_4/100g MS$ pour le couscous local et de $0.034 g H_2SO_4/100g MS$ pour le couscous importé.

2. Les résultats des analyses microbiologiques

Le tableau représente les résultats des analyses microbiologiques effectuées sur les différents échantillons de la semoule et de couscous.

Tableau XVII: résultats des analyses microbiologiques de la semoule, et du couscous issus de deux variétés de blé dur local et importé.

Germes Produit	Analyses microbiologique (MO/g de produit)		commentaires
	<i>Moisissures</i>	<i>Clostridium sulfito-réducteur</i>	
Semoule 100% locale	Absence	Absence	Qualité satisfaisante
Semoule 100% importé	Absence	Absence	Qualité satisfaisante
Couscous 100% local	Absence	Absence	Qualité satisfaisante
Couscous 100% importé	Absence	Absence	Qualité satisfaisante
Norme (d'après le J.O, 1998)	$\leq 10^2$	$\leq 10^2$	

D'après le tableau ; les résultats obtenus de la recherche microbiologique de la semoule et le couscous sont négatifs où **les moisissures** et les spores de *clostridium sulfito-réducteur* sont totalement absent dans les deux essais effectuées.

Donc la qualité de la matière première (semoule) et du produit fini (couscous) est satisfaisante.

3. Les résultats des analyses toxicologiques

Nous avons fait une analyse plus fine par chromatographie liquide à haute performance (HPLC), sur 2 échantillons de semoules (local et importé), et 2 de couscous (local et importé) pour la recherche des pesticides.

Les chromatogrammes représentent les échantillons analysés sont comparés avec ceux du solvant d'extraction (l'acétonitrile dans notre cas) et l'étalon « le Kléra».

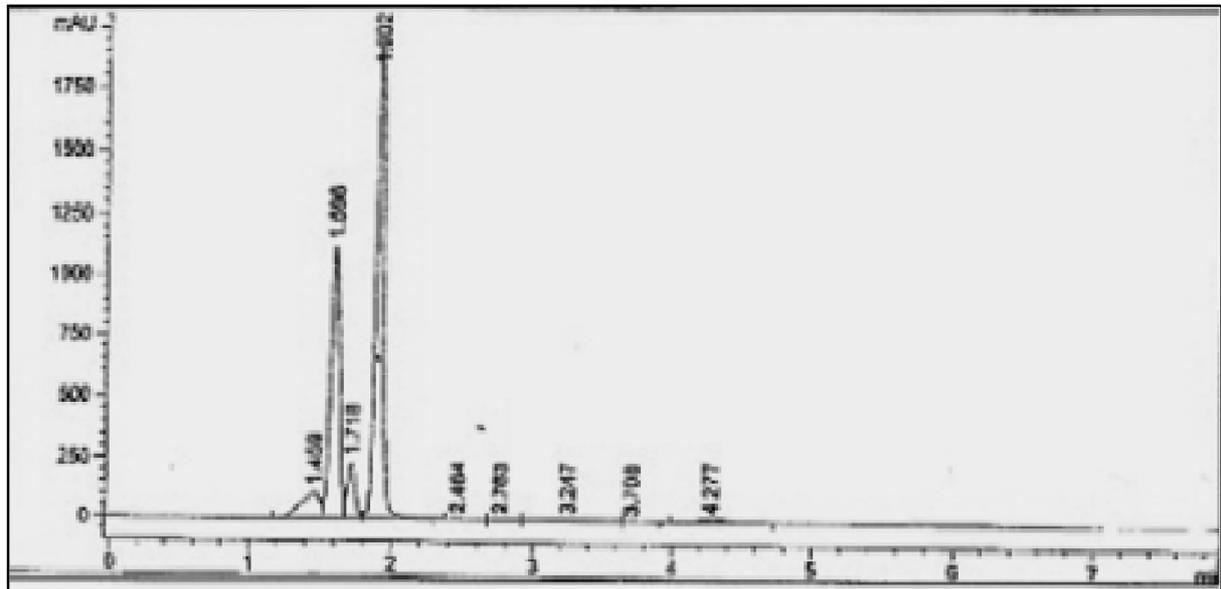


Figure 11 : chromatogramme résultant de l'analyse du Kléra par chromatographie liquide à haute performance (HPLC)

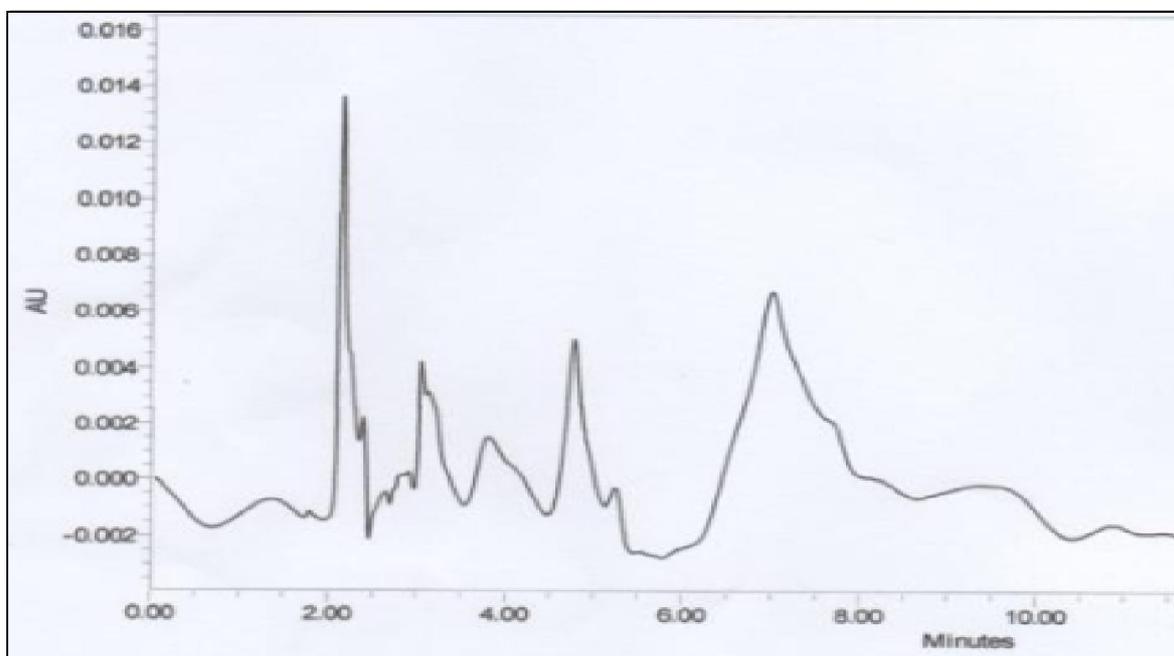


Figure 12 : chromatogramme résultant de l'analyse du solvant d'extraction correspondant à l'acétonitrile par chromatographie liquide à haute performance (HPLC)

L'échantillon de la semoule de blé dur local présente un temps de rétention équivalent à 2.123 min tout comme le montre le chromatogramme ci-dessous :

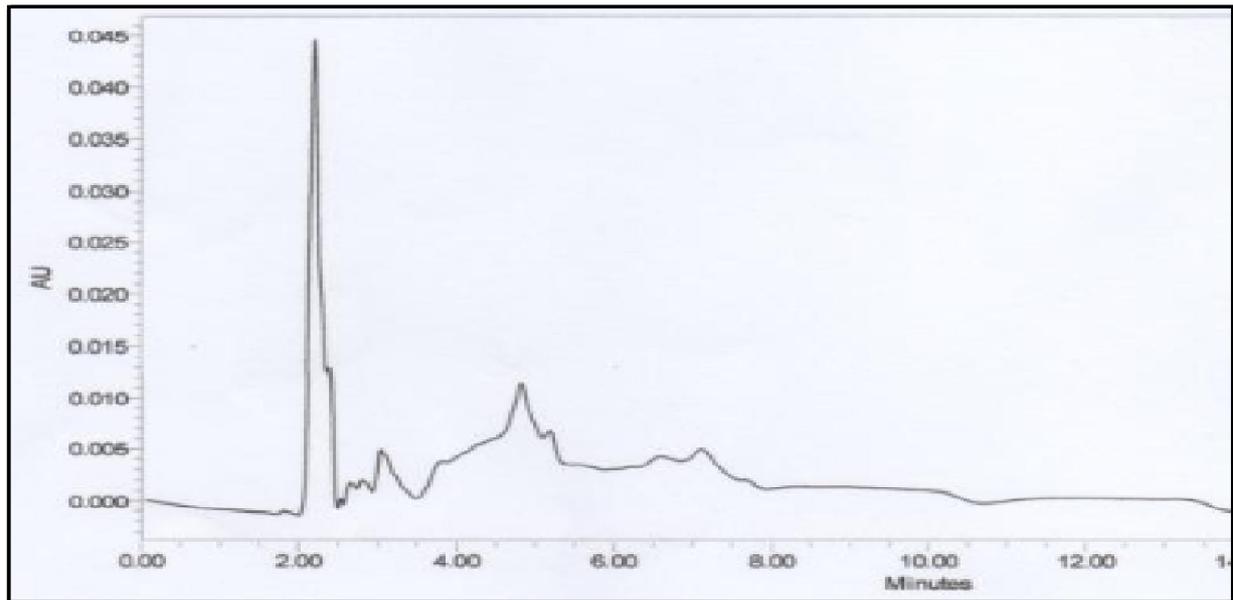


Figure13 : chromatogramme résultant de l'analyse de l'échantillon de la semoule de blé dur local par chromatographie liquide à haute performance.

En comparant le temps de rétention de notre échantillon avec celui du solvant, on remarque qu'il est approximativement le même, ce qui nous laisse à croire que le temps de rétention de l'échantillon correspond en fait au solvant qui est l'acétonitrile (temps de rétention = 2.125) (voir figure 12 et 13), en effet le résultat de l'analyse de l'étalon confirme cette hypothèse (figure 11). Ce dernier présente deux temps de rétention, l'un est de 1.596 min et l'autre est de 1.902 min, temps de rétention propre à l'étalon. En conclusion l'échantillon de la semoule local ne contient pas des pesticides (Kléra).

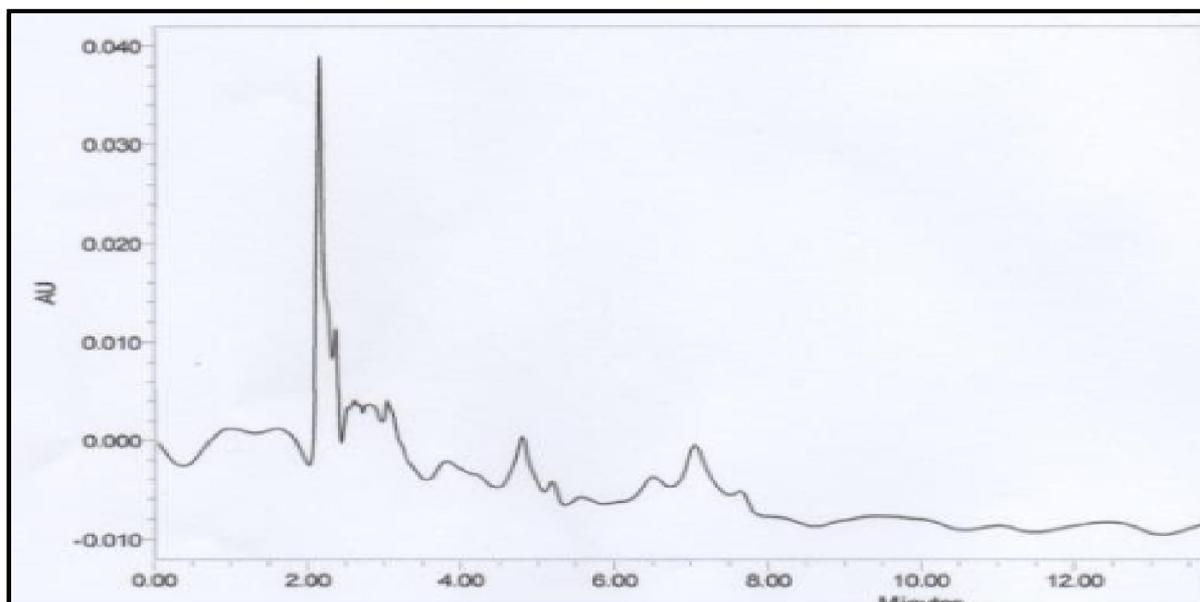


Figure 14 : chromatogramme résultant de l'analyse de l'échantillon de la semoule de blé dur importé. Par chromatographie à haute performance.

L'échantillon de la semoule de blé dur importé présente un temps de rétention de 2.124 min correspond au temps de rétention du solvant qui est différent de celui du Kléra. Cela révèle l'absence de ce pesticide au niveau de l'échantillon. (Voir figure 14).

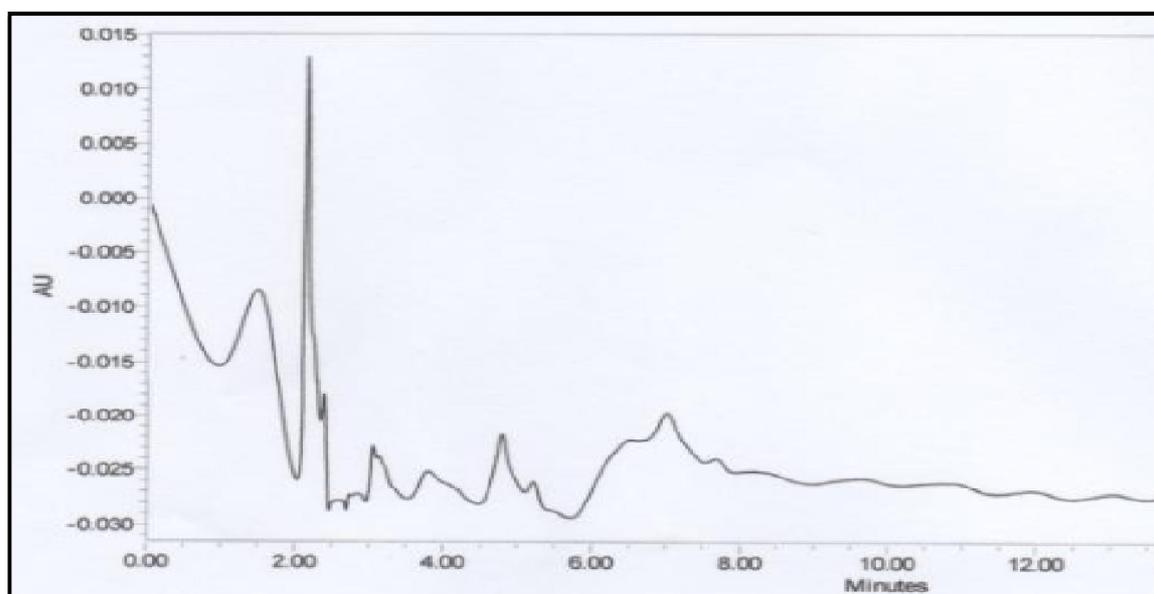


Figure 15 : chromatogramme résultant de l'échantillon du couscous local par chromatographie liquide à haute performance

Le temps de rétention de l'échantillon du couscous local correspond à 2.122 min (similaire au temps de rétention du solvant) révèle l'absence du Kléra (figure 15).

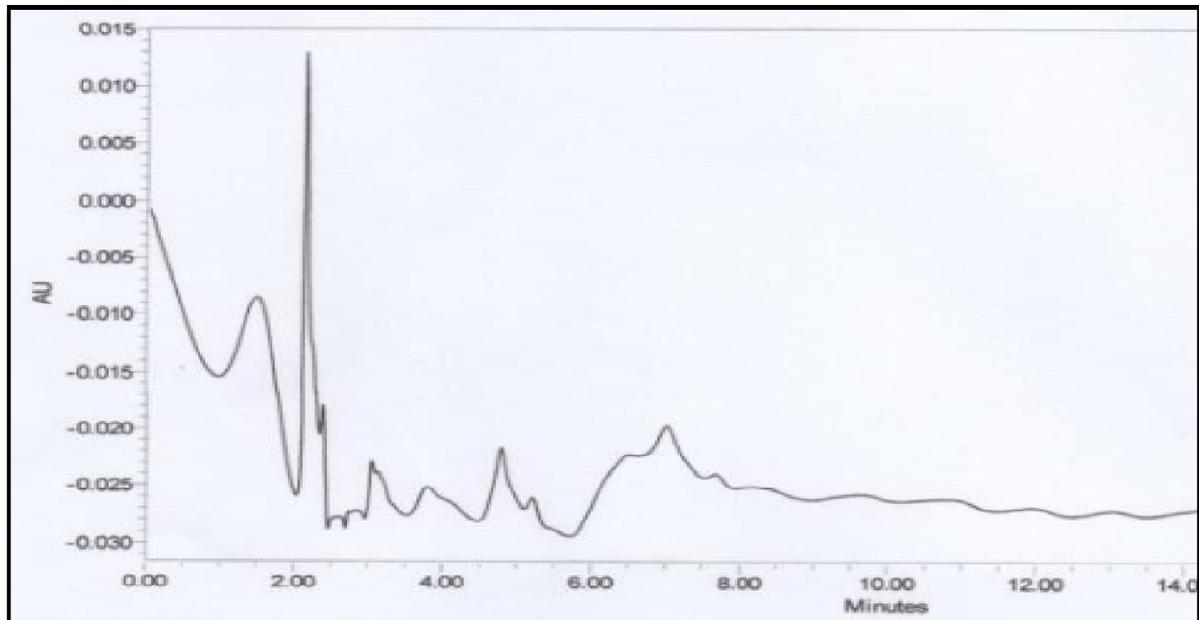


Figure 16 : chromatogramme résultant de l'échantillon du couscous importé par chromatographie liquide à haute performance (HPLC).

On remarque le même résultat en ce qui concerne l'échantillon du couscous importé, en effet avec un temps de rétention de 2.125 min similaire à celui du solvant et différent de celui de l'étalon, on en déduit l'absence du pesticides au niveau de cet échantillon (figure 17).

CONCLUSION

Conclusion

Au terme de notre étude effectuée au niveau de l'unité de production MOULA pate, qui nous a fourni le blé dur qui a été transformé en semoules, qui à leurs tours ont servi à la fabrication du couscous. On a comparé les différentes analyses effectuées sur les deux variétés (local et importé) du blé dur, semoule et couscous.

La recherche de la qualité est actuellement une préoccupation fondamentale pour l'industrie agroalimentaire. Elle s'obtient par l'application de procédures bien définies est maîtrisées ; et se contrôle par des systèmes de vérification et des techniques d'analyses standardisées.

Une bonne qualité microbiologique permet d'obtenir des aliments sains et valables de point de vue commerciale et sanitaire (présentation, caractéristiques organoleptiques, conservation accrue).

D'après la comparaison entre les différentes analyses physicochimiques, microbiologiques et toxicologiques effectués sur les deux variétés de blé dur, semoule et couscous on peut dire :

- Le poids spécifiques du blé dur importé est élevé par rapport au blé dur local ce qui donne un rendement appréciable en semoule.
- Plus l'humidité est faible, plus la conservation est meilleure. La teneur en eau du blé dur local et semoule local est inférieure à celle de blé dur importé et semoule importé. Au contraire pour le couscous importé a une valeur inférieure par rapport au couscous local.
- La teneur en cendre pour les deux variétés de blé dur a une même valeur.
- Plus la teneur en protéine est importante, plus la qualité des semoules obtenues est meilleure. Le blé dur importé a une valeur supérieure par rapport au blé dur local.
- La majorité des particules des semoules local et importé varie entre 250µm et 450 µm. et pour le couscous les particules remarquées à 1250 µm.
- La teneur en gluten sec, gluten humide et la capacité d'hydratation de la semoule importée sont supérieures à celle de la semoule locale.
- L'acidité gras est indicateur de bonne conservation ce qui nous permet de dire que la qualité du couscous local et semoule local est meilleure par rapport a couscous importé et semoule importé.

- Au cours de la production du couscous depuis la matière première (blé dur) et la semoule qui servit comme une matière première du couscous jusqu'au produit fini (couscous) pour les deux variétés (local et importé) nous avons constaté qu'il y avait une bonne qualité microbiologique due à l'absence totale des moisissures et les spores de *Clostridium sulfito-réducteur*, et une absence totale des résidus de pesticide de Kléra.

D'après notre travail, on conclut que pour avoir une meilleure qualité du couscous il vaut mieux mélanger les deux variétés de notre produit à cause des avantages présentés dans chacune d'elles.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- **Abcassis J., (1991)** – Qualité de blé dur, la semoule et des pâtes alimentaires. Paris : industrie des céréales. VOL 107. n°72. Pp.7-11.
- **Alais C., et Linden.,(1997)** – biochimie alimentaire Paris : 4^{ème} édition Massons.Pp.242.
- **Aluka, K., Miche, J. C. et Faure, J., (1985)** - Conditions d'une fabrication mécanique du couscous de maïs en Afrique de l'ouest. *Ind. Agric. Alim.* : 457-461.
- **Anderson R.A., Conway H.F., Griffin E.L., (1969)** - Gelatinization of corn grits by roll and extruding cooking cereal sci. Today., n°14, Pp.372-375.
- **Arkoun Y., (2004)** – Le couscous ou l'histoire millénaire d'un grain *magique* GREEN. Algérie (1), Pp.13-15.
- **Bailly P., (1985)** – Le blé dur, la semoulerie, industries des céréales, Pp.5-12-36.
- **Barron C., Surget A., Rouau X., (2007)** - Relative amounts of tissues in mature wheat (*Triticum aestivum* L.) Grain and their carbohydrate and phenolic acid composition. *Journal of Cereal Science*, Pp .45, 88-96.
- **Bennerot H., et Galais A., (1992)** – amélioration des espèces végétales cultivées : objectifs et critères de sélection. Montpellier, France : Edition INRA. Pp.437.
- **Boudreua A., Matsuo R., Raing W., (1992)** – Les industries des pâtes alimentaires. *In*, **Boudreua A., Menard G., (1992)** – Le blé, éléments fondamentaux et transformation. Les presses de l'université Laval. Sainte-Fay. Canada, Pp.439.
- **Boudreua A., Menard G., (1992)** – Le blé, éléments fondamentaux et transformation. Les presses de l'université Laval. Sainte-Fay. Canada, Pp.439.
- **Carbonnelle B., Denis F., Marmonier A., Pinon G., Vargues R., (1990)** – Bactériologie médicale technique usuelles. 2^{ème} édition. Pp.108.
- **Cheftel J C., Cheftel H., et Besancon S., (1997)** – introduction à la biochimie et à la technologie des aliments. Ed. Lavoisier Tec et Doc. Paris. Pp.105-142.
- **Daoudi A., (2006)** – les produits cmés Hallal, Ed. Kourtoubia, Pp.517.
- **Darrigol J.L., (1978)** - Les céréales pour votre santé : propriétés et usages diététiques et thérapeutique des céréales complètes du germe de blé et du son édition Dangles, Pp. 145.
- **Derouiche M., (2003)** – Enquête de consommation dans l'est algérien, fabrication traditionnelle et qualité. Thèse de Magister. DN ATAA. Université de constantine, Pp.125.

- **F.A.O. (1995).** Norme codex pour le couscous, *CODEX STAN 202* : 4 p.
- **FAO., (1996)** – Codex alimentarius : céréales, légumes secs, légumineuses, produits dérivés et protéines végétales. FAO. VOL.7.2^{ème} édition, Rome, Pp.164.
- **Feillet P., (2000)** - Le grain de blé composition et utilisation, INRA, Paris, Pp.53.54.
- **Fredot E., (2006)** - Connaissance des aliments bases alimentaires et nutritionnelles de la diététique, Ed lavoisier Tec et doc Paris, Pp.40.53.
- **Godon B., (1991)** – Biotransformation des produits céréaliers Paris. Technique et documentation. Lavoisier, Pp.221.
- **Godon B., et Loisel W., (1997)** – guide pratique d'analyse dans les industries des céréales. Ed Lavoisier Tec et Doc, Paris. Pp.810.
- **Godon B., Willm C., (1998)** - Les industries de première transformation des céréales, édition lavoisier, Pp.58.61.63.
- **Guezlane L., (1993)** – Mise au point de méthode de caractérisation et étude de modification physico-chimique sur l'effet de traitements hydro-thermique en vue d'optimiser la qualité du couscous du blé dur. Thèse de Doctorat d'Etat. INA. El Harrach. Alger, Pp.104.
- **Guiraud JP., Rosec JP., (2004)** – pratique des normes en microbiologie alimentaire, Pp.225-226.
- **Hamadache A., (2001)** - Stades et variétés de blé édition TIGC, Pp.7.
- **Hemery Y., Rouau X., Lullien-Pellerin V., Barron C., Abecassis J., (2007)** - Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. Journal of Cereal Science, Pp.46. 327.347.
- **Jean PL., (1997)** – Microbiologie alimentaire technique de laboratoire. Edition Lavoisier, Pp.335.
- **Jeantet R., Croguennec T., Schuck P., et Brulé P., (2006)** – Science des aliments. Ed. Lavoisier Tec et Doc. Paris. Pp.40-53.
- **Kaup, S. M. and walker, C. E. 1986.** Couscous in North Africa. *Cereal Food World.* **31** : 179-182.
- **Kent NL., Evers AD., (1994)**- Technology of Cereals. Oxford: Pergamon Press Ltd.

- **Kiger J L., Kiger J G., (1967)** – technique modernes de la biscuiterie, pâtisserie-boulangerie industrielles et artisanales et des produits de légume. Dunod.Tome 1.Paris.Pp.696.
- **Leyral G., Vierling E., (1997)** – microbiologie et toxicologie des aliments, * hygiène et sécurité alimentaire*. Ed Doin, Pp.257.
- **Linden G., Lorient D., (1994)-** Biochimie agro-industrielle valorisation alimentaire de la production agricole, Paris édition Masson, Pp 367.
- **Mahuzier G., Ferrier D., et Prognon P., (1999)-** chimie analytique : méthode de séparation , Pp204.
- **Melas V., Morel M H., Feillet P., (1993)** – les sous unités gluténives du blé de faible poids moléculaire: des produits d'avenir industrie des céréales. Pp.3-14.
- **Moll M., Moll N., (1995)** – Sécurité alimentaire du consommateur, Ed. Lavoisier Tec et Doc. Paris, Pp.251.
- **Moll M., Moll N., (2008)-** Précis des risques alimentaires. Ed lavoisier Tec et doc., Paris, Pp.104.345.
- **Multon JL., (1991)** – Techniques d'analyse et de contrôle dans les industries agroalimentaire * analyse des constituants alimentaires*, volume 4, 2^{ème} Ed. Lavoisier Tec et Doc. Paris, Pp.353.
- **Nicolino F., Veillerette F., (2007)** – Pesticides, Ed. Fayard, Pp.384.
- **Sall Khaly., (1998)-** contrôle de qualité des farines céréalières mises sur le marché au Sénégal. Thèse de doctorat, Pp.14.17.
- **Sherma J., Bernard F., (1991)** – Handbook of thin – layer chromatography. Pp.663.
- **Simoes laraz ferreira M., (2001)** – Dynamique d'assemblage de protéines de réserve et du remplissage du grain de blé dur, Pp.11-12-13.
- **Surgent A., Barron C., (2005)** - Histologie du grain de blé. Industrie des céréales, Pp. 3.7.
- **Yousfi L., (2002)** – Influence des conditions de fabrication sur la qualité du couscous industriel et artisanal. Thèse de Magister. DN ATAA. Université de constantine, Pp.141.

ANNEXES

Annexe 1

I-Appareillage

- Etuve.
- Broyeur.
- Balance pour peser les échantillons.
- Agitateur.
- un dessiccateur
- un four.
- un sasseur de type «BUHLER».
- Bain marie.
- Plaque chauffante.
- des tamis
- Centrifugeur.
- un cristalliseur

II-Verrerie et accessoires

- Béchers.
- Boîtes de pétri.
- la burette.
- Flacons.
- une éprouvette graduée
- Gants.
- Papiers filtres.
- Portoirs pour les tubes.

- les capsules.
- Spatule.
- Tubes secs.
- Pipette gradué.
- Râteau en verres.
- Ampoules à décanter.

III-Produits et réactifs

- Chlorure de Sodium
- l'hydroxyde de sodium
- phénolphtaléine.
- Ammoniac.
- Acide sulfurique.
- Acides borique.
- Ethanol.
- Acétonitrile.
- Dichlorométhane.
- Na_2CO_3 .
- Rouge de méthyle.
- Bleu de bromocrésol.
- Alun de fer.
- Sulfite de sodium.

Annexe 2

Milieux de culture

Eau Tryptone-sel (TSE)

Pour 1 litre de milieu :

- ❖ Tryptone.....1,0 g
- ❖ Chlorure de sodium.....8,5 g
- ❖ pH du milieu prêt-à-l'emploi à 25°C : $7,0 \pm 0,2$.

Milieu Oxytétracycline Glucose agar (OGA)

- ❖ Extrait autolytique de levure.....5 g
- ❖ Glucose.....20 g
- ❖ Oxytétracycline.....0.1 g
- ❖ Eau distillée.....1 100 ml
- ❖ Agar-agar.....15 g
- ❖ pH du milieu..... 6.6 ± 0.2

Agar Viande-Foie (VF)

- ❖ Base viande foie.....20 g
- ❖ Glucose.....0.75 g
- ❖ Sodium sulfure.....1.20 g
- ❖ Fer citrate amoniacal.....0.50 g
- ❖ Agar-agar.....11 g
- ❖ Eau distilé.....1000 ml
- ❖ Autoclavage.....5 min à 120°C

Annexe 3

Tableau XVIII : Composition biochimique des différentes parties du grain de blé (Godon et Willm., 1998).

Parties du grain	Protéines %	Matières minérales %	Lipides %	Matières cellulosiques %	Pentosanes %	Amidon %
Péricarpe	7-8	3-5	1	25-30	35-43	-
Tégument séminal	15-20	10-15	3-5	30-35	25-30	-
Assise protéique	30-35	6-15	7-8	6	20	10
Germes	35-40	5-6	15	1	-	20
Amande périphérique	10-15	0.40-1	-	-	-	65-70
Amande centrale	6-9	0.30-0.40	1.5-2.5	2-3	5-8	60-70

(-) : traces.

Tableau XIX : Composition moyenne en minéraux pour 100g de blé (Fredot, 2006).

Minéraux	Teneur
Calcium (mg)	35
Phosphore (mg)	400
Magnésium (mg)	140
Sodium (mg)	3
Potassium (mg)	435
Fer (mg)	5
Zinc (mg)	4.1
Cuivre (mg)	0.6
Sélénium (mg)	100

Tableau XX : composition biochimique et valeur nutritive du blé dur, semoule, et couscous (Alais et Linden.,1997).

Caractéristique chimique	Blé dur	semoule	couscous
Glucides %	60 – 96	74 – 75	22 – 32
Protéines %	7 – 18	10 – 12	3.5 – 5
Lipide %	1.5 – 2	1 – 2	0.6 – 2
H2O	13	11 – 12	40
Fibres alimentaires	2 – 2.5	-	-
Calories (Kcal)	264 – 342	375	120 – 150
Les vitamines (m / 100 g)			
Thiamines (B1)	0.67	0.23	0.05
Riboflavine (B2)	0.11	0.10	0.03
Niacine (B3 ou pp)	11.10	3.89	0.9
Pyridoxines (B6)	0.43	0.12	0.06
Tocophérols (E)	5.80	2.49	00
Minéraux (mg / 100 g)			
Calcium	43	19	7.20
Magnésium	186	69	7
Phosphore	370	185	20
potassium	494	198	52

Tableau XXI : les méthodes physiques et aérodynamiques de la gaine de blé de la phase de nettoyage (Godon et Willm., 1998)

Critère	Nature des impuretés	Nom de l'opération	machines
taille	Grosse : pailles, mais Petite : sable, colza	tamisage	Nettoyeur séparateur
forme	Etirée : avoine Ronde : vesce	Triage	Trieur graine longue Trieur graine ronde Trieur hélicoïdal
densité	Dense : pierre Moins dense : ergot	Classement densimétrique	Epierruer-laveuse Table densimétrique
Propriétés physico-chimiques	Magnétique : fer Coeff. De frottement : grain vêtu Couleur : ergot, nielle	Séparateur	Aimant rotatif Séparateur Trieuse colorimét.

Annexe 4

Les résultats

Tableau XXII : Granulométrie de semoule

	T 500µm	T 450 µm	T 350 µm	T 250 µm	T 150 µm	T<150 µm
Semoule local	7	14	54	22	13	5
Semoule importé	9	17	60	35	26	4

Tableau XXIII : Granulométrie de couscous.

	2000 µm	1600 µm	1400 µm	1250 µm	1000 µm	710 µm	630 µm
Couscous local	0	7	22	59	29	9	0
Couscous importé	0	8	26	46	31	11	0

Annexe 5



Figure 9: résultat de la recherche des moisissures

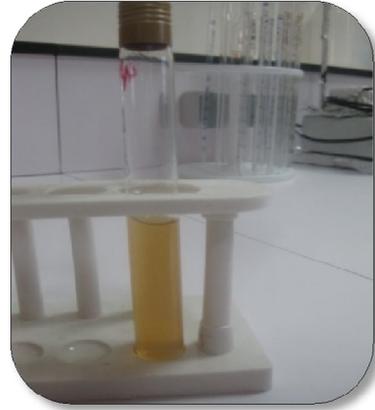


Figure 10: résultat de la recherche des *clostridium sulfito-réducteur*



figures montrent les différentes étapes de l'extraction des pesticides



Etuve



Four



Broyeur

Annexe 6: bulletin d'analyse microbiologique

LABORATOIRE DE CONTROLE QUALITE
 Cité 160 logs. LSP BENYAMINA Local N° 13 Koléa W. Tipaza.
 Tél / Fax: (024) 48.51.82 * Tél. portable : 0771.16.38.76
 Laboratoire autorisé par décision du ministre du commerce N° 164 du 23/06/2010
 RC : 2617422 A99 - MF : 296542350014826 - A.P.F : 42350094131

L C

BULLETIN D'ANALYSE MICROBIOLOGIQUE

Nom ou Raison Sociale: LES MOULINS DE L'EPI DE BLE
Adresse: ZONE INDUSTRIELLE BEN BOULAID 09000. BLIDA, ALGERIE.
Dénomination du Produit : COUSCOUS MOYEN (1Kg)
Date de réception : 18/03/2013 **Date d'analyse:** 18/03/2013
Date de réception : 14/03/2013 **Date d'analyse:** 14/03/2015
Référence: 248
LOT : 123 EQ AB
Prélèvement Effectué par: LES MOULINS DE L'EPI DE BLE

PARAMETRES	RESULTATS					Qualité satisfaisante	Qualité acceptable	Qualité non satisfaisante
	Test n°1	Test n°2	Test n°3	Test n°4	Test n°5			
Coliformes S.R. 46°C /g NA 15176	Absence	Absence	Absence	Absence	Absence	< 300	300 à 1000	>10
Moisissures /g NA 1210	10	20	10	10	20	< 300	300 à 1000	>10

CONCLUSION:
 QUALITE MICROBIOLOGIQUE SATISFAISANTE

Date : 24/03/2013

Chef du laboratoire

LABO. CONTROLE QUALITE
 Cité 160 logs. LSP BENYAMINA Local N° 13 Koléa W. Tipaza.