



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



جامعة محمد البشير الإبراهيمي برج بوعريريج
Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi B.B.A.

كلية علوم الطبيعة والحياة وعلوم الارض والكون

Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie et des Sciences de la Terre et de l'Univers
قسم العلوم البيولوجية

Département des Sciences Biologiques

Mémoire

En vue de l'obtention du Diplôme de Master

Domaine Des Sciences de la Nature et de la Vie

Filière : Sciences Biologiques

Spécialité : Analyse et contrôle de qualité des denrées alimentaires

Thème

**Analyses physicochimiques des pâtes alimentaires de la
SARL GIPATES**

Présenté par : KHAMADJ HANENE
ZITOUNI ASMA

Devant le jury :

Président :	M ^r ALIAT. T	MAA (Univ.Mohamed El Bachir El Ibrahimi)
Encadrant:	M ^r MOHAMMED.I.S	MAB (Univ .Mohamed El Bachir El Ibrahimi)
Examineur 1 :	M ^r AKBACH.A	MCB (Univ.Mohamed El Bachir El Ibrahimi)
Examineur 2 :	M ^r GUISSOUS.M	MAA (Univ .Mohamed El Bachir El Ibrahimi)

Année universitaire : 2014/2015



Remerciements

"Merci mon Dieu"

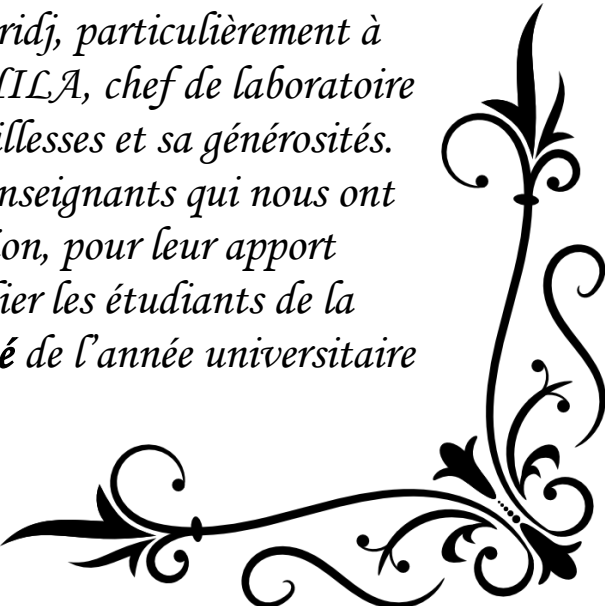

Ce travail a été effectué dans le cadre de l'obtention du diplôme de Master système LMD en analyse et contrôle de qualité des denrées alimentaires à la faculté des sciences de la nature et de la vie et sciences de la terre et de l'univers à l'université Mohamed El Bachir El Ibrahimi de Bordj Bou Arreridj.

Nous tenons à remercier tous ceux ou celles qui nous ont aidé de près ou de loin pour la réalisation de ce modeste travail.

Nos remerciements s'adressent particulièrement à Madame MOHAMMEDI SALIHA, Maître assistante à l'université de Bordj Bou Arreridj, d'avoir accepté de diriger ce travail. Veuillez accepter chère maître, nos sentiments d'estimes, de respect et de reconnaissance.

Nous tenons également à exprimer nos reconnaissances à Monsieur ALIATTOUFIK maître assistante classe A à l'université de Bordj Bou Arreridj, pour d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire.

Nos remerciements à Monsieur AKBACHE ABDERREZAK et GUISSOUS MOKHETAR de l'honneur qu'elle nous fait en acceptant de juger ce travail.



Nos remerciements s'adressent aussi à tous les membres de la SARL GIPATES de Bordj Bou Arreridj, particulièrement à mademoiselle BOULFERAKH SOUHILA, chef de laboratoire et son assistant Ali Ali pour sa gentillesse et sa générosité. Nous remercions également tous nos enseignants qui nous ont accompagnés durant notre formation, pour leur apport scientifique considérable. Sans oublier les étudiants de la promotion analyse et contrôle de qualité de l'année universitaire 2014 / 2015.



DEDICACE

Avant tout :

Louanges à Dieu, élément et miséricordieux pour nous avoir donné la force de mener à terme ce travail.

Je dédie cet humble travail à mes chers parents .Mon père pour son soutien, ses encouragements et ses conseils, à ma mère la lumière de ma vie pour son amour, sa tendresse et sa patience, que dieu les garde.

A mon encadreur madame MOHAMMEDI SALIHA pour son aide, ses orientations et ses conseils dans la rédaction de ce mémoire.

Je dédie aussi ce travail à mes sœurs : Sara, Dounia, Yasmina.

A ma grande famille, mes tantes et mes oncles et tous mes cousins et cousines.

A mes amis(e), HOUDA ; ZAHIRA , MOUNIA, RANDA, SARA, LINDA ,KENZA , ASMA ,WIDAD . Enfin, je dédie ce travail à toute personne qui m'aime et me respecte.



ASMA



DEDICASE

Je dédie ce mémoire à :

*A la mémoire de ma mère que j'ai tellement souhaité sa présence
en ces moments.*

A mon très cher père.

*A ma sœur l'être le plus cher et le plus précieux pour les sacrifices
qu'elle a fait pour moi.*

*A mes très cher frères HALIM et IMAD pour leur amour et
soutien.*

A ma grande –mère que j'aime beaucoup.

*A ma très chère tante DJAMILA et ses enfants SARA,
MAHMOUD.*

*A mes très chers oncles et ses adorables femmes et toutes mes
cousines et cousins pour leur soutien et leurs encouragements tout
le long de mes études.*

*A M^{elle} BOULFERAKH SOUHILAQUI m'a offert ses conseils,
son soutien, son amour, merci beaucoup*

A mes amis(e) : WIDAD, MOUNA et ASMA.

*Enfin, je dédie ce travail à toute personne qui m'aime et me
respecte.*

HANENE



Remerciement	
Dédicaces	
Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des abréviations	
Résumé	
Introduction	01

PARTIE I : Etude bibliographique

CHAPITRE I : Synthèse Bibliographique

I.1. Définition des pâtes alimentaires.....	02
I.2. Classification.....	02
I.2.1. Les pâtes extrudées.....	02
I.2.2. Les pâtes laminées.....	02
I.3. Les constituants de la pâte.....	02
I.3.1. La semoule.....	03
I.3.1.1. Les différentes semoules consommées en Algérie.....	03
I.3.1.2. Le rôle des constituants de la semoule en pastification.....	03
I.3.1.2. 1. Le rôle des protéines.....	03
I.3.1.2. 2. Le rôle des glucides et polysides.....	04
I.3.1.2. 3. Le rôle des lipides.....	04
I.3.2. L'eau.....	05
I.3.3. Les ingrédients facultatifs.....	05
I.4. Le processus de fabrication des pâtes alimentaires.....	05
I.4.1. L'épuration.....	06
I.4.2. l'hydratation et malaxage.....	06
I.4.3. Le pétrissage.....	07
I.4.4. Le formage.....	07
I.4.4.1. Le tréfilage (pâtes extrudées).....	07
I.4.4.2. Le laminage (pâtes laminées).....	08
I.4.5. Le séchage.....	08
I.4.5.1. Le pré séchage.....	08

I.4.5.2. Le dernier séchage.....	08
I.4.5.2.1. Séchoirs traditionnels.....	09
I.4.5.2.2 Séchoirs modernes.....	09
I.4.6. L’emballage.....	09
I.5. La qualité des pâtes.....	10
I.5.1.Aspects des pâtes alimentaires.....	10
I.5.1.1.La couleur.....	10
I.5.1.2.Nombre et origine des piqûres.....	11
I.5.1.3. Les gerçures.....	11
I.5.1.4.Aspect de surface.....	11
I.5.2. La qualité culinaire.....	11
I.5.3. La qualité hygiénique.....	12
I.5.4. La qualité nutritive.....	13

PARTIE II : Etude expérimentale

CHAPITRE II : Matériel et méthodes

II.1. L’objectif.....	15
II.2.Présentation de « GIPATES ».....	15
II.3.Matériel.....	15
II.3.1.La semoule de blé dur.....	15
II.3.2.L’eau de fabrication.....	16
II.3.3.Produit fini (pâte).....	16
II.3.4.Matériel non biologiques.....	16
II.4.Méthode de travail.....	16
II.4.1.Description de la chaine de production.....	16
II.4.2.Echantillonnage.....	17
II.5.Différentes analyses physicochimiques	18
II.5.1.Les matières premières.....	18
II.5.1.1.Les paramètres mesurés pour la semoule.....	18
II.5.1.1.1.La teneur en eau (Humidité).....	18
II.5.1.1.2.L’acidité grasse	19
II.5.1.1.3.Le taux des cendres	20

II.5.1.1.4.Taux d'affleurement (Granulométrie).....	21
II.5.1.1.5.Le dosage du gluten sec.....	22
II.5.1.2.Les paramètres mesurés pour l'eau.....	23
II.5.1.2.1.Le potentiel hydrogène (pH).....	23
II.5.1.2.2.La conductivité électrique.....	23
II.5.1.2.3.L'alcalinité.....	24
II.5.1.2.4.La dureté.....	25
II.5.1.3.Le produit fini.....	26
II.5.1.3.1.Teneur en eau (Humidité).....	26
II.5.1.3.2.La détermination de la teneur en protéines.....	26

CHAPITRE III : Résultats et discussions

III.1.Les matière premières.....	28
III.1.1.Les paramètres mesurés pour la semoule.....	28
III.1.1.1.La teneur en eau.....	28
III.1.1.2.L'acidité grasse.....	29
III.1.1.3.La teneur en cendres.....	30
III.1.1.4.Répartition granulométrique.....	31
III.1.1.5.La teneur en gluten.....	32
III.1.2.Les paramètres mesurés pour l'eau.....	32
III.1.2.1.Le potentiel hydrogène (pH).....	32
III.1.2.2.Conductivité électrique.....	34
III.1.2.3.L'alcalinité.....	35
III.1.2.4.La dureté.....	35
III.2.Le produit fini.....	36
III.2.1.La teneur en eau (Humidité).....	36
III.2.2.La teneur en protéine.....	38
Conclusion et perspectives.....	39

Références bibliographiques

Annexes

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Technique et expressions des résultats de l'alcalinité.....25

Tableau II : Les valeurs de TA et TAC.....35

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Processus de fabrication des pâtes alimentaires.....	06
Figure 2 : Les points de prélèvements des échantillons.....	17
Figure 3 : Méthode de détermination de la granulométrie.....	21
Figure 4 : Extraction et essorage manuel de gluten humide.....	22
Figure 5 : Taux d'humidité de la semoule.....	28
Figure 6 : Taux d'acidité graisse de la semoule.....	29
Figure 7 : Taux de cendre de la semoule.....	30
Figure 8 : Granulométrie des semoules en pourcentage massique.....	31
Figure 9 : Taux de gluten sec de la semoule.....	32
Figure 10 : Variation de potentiel hydrogène.....	33
Figure 11 : Résultat de la conductivité électrique.....	34
Figure 12 : Variation de titre hydrotimétrique.....	35
Figure 13 : Résultats de l'humidité de la première retante.....	36
Figure 14 : Résultats de l'humidité de la deuxième retante.....	37
Figure 15 : Résultats de l'humidité de la sortie.....	37
Figure 16 : Teneur en protéine des pâtes.....	38

LISTE DES ABREVIATIONS

MS	Matière Sèche
N	Normalité
H%	Humidité
AG	Acidité Grasse
GS	Gluten sec
TC	Taux de Cendres
pH	Potentiel hydrogène
TA	Titre Alcalimétrique
TAC	Titre Alcalimétrique Complet
TH	Titre Hydrotimétrique
N%	Teneur en azote totale
P%	Teneur en protéine
EDTA	Ethylène Diamine Tétra Acétique
NACL	Chlorure de Sodium
JORADP	Journal Officiel de la République Algérienne Démocratique et Populaire
AFNOR	Association Française de Normalisation
ISO	International Organization for Standardization
THT	Très Haut Température
HT	Haute Température
P.E	Prise d'Essai
TMM	Teneur en Matières Minérales

Résumé

La semoule est l'un des plus importants produits alimentaires, il est l'aliment de base de la majorité des peuples du monde car il contient de nombreux éléments nutritionnels (protéines, carbohydrates, les vitamines etc....).

Par ailleurs l'eau est un enjeu majeur qu'elle fasse partie intégrante du procédé général (composition des pâtes alimentaires, séchage, les opérations de nettoyage...) donc elle doit satisfaire aux critères de potabilité pour assurer la protection du consommateur.

Ce travail a été réalisé au laboratoire d'autocontrôle de l'unité de production des pâtes alimentaires SARL GIPATES dans le but de contrôler la qualité et sa conformité aux normes. Des analyses de certains paramètres physicochimiques des matières premières (semoule et l'eau) et des produits finis ont été effectuées.

Les résultats des analyses physico-chimiques au niveau de l'unité GIPATES obtenus sont globalement conformes aux normes Algériennes.

Mots clés : Pâte, Semoule, Eau, Contrôle de qualité, Analyse physicochimique.

الملخص

يعتبر الدقيق من أهم المواد الغذائية الأكثر استهلاكاً في العالم، فهو الغذاء الرئيسي لمعظم الشعوب لأنه يحتوي على العديد من العناصر الغذائية (بروتينات، كربوهيدرات، فيتامينات.....).

إن الماء هو العنصر الأساسي في نظامنا الغذائي حيث يدخل كمادة أولية في تحضير المواد الغذائية نذكر على سبيل المثال العجائن الغذائية، وهذا ما يتطلب أن يكون ذو جودة ونوعية عالية لضمان حماية المستهلك.

يهدف هذا العمل إلى مراقبة نوعية وجودة عجائن بن حمادي الغذائية ومدى مطابقتها للمعايير الدولية والمحلية ولهذا الغرض قمنا بإجراء بعض التحاليل الفيزيوكيميائية على المواد الأولية (سميد و ماء) التي تدخل في تحضيرها وكذا على المنتج النهائي وذلك على مستوى مخبر الوحدة جيبات GIPATES .

نتائج التحاليل الفيزيوكيميائية التي حصلنا عليها في عمومها مطابقة للمعايير المعتمدة في الجزائر.

الكلمات المفتاحية: العجائن الغذائية، الدقيق، الماء، مراقبة نوعية، التحاليل الفيزيوكيميائية.

Introduction

La filière céréalière constitue une des principales filières de la production agricole dans l'histoire de l'industrie Alimentaire (DJERMOUN, 2009) dont le blé occupe actuellement la première place dans la production mondiale des céréalières (environ 40 %) face à la forte demande consécutive à l'augmentation de la population et à la régression des productions suite aux changements climatiques et aux sécheresses sévères et présente une importance nutritionnelle et économique considérable (CHARDOUH, 1999).

Les céréales et leurs dérivés (semoule, pâte, couscous, pain,) constituent l'épine dorsale du système alimentaire algérien. Ils fournissent plus de 60 % de l'apport calorique de la ration alimentaire nationale (BEN BELKACEM *et al.* , 1995).

Les « pâtes alimentaires » ou les « pâtes » est un terme général pour un grand nombre de produits fabriqués à base de pâte sans fermentation, elles sont essentiellement constituées de semoule de blé dur ou de farine de blé tendre aux quelles l'eau est ajoutée et soumises à des transformations mécaniques telles que le mélange, le pétrissage, l'extrusion et le séchage. Elles sont universellement consommées en raison de la simplicité de leur fabrication, leur facilité de transport, leur excellente aptitude à la conservation et au stockage, leur bonne qualité nutritionnelle et hygiénique, la diversité des modes de préparations sont autant d'atouts qui favorisent leur utilisation et leur consommation (PETITOT *et al.*, 2009).

Pour répondre à l'attente du consommateur ; un bon attrait gustatif et de texture, de bonne qualité nutritionnelle et d'usage, il est nécessaire de suivre de près toutes les étapes du procédé de fabrication.

C'est dans cette optique ce présent travail à travers quelques analyses physicochimiques réalisées sur les matières premières (semoule et eau) et du produit fini au niveau de GIPATES -Bordj Bou Arréridj pour estimer la qualité et la conformité.

Ce manuscrit est structuré en deux parties :

- ✓ Une synthèse bibliographique sur les pâtes alimentaires, la technologie de leur fabrication ainsi que les critères de la qualité.
- ✓ Une étude expérimentale où sont présentés le matériel et les méthodes utilisés, les résultats ainsi que leurs interprétations.

PARTIE I

Etude bibliographique

Chapitre I

Synthèse bibliographique

I.1.Définition des pâtes alimentaires

Les pâtes alimentaires peuvent être décrites comme des produits culinaires prêts à l'emploi, préparées par pétrissage sans fermentation de semoule de blé dur additionnée d'eau potable et éventuellement d'œufs (140 à 350 g d'œufs frais par kg de semoule), et soumis à des traitements physiques appropriés tels que le tréfilage, le laminage et le séchage, ce qui leurs donnent l'aspect souhaité par les usagers. L'ajout de gluten, des légumes et des aromates est également autorisé (FEILLET, 2000).

I.2.Classification

Selon BOUDREAU et MENARD (1992), les pâtes alimentaires se présentent sous des formes très variées. Cependant, on peut les classer en deux catégories bien distinctes suivant les machines dont elles sont issues : les pâtes extrudées et les pâtes laminées.

I.2.1. Les pâtes extrudées

Elles sont des pâtes préparées à l'aide de presses munies de filières qui forment les pâtes longues dont la longueur en état non cuit est d'environ 25 cm comme les macaronis et les spaghettis ainsi que les pâtes coupées ou courtes dont la longueur maximale est de 6 à 8 cm comme les bagues, les coudes divers et certaines pâtes à potage.

I.2.2. Les pâtes laminées

Quant à elles sont préalablement fabriquées par des presses munies d'une filière à fente ou par des malaxeurs spéciaux capables de produire des pâtes sous forme de feuilles. Entrent dans cette catégorie des pâtes à potage, des pâtes en ruban, des pâtes à farcir et autres pâtes.

I.3. Les constituants de la pâte

Les pâtes alimentaires sont probablement le produit alimentaire le plus naturel et ceci est dû à ses ingrédients et ses méthodes de production. Les ingrédients de base sont la semoule de blé dur ou la farine de blé tendre et de l'eau.

I.3.1. la semoule

Il est possible de fabriquer des pâtes à partir des trois espèces commerciales de blé (dur, tendre vitreux et tendre). Il est cependant reconnu que la semoule de blé dur constitue la matière première de choix pour préparer les pâtes alimentaires (BOUDREAU et MENARD., 1992), en raison de sa teneur en gluten ce qui donne une pâte mieux résistante à la cuisson, plus ferme et peu collante (FORTIN, 1999), de sa dureté, sa couleur unique et sa saveur (PETITOT *et al.* , 2009).

Dans les pays où l'on n'est pas tenu d'utiliser la semoule de blé dur pour préparer des pâtes alimentaires, la matière première servant à la fabrication peut être de blé tendre vitreux ou du blé tendre ou les deux selon les ressources et les habitudes alimentaires.

I.3.1.1. Les différentes semoules consommées en Algérie

Selon BENBELKACEM et al(1995), On distingue principalement trois catégories de semoules qui sont les plus consommées en Algérie :

- **Semoule SE** : appelée aussi semoule extra, ses particules sont fines. Elle est orientée vers la fabrication des pâtes alimentaires industrielles.
- **Semoule SM** : appelée semoule moyenne. Elle est généralement vendue en l'état pour l'utilisation ménagère (couscous, galette, biscuits, crêpes, etc.) et pour la fabrication du couscous industriel de type moyen.
- **Semoule SG** : la semoule grosse est destinée essentiellement à la fabrication du couscous de type gros.

I.3.1.2. Le rôle des constituants de la semoule en pastification**I.3.1.2. 1. Le Rôle des protéines**

Les gliadines et les gluténines forment le réseau de gluten dont le comportement affecte considérablement les propriétés rhéologiques des pâtes (BLOKSMA, 1990). Très extensibles quand elles sont hydratées, les gliadines confèrent à la pâte son extensibilité, sa viscosité et sa plasticité. La ténacité et l'élasticité de la pâte s'expliquent par les propriétés très particulières des gluténines pour maintenir les granules d'amidons gélatinisés au cours de la cuisson (WRIGLEY *et al.*, 2006).

Des études ont montré qu'il y a une forte corrélation entre le rapport des gluténines /gliadines et la force de la pâte (WASIK et BUSHUK., 1975 ; DEXTER et MASTUO., 1978). Les propriétés fonctionnelles du gluten lui permettent au cours de la pastification, de former un réseau tridimensionnel imperméable, la quantité de gluten et la qualité de ses protéines sont des facteurs prédéterminant de la valeur pastière de la semoule et de la texture de la pâte (FEILLET, 2000).

D'autre part, la teneur en protéines affecte considérablement la qualité culinaire des pâtes produites. La matrice de protéines tient les granules d'amidon pendant la cuisson pour diminuer les pertes à la cuisson et par conséquent diminué la viscosité (DEXTER *et al.*, 1983).

I.3.1.2. 2.Le rôle des glucides et polyosides

L'amidon et ses composants interviennent de différentes manières au cours de la fabrication des pâtes :

- C'est un fixateur d'eau : l'amidon absorbe environ 45 % de l'eau ajoutée à la semoule, variable selon le degré d'endommagement des granules et sa capacité à former des liaisons non covalentes avec les protéines, l'amidon contribue de manière active à la formation de la pâte ((FEILLET, 2000).
- Les carbohydrates solubles comme l'amylose exsudé à partir des granules d'amidon au cours de la cuisson peuvent être responsable de la viscosité des pâtes (GRANT *et al.*, 1993).

Egalement la teneur en amylose influence les propriétés d'élasticité et d'extensibilité de la pâte qui traduit les modifications et le comportement à la cuisson ; ainsi avec l'augmentation de niveau d'amylose, la pâte a des grandeurs d'extensibilité et d'élasticité réduits, et donc une tendance à l'augmentation de la fermeté de la pâte (HUNG *et al.*, 2005).

I.3.1.2. 3.Le rôle des lipides

Bien que leur teneur dans les semoules ne dépasse pas 2 à 3 %, les lipides jouent un rôle important en pastification, du moins ceux qui ne sont pas liés à l'amidon. Les lipides constituent un facteur déterminant de la couleur de la pâte (SISSONS, 2008).

Au cours de l'étape de malaxage de la pâte, les lipides libres interagissent avec les composants de la semoule essentiellement les protéines ce qui conduit à l'amélioration de la force du gluten (CHUNG, 1986).

I.3.2. L'eau

L'eau de fabrication doit être exempte de matière organique et laisser, après évaporation, un résidu inférieur à 400 ou 500 milligrammes de matières minérales par litre. L'utilisation d'une eau de faible dureté est recommandée. De plus, l'eau doit être tiède et de température ne doit jamais dépasser 35 C ° et uniforme tout au long du malaxage, notamment en hiver où la semoule est stockée à l'extérieur (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.3.3. Les ingrédients facultatifs

Outre la semoule, la farina, la farine et l'eau, d'autres ingrédients peuvent être utilisés dans la préparation des pâtes alimentaires pour changer :

- La composition tels que les œufs entiers, les blancs d'œufs, les légumes, le germe de blé, les fibres végétales, les légumineusesetc;
- Le goût (les aromates et le sel) ;
- L'aspect (matières colorantes tel que les épinards et tomates) ou la tenue des pâtes à la cuisson (agents tensioactifs).

Indépendamment de l'amélioration de la valeur nutritionnelle, l'incorporation d'œufs peut améliorer l'aspect et la qualité culinaire de la pâte sèche. Néanmoins elle nécessite un contrôle bactériologique et l'installation d'une chambre ou de réservoirs réfrigérés pour minimiser le risque de développement de salmonelles (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4. Le processus de fabrication des pâtes alimentaires

Les étapes préalables à la fabrication des pâtes incluent la réception de la semoule à l'usine, le stockage en silos où la température extérieure et celle du produit sont rigoureusement surveillées afin d'éviter la condensation de l'eau à l'intérieur du silo, le dosage de la semoule selon le volume ou la masse, le mélange (dans le cas de semoule et de farina) et le transport jusqu' à l'emplacement de fabrication.

La pastification comprend un certain nombre d'opérations successives (voir figure N° 1) dont l'épuration de la semoule, le malaxage et la désaération, pétrissage, formage (tréfilage ou laminage), le séchage et l'emballage (BOUDREAU et MENARD., 1992).

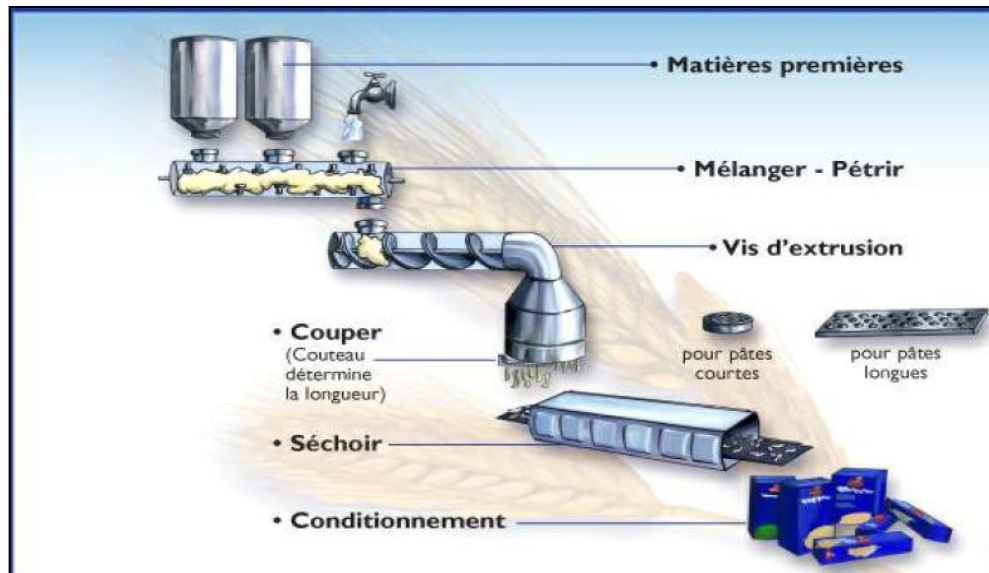


Figure 1 : Processus de fabrication des pâtes alimentaires (MICARD et al., 2009).

I.4.1. L'épuration

Avant la mise en œuvre, il est nécessaire de procéder à une dernière épuration de la semoule afin de la débarrasser des poussières de la farine et de quelques impuretés qu'elle peut encore contenir (petits éclats de bois, morceaux d'étiquettes, petits grumeaux constitués de granules de semoule, larves d'insectes...etc.). L'élimination de ces corps étrangers est d'une extrême importance, car leur présence est susceptible d'occasionner des défauts de fabrication. Cette opération est généralement effectuée par le tamisage (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.2 .L'hydratation et malaxage

La première étape consiste à pulvériser d'environ 25 à 34 kg de l'eau sur 100 kg de la semoule, de manière à ce que la teneur en eau final soit voisine de 44 à 49 % de la matière sèche. Cette quantité d'eau compte tenu de l'humidité initiale de la semoule qui se situe généralement aux environs de 14 % (ABECASSIS et al., 1994). Le mélange des constituants de la pâte s'effectue dans un malaxeur qui tourne à 120 tours /min pendant 20 minutes (PETITOT et al.,2010) à l'aide d'un doseur et d'un distributeur automatiques pour assurer la

régularité de l'alimentation en eau et en semoule. Contrairement au pétrissage, le malaxage ne développe pas la pâte (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.3. Le pétrissage

Afin d'obtenir une pâte homogène ; la quantité d'eau est reprise par toutes les particules de la semoule, il faut pétrir d'une façon continue pendant 15 à 20 minutes. L'eau doit être absorbée à l'intérieur de la semoule.

A la fin du pétrin, la pâte est guidée vers la vis d'extrusion (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.4. Le formage

Le façonnage de la pâte est assuré soit sous l'effet de laminage, soit par le principe d'extrusion le plus couramment utilisé.

I.4.4.1. Le tréfilage (pâtes extrudées)

Après pétrissage, la pâte est poussée à travers une chambre à vide pour éviter que l'air soit extrudé dans la pâte et pour prévenir l'oxydation des pigments caroténoïdes et phénoliques des acides gras.

La pâte est poussée dans la vis d'Archimède pour être acheminer au moule. Les moules déterminent uniquement la forme et l'aspect, et non pas la longueur. Les trous dans les moules sont faits avec du téflon, de telle façon que les pâtes ont une surface bien lisse (BOUDREAU et MENARD., 1992). Ceci se fasse avec une pression entre 80 et 140 bars (PETITOT et al., 2009).

La température d'extrusion ne doit pas atteindre plus de 40°C, car à cette température la structure protéique sera trop compacte et à plus de 40°C risque de gélatinisation de l'amidon (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.4.2. Le laminage (pâtes laminées)

Dans le processus de laminage, la pâte est pétrie et laminée en feuille entre deux cylindres rotatifs jusqu'à ce que la feuille atteigne l'épaisseur désirée. La feuille est ensuite coupée en brins de largeur et de longueur souhaitée.

Les deux techniques utilisées sont différentes au niveau de l'énergie mécanique dont elle employée pour le formage de la pâte (ABECASSIS *et al.*, 1994). L'énergie transférée à la pâte est plus élevée avec le procédé d'extrusion qu'à celui de laminage et une partie de celle-ci est dissipée sous forme de chaleur. En outre, lors de l'extrusion, la pâte est soumise à un stress de cisaillement alors pendant le laminage, un stress élongationnel a été appliqué. Ces différences de ces paramètres (le stress, la chaleur et la pression) peuvent entraîner la formation des pâtes de structures différentes (PETITOT *et al.*, 2010).

I.4.5. Le séchage

Les pâtes justement pressées ont un taux d'humidité de 29 à 31 %. Elles doivent être séchées à un taux d'humidité de 12,5 % maximum. Puisque c'est à partir de ce taux-là que les pâtes alimentaires sont parfaitement conservables (BOUDREAU et MENARD., 1992).

Le séchage des pâtes alimentaires se fait immédiatement après les opérations de malaxage et d'extrusion. C'est l'opération la plus importante et certainement la plus délicate de la fabrication, et comprend deux phases : le pré séchage et le séchage final. Le séchage stabilise les qualités de la matière première et du traitement mécanique précédent. Il ne doit altérer ni la forme, ni l'aspect de la pâte (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.5.1. Le pré séchage

L'opération doit se faire en faisant circuler de l'air chaud (55 °C à 75°C) dans un temps varie avec le format de la pâte, mais reste généralement compris dans les limites d'une heure pour les pâtes coupées et estampées et à deux heures demie pour les pâtes longues) (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.5.2. Le dernier séchage

Les pastières utilisent deux sortes de séchoirs ; les séchoirs traditionnels et les séchoirs modernes :

I.4.5.2.1. Séchoirs traditionnels

La dernière phase du séchage doit amener graduellement la pâte longue (17 % d'humidité) et les pâtes coupées et estampées (21% d'humidité) à un taux normal d'humidité de 12.5%. Cette opération délicate est faite de manière à maintenir pendant le séchage un écart uniforme du gradient d'humidité entre les parties périphériques et internes de la pâte (BOUDREAU et MENARD., 1992).

Les températures usuelles varient de 35°C à 55°C, elle doit être suffisamment basse pour éviter la dénaturation des protéines et la gélatinisation de l'amidon. La durée de séchage requise pour les pâtes longues varie de 12 à 15 heures et pour les pâtes coupées et estampées, de 5 à 10 heures (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.4.5.2.2 .Séchoirs modernes

Pour réduire la durée du séchage et les couts énergétique, les grandes sociétés de fabrication de pâtes alimentaires préfèrent les séchoirs à température élevée et à temps de séchage court" haute température" (H.T), entre 70°C et 90°C, et " très haut température"(T.H.T), entre 95 °C et 105°C.

Ces nouveaux séchoirs offrent les avantages d'améliorer la couleur et la tenue de la pâte à la cuisson, d'occuper moins d'espace à l'usine, d'augmenter la capacité de production et de réduire les coûts d'énergie, mais l'inconvénient en ce qui concerne la nutrition est qu'ils diminuent la disponibilité de la lysine de manière plus accentuée que les séchoirs traditionnels (MIGLIORI et *al.*, 2005).

I.4.6. L'emballage

Une fois refroidies à une température de 25° C et après un contrôle de qualité, les pâtes sèches passent par des cellules de stockage munies de tapis roulants sur lesquels celles-ci circulant lentement où équipées de fonds vibrants qui assurent le dosage à la sortie. Les pâtes sont acheminées vers des balances électroniques ou des remplisseuses volumétriques, puis elles sont réparties en portions pour les emballées avec soin dans des feuilles de polypropylène, dans des boîtes pliantes ou sous cellophane (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.5. La qualité des pâtes

La qualité des pâtes alimentaires dépend essentiellement de celle des semoules ou farina employées ; la qualité technologique d'une semoule pour la fabrication des pâtes alimentaires est définie par son aptitude à donner des produits finis dont l'aspect et la qualité culinaire répondent aux désirs des consommateurs, ces deux caractéristiques sont influencées par la composition chimique et la granulométrie de la semoule. Ainsi que de l'eau ayant servi au malaxage ; des eaux de faible dureté sont recommandées pour une meilleure couleur de pâte. Mais la qualité est tributaire également des soins apportés dans la fabrication et, notamment, au séchage et à la conservation ; les bonnes pâtes doivent être bien sèches, la teneur maximal en humidité ne doit pas dépasser 12 ou 13%. Leurs caractéristiques culinaires, hygiéniques et nutritionnelles doivent être considérées (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.5.1.Aspects des pâtes alimentaires

Il est déterminé principalement par quatre groupes de facteurs (FEILLET et *al.*, 2000) :

I.5.1. 1.La couleur

L'indice de jaune est assez stable pour une variété donnée. Le «jaune» est fortement influencé par la richesse en pigments lipidiques de type caroténoïdes, mais le dosage de ces pigments est insuffisant pour préjuger l'intensité du «jaune» des pâtes alimentaires.

En effet, la lipoxygénase présente dans les semoules avec l'oxygène éventuellement disponible en cours de fabrication, provoquent en partie leur décoloration. Les conditions de pastification (empattage, pressage sous vide, conditions de séchage) peuvent donc ralentir ou accélérer ces réactions d'oxydation.

Les facteurs responsables de la couleur brune peuvent avoir deux origines principales :

- D'une part, pour une même variété, le brunissement est d'autant plus important que sa teneur en protéines est élevée, un excès d'azote en culture peut donc être préjudiciable. La présence de l'albumine, protéine naturellement colorée apparaîtrait comme un facteur complémentaire.
- D'autre part la présence de polyphénol oxydases exerce une influence très importante sur les réactions de brunissement enzymatiques.

L'indice de brun augmente avec le pourcentage d'extraction en semoules jusqu'à un maximum. Des températures élevées en début de séchage réduisent cette activité enzymatique et permettent de diminuer l'indice de brun.

I.5.1.2. Nombre et origine des piqûres

Les piqûres blanches proviennent d'un malaxage insuffisant des semoules, d'un mauvais fonctionnement du système de désaération ou de la présence de blés mitadinés dans la cellule de mélange à la semoulerie.

Les piqûres brunes témoignent d'une purification insuffisante des semoules au cours de la mouture et de la présence de particules de son par des sasseurs mal réglés ou elles sont causées par un mauvais conditionnement du blé.

Les piqûres noires proviennent de grains mouchetés ou de graines étrangères fortement colorées.

I.5.1.3. Les gerçures

Ce sont des fêlures qui apparaissent en surface et à l'intérieur de la pâte de façon instantanée pendant le séchage ou différée pendant le stockage. Même si la qualité des blés peut intervenir sur ce défaut, ces phénomènes sont le résultat principalement des effets des tensions trop fortes provoquées par une mauvaise conduite du séchage, et ayant pour conséquences des cassures à l'emballage et une moins bonne tenue à la cuisson.

I.5.1.4. Aspect de surface

L'aspect lisse et brillant recherché est principalement lié à la nature des filières des moules de la presse on téflon ou en bronze plus ou moins usagé.

I.5.2. La qualité culinaire

Selon FEILLET(2000), Dans son acception la plus large, la qualité culinaire des pâtes alimentaires intègre l'ensemble des caractéristiques suivantes :

- Les temps minimal, optimal et maximal de cuisson, qui correspondent respectivement au temps à partir duquel l'amidon est gélatinisé, au temps nécessaire pour donner à la

pâte la texture recherchée et au temps au-delà duquel les produits se désintègrent dans l'eau de cuisson ;

- L'absorption d'eau (ou le gonflement) pendant la cuisson, caractéristique aisément mesurée en déterminant le poids des pâtes avant et après cuisson. D'une manière générale, 100 grammes de pâte sèche fixent 160 à 180 grammes d'eau ;
- La texture des produits cuits, qui rend compte de la fermeté et de la masticabilité des pâtes après cuisson, et que l'on peut déterminer par des mesures à caractère rhéologique (fermeté, viscoélasticité) ;
- L'arôme et le goût.

La cuisson d'une pâte alimentaire à la maison vise à amener ses constituants (amidon et gluten) à la température désirée, c'est-à-dire à gélatiniser l'amidon pour le rendre digestible et à modifier la texture des pâtes de manière à leur donner les caractéristiques souhaitées par le consommateur (LUCISANO *et al.*, 2012).

L'état de cuisson doit être *al dente*, c'est-à-dire que les pâtes doivent résister légèrement sous la dent. La texture des produits cuits, qui rend compte de la fermeté et de la masticabilité des pâtes après cuisson, dépend principalement de teneur en protéines et de la viscoélasticité du gluten ; plus celles-ci sont élevées, plus les pâtes sont fermes pour un temps donné de cuisson (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.5.3. La qualité hygiénique

La qualité microbienne des pâtes alimentaires ne suscite pas des difficultés. Cependant, la possibilité d'une contamination ne doit pas être sous-estimée. Il existe un risque non négligeable de présence de salmonelles et de staphylocoque, notamment dans les pâtes aux œufs, même si ces derniers sont ajoutés à l'état de poudre. La présence de mycotoxines et de résidus de produits phytosanitaires peut être une autre source de toxicité.

Des impuretés (poils de rongeurs, débris d'insectes) peuvent être présentes dans les semoules et peuvent se retrouver dans les pâtes. Il est quasi impossible de garantir l'absence totale de cette matière étrangère inoffensive, car les opérations de mouture reposent sur des moyens physiques de séparation constitués essentiellement de système de tamisage appliquant les principes de la gravité, de la densité, de la forme et de la grosseur des produits finis.

Par ailleurs, un grand effort a été fait par l'ensemble des fabricants pour améliorer la qualité hygiénique de leurs équipements qui sont le plus souvent en acier inoxydable et le mode de construction des machines à malaxage et à extrusion permet un nettoyage relativement aisé (BOUDREAU et MENARD., 1992).

I.5.4. La qualité nutritive

Selon FEILLET(2000), l'appréciation de la qualité nutritionnelle des pâtes alimentaires doit tenir compte des éléments suivants :

- Une assiette bien remplie des pâtes cuites est l'équivalent de 60 à 70 g de pâtes crues ;
- Au cours de la cuisson, les pâtes absorbent près de deux fois leurs poids d'eau et perdent de 6 à 10% de matière sèche dans les eaux de cuisson ;
- Les pâtes alimentaires sont rarement consommées en nature. On y ajoute souvent des matières grasses (beurre) et parfois du fromage et de la viande hachée ;
- Dans certains pays, les pâtes aux œufs sont les plus consommées. Elles peuvent contenir cinq ou six œufs par kilogramme de semoule, ce qui modifie profondément leur valeur nutritionnelle.

Selon FORTIN(1999), les pâtes alimentaires sont de bonnes sources d'énergie et de protéines, et elles sont peu grasses ; une ration (60 à 70g de pâte crue) satisfait près de 10% des besoins journaliers en calories, soit l'équivalent de la consommation de 100g de pain.

L'apport protéique est loin d'être négligeable ; puisque 100 g de pâtes contiennent de 10 à 12 g de protéines et cette valeur passe de 12 à 14 g dans le cas des pâtes aux œufs. Comme pour les autres produits céréaliers, ces protéines sont déficientes en acides aminés indispensables, en lysine notamment.

Compte tenu de ce que la plus grande part de matières minérales et vitamines du grain est concentrée dans les parties périphériques (péricarpe, couche à aleurone) et que celle-ci sont séparées des semoules au cours de la mouture, la teneur des pâtes alimentaires en ces constituants est particulièrement basse.

Les glucides présents sont surtout sous forme de glucides complexes faciles à digérer, leur action s'étend sur une période relativement longue et ils produisent une sensation de satiété. Ces particularités expliquent pourquoi les pâtes alimentaires sont recommandées aux personnes qui ont besoin d'énergie à long terme, comme les sportifs de compétition d'endurance.

Partie II

Etude expérimentale

Chapitre II
Matériel et méthodes

II.1. L'objectif

Notre étude consiste à évaluer la qualité des pâtes alimentaires « Extra » et les matières premières (la semoule et l'eau) au sein de laboratoire du contrôle qualité GIPATES (Groupe Ben Hamadi) et au niveau de laboratoire de biochimie de l'université de Bordj Bou Arreridj à travers des analyses de quelques paramètres physicochimie.

II.2. Présentation de « GIPATES »

SARL « GIPATES » (groupe Ben Hamadi) - Bordj Bou Arreridj créée en janvier 2001, est spécialisé principalement dans la production des pâtes alimentaires sèches et du couscous. Dans le cadre d'une démarche de gestion de la qualité, afin d'assurer la sécurité et la qualité de ses produits, GIPATES est équipé d'un laboratoire d'auto contrôle pour faire en sorte que, à toutes les étapes depuis les matières premières jusqu'au produits finis répondent aux :

- Prescriptions réglementaires relatives à la sécurité alimentaire
- Prescriptions réglementaires relatives à la qualité des produits

Ces missions principales sont:

- Réalisation régulière et systématique des analyses physico-chimiques pour vérifier les critères liés à la qualité;
- Transmission des résultats d'analyse aux spécialistes de production.

II.3. Matériel

Au cours de la réalisation de notre étude au niveau de laboratoire de GIPATES, nous avons utilisé :

II.3.1. La semoule de blé dur

Les analyses apportées sur des échantillons de semoule fine supérieure issue de blé dur dont nous ignorons les variétés. Cette semoule est issue de la mouture du mois de Mars et du mois d'Avril 2015 de la semoulerie GERBIOR (BEN HAMMADI, Bordj Bou-Arreridj).

Les échantillons sont conditionnés dans des sacs en fibres synthétiques de 25 kg et conservés à la température ambiante dans un endroit sec.

II.3.2.L'eau de fabrication

L'eau utilisée pour la fabrication des pâtes alimentaires est une eau osmosée de pH =6.5 -8.5.

II.3.3.Produit fini (pâte)

Les analyses ont été réalisées sur les différentes variétés de pâtes courtes produites.

II.3.4.Autres Matériels

L'ensemble des matériels et des réactifs pour les différents paramètres physico-chimiques et biochimiques sont présentés en détail en annexe N°2.

II.4.Méthode de travail

II.4.1.Description de la chaine de production

Les pâtes alimentaires de GIPATES font partie des pâtes courtes produites à partir d'une semoule fine fournie par la semoulerie GERBIOR filiale du même groupe ; dès sa réception, la semoule doit subir plusieurs tests physicochimiques, et de l'eau subit un traitement en deux lignes de distribution :

- La 1^e ligne est destinée à la production (eau de *procès*) subit un adoucissement puis une filtration par osmoseur pour atteindre la chaine de production des pâtes ;
- La 2^e ligne est destinée à la stabilisation du *procès* (eau d'alimentation) passe par l'adoucisseur puis la chaudière pour augmenter sa température afin de l'utilisée dans le séchage des pâtes.

Ces matières premières sont ensuite alimentées selon un dosage bien précis afin de maintenir un débit constant et d'obtenir une pâte homogène. Une presse comportant un système de mélange-pétrissage suivi d'une monovis de compression permet de donner la forme voulue à travers d'un moule puis couper les pâtes à la bonne longueur.

Les pâtes humides sont pré-séchées afin d'éviter le collage et la déformation. Cette opération est réalisée au sein d'un appareil à châssis vibrant, qui permet de « croûter » la surface du produit ce qui présente la première *rotante*(R1). Ensuite elles sont transportées et

séchées au sein de séchoirs rotatifs spéciales permettent de sécher les pâtes à THT (105 C°) ce qui présente la deuxième *rotante*(R2).

Après le séchage, les pâtes sèches sont refroidies au sein d'un refroidisseur vibrant qui présente la sortie(S) avant d'être stockées où directement emballées.

II.4.2. Echantillonnage

Plusieurs prélèvements dans différents points (Figure N°2) ont été réalisés sur les matières premières utilisées et le produit fini obtenu qui se résument comme suit:

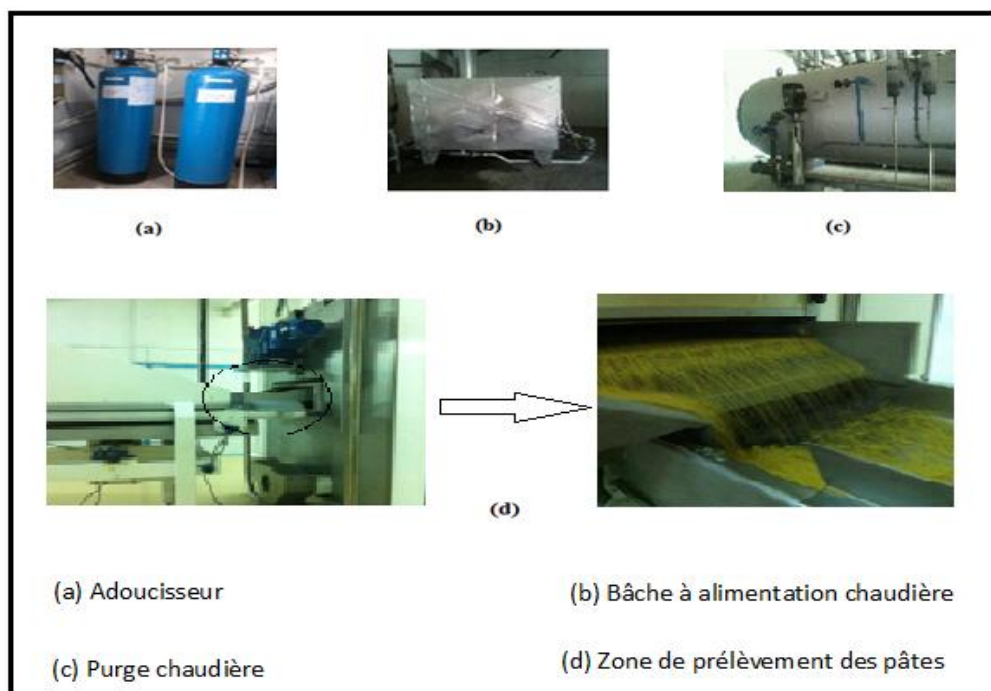


Figure 2 : Les points de prélèvements des échantillons (photo).

De la Semoule :

L'ensemble des prélèvements élémentaires de semoule d'un même lot à partir des sacs de 25 kg réunis et mélangés dans des boîtes à couvercle (quantité suffisante pour analyse).

De l'eau :

Les échantillons d'eau provenant de différents points de système de traitement : après adoucisseur (production et chaudière), bêche à alimentation chaudière et la purge de la chaudière. Les prélèvements des échantillons ont été mis dans des flacons en verre de 250 ml puis acheminés au laboratoire pour analyse.

De la Pâte :

Les prélèvements durant différentes étapes de la chaîne de fabrication ont été effectués à savoir le séchage : un échantillon après le pré séchage (R1), un échantillon après le séchage final (R2) et un échantillon à la sortie (S) après refroidissement et avant conditionnement, ces prélèvements sont orientés vers le laboratoire dans des boîtes étanches en évitant le contact des mains avec le produit pour écarter toute modification de la teneur en eau.

II.5. Différentes analyses physico-chimiques

Tous les paramètres analysés sont réalisés en triplicata.

II.5.1. Les matières premières

II.5.1.1. Les paramètres mesurés de la semoule

II.5.1.1.1. La teneur en eau (Humidité) (Selon le journal officiel N°08/2013)

L'humidité (H) est la perte de masse exprimée en pourcentage, subie par le produit dans les conditions spécifiées dans la présente méthode.

Principe et technique

Elle est déterminée par dessiccation dans une étuve avec circulation d'air à une température de 130-133°C pendant 90min. Pour chaque échantillon étuvé, on pèse $5 \text{ g} \pm 1 \text{ mg}$ de chaque produit jusqu'au poids constant.

Expression du résultat

La teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse, du produit tel quel est donnée par la formule suivante :

$$H \% = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Où :

m_0 : la masse, en grammes, de la capsule et de son couvercle ;

m_1 : la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai avant séchage ;

m_2 : la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai après séchage.

II.5.1.1.2.L'acidité grasse (selon Journal officiel N°35/2013)

L'acidité grasse (AG) est l'expression conventionnelle des acides gras libres, extrait dans les conditions qui suivront. Elle est exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100g de matière sèche.

Principe et technique

La mise en solution des acides dans l'éthanol à 95% (v/v) à la température du laboratoire, centrifugation et titrage d'une partie aliquote de la solution surnageant par l'hydroxyde de sodium de 0.05N, en présence de l'indicateur colorée phénolphtaléine jusqu'au virage au rose pâle persistant quelque secondes.

Expression des résultats

L'acidité est exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche :

$$AG = \frac{7.35 \times (V_1 - V_2) \times T}{m} \times \frac{100}{100 - H}$$

Où :

7,35 : constante de conversion

V₁ : le volume, en mil litres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour la détermination.

V₂ : le volume, en mil litres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour l'essai à blanc.

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

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

H : la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai.

II.5.1.1.3. Le taux des cendres (Selon le journal officiel N°35/2013)

Le taux de cendre (TC) est la matière minérale présente dans le produit obtenu après incinération à 900°C.

Principe et technique

Incinération d'une prise d'essai à 10 mg près de 5g de la semoule mise dans des nacelles dans une atmosphère oxydante (four à moufle) à une température de 900°C jusqu'à combustion complète de la matière organique pendant environ 3 heures et pesée du résidu obtenu.

Expression du résultat

Ce résultat est rapporté à la matière sèche par la formule suivante :

$$TC = \frac{m_2 - m_0}{m_1} \times 100 \times \frac{100}{100 - H}$$

Où :

m_0 : masse en gr de la nacelle vide

m_1 : masse en gr de la P.E

m_2 : masse en gr de la nacelle plus le résidu d'incinération

H : Teneur en eau de l'échantillon analysé exprimé en(%).

II.5.1.1.4.Taux d'affleurement (Granulométrie)

Taux d'affleurement est la quantité de semoule refusée par un tamis dont l'ouverture de maille est choisie en fonction de la finesse du produit à considérer.

Principe

La détermination de la taille et les dimensions des particules et leurs homogénéités par simple tamisage.

Technique

Un échantillon de 100 g de semoule est déposé au sommet d'un plansichter de laboratoire pendant 5 min. Le tamisage de la semoule est réalisé par des tamis dont les ouvertures des mailles sont de 710 μ m, 560 μ m, 500 μ m, 355 μ m, 250 μ m, 140 μ m. Les retenues sur chacun des tamis sont ensuite pesées (Figure N°3).



Figure 3 : Méthode de détermination de la granulométrie (Photo).

II.5.1.1.5. Le dosage du gluten sec (Conformément à l'ISO 21415-3)

Le gluten sec (GS) c'est le séchage total subit par le gluten humide de manière que la boule de gluten humide dégage la quantité de l'eau absorbante.

Principe et technique

Le gluten sec représente la fraction insoluble d'un pâton (10g de semoule +5,5ml de solution NaCl 2%) de semoule recueillie, sous un filet d'eau par malaxage, essorage jusqu'à l'élimination complète de l'amidon (Figure N°4) et séchage dans l'étuve pendant cinq heures. Le gluten sec est pesé après refroidissement dans le dessiccateur jusqu'à la température ambiante (environ 30 mn).

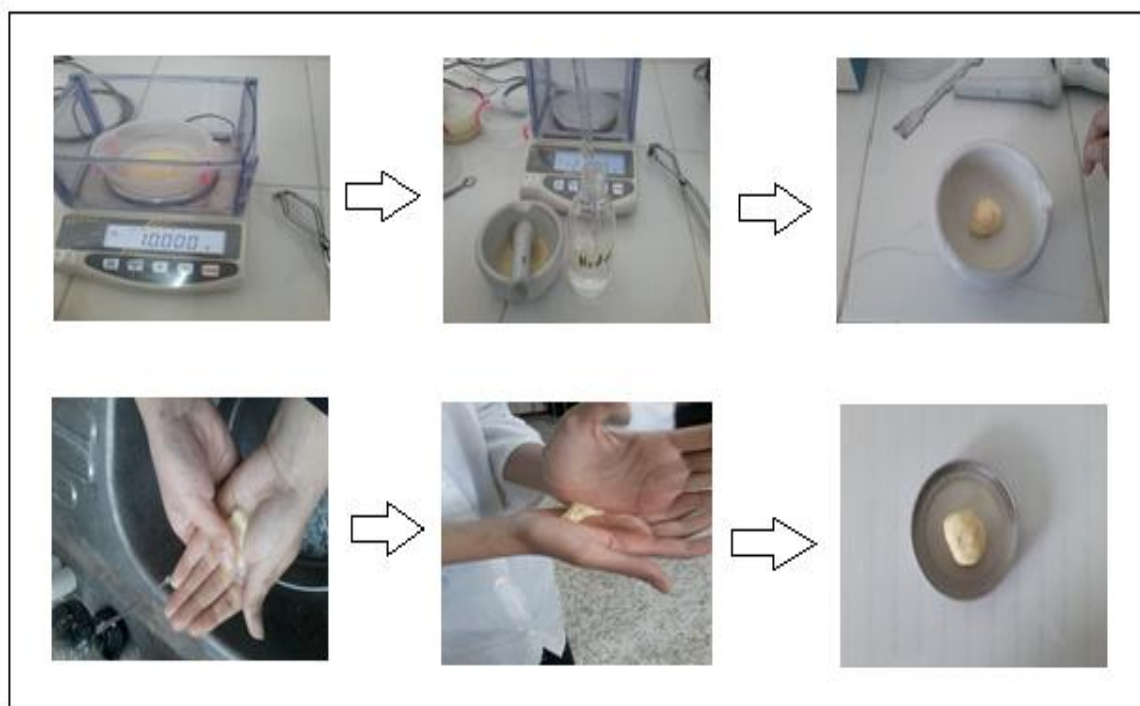


Figure4 : Extraction et essorage manuel de gluten humide (Photo).

Expression des résultats

Le gluten sec, exprimé en pourcentage de la masse matière sèche est égal à :

$$GS = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - H}$$

Où :

m : la masse en gramme, de la prise d'essai effectuée sur le gluten humide (10g).

m₀ : la masse en grammes de la plaque.

m₁ : la masse en grammes de la plaque et du gluten sec.

H : Teneur en eau de l'échantillon analysé exprimé en(%).

II.5.1.2.Les paramètres mesurés pour l'eau (RODIER et *al.*, 2009)

II.5.1.2.1.Le potentiel hydrogène (pH)

Le pH ou potentiel hydrogène indique la concentration en ions (H⁺), il caractérise aussi la notion d'acidité ou de basicité d'une eau. Le pH est déterminé par le pH mètre.

Principe et technique

Le pH est mesuré directement à l'aide d'une électrode de pH combinée. Il consiste à tremper l'électrode dans le bêcher de l'échantillon, laisser stabiliser un moment, puis noter le pH.

II.5.1.2.2.La conductivité électrique

La conductivité électrique d'une eau est la conductance d'une colonne d'eau comprise entre deux électrodes métalliques de 1 cm² de surface et séparées l'une de l'autre de 1 cm. Le résultat de conductivité est donné directement en µS/cm.

Technique

Rincer plusieurs fois la cellule à conductivité, d'abord avec de l'eau permutée puis en la plongeant soient complètement immergées dans un récipient contenant de l'eau à examiner de préférence à la température de référence de 25 °C. Laisser stabiliser un moment, puis noter la conductivité.

II.5.1.2.3.L'alcalinité

Ce titre est la teneur de l'eau en alcalis libres : carbonates et bicarbonates d'une manière générale. Il mesure l'ensemble des ions faibles à savoir les hydroxydes, les carbonates et les hydrogénocarbonates. On distingue deux titres qui sont le titre alcalimétrique (TA) et le titre alcalimétrique complet (TAC).

Principe

La détermination de l'alcalinité est basée sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minéral dilué, en présence d'un indicateur coloré. L'unité utilisée est le degré français ($1^{\circ}f = 10 \text{ mg. L}^{-1}$).

Technique et expression des résultats

Le TA et le TAC sont mesurés successivement sur un même échantillon, les deux méthodes de dosage seront présentées en même temps. L'ensemble des deux techniques et l'expression des résultats sont illustrés dans le tableau N°I.

Tableau I : Technique et expressions des résultats de l'alcalinité.

TA	TAC
<p style="text-align: center;"><u>Technique</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - 50 ml d'eau à analyser dans une fiole conique ; - 2 à 3 gouttes de phénol phtaléine (Une coloration rose) ; - Titrer avec l'acide chlorhydrique de 0.02N (une décoloration complète dont le pH =8,3). 	<p style="text-align: center;"><u>Technique</u></p> <ul style="list-style-type: none"> - Utiliser l'échantillon traité précédemment ; - 2 à 3 gouttes de méthyle d'orange ; - titrer de nouveau avec le même acide jusqu'à l'apparition de la couleur rouge brique (pH 4,5)
<p>Expression des résultats</p> <p>TA =2V</p> <p>V = Soit V le volume d'acide utilisé pour obtenir le virage</p>	<p>Expression des résultats</p> <p>TAC =2V'</p> <p>V' = Volume complet en ml de la Hcl.</p>

II.5.1.2.4.La dureté (Méthode par complexométrie à l'E.D.T.A)

La dureté ou titre hydrotimétrique (TH) d'une eau correspond à la somme des concentrations en cations métalliques surtout due aux ions de calcium (Ca⁺⁺) et aux ions de magnésium (Mg⁺⁺).

Principe :

Titration molaire des ions de calcium et de magnésium avec une solution de sel disodique de l'acide éthylène-diamine-tétracétique(EDTA) à pH10.Le noir ériochrome, qui donne une couleur violette en présence des ions calcium et magnésium, est utilisé comme indicateur. Elle s'exprime en milliéquivalents ou en degré Français.

Technique :

Prélever 50 ml de l'échantillon à analyser, ajouter 1ml de solution tampon, et quelques gouttes d'indicateur coloré. Verser la solution E.D.T.A jusqu'au virage bleu. Soit V le volume de solution E.D.T.A versé.

Expression des résultats

La concentration totale en calcium et magnésium en milliéquivalent par litre, est donnée par l'expression :

$$TH=2V$$

Où :

V : Volume en ml de la solution d'EDTA.

II.5.1.3.Le produit fini

II.5.1.3.1.Teneur en eau (Humidité)

La détermination de la teneur en eau pour les pâtes et la même pour la semoule précédemment cité, sauf que l'échantillon de pâte est broyé préalablement (annexe N°1).

II.5.1.3.2.La détermination de la teneur en protéines

Principe et technique

La détermination de la teneur en protéines (P %) est basé sur le dosage de l'azote selon la méthode de KJELDAHL décrite par la norme AFNOR V03.050.

Le principe de la méthode repose sur une minéralisation des matières organiques par l'acide sulfurique en présence d'un catalyseur, une alcalinisation des produits de la réaction, distillation et titrage de l'ammoniac, en fin le calcul de la teneur en azote (N %) et multiplication des résultats par le facteur de conversion 5,7 afin d'obtenir la teneur en protéine brute (AFNOR, 1991).

Expression des résultats

La teneur en azote exprimé en pourcentage en matière sèche de produit est égale :

$$N\% = \frac{V \times T \times 0.014}{m} \times 100 \times \frac{100}{100-H}$$

Où :

V : volume en ml de solution d'acide sulfurique utilisé pour le titrage

T : la normalité de l'acide sulfurique (0.1N)

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

La teneur en protéines est donnée par la formule suivante :

$$\% \text{ en protéines} = N \% \times \text{taux de conversion}$$

Taux de conversion = 5,7

Chapitre III

Résultats et discussions

Ce chapitre présente nos résultats d'analyses physicochimiques et biochimiques obtenus et leurs interprétations.

III.1. Les matières premières

Les teneurs moyennes des constituants majeurs des matières premières utilisées pour la fabrication des pâtes alimentaires sont exprimées en (% MS).

III.1.1. Les paramètres mesurés de la semoule

III.1.1.1. La teneur en eau

Le taux d'humidité de la semoule est un facteur important dans la conservation et le stockage, et d'autre part il conditionne la précision des divers résultats analytiques rapportés à la matière sèche.

Les résultats d'analyse de taux d'humidité sont illustrés dans la figure N°5 :

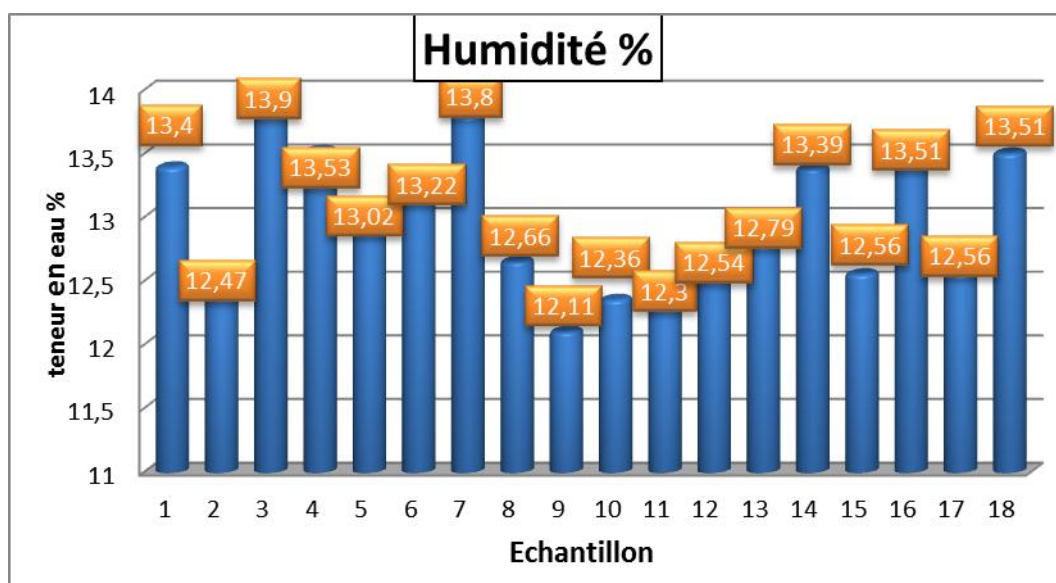


Figure 5 : Taux d'humidité de la semoule.

D'après le résultat mentionné, on constate une stabilité et que le taux moyen d'humidité de la semoule est de 13,00 % \pm 0,04, il est conforme à la norme algérienne (\leq 14,50 %, Selon JORADP N°55/1997). Cela peut signifier que la semoule peut être stocké sans aucun risque d'endommagement.

En effet, l'humidité est très variable, elle dépend à la fois de la saison et de la quantité d'eau ajoutée au blé avant mouture (Les grains sont humidifiés jusqu'à 16 ou 17%) (AZUDIN, 1988), ce qui explique la stabilité de nos résultats qui ont été effectués dans la même saison printemps.

III.1.1.2.L'acidité grasse

Les valeurs de taux d'acidité grasse obtenues sont présentées dans la figure N°6:

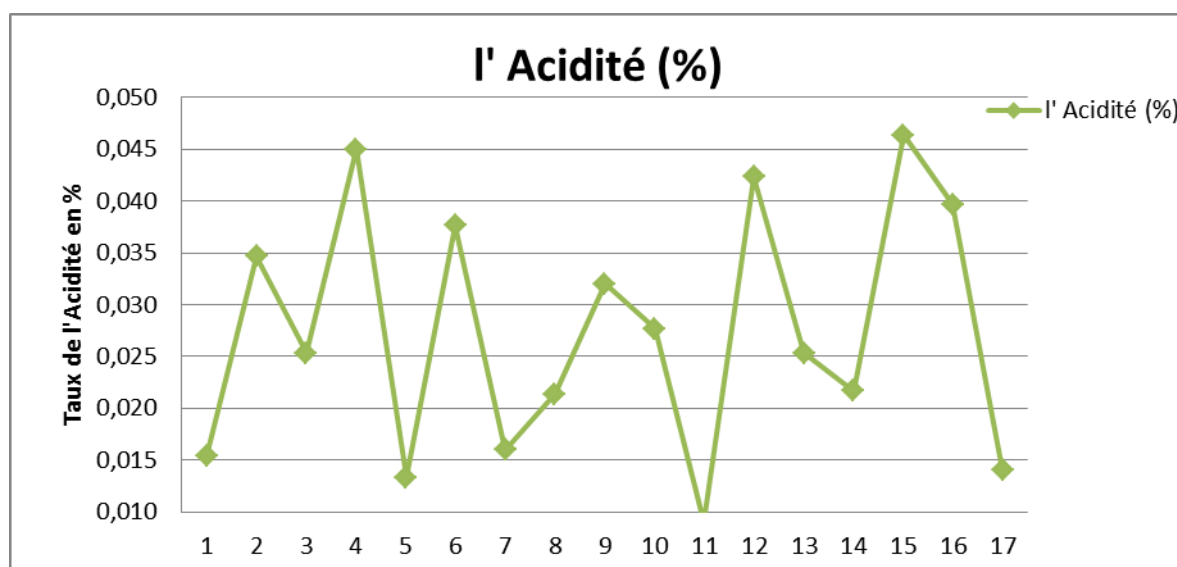


Figure6 : Taux d'acidité grasse de la semoule.

La teneur moyenne d'acidité grasse des semoules utilisées dans la fabrication des pâtes observée se situe autour de 0,03% $\pm 0,001$. Cette valeur est nettement inférieure aux données rapportées par la norme algérienne pour une semoule supérieure soit une teneur $\leq 0,055\%$ (MS) (JORADP N°55/1997).

Les mauvaises conditions de la conservation de semoule s'accompagnent par plusieurs phénomènes ; notamment la dégradation enzymatique des lipides qui se traduisent par un accroissement de l'acidité du milieu, cette acidification constitue un indice d'altération de la qualité technologique.

Ces résultats peuvent être expliqués par le fait que la semoule est conservée dans des conditions convenables et utilisée dans un intervalle de temps très court généralement deux ou trois jours après sa réception.

III.1.1.3. La teneur en cendres

La pureté de la semoule se juge d'après sa teneur en résidus minéraux, les matières minérales de la semoule sont le potassium, le phosphore, le magnésium et le soufre, après incinération, les résidus se retrouvent sous la forme de cendres. Le taux de cendres varie dans le grain selon la variété de blé, la région de culture, les méthodes culturelles et l'année de récolte (ABECASSIS, 1993).

Les résultats obtenus sont rapportés dans la figure N° 7 :

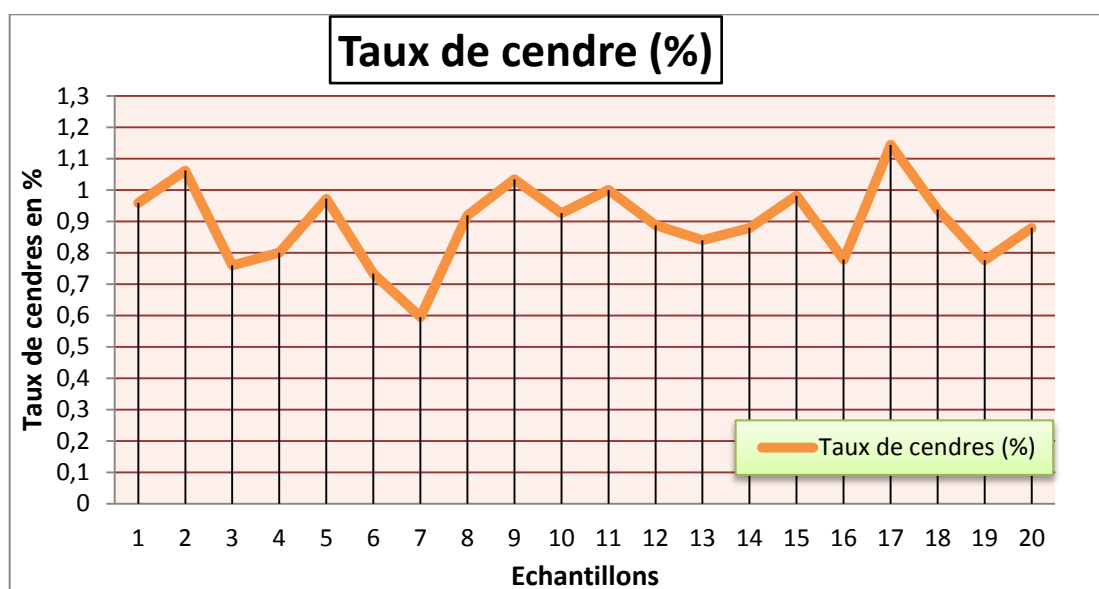


Figure 7 : Taux de cendre de la semoule.

La teneur en cendres est comprise entre 0,60 et 1,14% (MS), elle se range bien dans l'intervalle des semoules de qualité supérieure (< 1.1 % MS) donné par BAR (1995) et légèrement supérieure à la norme algérienne $\leq 0,90\% \pm 0,02$ (JORADP N°55/1997).

Le degré de purification des semoules, apprécié par la teneur en matières minérales (TMM), exerce un effet prononcé sur le brunissement des pâtes alimentaires ; plus la semoule est contaminée par les parties périphériques du grain, plus les pâtes correspondantes sont brunes (FEILLET et al., 2000).

Comme les matières minérales existent en plus grande quantité dans les enveloppes du blé, on peut constater que la présence des piqures du son résulte d'une mauvaise mouture du blé.

III.1.1.4. Répartition granulométrique

La granulométrie d'une semoule permet de caractériser la répartition en taille et du nombre de particules dont elle est composée. Ce paramètre influe sur le comportement des matières premières au cours de leur transformation, notamment la quantité d'eau absorbée ainsi que la vitesse d'hydratation (FEILLET, 2000). Elle joue aussi un rôle important dans le comportement de la pâte lors de son hydratation, ce qui influence sur l'aspect et sur la fermeté du produit fini (PETITOT *et al.*, 2009).

La granulométrie de la semoule utilisée dans la fabrication des pâtes alimentaires et leurs proportions respectives sont rapportées dans la figure N°8.

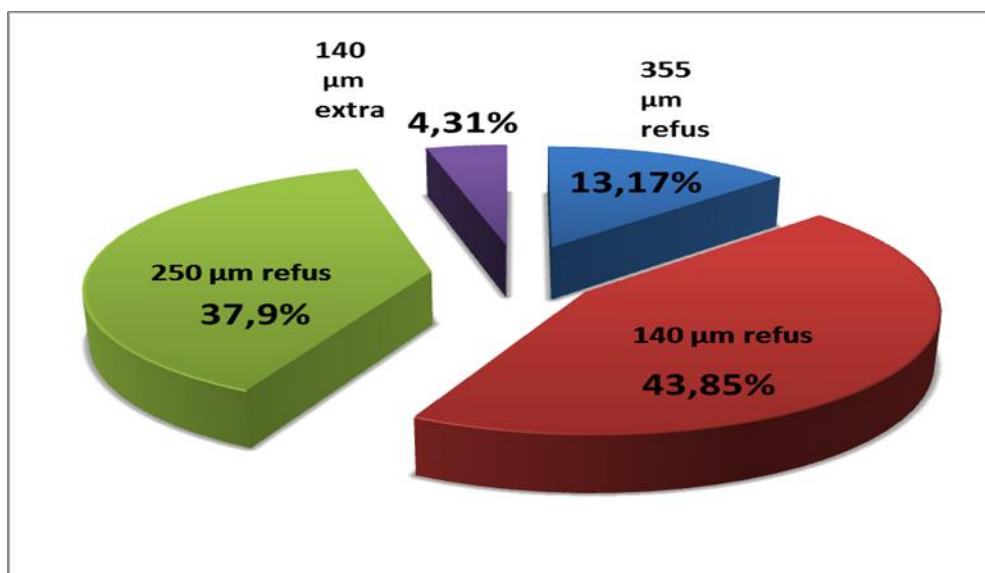


Figure 8 : Granulométrie des semoules en pourcentage massique.

Il ressort donc que la proportion des particules les plus importantes des échantillons étudiés se situe dans l'intervalle [140- 250[µm.

D'après nos résultats, la semoule utilisée se caractérise par une granulométrie comprise dans l'intervalle défini par ABECASSIS (1993) recommandée pour la fabrication des pâtes alimentaires dont la taille admise ne doit pas dépasser le seuil de 350 µm.

C'est dans cette proportion que les fabricants souhaitent recevoir leur semoule de plus en plus fine ce qui permettrait d'augmenter le débit des presse, de réduire la durée de malaxage tout en produisant des produits plus homogènes, plus lisses, sans grosses piqûres

apparentes ni points blancs, sans altération de la couleur et de la qualité culinaire (ABECASSIS, 1991).

III.1.1.5. La teneur en gluten

La teneur en gluten des semoules exerce une influence considérable sur les propriétés viscoélastiques des pâtes et sur la qualité culinaire du produit fini (FEILLET, 2000 ; PETITOT *et al.*, 2010). Elle varie en fonction de la variété, des conditions de culture et le stade de maturité des grains (SELSELET, 1991).

La semoule utilisée dans la fabrication des pâtes alimentaires contient entre 11.26 et 14.73 \pm 0.05% (MS) de gluten sec, comme la figure N° 9 le montre :

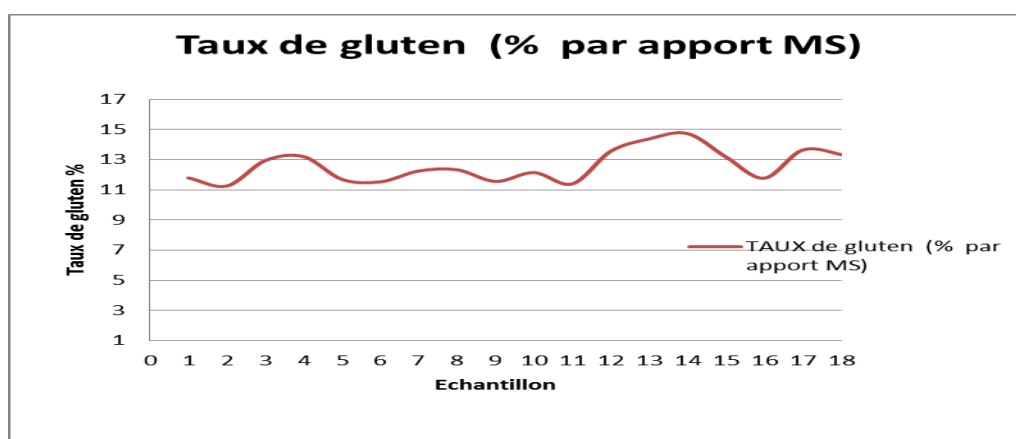


Figure 9 : Taux de gluten sec de la semoule.

D'après les résultats obtenus, on peut dire que la semoule est riche en gluten ce qui la rend une matière première de choix pour la fabrication des pâtes alimentaires de bonne propriétés rhéologiques et de bonne qualité culinaire.

III.1.2. Les paramètres mesurés pour l'eau

III.1.2.1. Le potentiel hydrogène (pH)

Les résultats expérimentaux sont présentés sous forme de courbes exprimant la variation de Potentiel hydrogène (pH) au niveau des quatre points de prélèvement (figure 10).

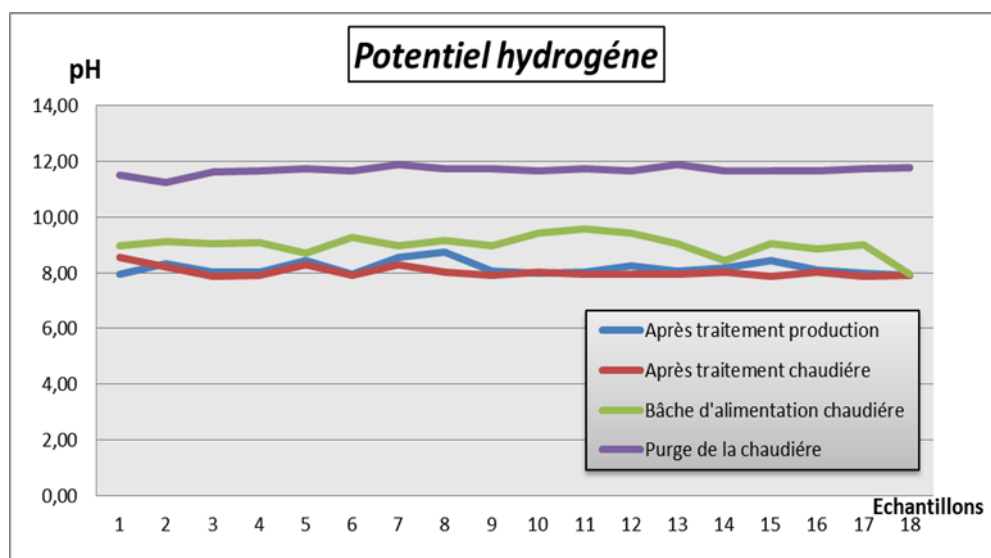


Figure 10 : Variation de potentiel hydrogéné.

L'eau de procès : on note que le pH varie entre 7.92 et 8.73, Cette dernière se situe dans l'intervalle exigé par les législations Algériennes et européennes qui précisent comme norme $6,5 \leq \text{pH} \leq 8,5$.

Pour l'eau adoucie de l'alimentation de la bâche : les résultats obtenus montrent que les valeurs de pH se situent dans l'intervalle [7.86 ; 8.55], elles sont donc acceptable par rapport à la norme recommandée $6,5 \leq \text{pH} \leq 8,5$.

Pour l'eau de la bâche d'alimentation de la chaudière : les résultats mentionnés, montrent que le pH est compris entre 7.95-9.59, ces valeurs sont incluses dans l'intervalle définit par la norme préconisé $8 \leq \text{pH} \leq 9,5$.

Et en fin, nos résultats montrent que l'eau de la purge chaudière à un pH alcalin avec un intervalle de [11.24 ; 11.88], donc il est conforme à la norme exigée $10.5 \leq \text{pH} \leq 13$.

De tout ce qui précède, on peut conclure que :

- Concernant la première ligne de distribution (L'eau adoucie) l'eau a un pH voisin de la neutralité à caractère alcalin, il convient pour la fabrication d'une pâte de haute qualité.
- Concernant la deuxième ligne de distribution (L'eau adoucie, bâche et la purge chaudière) le pH tend vers des valeurs basiques, ces dernières sont exigées pour le bon fonctionnement et la maintenance des équipements de la production.

III.1.2.2. Conductivité électrique

La mesure de la conductivité permet d'évaluer rapidement mais très approximativement la minéralisation globale de l'eau.

La figure ci-dessous (Figure N°11) donne les valeurs de la conductivité pour les quatre points de prélèvements.

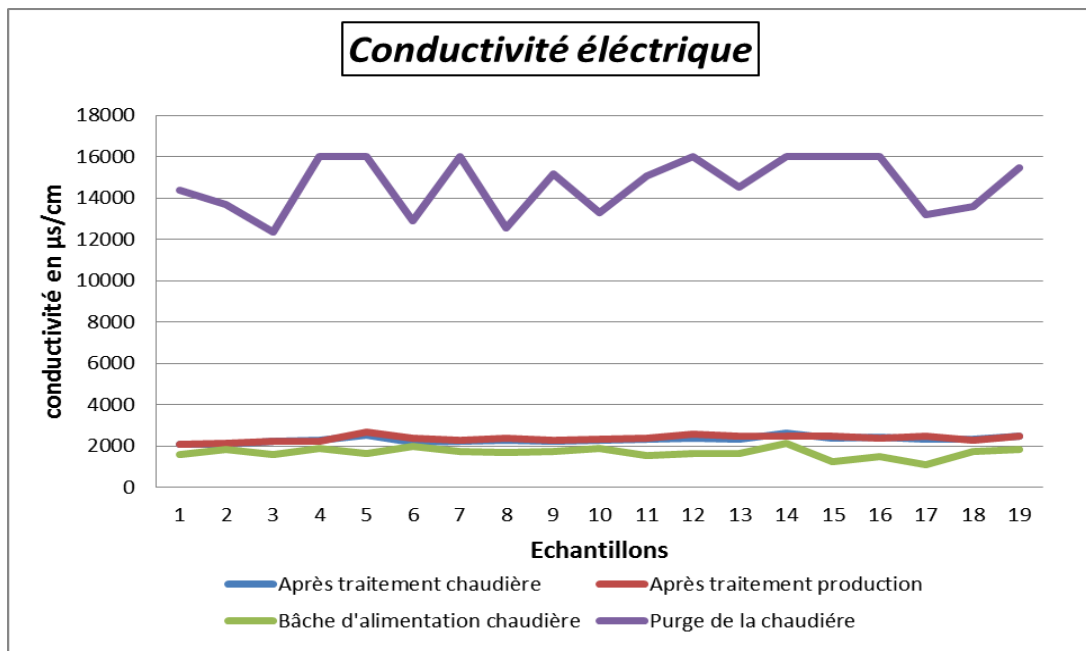


Figure 11 : Les résultats de la conductivité électrique.

L'observation de la figure, montre que la totalité des échantillons d'eau prélevés de l'adoucisseur production, adoucisseur chaudière et la bâche d'alimentation chaudière sont conforme à la norme ($\leq 2800 \mu\text{s}/\text{m}$), tandis que la conductivité de l'eau de la chaudière dépasse les normes ($\leq 7000 \mu\text{s}/\text{m}$). Ces valeurs se rapprocher de la conductivité d'une eau très minéralisée, ce qui peut signifier une vidange insuffisante de la purge.

III.1.2.3.L'alcalinité

La détermination de TA et TAC est très importante puisqu'elle permettant de tester le bon fonctionnement de la purge.

Le tableau N° II montre les valeurs de TA et TAC de l'eau de chaudière.

Tableau II: les valeurs de TA et TAC.

Paramètre	TA	TAC
Chaudière	≥100	-
Norme	60-80	80-120

(-Non mesuré)

On observe que tous les échantillons analysés durant notre étude ont un taux d'alcalinité qui dépasse nettement les normes préconisées ($60 \leq TA \leq 80$; $80 \leq TAC \leq 120$).

Cette élévation est le témoin d'une accumulation des boues au fond de la chaudière à cause d'une vidange insuffisante qui conduit à des phénomènes d'entartrage et primage.

Par ailleurs, cette concentration élevée de l'alcalinité peut se justifier par le fait que la capacité de production ne s'adapte pas aux besoins.

II.1.2.4.La dureté

Les valeurs obtenues de la dureté totale, sont représentées dans la figure suivante :

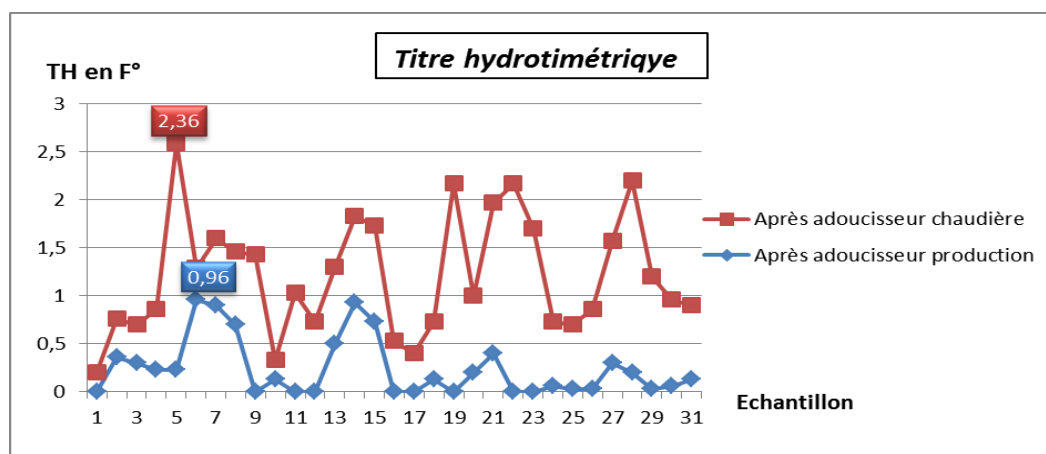


Figure 12 : La variation de titre hydrotimétrique.

D'après la figure, nous constatons que les valeurs enregistrées pendant les analyses sont importantes et semblent dépasser les normes préconisées (0°f) avec une variation significatif notamment pour l'eau d'alimentation.

La dureté élevée de l'eau, constitue un risque notable dans l'entartrage des canalisations, s'ils étaient entartrés, être favorables à l'accueil et à la prolifération des bactéries ainsi qu'un effet significatif sur la couleur et l'effritement de la pâte.

Ces valeurs élevées de la dureté, en fin de cycle de production peut être due probablement soit à la saturation de la résine par sa vieillissement, sa détérioration ou sa pollution.

III.2.Le produit fini

III.2.1.Teneur en eau (Humidité)

Les résultats relatifs au taux d'humidité des pâtes alimentaires fabriquées à base de semoule de blé dur et prélevées durant la chaîne de fabrication (R1, R2et S) sont représentés dans les figures N° 13,14 et15.

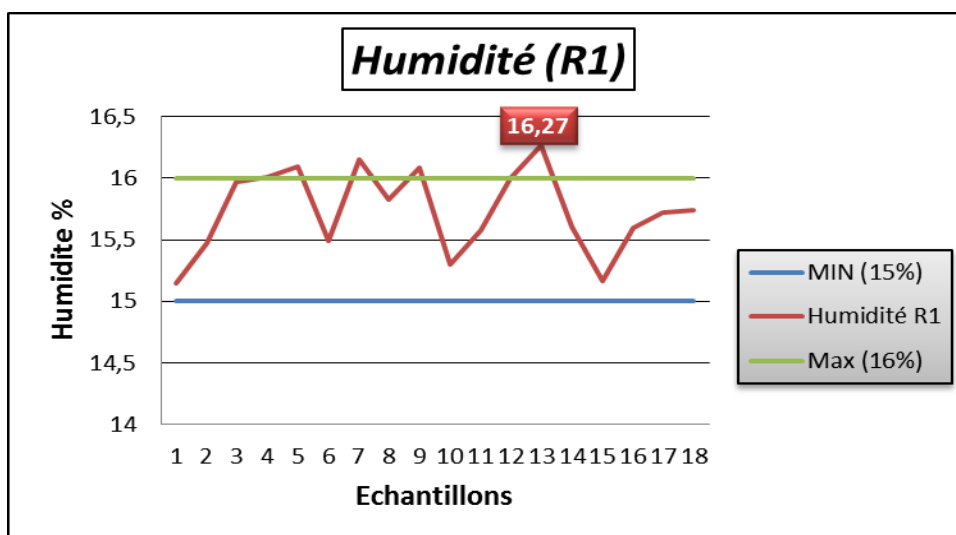


Figure 13 : Résultats de l'humidité de la première retante.

A l'exception d'un échantillon (échantillon N°13montre une teneur maximale de 16,27 %) les teneurs en eau observées pour les autres échantillons sont nettement conformes.

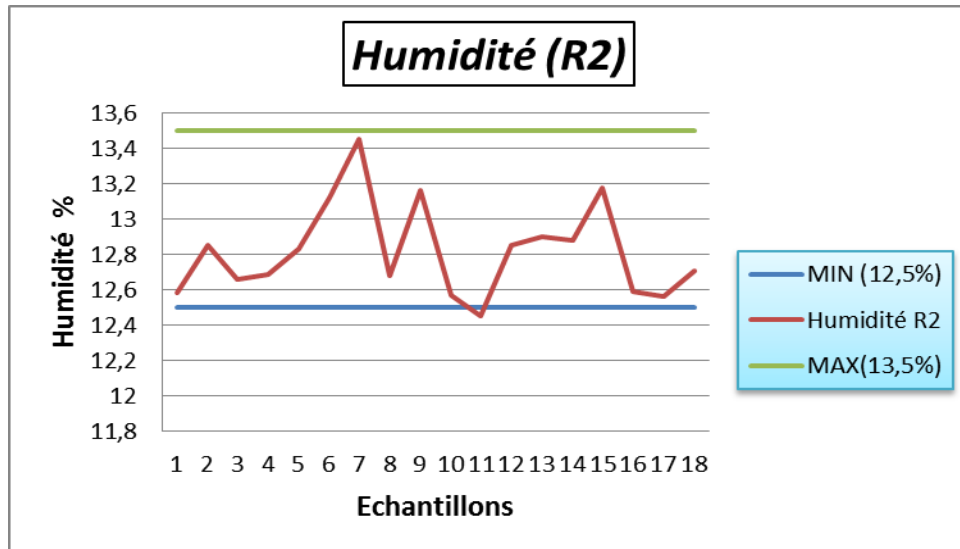


Figure 14: Résultats de l'humidité de la deuxième retante.

L'analyse des résultats de la figure N° 14 montre que la totalité des échantillons a une teneur en eau comprise dans l'intervalle recommandée par la norme (12,5%-13,5%).

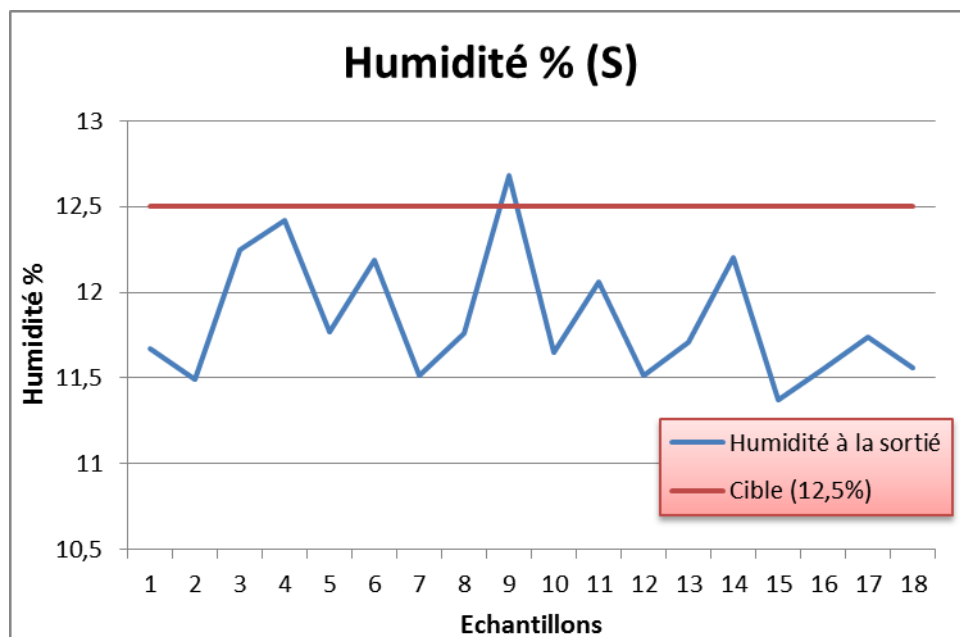


Figure 15: Résultats de l'humidité à la sortie.

Ces résultats indiquent une stabilité de l'humidité qui varie entre 11,5% et 12,5% et qui sont donc conforme à la norme en vigueur avec l'enregistrement d'un pique de 12,68 qui dépasse légèrement la norme.

Les résultats obtenus reflètent d'une part que ces taux sont parfaitement convenables pour la conservation et d'autre part ils témoignent le bon fonctionnement de système de séchage.

Comme le séchage est l'opération la plus importante et la plus délicate de la fabrication à cause de leurs effets sur la texture et le développement de goût, raison pour laquelle les pâtes sont séchées durant différentes étapes de telle façon que l'humidité du centre peut migrer vers la surface pour éviter toute formation éventuelle des gerçures, et inhiber la réaction de Maillard.

III.2.2. La teneur en protéines

Les résultats de la teneur en protéine sont enregistrés dans la figure :

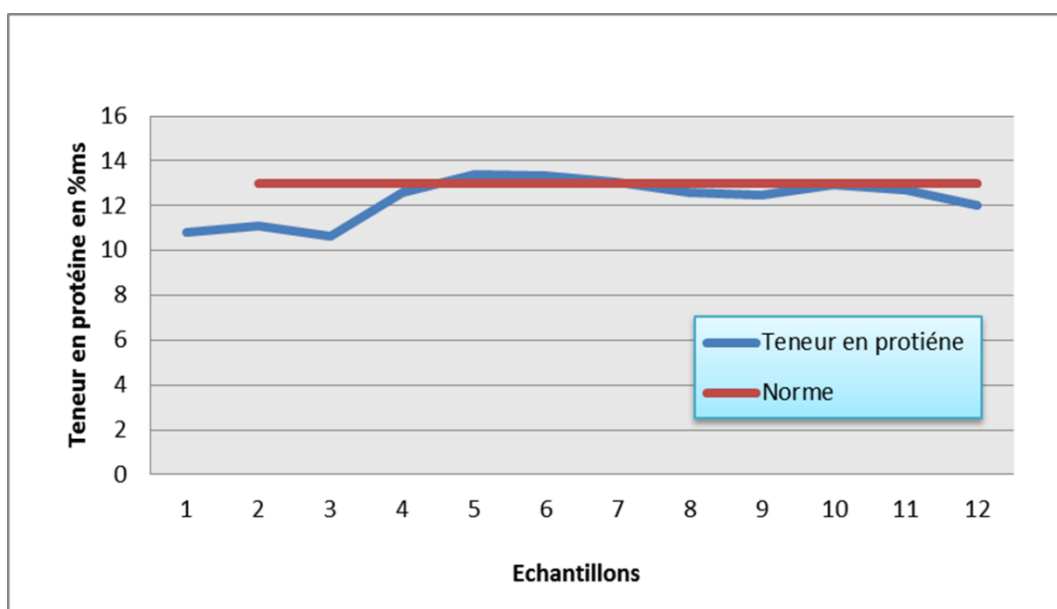


Figure 16: Teneur en protéine des pâtes

Nous remarquons que la teneur moyenne en protéines est de l'ordre de $12,30 \pm 0,49$ % (MS). Cela se rapproche de la limite inférieure donnée pour les pâtes alimentaires (13%).

La teneur en protéines, par son intérêt nutritionnel influe aussi sur la qualité culinaire des pâtes alimentaires, en générale ; plus la teneur en protéines augmente ; plus les pâtes alimentaires seront fermes et moins elles seront collantes et elles conservent leur texture même quand elles sont trop cuites (SISSONS, 2008).

Conclusion et perspectives

Conclusion et perspectives

Le présent travail consiste à la caractérisation physico-chimique des pâtes alimentaires produites par SARL GIPATES ainsi que leur matière première afin d'apprécier leur qualité et leur conformité.

Les résultats de l'acidité grasse et de l'humidité de la semoule obtenus sont conformes aux normes. Ils varient entre $0,09 < AG < 0,046$ et entre 12,11 et 13,89 % respectivement.

Par ailleurs le taux d'affleurement se situe constamment dans l'intervalle [140 ; 355 μ m], ce qui montre une bonne maîtrise du diagramme de mouture et que la semoule utilisée dans le procès de la pastification est de granulométrie homogène.

Le taux de cendre est 0,91 %, il est donc conforme aux normes ($0,90\pm 0,02\%$). Cela reflète une bonne maîtrise du diagramme de la mouture.

Le taux du gluten pour un échantillon de 10g varie entre 11,25 et 14,73 % est conforme à la norme, cela est dû à la qualité du blé réceptionné.

L'analyse des paramètres physicochimiques de l'eau ont montré que :

Les valeurs du pH de l'eau de procès, l'eau adoucie de la 'chaudière, l'eau de bache d'alimentation de la chaudière et de la chaudière sont : ($8,16\pm 0,01$) ; ($8,03\pm 0,01$) ; ($9,00\pm 0,01$) et ($11,67\pm 0,01$) respectivement.

Les valeurs de la conductivité pour les mêmes points de prélèvement sont : ($2370,91\pm 0,22$) ; ($2317,77\pm 0,21$) ; ($1681,77\pm 0,15$) ; ($14679,24\pm 0,17$) respectivement.

La dureté après adoucisseur production et chaudière est ($0,24\pm 0,03$) et ($0,95\pm 0,02$) respectivement, ils s'avèrent conformes aux normes en vigueur.

En ce qui concerne l'alcalinité, les résultats obtenus sont supérieur à cent (100) en totalité.

Concernant les résultats de l'humidité et le taux de protéines relatif au produit fini sont pareillement conformes aux normes en vigueur.

A la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure que l'ensemble des résultats d'analyse physicochimiques des matières premières et de produit fini sont conformes aux normes algériennes et aux normes internationales.

Il serait intéressant d'élargir les perspectives de cette étude et de s'intéresser aux volets suivants :

- ✓ Étudier des différents aspects de la qualité culinaire en particulier l'appréciation de la qualité de cuisson par analyse sensorielle et rhéologique ;
- ✓ Etudier et revoir l'effet de l'ensemble des traitements thermiques sur la stabilité du produit fini ;
- ✓ Développer des recherches sur les pâtes enrichies en germe de blé, et des pâtes sans gluten pour les maladies cœliaques ;
- ✓ Définir la nature hygiénique de produits par des analyses microbiologiques approfondies ;
- ✓ Utiliser et comparer plusieurs variétés de matière première notamment la semoule ;
- ✓ En raison de leur basse teneur en lysine, les protéines des céréales ont une valeur nutritionnelle moindre que celle d'origine animale d'où la nécessité de développer des recherches sur des pâtes enrichies par des légumineuses.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. **ABECASSIS J., 1991.** La mouture de blé dur. In **GODON B.** Biotransformation des produits céréaliers. APRIA/INRA. *Lavoisier Tec et Doc*. Paris. 221p.
2. **ABECASSIS J., 1993.** Nouvelles possibilités d'apprécier la valeur meunière et la valeur semoulière des blés. *Industries des céréales* **81**.25-37p.
3. **ABECASSIS J., ABOU R., CHAURAND M., MOREL M.H., VERNOUX P., 1994.** Influence of extrusion conditions on extrusion speed, temperature and pressure in the extruder and on pasta quality. *Cereal chemistry* ,**71** (3) .247-253p.
4. **AFNOR., 1991 .**Céréales et produits céréaliers: détermination de la teneur en protéine. Méthode de référence pratique (juin 1989), in «Recueil de normes AFNOR- contrôle de la qualité des produits alimentaires: céréales et produits céréaliers». AFNOR/ DGCCRF, 3^{ème} édition, Paris. 360 p.
5. **AZUDIN N., 1988.**The milling process in Omeranz Y. *Wheat Chemistry and Technology, I and II*. AACC, St. Paul, MN, USA.12-13p.
6. **BAR., 1995.** Contrôle de la qualité des céréales et des protéagineux. Guide pratique. ITCF. Paris. 253p.
7. **BENBELKACEM A ., SADLI F., BRINIS L., 1995.**La recherche pour la qualité des blés durs en Algérie. In Fonzo N. di (ed.), Kaan F. (ed.), Nachit M. (ed.). *Durum wheat quality in the Mediterraneanregion = La qualité du blé dur dans la région méditerranéenne*. Zaragoza : CIHEAM-IAMZ. (Options Méditerranéennes : Série A. Séminaires Méditerranéens ; n. 22). Seminar on Durum Wheat Quality in the MediterraneanRegion, 17-19 Nov 1993, Zaragoza (Spain) .61-65p.
8. **BLOKSMA A.H., 1990.**Dough structure, dough rheology and baking quality. *Cereal Foods World*, **35**.237-244p.
9. **BOUDREAU A., MENARD G., 1992.** Le blé : éléments fondamentaux et transformation. Presse de l'université Laval. 194-213p.
10. **CHARDOUH A., 1999.** Caractéristique biochimique et génétique des réserves de blés durs algériens (*Triticum durum*) . Thèse de magister. 73p.
11. **CHUNG O.K., 1986.** Lipid-protein interactions in wheat flour dough, gluten and protein fractions. *Cereal Foods World*, **31**. 242-256p.
12. **DEXTER J.E., MASTUO R.R., 1978.** The effect of gluten protein fractions on pasta dough rheology and spaghetti-making quality. *Cereal Chemistry*, **55**.44-57p.
13. **DEXTER J.E., MASTUO R.R., MORGAN B.S., 1983.** Spaghetti stickiness: Some factors influencing stickiness and relationship to other cooking quality characteristics. *Journal Food Sci*, **48** .1545-1559p.
14. **DJERMOUN A ., 2009.**La production céréalière e Algérie : les principales caractéristiques .Département d'Agronomie Université de Hassiba Benbouali de Chlef , *Revue Nature et Technologie*. n° 01. 45-53p.
15. **FEILLET P ., AUTRANJ.C. , ICARD-VERNIERE C., 2000.** Bases biochimiques du brunissement des pâtes alimentaires, Unité de Technologie des Céréales et des Agro-polymères, Institut National de la Recherche Agronomique, 2 place Viala, 34060 Montpellier Cedex 1, France.431-438p.
16. **FEILLET P., 2000.** Le grain de blé, composition et utilisation. *Institut National de la Recherche Agronomique*, INRA, Paris .187-195 p.
17. **FORTIN J ., 1999 .**Le guide des aliments .Edition Québec Amérique.29p.
18. **GRANT L. A., DICK J. W., SHELTON D. R., 1993.** Effects of drying temperature, starch damage, sprouting, and additives on spaghetti quality characteristics. *Cereal Chemistry*, **70**.676-684p.

Références bibliographiques

19. HUNG P.V., YAMAMORI M., MORITA N., 2005. Formation of enzyme-resistant starch in bread as affected by high amylase wheat flours substitutions. *Cereal Chemistry*, **82**.690-694p.
20. ISO 21415-3., 2006. Méthode de détermination de la teneur en gluten sec à partir du gluten humide obtenu comme spécifié dans l'ISO 21415-1 ou dans l'ISO 21415-2.
21. journal officiel de la république algérienne N°35. 7 juillet 2013.
22. journal officiel de la république algérienne N° 08. 6 février 2013.
23. journal officiel de la république algérienne N° 55.20 Août 1997.
24. LUCISANO M., CAPPÀ C., FONGARO L., MARIOTTI M., 2012.Characterisation of gluten-free pasta through conventional and innovative methods: Evaluation of the cooking behaviour. *Journal of Cereal Science*, **56**.667-675p.
25. MICARD V., ABECCASSIS J., HEMERY Y., LULLIEN-PELLERIN V., PEÇTOT M., ROUAU X., 2009.Produits Céréaliers : Influence des procédés sur leurs propriétés nutritionnelles.UMR IATE (MTP Sup Agro-INRA-UMRI-CIRAD).
26. MIGLIORI M., GABRIELE D., DE CINDIO B., POLLINI C.M., 2005.Modelling of high quality pasta drying: quality indices and industrial application. *Journal of Food Engineering*, **71**.242-251p.
27. PETITOT M., ABECCASSIS J., MICARD V., 2009. Structuring of pasta components during processing: impact on starch and protein digestibility and allergenicity. *Food Science Technology*, **20**. 521-532p.
28. PETITOT M., BOYER L., MINIER C., MICARD V., 2010. Fortification of pasta with split pea and faba beanflours: Pasta processing and quality evaluation. *Food Research International*, **43**.634-641.
29. RODIER J., LEGUBE B., MERLET N., coll., 2009.L'analyse de l'eau, eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer, chimie, physico-chimie, microbiologie, biologie, interprétation des résultats. Dunod, Paris.79-118p.
30. SELSELET A., 1991. Technologie des céréales et produits céréaliers. *Institut de technologie agricole de Mostaganem*.147 p.
31. SISSONS M., 2008. Role of durum wheat composition on the quality of pasta and bread. Global Science Books. Food 2 (2), 75- 90p.
32. WASIK R.J., BUSHUK W., 1975. Relation between molecular weight distribution of endosperm proteins and spaghetti making quality. *Cereal Chemistry*, **52**.322-328p.
33. WRIGLEY C., BRKES F., BUSHUK W., 2006. Gliadin and Gluecin: The unique balance of wheat quality (1st Edn), *AACC International, MN*. 3-32p.

Annexes

ANNEXE N° I : La réglementation algérienne

Arrêté interministériel du 25 mai 1997 relatif aux spécifications techniques des semoules de blé dur et aux conditions et modalités de leur étiquetage.

Article 1er.-En application de l'article 1^{er} du décret exécutif n° 92/65 du 12 février 1992 susvisé, le présent arrêté a pour objet de fixer les spécifications techniques des semoules de blé dur, ainsi que les modalités de leur étiquetage.

Art. 2.-La semoule de blé dur est le produit obtenu à partir de grains de blé dur, nettoyés et industriellement purs.

Outre les caractéristiques fixées aux articles 3 et 4 ci-dessous, les semoules de blé dur doivent présenter les caractéristiques spécifiques de blé (*Tricum durum*).

Art. 3.-Les semoules de blé dur mises à la consommation sont classées comme suit :

- Semoule supérieure de blé dur.
- Semoule courante de blé dur première.
- Semoule courante de blé dur deuxième.

Art. 4.-Les spécifications techniques des semoules de blé dur mises à la consommation sont définies comme suit :

NOM DU PRODUIT	TAUX DE CENDRES RAPPORTES A LA MATIERE SECHE	TAUX D'ACIDITE EXPRIMES EN ACIDE SULFURIQUE	HUMIDITE MAXIMUM
-Semoule supérieure de blé dur.	0,90 maximum Tolérance 0,02	0,055 MS maximum	14,5% MS
-Semoule courante de blé dur première.	1,20%maximum Tolérance0,02	0,065 MS maximum	14,5% MS
-Semoule courante de blé dur deuxième.	1,30maximum Tolérance0,03	0,080 MS maximum	14,5% MS

Le taux d'acidité des semoules est exprimé en gramme d'acide sulfurique ramené à 100 grammes de matière sèche.

Art. 5.-La semoule supérieure de blé dur "Grosse" doit présenter un taux de cendre de 1,00% avec une tolérance maximale de 0,02.

Art. 6.-La granulométrie des semoules de blé dur visées à l'article 3 du présent arrêté, est déterminée comme suit :

Semoule grosse : Passage total au tamis 1220 microns;
Refus total au tamis 710 microns;
Tolérance d'extraction 3%maximum.

Semoule moyenne : Passage total au tamis 905 microns;
Refus total au tamis 450 microns;
Tolérance d'extraction 5%maximum.

Semoule fine : Passage total au tamis 630 microns avec une tolérance de 5%;
Refus total au tamis 155microns;
Tolérance d'extraction 15%maximum

Art.7.-Les semoules visées à l'article 3 ci-dessus doivent contenir un taux de protéines égal au minimum à 11% du poids sec, et présenter un temps de chute supérieur ou égal à 250 secondes.

Art.8.-L'étiquetage des semoules susvisées, destinées à la vente au détail, doit comporter les mentions suivantes :

- Les dénominations de vente prévues à l'article 3, complétées suivant le cas par les qualificatifs grosse, moyenne et fine.
- L'indication du poids net.
- Le nom ou la raison sociale et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou de l'importateur.
- La date de fabrication.
- La date de péremption.
- Le pays d'origine pour les produits importés.

Lorsque, les semoules susvisées ne sont pas destinées à la vente au détail, les mentions d'étiquetage prévues ci-dessus peuvent ne figurer que sur les documents d'accompagnement à l'exception :

- Du nom du produit.
- Du nom ou de la raison sociale et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou de l'importateur.
- Du pays d'origine.

Cependant le nom ou la raison sociale et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou de l'importateur peuvent être remplacés par une marque d'identification à condition que cette marque puisse être clairement identifiée à l'aide des documents d'accompagnement.

Art.9.-Les semoules ne répondant pas aux spécifications fixées par le présent arrêté seront, soit déclassées dans l'une des catégories inférieures, soit vers une autre destination.

Art.10.-Le présent arrêté sera publié au *Journal Officiel* de la République Algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 25 mai 1997

LE MINISTRE DE L'AGRICULTURE ET DE LA PECHE :Noureddine BAHBOUH
LE MINISTRE DU COMMERCE : Bakhti BELAIB
LE MINISTRE DE L'INDUSTRIE ET DE LA RESTRUCTURATION: Abdesselem BOUCHOUAREB

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de détermination de la teneur en eau dans les céréales et produits céréaliers.

Art. 2. — Pour la détermination de la teneur en eau dans les céréales et produits céréaliers, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agrés à cet effet doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 13 Rabie El Aouel 1433 correspondant au 6 février 2012.

Mustapha BENBADA.

ANNEXE

**METHODE DE DETERMINATION DE LA
TENEUR EN EAU
DANS LES CEREALES ET PRODUITS
CEREALIERS**

(Méthode pratique avec ou sans broyage et sans conditionnement)

1. DEFINITION

La teneur en eau est la perte de masse, exprimée en pourcentage, subie par le produit dans les conditions décrites dans la présente méthode.

2. PRINCIPE

Séchage du produit à une température comprise entre 130°C et 133°C, à pression atmosphérique normale, après broyage éventuel du produit.

3. APPAREILLAGE**3.1 Balance analytique**

3.2 Broyeur correspondant aux caractéristiques suivantes :

- construit en matériau n'absorbant pas d'humidité ;
- permettant un broyage rapide et uniforme, sans provoquer d'échauffement sensible du produit et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur ;
- pouvant être réglé de manière à obtenir pour les particules des dimensions adéquates.

3.3 Capsule métallique, non attaquable dans les conditions de l'essai (ou à défaut, capsule en verre thermorésistant), munie d'un couvercle suffisamment étanche et de surface utile permettant d'obtenir une répartition homogène et sans tassement de la prise d'essai (par exemple diamètre de 50 mm et hauteur de 30 mm).

3.4 Etuve isotherme, à chauffage électrique, réglée de façon que la température de l'air et des plateaux porte échantillons, au voisinage des prises d'essai, soit comprise entre 130°C et 133°C en régime normal.

L'étuve doit avoir une capacité calorifique, telle que réglée préalablement à une température de 131°C, elle puisse atteindre à nouveau cette température, moins de 45 min (de préférence moins de 30 min) après la mise en place du nombre maximal de prises d'essai pouvant sécher simultanément.

L'efficacité de la ventilation doit être déterminée à l'aide d'une semoule de blé dur, ayant 1 mm de dimension maximale des particules comme matériau d'essai. La ventilation doit être telle, après insertion du nombre maximal de prises d'essai que l'étuve peut recevoir et séchage à une température comprise entre 130°C et 133°C, les résultats après des périodes de chauffage des mêmes prises d'essai durant 2 h, puis durant 1 h supplémentaire, ne présentent pas entre eux d'écart supérieur à 0,15 g d'eau par 100 g d'échantillon.

3.5 Thermomètre à mercure pour le contrôle de la température à l'intérieur de l'étuve.

3.6 Dessiccateur à plaque métallique ou en porcelaine épaisse perforée contenant un agent déshydratant efficace.

3.7 Pince métallique**4. MODE OPERATOIRE****4.1 Nombre de déterminations**

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour laboratoire.

4.2 Préparation des capsules

Avant utilisation, les capsules découvertes et leurs couvercles doivent :

- sécher à l'étuve durant 15 min à 130°C,
- refroidir dans le dessiccateur jusqu'à la température du laboratoire (entre 30 min et 45 min).

4.3 Préparation de l'échantillon pour essai**4.3.1 Produits ne nécessitant pas de broyage**

Les produits qui n'ont pas de particules de dimensions supérieures à 1,7 mm, et dont moins de 10 % (m/m) sont supérieures à 1 mm et plus de 50 % (m/m) inférieures à 0,5 mm, n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

4.3.2 Produits nécessitant un broyage

Les produits ne correspondant pas aux caractéristiques granulométriques mentionnées en (4.3.1) doivent être broyés.

Pour cela, opérer comme suit :

— régler le broyeur (3.2) de manière à obtenir les caractéristiques granulométriques désirées puis broyer une petite quantité de l'échantillon pour laboratoire et la rejeter ;

— broyer ensuite, rapidement une quantité de l'échantillon de manière à avoir une prise d'essai d'environ 5 g.

4.4 Prise d'essai**4.4.1 Produit ne nécessitant pas de broyage**

Peser rapidement, à 1 mg près, une quantité de substance d'environ 5 g dans la capsule (3.3) tarée, couvercle compris à 1 mg près.

4.4.2 Produits nécessitant un broyage

Verser la totalité de la mouture obtenue dans la capsule tarée comme (4.4.1). Adapter rapidement le couvercle et peser à 1 mg près.

REMARQUES

— avant d'effectuer le prélèvement sur l'échantillon de laboratoire il est nécessaire de bien l'homogénéiser ;

— il faut manipuler les capsules à l'aide de la pince (3.7) et non avec les doigts.

4.5 Déshydratation

Introduire la capsule découverte contenant la prise d'essai et son couvercle dans l'étuve (3.4) et les y laisser séjourner pendant 2 heures (90 min dans le cas des farines), temps compté à partir du moment où la température de l'étuve est à nouveau comprise entre 130°C et 133°C.

Le temps d'étuvage écoulé, retirer rapidement la capsule de l'étuve et la placer dans le dessiccateur (3.6) où elle restera jusqu'à atteindre la température du laboratoire (en général entre 30 et 45 min). La peser ensuite à 1 mg près.

REMARQUES

— ne jamais introduire de produits humides dans une étuve contenant des prises d'essai en fin de déshydratation, cela aurait pour conséquence de réhydrater partiellement ces dernières ;

— dans le cas d'essais en série, ne jamais superposer les capsules dans le dessiccateur.

5. EXPRESSION DES RESULTATS**5.1 Mode de calcul et formules**

La teneur en eau exprimée en pourcentage en masse du produit telle qu'elle est donnée par la formule ci-après :

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

où :

m₀ est la masse, en grammes, de la capsule et de son couvercle ;

m₁ est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai avant séchage ;

m₂ est la masse, en grammes, de la capsule, du couvercle et de la prise d'essai après séchage.

5.2 RESULTAT

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des valeurs obtenues des deux déterminations si les conditions de répétabilité (5.3) le permettent. Dans le cas contraire, recommencer les déterminations. Arrondir le résultat à 0.05% près.

5.3 REPETABILITE

La différence entre les résultats des deux déterminations (4.1), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas excéder 0.15 g d'eau pour 100 g d'échantillon.

ARRETES, DECISIONS ET AVIS

MINISTERE DU COMMERCE

Arrêté du 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012 rendant obligatoire la méthode de détermination de l'acidité grasse dans les farines et les semoules de blé.

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 10-149 du 14 Joumada Etania 1431 correspondant au 28 mai 2010 portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 3 Rajab 1410 correspondant au 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 05-465 du 4 Dhou EL Kaada 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Arrête :

Articles 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de détermination de l'acidité grasse dans les farines et les semoules de blé.

Art. 2. — Pour la détermination de l'acidité grasse dans les farines et les semoules de blé, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté.

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012,

Mustapha BENBADA.

ANNEXE

METHODE DE DETERMINATION
DE L'ACIDITE GRASSE DANS LES
FARINES ET LES SEMOULES DE BLE

La présente méthode décrit une technique de détermination de l'acidité grasse dans les farines et les semoules de blé. Cette méthode s'applique également aux pâtes alimentaires.

1. DEFINITION

L'acidité grasse est l'expression conventionnelle des acides, essentiellement des acides gras libres, extraits dans les conditions qui suivront. Elle est exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100g de matière sèche.

2. PRINCIPE

Mise en solution des acides dans l'éthanol à 95 % (v/v) à la température du laboratoire, centrifugation et titrage d'une partie aliquote de la solution surnageante par l'hydroxyde de sodium.

3. REACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée.

3.1 Ethanol (alcool éthylique) à 95 % (v/v).

3.2 Hydroxyde de sodium (NaOH) : solution titrée à 0,05N dans l'eau distillée dont on aura éliminé le dioxyde de carbone par ébullition. Cette solution doit être exempte de carbonates et doit être conservée dans un flacon en verre inactinique.

Le titre de la solution doit être vérifié immédiatement avant chaque série de détermination de l'acidité.

3.3 Phénolphthaléine solution à 1g pour 100 ml dans l'éthanol à 95% (v/v).

4. APPAREILLAGE**4.1 Balance** précise à 0,01g.

4.2 Broyeur permettant un broyage rapide et uniforme, sans provoquer d'échauffement sensible du produit et en évitant au maximum le contact avec l'air extérieur (cas des semoules et des pâtes alimentaires).

4.3 Tamis en toile métallique de 1mm d'ouverture de maille pour les farines et de 160µm et de 500µm d'ouverture de maille pour les semoules et pâtes alimentaires.



4.4 Centrifugeuse à 5000-6000 tours/min.

4.5 Tubes de centrifugeuse de 45 ml en verre ou en plastique neutre bouchés hermétiquement.

4.6 Tubes de 50 ml en verre ou en plastique neutres bouchés hermétiquement.

4.7 Pipettes précises de 10 et 20 ml.

4.8 Fioles coniques ou erlenmeyers de 250 ml.

4.9 Micro-burette, graduée en 0,01 ml.

4.10 Agitateur rotatif mécanique, 30-60 tours/min.

5. CONDITIONS DE CONSERVATION

Les échantillons ne doivent pas être conservés à la température du laboratoire plus d'une journée, l'acidité augmente pendant le stockage. Les conserver en flacons étanches à 4°C environ. Avant chaque prélèvement, pour analyse, laisser cet échantillon revenir à la température du laboratoire dans le flacon étanche.

6. MODE OPERATOIRE

6.1 Nombre de déterminations

Faire deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

6.2 Préparation de l'échantillon pour essai

6.2.1 Cas des farines : Prélever environ 50 g de farine et les tamiser à l'aide du tamis de 1mm d'ouverture de maille (4.3), de manière à désagréger les agglomérats éventuellement présents.

6.2.2 Cas des semoules et des pâtes alimentaires :

Broyer environ 50 g de produit à l'aide du broyeur (4.2) de telle manière que la totalité du broyat passe au travers du tamis de 500 µm d'ouverture de maille (4.3) et qu'au moins 80 % passent au travers du tamis de 160 µm d'ouverture de maille (4.3).

6.3 Détermination de la teneur en eau

Effectuer immédiatement la détermination de la teneur en eau selon la méthode de détermination de la teneur en eau dans les céréales et produits céréaliers.

6.4 Prise d'essai

Peser à 0,01g près environ 5g de l'échantillon pour essai, après l'avoir bien homogénéisé.

6.5 Détermination

6.5.1 Extraction

- Introduire la prise d'essai dans le tube de centrifugeuse.

- y ajouter à la pipette 30 ml d'éthanol (3.1) et fermer le tube hermétiquement.

- Agiter pendant une heure à l'aide de l'agitateur rotatif mécanique (4.10) en opérant à une température de 20°C ± 5°C. Centrifuger ensuite à deux reprises et successivement pendant 2 min.

Ces deux centrifugations sont plus efficaces qu'une seule de plus longue durée car elles permettent d'éliminer les particules restant en suspension.

NOTE

Si les tubes de centrifugeuse préconisée par cette méthode ne s'adaptent pas à l'agitateur rotatif mécanique (4.10), il y a lieu d'utiliser les tubes de 50 ml (4.6) pour l'extraction et d'effectuer ensuite un transvasement pour la centrifugation.

6.5.2 Titration

— Prélever à la pipette 20 ml du liquide surnageant parfaitement limpide et les verser dans une fiole conique (4.8) ;

— Ajouter 5 gouttes de phénolphthaléine (3.3) ;

— Titrer à l'aide de la micro-burette (4.9) avec la solution d'hydroxyde de sodium 0,05 N (3.2), jusqu'au virage au rose pâle persistant quelques secondes.

6.6 Essai à blanc

Titrer l'acidité apportée par l'alcool (3.1), en opérant sur 20ml d'éthanol suivant les conditions (6.5 .2).

7. EXPRESSION DES RESULTATS

7.1 Mode de calcul et formules

7.1.1 Acidité exprimée en grammes d'acide sulfurique pour 100 g de matière telle quelle :

$$\frac{7,35 \times (v_1 - v_0) \times T}{m}$$

7.1.2 Acidité exprimée en gramme d'acide sulfurique pour 100g de matière sèche :

$$\frac{7,35 \times (v_1 - v_0) \times T}{m - H}$$

où :

V₁ : est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour la détermination ;

V₀ : est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour l'essai à blanc ;

m : est la masse, en grammes, de la prise d'essai ;

T : est le titre exact de la solution d'hydroxyde de sodium utilisée ;

H : est la teneur en eau, en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai.

7.2 Résultat

Faire le calcul avec 4 décimales.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (voir 7.3) sont remplies. Dans le cas contraire, refaire l'essai en double.

Exprimer le résultat à 0,001 % (m/m) près.

7.3 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (voir 6.1) effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas dépasser 0,002 g d'acide sulfurique pour 100 g de matière sèche.



**Arrêté du 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012
rendant obligatoire la méthode de dosage du taux
de cendres par incinération dans les céréales,
légumineuses et produits dérivés.**

Le ministre du commerce,

Vu le décret présidentiel n° 10-149 du 14 Jomada Etania 1431 correspondant au 28 mai 2010 portant nomination des membres du Gouvernement ;

Vu le décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, relatif au contrôle de la qualité et à la répression des fraudes ;

Vu le décret exécutif n° 02-453 du 17 Chaoual 1423 correspondant au 21 décembre 2002 fixant les attributions du ministre du commerce ;

Vu le décret exécutif n° 05-465 du 4 Dhou EL Kaada 1426 correspondant au 6 décembre 2005 relatif à l'évaluation de la conformité ;

Arrête :

Article 1er. — En application des dispositions de l'article 19 du décret exécutif n° 90-39 du 30 janvier 1990, modifié et complété, susvisé, le présent arrêté a pour objet de rendre obligatoire la méthode de dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés.

Art. 2. — Pour le dosage du taux de cendres par incinération dans les céréales, légumineuses et produits dérivés, les laboratoires du contrôle de la qualité et de la répression des fraudes et les laboratoires agréés à cet effet doivent employer la méthode jointe en annexe du présent arrêté ;

Cette méthode doit être utilisée par le laboratoire lorsqu'une expertise est ordonnée.

Art. 3. — Le présent arrêté sera publié au *Journal officiel* de la République algérienne démocratique et populaire.

Fait à Alger, le 16 Rajab 1433 correspondant au 6 juin 2012.

Mustapha BEN BADA

ANNEXE

**METHODE DE DOSAGE DU TAUX DE CENDRES
PAR INCINERATION DANS LES CEREALES,
LEGUMINEUSES ET PRODUITS DERIVES.**

La présente méthode spécifie une technique de dosage des cendres dans les céréales, les légumineuses et leurs produits de mouture destinés à l'alimentation humaine.

Les matériaux et produits sources sont :

- a) les graines de céréales ;
- b) les farines et les semoules ;
- c) les produits de mouture (sons et produits à forte teneur en son, remoulages) ;
- d) les farines de céréales composées ;
- e) les produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture ;
- f) les légumineuses et leurs produits dérivés.

La présente méthode n'est applicable ni aux amidons et produits dérivés des amidons, ni aux produits destinés à l'alimentation animale, ni aux semences.

1. Définition

Pour les besoins de la présente méthode la définition suivante s'applique :

Cendres : résidu incombustible obtenu après incinération selon la technique décrite dans la présente méthode.

2. Principe

Incinération d'une prise d'essai jusqu'à combustion complète des matières organiques puis pesée du résidu obtenu. Le résidu obtenu est floconneux après incinération à 550 °C et vitrifié après incinération à 900 °C. De façon générale, les produits contenant des sels (chlorure de sodium, pyrophosphate par exemple) doivent être incinérés à (550 ± 10) °C.

Le Tableau ci-après résume les températures d'incinération à utiliser en fonction des produits.

Températures d'incinération et type de produits.

Type de produits	Températures d'incinération	
Farines	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Semoules	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Graines de céréales	(550 ± 10) °C	(900 ± 25) °C
Autres produits de mouture (par exemple sons, produits à forte teneur en sons, remoulages)	(550 ± 10) °C	—
Préparations composées à base de céréales	(550 ± 10) °C	—
Produits dérivés des céréales autres que les produits de mouture	(550 ± 10) °C	—
Légumineuses et leurs produits dérivés	(550 ± 10) °C	—

3. Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou de l'eau déminéralisée ou de pureté équivalente.

3.1 Acide chlorhydrique, solution aqueuse, mélange à part égale d'HCl (fraction volumique 35 %) et d'eau.

3.2 Pentoxyde de diphosphore, purifié (P₄O₁₀).

3.3 Éthanol.

4. Appareillage

4.1 Broyeur, facile à nettoyer et ayant un espace mort aussi réduit que possible et apte à assurer un broyage rapide et uniforme.

4.2 Capsule à incinération, de capacité au moins égale à 20 ml, de forme rectangulaire ou circulaire, à fond plat et ayant une surface utile au moins égale à 12 cm². Des matériaux appropriés inaltérables dans les conditions de température de l'essai sont les suivants :

a - à 900 °C - platine ou rhodium ;

b - à 550 °C - quartz ou silice ;

Dans les deux cas, le matériau utilisé doit permettre de respecter les valeurs de fidélité.

Les capsules doivent être nettoyées par immersion complète pendant au moins 1 h dans une solution aqueuse d'acide chlorhydrique (3.1) puis rincée à l'eau courante et ensuite à l'eau distillée.

Après rinçage, les nacelles en quartz ou en silice doivent être séchées dans une étuve (4.7) pendant le temps nécessaire à l'élimination de l'eau.

4.3 Four à moufle électrique, avec circulation d'air adéquate, comportant un système de réglage de la température et une enceinte réfractaire non susceptible de perdre des particules à la température d'incinération, et pouvant être réglé à (900 ± 25) °C ou à (550 ± 10) °C.

4.4 Dessiccateur à robinet, muni d'une plaque perforée en aluminium ou en porcelaine, et garni de pentoxyde de diphosphore (3.2) comme déshydratant.

4.5 Balance analytique, avec une précision de 0,01 mg.

4.6 Diviseur à rifles ou conique.

4.7 Etuve, pour le séchage des capsules à incinération.

5. Échantillonnage

Il est important que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif, non endommagé ou modifié lors du transport et de l'entreposage.

6. Préparation de l'échantillon pour essai

Pour les graines ou les produits contenant des graines entières, homogénéiser et diviser l'échantillon pour obtenir une quantité représentative et compatible avec le type de broyeur (4.1) utilisé. Broyer l'échantillon ainsi obtenu. Les autres produits ne nécessitent pas de broyage.

7. Mode opératoire**7.1 Détermination de la teneur en eau**

Procéder préalablement à la détermination de la teneur en eau de l'échantillon pour essai pour les céréales autres que le maïs ou les légumineuses. Il est recommandé de traiter les légumineuses et leurs dérivées avec un temps de séchage de 90 min et un préconditionnement si la fraction massique de l'eau est inférieure à 7 % ou supérieure à 13 %.

7.2 Préparation des capsules à incinération

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 900 °C, (4.2), les porter préalablement nettoyées à la température d'incinération utilisée en les plaçant dans le four à moufle (4.3) pendant 5 min, les laisser refroidir dans le dessiccateur (4.4) puis les peser (4.5) à 0,1 mg près.

Pour les capsules à incinération convenant pour l'essai à 550 °C, les nettoyer et les placer dans une étuve (4.7) durant le temps nécessaire au séchage (par exemple 90 min à 130 °C). Immédiatement avant emploi, sortir les capsules de l'étuve et les laisser refroidir dans un dessiccateur (4.4) puis les peser (4.5) à 0,1 mg près.

7.3 Préparation de la prise d'essai

À partir de l'échantillon pour essai préparé selon (6) et soigneusement homogénéisé, peser (4.5) rapidement à 0,1 mg près une prise d'essai comprise entre 3,9 g et 4,1 g dans le cas d'une incinération à 900 °C et entre 4,9 g et 5,1 g dans le cas d'une incinération à 550 °C. Dans le cas des produits à faible densité, la prise d'essai peut être comprise entre $(2 \pm 0,1)$ g et $(3 \pm 0,1)$ g. Dans la capsule à incinération préparée et tarée comme décrit en (7.2), répartir le produit, sans le tasser, en une couche uniforme.

7.4 Préincinération

Placer la capsule et son contenu à l'entrée du four porté à la température d'incinération. A 900 °C, les produits s'enflamment spontanément. A 550 °C, il est nécessaire d'ajouter de l'éthanol (3.3) pour les enflammer. Pour une préincinération à 550 °C, il est permis d'introduire les nacelles dans le four froid et de laisser le four monter en température.

7.5 Incinération

Attendre que le produit ait fini de brûler puis introduire la capsule à l'intérieur du four. Fermer la porte du four. Poursuivre l'incinération jusqu'à combustion complète du produit, y compris des particules charbonneuses contenues dans le résidu, soit 1 h après la remontée du four à 900 °C, et 4 h minimum à 550 °C.

Une fois l'incinération terminée, retirer la capsule du four, et la mettre à refroidir dans le dessiccateur (4.4). Pour maintenir l'efficacité du dessiccateur, ne pas superposer les capsules. Dès que la capsule a atteint la température ambiante (soit 15 min à 20 min pour les capsules en platine et 60 min à 90 min minimum pour les capsules en quartz ou en silice), peser à 0,1 mg près et rapidement en raison du caractère hygroscopique des cendres.

Dans le cas de l'incinération à 550°C, des précautions particulières doivent être prises à l'entrée d'air et lors de l'ouverture du dessiccateur pour ne pas entraîner les résidus floconneux.

7.6 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

8. Expression des résultats

Le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière sèche exprimé en pourcentage, est donné par l'équation (1) :

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad (1)$$

Où :

m_0 : est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.3) ;

m_1 : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (7.2) ;

m_2 : est la masse, en grammes, de la capsule d'incinération (7.2) et du résidu d'incinération (7.5) ;

w_m : est la teneur en eau, en pourcentage par masse, de l'échantillon (7.1) ;

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité (9) sont remplies.

Exprimer le résultat à 0,01 % (par masse) près.

Si besoin est, le taux de cendre, en fraction massique par rapport à la matière humide exprimé en pourcentage, $w_{a,w}$ est donné par l'équation (2) :

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad (2)$$

9. Répétabilité

La différence absolue entre deux résultats d'essai individuels indépendants, obtenus à l'aide de la même méthode sur un matériau identique soumis à l'essai dans le même laboratoire par le même opérateur utilisant le même appareillage et dans un court intervalle de temps, ne dépassera pas plus de 5 % des cas.

ANNEXE N° II :

1 /Matériel non biologique



Appareil à distillation



Balance analytique



Four à moufle



Dessiccateur



Plansichter



Broyeur



Etuve



Minéralisateur



Balance précise à 0.01g



Centrifugeuses



Agitateur rotatif mécanique



PH mètre et Conductimètre

Verreries
Matras de KJELDAHL
Bêcher
Fliale jaugée
Mortier
Tubes de centrifugeuses
Pipettes précises
Erlenmeyer
Micro burette, graduée en 0.01 ml.
Burette

Réactifs

Ethanol à 95% (v/v).

Acide sulfurique concentré.

Hydroxyde de sodium (NaOH) a 0.05 N :

- ✓ Hydroxyde de sodium 2g
- ✓ Eau déionisée *q.s.p.* 1 L

Acide chlorhydrique 0,02 N:

- ✓ Acide chlorhydrique concentré 1,64 ml
- ✓ Eau déionisée *q.s.p.* 1 L

Solution NaCl à 2% :

- ✓ Chlorure de sodium 20g
- ✓ eau déionisée *q.s.p.* 1 L

Solution tampon pH 10 :

<ul style="list-style-type: none"> ✓ Chlorure d'ammonium (NH₄Cl) 67,5 g ✓ Ammoniaque ($d = 0,925$) 570 ml ✓ Sel disodique de magnésium de l'EDTA (C₁₀H₁₂N₂O₈Na₂Mg) 5 g ✓ Eau déionisée <i>q.s.p.</i> 1 L ✓ Conserver la solution en flacon de polyéthylène. ✓ Vérifier le <i>pH</i> qui doit être égal à 10 sur une dilution au 1/10 de la solution avec de l'eau déionisée.
Solution d'EDTA :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique 3,725 g ✓ eau déionisée <i>q.s.p.</i> 1 L
Acide borique (40g/l) :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Acide borique 40g ✓ eau déionisée <i>q.s.p.</i> 1 L
Hydroxyde de sodium (NaOH) $d=1,34$:
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Acide sulfurique concentré 2,68 ml ✓ eau déionisée <i>q.s.p.</i> 1 L
Acide sulfurique diluée 0,1N :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Acide sulfurique concentré 2,68 ml ✓ eau déionisée <i>q.s.p.</i> 1 L

Indicateur coloré
Solution de phénolphtaléine 0,5 % (TA) :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Phénolphtaléine 0,5g ✓ Éthanol à 95 % <i>q.s.p.</i> 100 ml
Solution de phénolphtaléine 1% (acidité grasse):
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Phénolphtaléine 1g ✓ Éthanol à 95 % <i>q.s.p.</i> 100 ml
Solution de rouge de méthyle 0,05% :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ Rouge de méthyle 0,05 g ✓ Éthanol à 95 % <i>q.s.p.</i> 100 cm³
Solution de noir ériochrome T à 0,5 % :
<ul style="list-style-type: none"> ✓ sel de sodium de l'acide [(hydroxy-1-naphtylazo-2) nitro-6-naphtol-2-sulfonique-4)] 0,5 g ✓ triéthanolamine <i>q.s.p.</i> 100 ml

2 / Bulletins d'analyse

❖ Bulletin d'analyse de l'humidité de la semoule

Echantillon	Teneur en eau (%)
1	13,40 ± 0,05
2	12,47 ± 0,03
3	13,90 ± 0,01
4	13,53 ± 0,07
5	13,02 ± 0,05
6	13,22 ± 0,02
7	13,80 ± 0,07
8	12,66 ± 0,1
9	12,11 ± 0,02
10	12,36 ± 0,01
11	12,30 ± 0,05
12	12,54 ± 0,05
13	12,79 ± 0,03
14	13,39 ± 0,03
15	12,56 ± 0,1
16	13,51 ± 0,05
17	12,56±0,04
18	13,51±0,02

❖ Bulletin de taux de cendre de la semoule :

Echantillon	Taux de cendre
1	0,94 ± 0,01
2	1,04 ± 0,03
3	0,86 ± 0,08
4	0,82 ± 0,02
5	1,05 ± 0,06
6	0,75 ± 0,01
7	0,65 ± 0,06
8	0,95 ± 0,03
9	1,06 ± 0,03
10	0,96 ± 0,03
11	1,03 ± 0,03
12	0,86 ± 0,02

13	0,83 ± 0,04
14	0,90 ± 0,09
15	0,99 ± 0,01
16	0,78 ± 0,01
17	1,17 ± 0,07
18	0,93 ± 0,01
19	0,76 ± 0,01
20	0,89 ± 0,01

❖ **Bulletin de la teneur en gluten de la semoule :**

Echantillon	Taux de gluten (% par apport MS)
1	12,00 ± 0,09
2	11,26 ± 0,02
3	12,95 ± 0,08
4	13,20 ± 0,09
5	11,69 ± 0,04
6	11,53 ± 0,06
7	12,25 ± 0,1
8	12,34 ± 0,07
9	11,56 ± 0,07
10	12,15 ± 0,02
11	11,40 ± 0,04
12	13,56 ± 0,05
13	14,38 ± 0,09
14	14,73 ± 0,2
15	13,19 ± 0,04
16	11,78 ± 0,05
17	13,64 ± 0,04
18	13,34 ± 0,07

❖ Bulletin d'analyse de la teneur en acidité grasse :

Echantillon	Teneur en acidité grasse (gramme d'acide sulfurique pour 100g de MS)
1	0,02 ± 0,001
2	0,03 ± 0,001
3	0,03 ± 0,001
4	0,05 ± 0,001
5	0,01 ± 0,001
6	0,04 ± 0,001
7	0,02 ± 0,001
8	0,02 ± 0,001
9	0,03 ± 0,001
10	0,03 ± 0,001
11	0,01 ± 0,001
12	0,04 ± 0,001
13	0,03 ± 0,001
14	0,02 ± 0,001
15	0,05 ± 0,001
16	0,04 ± 0,001
17	0,01 ± 0,001

❖ Bulletins d'analyses de granulométrie de la semoule :

Tamis	710um refus	560 um refus	500 um refus	355 um refus	250 um refus	140um refus	140 extra
1	0	0	0	15,49	39,92	39,05	4,85
2	0	0	0	14,76	44,71	35,57	4,53
3	0	0	0	10,65	49,22	33,99	3,5
4	0	0	0	13,46	44,71	36,49	4,72
5	0	0	0	11,89	45,63	38,1	3,72
6	0	0	0	16,43	41,77	37,51	3,72
7	0	0	0	11,98	44,12	39,35	4,09
8	0	0	0	13,81	46,02	34,98	4,4
9	0	0	0	14,27	43,45	36,88	4,74
10	0	0	0	12,34	40,74	41,6	4,38
11	0	0	0	11,44	41,14	41,23	5,21
12	0	0	0	14,52	42,16	38,34	4,78
13	0	0	0	11,2	36,9	45,5	5,52
14	0	0	0	12,8	40,22	42,12	4,2
15	0	0	0	11,91	41,81	41,41	4,22
16	0	0	0	14,33	48,6	32,62	3,61
17	0	0	0	14,75	49,53	31,35	3,67
18	0	0	0	11,11	48,7	36,05	3,66

❖ Bulletin d'analyse de potentiel hydrogène de l'eau :

Echantillon	Après traitement production	Après traitement chaudière	Bâche d'alimentation chaudière	Purge de la chaudière
1	7,94 ± 0,03	8,55 ± 0,04	8,96 ± 0,09	11,49 ± 0,04
2	8,33 ± 0,04	8,23 ± 0,02	9,13 ± 0,02	11,24 ± 0,04
3	8,02 ± 0,03	7,86 ± 0,09	9,04 ± 0,08	11,64 ± 0,02
4	8,03 ± 0,05	7,90 ± 0,06	9,07 ± 0,1	11,65 ± 0,05
5	8,44 ± 0,04	8,29 ± 0,06	8,71 ± 0,05	11,75 ± 0,08
6	7,95 ± 0,01	7,90 ± 0,04	9,27 ± 0,04	11,67 ± 0,02
7	8,57 ± 0,01	8,28 ± 0,06	8,98 ± 0,05	11,87 ± 0,08
8	8,73 ± 0,03	8,02 ± 0,08	9,17 ± 0,05	11,72 ± 0,04
9	8,06 ± 0,04	7,89 ± 0,05	8,98 ± 0,04	11,72 ± 0,05
10	7,99 ± 0,01	8,01 ± 0,09	9,44 ± 0,04	11,65 ± 0,05
11	8,04 ± 0,04	7,96 ± 0,07	9,59 ± 0,1	11,75 ± 0,02
12	8,26 ± 0,04	7,94 ± 0,08	9,41 ± 0,1	11,68 ± 0,09
13	8,06 ± 0,05	7,96 ± 0,1	9,03 ± 0,09	11,88 ± 0,05
14	8,19 ± 0,04	8,03 ± 0,06	8,45 ± 0,05	11,65 ± 0,05
15	8,43 ± 0,01	7,89 ± 0,07	9,05 ± 0,1	11,66 ± 0,02
16	8,08 ± 0,04	8,04 ± 0,05	8,86 ± 0,03	11,66 ± 0,01
17	7,97 ± 0,03	7,88 ± 0,03	9,02 ± 0,09	11,74 ± 0,06
18	7,92 ± 0,02	7,92 ± 0,05	7,95 ± 0,03	11,79 ± 0,01

❖ Bulletin de titre hydrotimétrique de l'eau :

Echantillon	Après adoucisseur production	Après adoucisseur chaudière
1	00 ± 00	0,20 ± 00
2	0,36 ± 0,05	0,40 ± 00
3	0,30 ± 0,10	0,40 ± 00
4	0,23 ± 0,05	0,63 ± 0,05
5	0,23 ± 0,05	2,36 ± 0,05
6	0,96 ± 0,05	0,33 ± 0,11
7	0,90 ± 0,1	0,7 ± 0,1
8	0,70 ± 0,1	0,76 ± 0,05
9	00 ± 00	1,43 ± 0,05
10	0,13 ± 0,05	0,20 ± 00
11	00 ± 00	1,03 ± 0,057
12	00 ± 00	0,73 ± 0,11
13	0,50 ± 0,1	0,80 ± 1,35
14	0,93 ± 0,11	0,90 ± 0,1
15	0,73 ± 0,23	1,00 ± 00
16	00 ± 00	0,53 ± 0,11
17	00 ± 00	0,40 ± 00

18	$0,13 \pm 0,11$	$0,60 \pm 00$
19	00 ± 00	$2,16 \pm 0,057$
20	$0,20 \pm 00$	$0,80 \pm 00$
21	$0,40 \pm 00$	$1,56 \pm 0,05$
22	00 ± 00	$2,16 \pm 0,05$
23	00 ± 00	$1,06 \pm 0,11$
24	$0,06 \pm 0,11$	$0,66 \pm 0,30$
25	$0,03 \pm 0,05$	$0,66 \pm 0,11$
26	$0,03 \pm 0,05$	$0,83 \pm 0,05$
27	$0,30 \pm 0,1$	$1,26 \pm 0,11$
28	$0,20 \pm 00$	$2,00 \pm 00$
29	$0,03 \pm 0,05$	$1,16 \pm 0,05$
30	$0,06 \pm 0,11$	$0,90 \pm 0,1$
31	$0,13 \pm 0,11$	$0,76 \pm 0,05$

❖ **Bulletin de conductivité électrique de l'eau :**

Echantillon	Après traitement production	Après traitement chaudière	Bâche d'alimentation chaudière	Purge de la chaudière
1	$2095,33 \pm 0,33$	$2067,67 \pm 0,57$	$1587,33 \pm 1,15$	$14372,33 \pm 1,52$
2	$2120,33 \pm 0,88$	$2075,33 \pm 1,52$	$1851,67 \pm 1,52$	$13709,67 \pm 1,52$
3	2242 ± 1	$2212,33 \pm 1,52$	$1583,33 \pm 1,15$	$12366,67 \pm 1,15$
4	$2248 \pm 0,57$	$2263,67 \pm 1,15$	$1897,33 \pm 1,52$	16000 ± 0
5	$2686,33 \pm 0,66$	$2509,33 \pm 1,52$	$1660,67 \pm 1,52$	16000 ± 0
6	$2402,67 \pm 0,88$	$2176,67 \pm 0,57$	$1990,33 \pm 1,52$	$12926,67 \pm 1,15$
7	$2279 \pm 0,57$	$2241,67 \pm 1,52$	$1726,33 \pm 1,52$	16000 ± 0
8	$2407,33 \pm 0,88$	$2284,33 \pm 0,57$	$1683,33 \pm 1,15$	12561 ± 1
9	$2296 \pm 0,57$	$2226 \pm 1,73$	$1724,67 \pm 1,52$	$15183 \pm 1,73$
10	2352 ± 1	2300 ± 1	$1870,33 \pm 1,52$	13292 ± 1
11	$2376,67 \pm 0,66$	2350 ± 1	$1566,67 \pm 1,15$	15080 ± 1
12	$2561,33 \pm 0,88$	2390 ± 1	$1642,67 \pm 1,52$	16000 ± 0
13	$2464,67 \pm 0,88$	$2333,67 \pm 1,15$	$1621,33 \pm 1,15$	$14541,33 \pm 1,52$
14	$2480,33 \pm 0,33$	$2623,33 \pm 1,15$	$2115,33 \pm 1,15$	16000 ± 0
15	$2461,33 \pm 0,88$	$2400,67 \pm 0,57$	$1235,67 \pm 1,52$	16000 ± 0
16	$2361,67 \pm 0,33$	$2457,33 \pm 1,52$	$1516,33 \pm 1,52$	16000 ± 0
17	$2472,67 \pm 0,88$	$2333,67 \pm 1,15$	$1118,67 \pm 0,57$	$13181,33 \pm 1,52$
18	$2262,67 \pm 0,66$	$2324,33 \pm 1,15$	$1744,67 \pm 1,15$	$13612,67 \pm 1,15$
19	$2477 \pm 0,57$	$2467,67 \pm 1,52$	1817 ± 1	$15480,33 \pm 1,52$

❖ Bulletin d'analyse de l'humidité de la pâte :

Echantillon	Première Retante	Deuxième Retante	Sortie
1	15,15 ± 0,07	12,58 ± 0,05	11,67 ± 0,07
2	15,47 ± 0,06	12,85 ± 0,08	11,49 ± 0,09
3	15,97 ± 0,02	12,66 ± 0,1	12,25 ± 0,08
4	16,01 ± 0,09	12,69 ± 0,02	12,42 ± 0,07
5	16,09 ± 0,06	12,83 ± 0,1	11,77 ± 0,05
6	15,49 ± 0,1	13,12 ± 0,05	12,19 ± 0,1
7	16,15 ± 0,07	13,45 ± 0,09	11,51 ± 0,04
8	15,83 ± 0,09	12,68 ± 0,05	11,76 ± 0,03
9	16,08 ± 0,09	13,16 ± 0,04	12,68 ± 0,08
10	15,3 ± 0,04	12,57 ± 0,4	11,65 ± 0,02
11	15,58 ± 0,03	12,45 ± 0,1	12,06 ± 0,05
12	16 ± 0,09	12,85 ± 0,08	11,51 ± 0,06
13	16,27 ± 0,08	12,9 ± 0,15	11,71 ± 0,04
14	15,61 ± 0,07	12,88 ± 0,04	12,2 ± 0,06
15	15,16 ± 0,04	13,18 ± 0,02	11,37 ± 0,08
16	15,6 ± 0,08	12,59 ± 0,07	11,55 ± 0,04
17	15,72 ± 0,08	12,56 ± 0,04	11,74 ± 0,14
18	15,74 ± 0,04	12,71 ± 0,1	11,56 ± 0,04

❖ Bulletin de la teneur en protéine pour la pâte

Echantillon	Teneur en protéine
1	10,83 ± 1,59
2	11,08 ± 1,46
3	10,66 ± 0,28
4	12,58 ± 0,28
5	13,41 ± 0,25
6	13,33 ± 0,18
7	13,08 ± 0,28
8	12,57 ± 0,25
9	12,45 ± 0,45
10	12,92 ± 0,27
11	12,69 ± 0,28
12	12,01 ± 0,23