



Université Constantine -1-  
Institut de la Nutrition, de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires  
I.N.A.T.A.A.  
Département de Technologie Alimentaire

N° d'ordre:

N° de série:

### **Mémoire**

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de magister en sciences alimentaires

**Option** : Technologies Alimentaires

---

## **Mise au point d'une méthode d'approche des interactions impliquées dans la constitution d'agglomérats de couscous**

---

présenté par : BOUDOUIRA Nassira

Devant le Jury composé de:

<b>Président:</b>	AGLI A.	Professeur	I.N.A.T.A.A. UC1
<b>Rapporteur:</b>	ZIDOUNE M. N.	Professeur	I.N.A.T.A.A. UC1
<b>Examineurs:</b>	BENATALLAH L.	M.C.	I.N.A.T.A.A. UC1
	NAMOUNE H.	Professeur	I.N.A.T.A.A. UC1

**Année universitaire**

**2013 - 2014**

# Dédicace

*D'un profond amour et d'une immense gratitude je dédie ce  
travail aux deux personnes qui me sont les plus chères,*

*Mes parents,*

*Je réserve une mention très spéciale à mon futur épouse pour son  
aide et ces encouragements précieux*

*A ma sœur et mes frères*

*A Mes amis*

## **Remerciements**

**T**out d'abord, je tiens à remercier Allah, Le Tout Puissant et Le Miséricordieux, de m'avoir donné la santé, la volonté et la patience pour mener à terme ma formation de Magister.

**C**'est avec un grand honneur et un grand plaisir que je remercie mon enseignant et promoteur Monsieur ZIDOUNE Mohammed Nasreddine, professeur à l'université de Constantine 1 et chef de l'équipe Transformation et Elaboration des Produits Alimentaires (T.E.P.A.) du Laboratoire de recherche en Nutrition et Technologie Alimentaire (L.N.T.A.), pour m'avoir proposé ce sujet et pour son esprit scientifique et ses précieux conseils. Soyez assuré de tout mon respect et de ma profonde gratitude.

**J**'exprime mes vifs remerciements à Madame BENATALLAH Leila, maitre assistance à l'I.N.A.T.A.A. pour avoir accepté d'examiner ce travail, Je lui témoigne ici, de ma profonde gratitude et reconnaissance pour la patiente assistance, les savants conseils, orientations et suivis, qu'elle m'a prodigué.

**J**e tiens également à remercier, Monsieur AGLI A. pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury et d'évaluer ce travail.

**J**e remercie aussi, Monsieur NAMOUNE H. pour avoir accepté d'examiner ce travail. Mes remerciements les plus vifs.

**M**es remerciements à tous ceux qui ont contribués de près et de loin à la réalisation de ce travail et à tous les amis et les collègues pour leurs encouragements et leur amitié.

**E**nfin, je remercie du fond de mon cœur, ma famille qui m'a soutenu, encouragé et motivé tout au long de mes études.

## Sommaire

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction ..... 1

### *Revue bibliographique*

**I. Céréales et légumes secs ..... 4**

I.1. Blé dur ..... 4

I.2. Riz..... 5

I.3. Féverole ..... 5

I.4. Supplémentation céréales-légumes secs ..... 6

**II. Couscous..... 6**

II.1. Etymologie du mot couscous ..... 6

II.2. Définition ..... 7

II.3. Composition du couscous ..... 7

II.4. Fabrication du couscous ..... 8

II.5. Mécanisme d'agglomération de la semoule au cours du roulage ..... 9

II.6. Microstructure des particules ..... 12

II.7. Processus de fabrication du couscous a l'échelle macroscopique, microscopique et moléculaire..... 13

II.8. Effet du traitement hydrothermique sur les constituants biochimiques du couscous ..... 15

**III. Liaisons et interactions ..... 17**

III.1. Forces chimiques ..... 17

III.1.1. Liaisons hydrogène ..... 17

III.1.2. Liaisons ioniques..... 18

III.1.3. Interactions hydrophobes .....	18
III.1.4. Liaisons covalentes .....	19
III.2. Dénaturation.....	19
III.3. Agents dissociants.....	20
III.3.1. Détergents .....	20
III.3.2. Coupure des liaisons hydrogène.....	22
III.3.3. Clivage des ponts disulfures dans les protéines .....	24
III.3.4. Coupure des liaisons ioniques .....	27

### *Matériel et méthodes*

<b>I. Préparation des matières premières.....</b>	<b>28</b>
<b>II. Fabrication des couscous .....</b>	<b>28</b>
<b>III. Caractérisation physicochimique des matières premières .....</b>	<b>29</b>
III.1. Granulométrie .....	29
III.2. Humidité .....	29
III.3. Dosage des cendres .....	30
III.4. Dosage des protéines.....	31
III.5. Détermination de la teneur en lipides libres .....	32
III.6. Glucides totaux .....	34
<b>IV. Caractérisation physicochimique des couscous.....</b>	<b>34</b>
IV.1. Granulométrie.....	34
IV.2. Humidité .....	34
IV.3. Masse volumique .....	35
IV.4. Gonflement .....	35
IV.5. Degré de délitescence .....	36
<b>V. Essais de dissociation chimique des interactions impliquées dans les agglomérats</b>	<b>37</b>
V.1. Choix des agents dissociants.....	37
V.2. Mode opératoire et estimation des niveaux de dissociation.....	39

V.3. Répétabilité de la méthode .....	42
V.4. Validation de la méthode .....	43
<b>VI. Analyses statistiques .....</b>	<b>44</b>

### *Résultats et discussion*

<b>I. Caractéristiques physicochimiques des matières premières .....</b>	<b>45</b>
I.1. Granulométrie .....	45
I.2. Composition biochimique .....	46
<b>II. Caractéristiques physicochimiques des couscous .....</b>	<b>47</b>
II.1. Granulométrie .....	47
II.2. Composition biochimique .....	48
II.3. Masse volumique .....	49
II.4. Gonflement.....	50
II.5. Degré de délitescence.....	52
<b>III. Taux de dissociation.....</b>	<b>52</b>
III.1. $\beta$ -mercaptoéthanol .....	52
III.2. Acide acétique.....	54
III.3. SDS .....	56
III.4. Urée.....	57
<b>IV. Validation de la méthode.....</b>	<b>57</b>
IV.1. Répétabilité des essais .....	57
IV.2. Test de classement .....	58
IV.2.1. Classification en fonction des liaisons ioniques .....	58
IV.2.2. Classification en fonction des liaisons S-S .....	59
IV.3. Corrélation entre le taux de dissociation et le degré de délitescence .....	60
<b>Conclusion .....</b>	<b>61</b>
<b>Références bibliographiques.....</b>	<b>64</b>

**Annexes**

## **Liste des abréviations**

**ACP:** Analyse en Composantes Principales

**AFNOR:** Association Française de Normalisation

**ANOVA:** Analysis Of Variance

**C:** valeur de Cochran

**CMC:** Concentration Micellaire Critique

**DD:** Degré de Délitescence

**DSC:** Differential Scanning Colorimetry

**DTT:** Dithiothrietol

**FAO:** Food and Agriculture Organization

**G:** Gonflement

**HMWG:** High Molecular Weight Glutenin

**K:** nombre des échantillons

**LMWG:** Low Molecular Weight Glutenin

**ms:** matière sèche

**SDS:** sodium dodécylsulfate

**TD:** Taux de Dissociation

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1.</b> Composition biochimique en g pour 100 g de semoule de blé dur .....	<b>4</b>
<b>Tableau 2.</b> Principaux constituants biochimiques du riz blanchi cru .....	<b>5</b>
<b>Tableau 3.</b> Principaux composants biochimiques de la fève en g pour 100g de matière sèche .....	<b>6</b>
<b>Tableau 4.</b> Composition biochimique de la semoule de blé dur et du couscous industriel moyen .....	<b>7</b>
<b>Tableau 5.</b> Nature des liaisons entre les protéines de la pâte .....	<b>17</b>
<b>Tableau 6.</b> Agents dissociants et types d'interaction visée .....	<b>38</b>
<b>Tableau 7.</b> Concentrations des agents dissociants .....	<b>40</b>
<b>Tableau 8.</b> Principaux constituants des matières premières (g pour 100g de matières sèches) .....	<b>46</b>
<b>Tableau 9.</b> Composition biochimique et teneur en matière sèche des couscous .....	<b>48</b>
<b>Tableau 10.</b> Degré de délitescence des différents couscous (%).....	<b>52</b>
<b>Tableau 11.</b> Valeurs de C observée et C critique du test du Cochran .....	<b>58</b>

## Liste des figures

<b>Figure 1.</b> Diagramme traditionnel de préparation du couscous selon le mode de préparation dans le Nord Est Algérien .....	<b>8</b>
<b>Figure 2.</b> Schéma de la fabrication industrielle du couscous .....	<b>9</b>
<b>Figure 3.</b> Microstructure d'électron de balayage des particules de la semoule de blé dur .	<b>10</b>
<b>Figure 4.</b> Mécanisme d'agglomération de la semoule de blé dur .....	<b>11</b>
<b>Figure 5.</b> Evolution de la taille médiane des particules de la semoule de blé dur après l'étape de l'hydratation/ malaxage en fonction de la teneur en eau .....	<b>11</b>
<b>Figure 6.</b> Microstructure d'électron de balayage des grains de couscous industriel .....	<b>12</b>
<b>Figure 7.</b> Microstructure d'agglomérat humide après le roulage .....	<b>12</b>
<b>Figure 8.</b> Microphotographies de grains secs et hydratés de semoule, d'agglomérats secs et humides, et grains fins de couscous et hypothèses du mécanisme de formation des grains de couscous.....	<b>14</b>
<b>Figure 9.</b> Superposition des étapes de fabrication du couscous sur le diagramme d'état des composants de blé dur (amidon & protéines).....	<b>15</b>
<b>Figure 10</b> Modifications hydrothermiques de l'amidon .....	<b>15</b>
<b>Figure 11.</b> La structure de quatre détergents courants.....	<b>21</b>
<b>Figure 12.</b> Action combinée de l'urée et de mercaptoéthanol sur les polypeptides .....	<b>23</b>
<b>Figure 13.</b> Clivage oxydatif par l'acide performique .....	<b>25</b>
<b>Figure 14.</b> Clivage par réduction à l'aide de composés à fonction –SH.....	<b>25</b>
<b>Figure 15.</b> Blocage des groupes –SH par alkylation avec l'acide iodoacétique.....	<b>25</b>
<b>Figure 16.</b> Blocage des groupes –SH par modification avec la 3-bromopropylamide.....	<b>26</b>
<b>Figure 17.</b> La réduction de disulfides par le 2-mercaptoethanol passe par un disulfide intermédiaire.....	<b>26</b>
<b>Figure 18.</b> Diagramme récapitulatif des étapes du mode opératoire de la méthode élaborée .....	<b>41</b>
<b>Figure 19.</b> Granulométrie (%) des semoules destinées à la fabrication des couscous.....	<b>45</b>
<b>Figure 20.</b> Granulométrie des trois types de couscous .....	<b>48</b>

<b>Figure 21.</b> Moyenne des masses volumiques des couscous .....	<b>49</b>
<b>Figure 22.</b> Cinétique du gonflement des couscous à 25°C et à 100°C .....	<b>50</b>
<b>Figure 23.</b> Effet du $\beta$ -mercaptoéthanol sur les agglomérats du couscous témoin .....	<b>53</b>
<b>Figure 24.</b> Images de l'aspect des agglomérats de couscous témoin avec l'eau distillée et avec la solution de $\beta$ -mercaptoéthanol .....	<b>53</b>
<b>Figure 25.</b> Dissociation du couscous témoin par le $\beta$ -mercaptoéthanol .....	<b>53</b>
<b>Figure 26.</b> Dissociation du couscous témoin par l'acide acétique.....	<b>55</b>
<b>Figure 27.</b> Dissociation du couscous témoin par le SDS.....	<b>56</b>
<b>Figure 28.</b> Dissociation du couscous témoin par l'urée.....	<b>57</b>
<b>Figure 29.</b> Classification par l'acide acétique.....	<b>58</b>
<b>Figure 30.</b> Classification par le $\beta$ -mercaptoéthanol .....	<b>59</b>

# ***INTRODUCTION***

## Introduction

L'agglomération des poudres de blé (semoule et farine) n'a pas été vraiment étudiée. Ceci peut être attribué à la réactivité extérieure élevée des particules après avoir été hydratées en raison du comportement de gonflement, solubilisation de quelques composants de blé et la possibilité de formation des réseaux macromoléculaires aussi bien que des interactions des protéines (MOHAMAD SAAD *et al.*, 2011).

Les grains de couscous sec apparaissent comme des grandes particules agglomérées, résultantes de l'association de petites particules de semoule plus ou moins fondues (300-500  $\mu\text{m}$ ) (PONS *et al.*, 1999). Selon BENATALLAH (2009), les grains de couscous que se soit de blé dur ou sans gluten correspondent aux particules des fines semoules attachées à la surface des plus grosses particules qui ne sont autre que celles des grosses semoules. En plus, HEBRARD (2002) a montré que la rigidité de ces grains est due aux ponts fondus entre les petites particules initiales agglomérées.

Très peu d'études ont décrit la fabrication du couscous au niveau des échelles macroscopique, microscopique et moléculaire. CUQ et ABECASSIS 2006, font partie des scientifiques qui se sont intéressés à cet aspect. A l'échelle microscopique et en vue d'essayer de comprendre le mécanisme impliqué dans la formation des granules de couscous, ces auteurs ont émis trois hypothèses basées sur :

- des réactions physiques (entre les particules de semoule) ;
- des réactions physico-chimiques (entre les composants de blé dur) ;
- des réactions chimiques (entre les groupements réactifs sur les protéines).

Alors qu'à l'échelle moléculaire et au cours du processus de fabrication du couscous, le changement dans le contenu en eau et de température induit des modifications significatives dans la réactivité des composants de la semoule.

D'ailleurs, le traitement hydrothermique (cuisson à la vapeur d'eau) provoque des modifications profondes sur les composants biochimiques du couscous, essentiellement l'amidon. Ce dernier est responsable d'une complexation avec les lipides monoacylés présents dans la semoule; ce qui forme une réticulation partielle au sein des particules de couscous (pseudo-gélification) (COLLONNA et ROUAU, 1986). En plus, BARNES *et al.* (1981) décrivent la formation de liaisons protéines-amidon au cours de traitement

thermique que subissent les couscous pendant leurs fabrications. Les traitements thermiques ont également un effet évident sur les protéines, GUEZLANE *et al.* (1998 a) a indiqué que ces traitements entraînent une dénaturation des protéines, cette dernière intervient par la création de liaisons disulfures, ces liaisons covalentes imposent une nouvelle structure plus rigides aux protéines. Par ailleurs, ABECASSIS *et al.* (1990) indiquent que l'effet principal de traitement thermique à haute température sur les lipides est la formation des liaisons avec d'autres constituants. Selon FEILLET (1986), pour les pâtes alimentaires, en général, la qualité culinaire ne peut être expliquée que par l'interaction entre les macromolécules. Il faut souligner que les principaux constituants (amidon, protéines, lipides) de la semoule et de ses dérivés (pâtes alimentaires, couscous, etc.) ne peuvent être considérés séparément.

Plusieurs méthodes instrumentales d'évaluation de la qualité culinaire du couscous de blé dur ont été mise au point. Elles sont fondamentalement basées sur la détermination du gonflement, de la prise en masse et de la texture des produits cuits (GUEZLANE et ABECASSIS, 1991). Parallèlement à ces méthodes, les propriétés viscoélastiques de ce produit ont été évaluées par l'appréciation des caractéristiques de fermeté, d'élasticité, de recouvrance relative et d'indice de viscoélasticité au moyen du viscoélastographe CHOPIN (YETTOU *et al.*, 1997).

Et comme La délitescence constitue également un paramètre de la qualité culinaire du couscous de blé dur et représente, au même degré que le collant, un critère fondamental de la qualité organoleptique du couscous, une méthode instrumentale a été également mise au point par YETTOU *et al.*, (2000) pour l'évaluation de ce paramètre. Toutefois, il est important de signaler que la majorité de ces méthodes est beaucoup plus destinée aux couscous de blé dur qu'au couscous sans gluten et qu'aucune approche biochimique des interactions impliquées dans la constitution des agglomérats du couscous n'a été jamais étudiée.

Par ailleurs, d'autres méthodes d'appréciation de la qualité des produits alimentaires se basant sur la dissociation chimique des interactions moléculaires ont été mise en place. Ce type de techniques est dernièrement appliqué seulement pour la classification des gels laitiers selon leurs qualités (LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998, BENYAHYA-KRID *et al.*, 2010, ZIKIOU, 2013). C'est dans ce contexte que l'équipe de Transformation et Elaboration des Produits Alimentaires (T.E.P.A) s'est lancée dans la mise au point d'une

nouvelle méthode de classification des couscous en se basant sur la dissociation chimique des interactions moléculaires.

La stratégie adoptée dans la présente étude est la suivante :

- caractérisation physicochimique des matières premières,
- fabrication de deux couscous artisanaux dont l'un est un couscous sans gluten et l'autre est un couscous de blé dur (témoin),
- mise au point d'un mode opératoire pour l'estimation de la dissociation en fonction d'agents dissociants,
- vérifier la répétabilité des essais,
- et enfin, comparer le classement des couscous obtenu par la méthode élaborée avec celui du degré de délitescence en vue de la valider.

La première partie de ce manuscrit est consacrée à la description des données bibliographiques relatives aux céréales et légumes secs, au couscous, et aux liaisons et interactions. La seconde partie se focalisera sur la méthodologie. Les résultats obtenus sont comparés et discutés. Enfin, la dernière partie est consacrée à la conclusion générale et aux perspectives.

*REVUE*  
*BIBLIOGRAPHIQUE*

## I. Céréales et légumes secs

### I.1. Blé dur

Le blé est une monocotylédone qui appartient au genre *Triticum* de la famille des *Gramineae*. C'est une céréale dont le grain est un fruit sec, appelé caryopse, constitué d'une graine et de téguments. Les deux espèces les plus cultivées sont le blé tendre (*Triticum aestivum*) et le blé dur (*Triticum durum*) (BOUDREAU et MENARD, 1992).

Les constituants du grain se répartissent d'une manière inégale au sein des fractions histologiques du grain .L'amidon se trouve en totalité dans l'albumen amylicé, les teneurs en protéines du germe et de la couche à aleurone sont particulièrement élevées, les matières minérales abondent dans la couche à aleurone, les pentosanes sont les constituants dominants de cette dernière et du péricarpe, la cellulose présente près de la moitié du celui-ci, les lipides dépassent les 10% dans le germe et dans la couche à aleurone (GODON et WILLM, 1998).

Le germe du grain de blé est riche en lipides, protéines, vitamines et en éléments minéraux. Il représente environ 3% du grain. Il est éliminé à la mouture pour éviter le rancissement et augmenter la durée de conservation. Les enveloppes sont divisées en trois parties : le péricarpe, le tégument séminal et l'assise protéique, elles représentent 13 à 15% du grain. Le péricarpe et le tégument séminal sont essentiellement composés de cellulose, d'hémicellulose, de pentosanes et de matières minérales. L'assise protéique est riche en lipides (acide gras polyéthylénique (50 à 60% des acides gras insaturés), en protéines en faibles proportions, en matières minérales et en vitamines (0,6%). Les enveloppes sont éliminées pendant la mouture et deviennent les sons. L'albumen amylicé (82 à 85% du grain) est composée essentiellement d'amidon (63 à 72%) et de protéines (7 à 15%) (FEILLET, 2000).

**Tableau 1.** Composition biochimique en g pour 100 g de semoule de blé dur (SOUCI *et al.*, 1994).

Constituants	Semoule
Eau	<b>13,1</b>
Protéines	<b>9,56 – 12,6</b>
Amidon	<b>63,96 – 70,4</b>
Polysaccharides non amylicés	<b>3,9</b>
Lipides	<b>0,79 – 3,8</b>

## I.2. Riz

Le riz est la culture céréalière la plus importante et la céréale la plus consommée au monde (RAUX, 1990). Le riz est une graminée annuelle du genre *Oryza* qui comporte plus d'une vingtaine d'espèces dont deux sont cultivées :

- *Oryza sativa* en Asie avec trois sous espèces : *indica*, *japonica* et *javanica* qui se différencient essentiellement par les caractéristiques physiques du grain ; les *indica* donnent des riz à grain long, les *japonica* des riz à grain court, collants ou glutineux à la cuisson.
- *Oryza glaberrima* en Afrique Occidentale (FAO, 1990).

**Tableau 2.** Principaux constituants biochimiques du riz blanchi cru (SOUCI *et al.*, 1994).

Nutriments	Teneur pour 100 g de matière sèche
Protéines (g)	6,3 -7,1
Lipides (g)	0,3 – 0,5
Glucides (g)	77 - 89
Fibres (g)	0,2 – 0,5
Minéraux (g)	0,3 – 0,8

## I.3. Féverole

Légumineuse annuelle très anciennement cultivée dans le bassin méditerranéen, appartenant à la famille des *Papilionacées* (MAZOYER, 2002). Les fèves et les féveroles sont des cultivars d'une même espèce, *Vicia faba L.* Les dimensions de la fève conduisent à distinguer deux sous espèces :

- *V. faba major*, ou fève proprement dite, dont la grosse graine, aplatie, peut mesurer 2 à 3 cm de long et porte un long hile noir ;
- *V. faba minor*, ou *equina*, la féverole, dont la graine plus petite est plus ou moins cylindrique ou ovoïde, légèrement comprimée (BOYELDIEU, 1991).

En raison de la richesse de sa graine en protéines (20 % de la ms) tout en restant un aliment énergétique (55 % de glucides), la culture de la féverole s'est progressivement étendue en Europe de l'Ouest, sous la pression des besoins pour l'alimentation humaine et animale. (MAZOYER, 2002).

**Tableau 3.** Principaux composants biochimiques de la fève de fève en g pour 100g de matière sèche (FAO, 1982 ; BOYELDIEU, 1991).

<b>Nutriments</b>	<b>Fève de fève</b>
<b>Protéines</b>	27 - 31
<b>Lipides</b>	2
<b>Glucides totaux</b>	48,9 - 52
<b>Minéraux</b>	4 - 5
<b>Fibres</b>	10

#### **I.4. Supplémentation céréales-légumes secs**

Depuis les débuts de l'agriculture, on a toujours cultivé ensemble les céréales et les légumineuses. Les légumineuses constituent, après les céréales, les plantes les plus cultivées dans le monde. Associées et consommées ensemble, les protéines des légumes secs et des céréales se complètent et fournissent des protéines correspondant aux besoins de notre organisme (MAZARI et OURAHMOUNE, 1996 ; POISSON, 2005).

Chez les légumes secs, la méthionine constitue l'acide aminé limitant. Chez les céréales c'est la lysine qui est l'acide aminé limitant. La complémentarité améliore la valeur biologique des deux protéines (CUQ et LEYNAUD-ROUAUD, 1992). Les légumes secs complètent les céréales non seulement pour les protéines, mais aussi pour les minéraux et les vitamines du complexe B cela revêt une importance particulière quand des céréales raffinées telles que le riz ou la farine blanche du froment sont utilisées dans un régime pauvre ne comportant guère d'aliments d'appoint (FAO, 1982).

## **II. Couscous**

### **II.1. Etymologie du mot couscous**

L'origine berbère du mot couscous ne fait pratiquement pas de doute, même si sa formation exacte présente quelques obscurités. En effet, le terme, sous la forme de base seksu, est attesté dans quasiment tous les dialectes berbères algéro-marocains : kabyle, chleuh, rifain.

Les dialectes berbères sahariens (touareg, Ghadames) présentent une forme légèrement différente : keskesu (CHAKER, 1995).

## II.2. Définition

Le couscous, c'est le produit composé de la semoule de blé dur (*Triticum durum*) dont les éléments sont agglomérés en ajoutant de l'eau potable et qui a été soumis à des traitements physiques tels que la cuisson et le séchage (normes de codex alimentarius 202-1995).

(BOUDREUA *et al.*, 1992) décrit le couscous comme une semoule de blé dur étuvée et agglomérée en granules de 1 à 2 millimètres de diamètre. Le couscous industriel est préparé à partir d'un mélange d'un tiers de grosse semoule (630 à 800 micromètres) et deux tiers de fines semoule (250 à 630 micromètres). Selon le même auteur, la valeur couscoussière d'une semoule se caractérise par une teneur élevée en protéines (13.5% sur base humide).

## II.3. Composition du couscous

Le codex alimentarius (norme de codex 202-1995) indique que la teneur en humidité du couscous ne doit pas dépasser 13,5 %, avec une teneur en cendres au maximum de 1,1 %. La composition biochimique du couscous industriel est semblable à celle de la semoule de blé dur qui est utilisée comme matière première (Tableau 4).

**Tableau 4.** Composition biochimique de la semoule de blé dur et du couscous industriel moyen (HEBRARD, 2002).

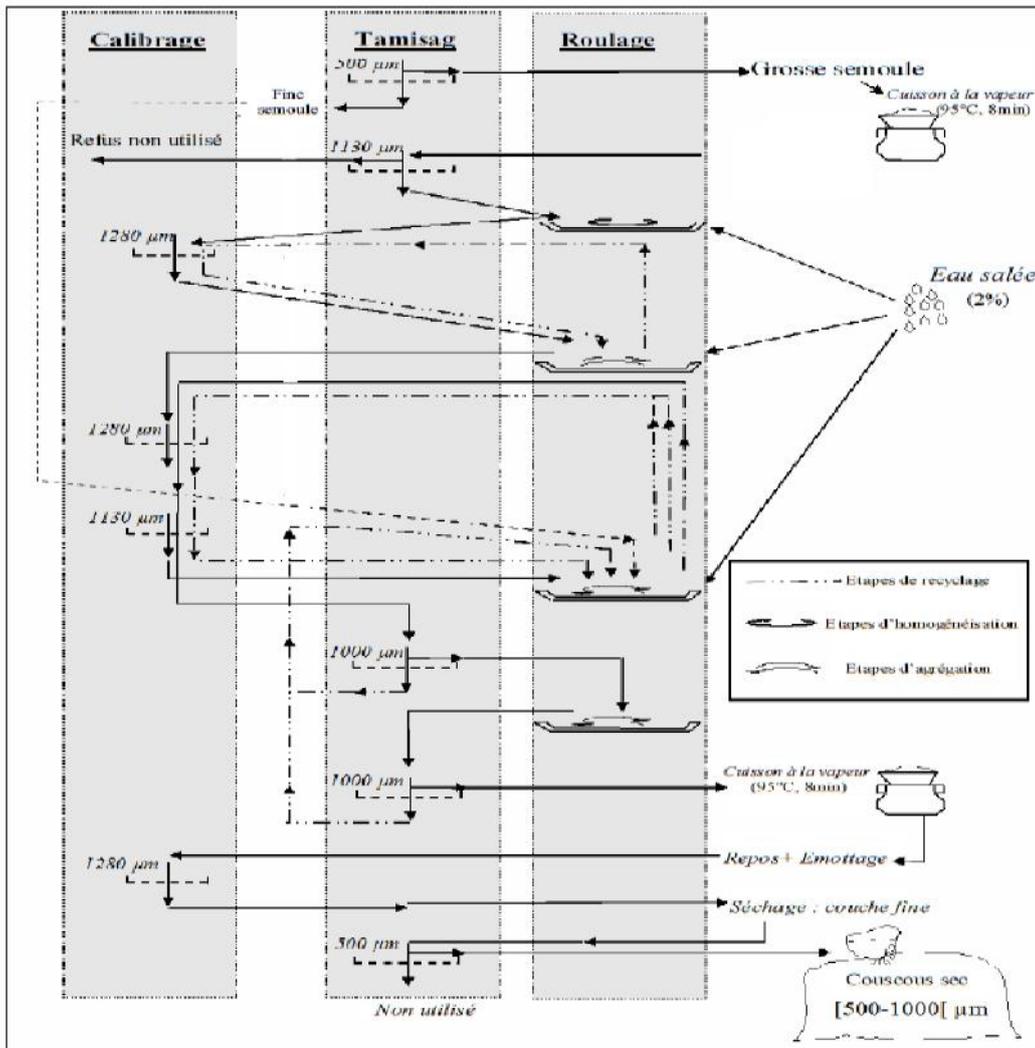
Composition	Semoule du blé dur	Couscous moyen
Teneur en eau (g / 100 g de produit)	14,5 ± 0,4	9,8 ± 0,3
Teneur en amidon (g / 100 g de matière sèche)	86,2 ± 6,0	85,6 ± 6,0
Teneur en amidon gélatinisée (g / 100 g de matière sèche)	5,9 ± 0,3	71,8 ± 3,6
Teneur en protéines totales (g / 100 g de matière sèche)	13,5 ± 0,5	13,5 ± 0,5
Teneur en protéines solubles (g / 100 g de matière sèche)	12,7 ± 0,6	2,2 ± 0,1
Teneur en pentosanes totales (g / 100 g de matière sèche)	1,7 ± 0,2	1,4 ± 0,1
Teneur en pentosanes solubles (g / 100 g de matière sèche)	0,1	0

D'autre part, Le couscous est caractérisé par des teneurs faibles en protéines solubles (2,2%) et des teneurs élevées en amidon gélatinisé (71,8 %), en comparaison avec la semoule de blé dur (12,7 % et 5,9 %), respectivement, ces différences sont dues aux changements physico-chimiques induits par le processus de fabrication (HEBRARD, 2002).

## II.4. Fabrication du couscous

### \* Mode artisanal

Le couscous artisanal est le produit de l'agglomération de la semoule (grosse et fine) sous l'effet de l'hydratation et de roulage. La matière première est d'abord subie une classification pour séparer les particules grosses ( $\varnothing > 500\mu\text{m}$ ) et les particules fines ( $\varnothing < 500\mu\text{m}$ ) de la semoule. Ensuite la semoule grosse est hydratée par l'eau salée et roulée à la main plusieurs fois, en ajoutant chaque fois une quantité de la semoule fine et par fois de la farine de blé dur ( $\varnothing = 280\mu\text{m}$ ). Dans certaines régions, la semoule grosse est antérieurement traitée à la vapeur d'eau avant de la passer à l'étape de l'hydratation. L'agglomérat de la semoule est par la suite tamisé pour obtenir le couscous humide qui est ultérieurement précuit à la vapeur d'eau, émotté, calibré et séché à l'air libre et au soleil (figure 1) (BOUCHEHAM, 2009).

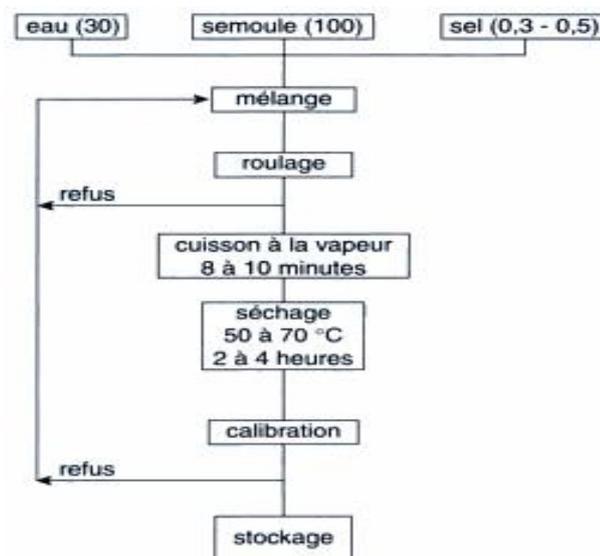


**Figure 1:** Diagramme traditionnel de préparation du couscous selon le mode de préparation dans le Nord Est Algérien (BENATALLAH *et al.*, 2008).

### \* Mode industriel

La fabrication industrielle du couscous met en œuvre les six étapes suivantes: (figure 2)

- ✓ Mélange de semoules de blé dur (100), d'eau (30) et parfois de sel (0,3-0,5) ;
- ✓ Roulage des particules de semoules pour les agglomérer en grains de dimension variable, habituellement comprise entre 500 et 800  $\mu\text{m}$ , parfois plus. Cette opération est réalisée dans des cylindres alvéolés rotatifs (des rouleurs) ou de simples plansichters. Les agglomérats les plus gros sont renvoyés sur la mélangeuse ;
- ✓ Cuisson à la vapeur pendant une dizaine de minutes ;
- ✓ Séchage à 50-70 °C pendant quelques heures pour atteindre une humidité finale de 12-14% ms, suivi d'un refroidissement ;
- ✓ Calibrage sur des tamis ;
- ✓ Recyclage des grains trop fins ou trop gros.
- ✓ Le débit horaire des installations se situe autour de 500Kg/h. La qualité des semoules n'est guère différente de celle requise pour fabriquer des pâtes alimentaires, si ce n'est une granulométrie souvent plus élevée ; leur teneur en protéines est d'environ 13% ms (FEILLET, 2000).



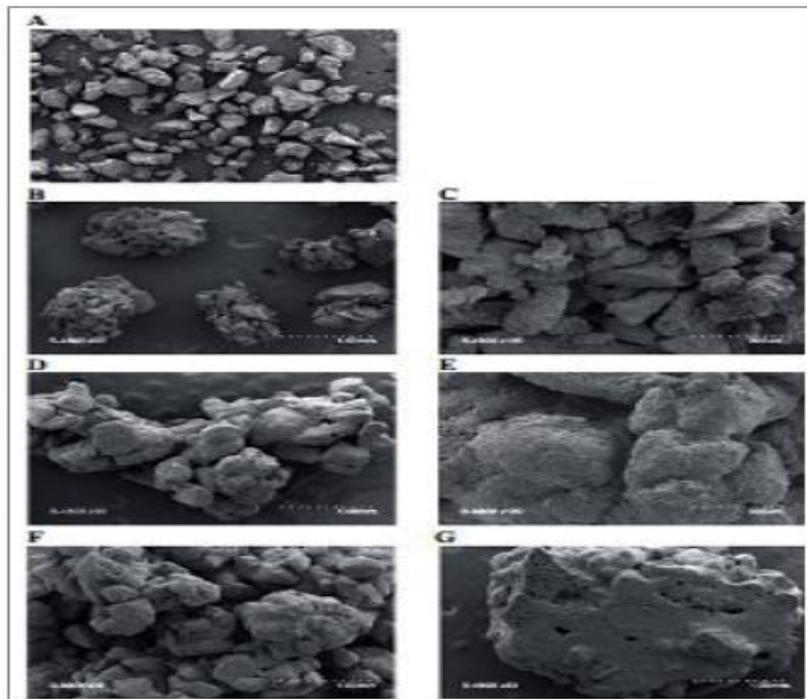
**Figure 2:** Schéma de la fabrication industrielle du couscous (FEILLET, 2000).

### II.5. Mécanisme d'agglomération de la semoule au cours du roulage

L'agglomération humide est principalement répandue dans les procédés des différentes industries (pharmaceutique, agro-chimique et agro-alimentaire, etc.). Elle est décrite comme la succession de trois étapes : mouillage et nucléation, consolidation et coalescence, et attrition et rupture. Les mécanismes de croissance observés pendant

l'agglomération humide, qui sont habituellement accompagnés avec les changements structuraux profonds, ont été étudiés par plusieurs auteurs. Cependant, l'agglomération des poudres de blé (semoule et farine) n'a pas été vraiment étudiée. Ceci peut être attribué à la réactivité extérieure élevée des particules après avoir été hydraté en raison du comportement de gonflement, solubilisation de quelques composants de blé et la possibilité de formation des réseaux macromoléculaires aussi bien que des interactions des protéines (MOHAMAD SAAD *et al.*, 2011).

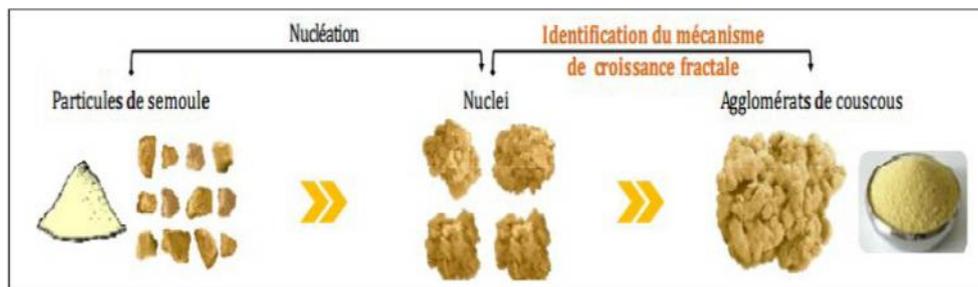
La figure 3 montre la microstructure de produit de différents stades d'agglomération de la semoule de blé dur au cours de la mise en forme du couscous. MOHAMAD SAAD *et al.* 2011 ont observé des petites particules (Figure 3A). Au niveau d'hydratation ( $w$ ) compris entre 0,15 et 0,25 (g d'eau/ g de matière sèche) qui représente les particules natives de la semoule de blé dur qui ne sont pas encore en contact avec l'eau durant le stade d'hydratation et malaxage.



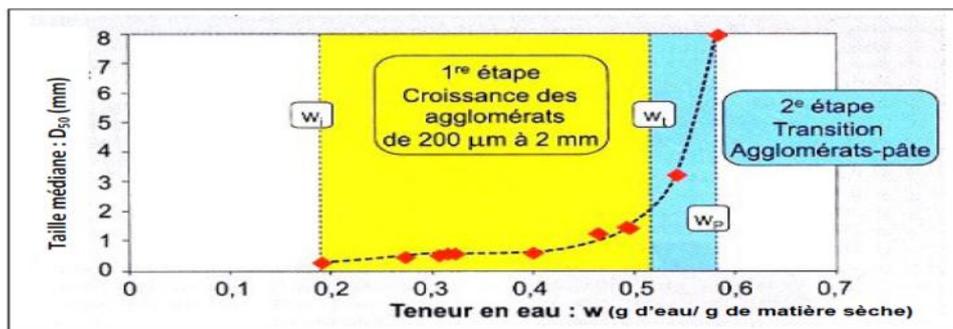
**Figure 3:** Microstructure d'électron de balayage des particules de la semoule de blé dur (A), des grains formés après hydratation et malaxage : nucléi (B,C), des agglomérats (D,E) et des pièces de pâte (F,G) (MOHAMAD SAAD *et al.*, 2011).

Selon MOHAMAD SAAD *et al.* 2011, quelques grains de diamètre compris entre 0,6 et 1 mm sont observés au niveau d'hydratation compris entre 0,25 et 0,40 (g d'eau/ g de matière sèche). Ces grains sont considérés comme le nucléi qui est le résultat de la

première association des particules de la semoule (Figure 3B). Ces particules adhérentes forment la structure du nucléi (Figure 3C) qui est stable grâce aux ponts capillaires générés par la force de frottement entre les particules de la semoule. Beaucoup de nucléi peuvent être associés selon le mécanisme de coalescence en donnant des agglomérats à hydratation comprise entre 0,40 et 0,55 (g d'eau/ g de matière sèche) (Figure 3D). Ce mécanisme de cohésion est accompagné par un changement dans la microstructure des particules de la semoule dû au comportement réactif de ces particules. La stabilité des agglomérats est assurée par les ponts capillaires comme le cas du nucléi et par les interactions biochimiques dues au large changement dans la microstructure des particules de la semoule. A hydratation supérieure à 0,55 (g d'eau/ g de matière sèche), de larges grains (4-6 mm) appelés pièces de pâte sont observés (Figure 3F). La structure interne des pièces de pâte semble d'être formée d'une structure continue de pâte dont il est impossible d'identifier les particules natives de la semoule (Figure 3G). Ceci peut être dû aux interactions biochimiques prolongées entre les composants de blé qui contribuent à la génération de la structure interne continue des pièces de pâte qui représentent la structure transitoire entre l'agglomérat et la pâte continue comme le représentent les figures 4 et 5.



**Figure 4:** Mécanisme d'agglomération de la semoule de blé dur (MOHAMAD SAAD *et al.*, 2010).

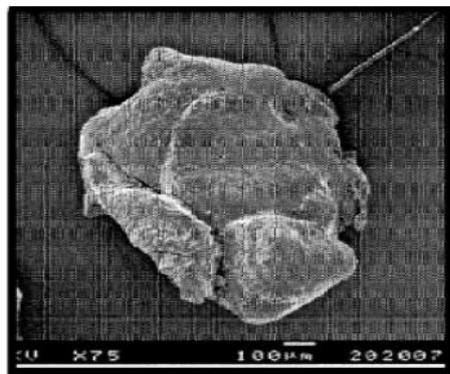


**Figure 5:** Evolution de la taille médiane des particules de la semoule de blé dur après l'étape de l'hydratation/ malaxage en fonction de la teneur en eau (MOHAMAD SAAD *et al.*, 2010).

## II.6. Microstructure des particules

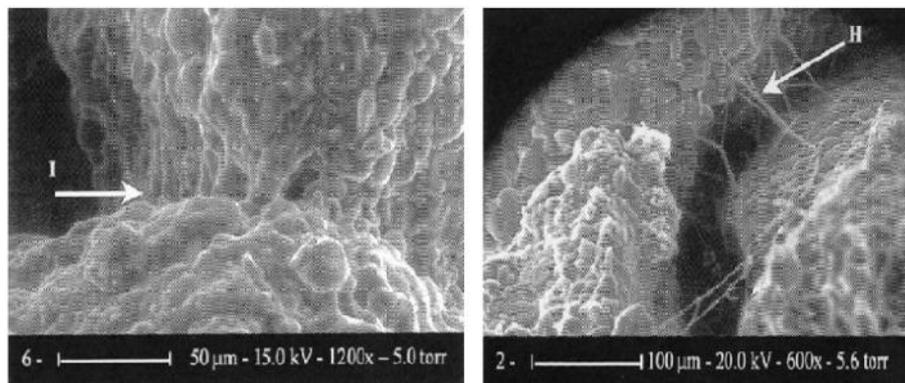
Selon BENATALLAH (2009), Les grains des couscous que se soit de blé dur ou sans gluten correspondent aux particules des fines semoules attachées à la surface des plus grosses particules qui ne sont autre que celles des grosses semoules.

Les micrographes électroniques de balayage sont utilisés pour l'évaluation de la microstructure des grains de couscous. Les grains de couscous sec apparaissent comme des grandes particules agglomérées (Figure 6), établies par l'association de petites particules de semoule plus ou moins fondues (300-500  $\mu\text{m}$ ) (PONS *et al.*, 1999).



**Figure 6:** Microstructure d'électron de balayage des grains de couscous industriel (PONS *et al.*, 1999).

HEBRARD (2002) a montré que la rigidité des grains de couscous est due aux ponts fondus entre les petites particules initiales agglomérées (Figure 7).



**Figure 7:** Microstructure d'agglomérat humide après le roulage (HEBRARD, 2002).

La présence d'un vide résiduel entre les particules plus ou moins fondues de semoule permet une certaine porosité à l'intérieur des grains de couscous (HEBRARD, 2002).

## **II.7. Processus de fabrication du couscous à l'échelle macroscopique, microscopique et moléculaire**

Très peu d'études ont décrit la fabrication du couscous au niveau des échelles macroscopique, microscopique et moléculaire. CUQ et ABECASSIS 2006, font partie des scientifiques qui se sont intéressés à cet aspect.

### **\* Echelle macroscopique**

Selon CUQ et ABECASSIS (2006), trois étapes critiques de fabrication sont à souligner :

L'étape d'addition d'eau et de malaxage est conduite de façon à ajouter des quantités suffisantes d'eau à la semoule sèche, de la distribuer de façon homogène au dessus des particules des composants du blé. Les étapes d'hydratation et de roulage sont responsables d'une oxydation notable des pigments caroténoïdes par l'action des lipases et des lipoxigénases (BOUDREAU et MENARD, 1992) ou aussi par l'apparition d'un brunissement ayant pour origine la polyphénol oxydase (FEILLET, 2000).

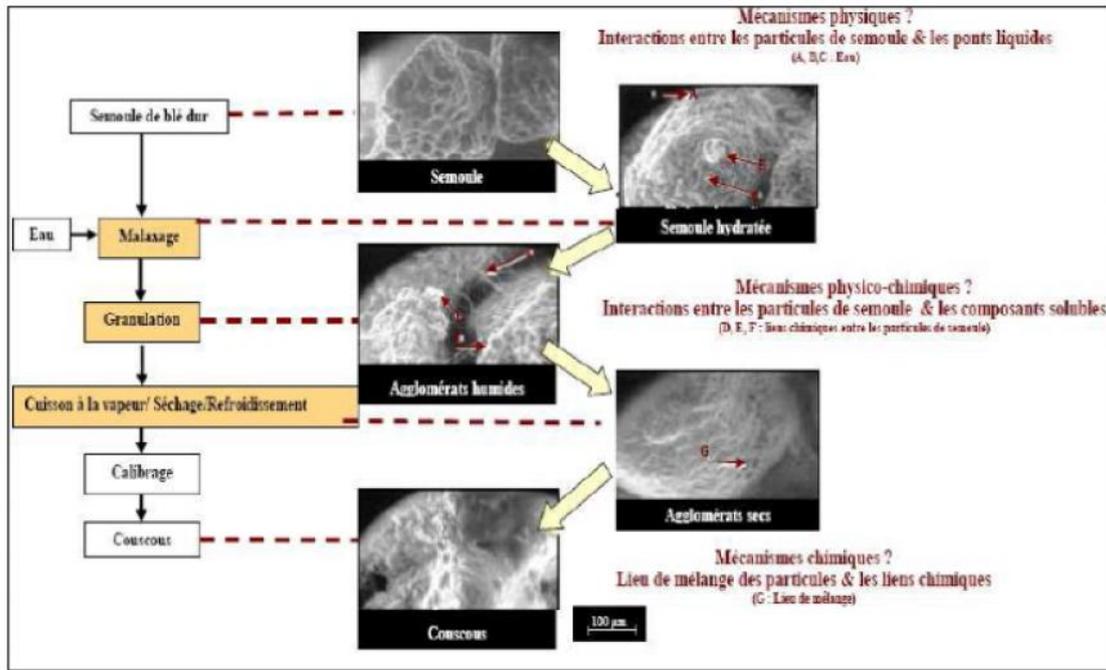
L'étape de granulation permet l'agrégation des particules de semoules initiales en vue de former les granulats de couscous. La granulation se produit par l'apport d'énergie mécanique au cours du malaxage et du roulage ;

Les étapes de cuisson à la vapeur, de séchage et de refroidissement. Alors que la première et la dernière étape sont conduites dans le but de gélatiniser l'amidon, le séchage vise à stabiliser le produit fini par la réduction de son activité en eau et à améliorer la coloration du couscous humide (BOUDREAU et MENARD, 1992).

### **\* Echelle microscopique**

Ces auteurs montrent des microphotographies des particules de semoule sèche, après hydratation et les granules de couscous finaux (Figure 8). En vue d'essayer de comprendre le mécanisme impliqué dans la formation des granules de couscous, ils ont émis trois hypothèses. D'après eux la transformation des particules de semoule en grains de couscous pourrait résulter d'un système complexe de :

- Réactions physiques (entre les particules de semoule) ;
- Réactions physico-chimiques (entre les composants de blé dur) ;
- Réactions chimiques (entre les groupements réactifs sur les protéines).



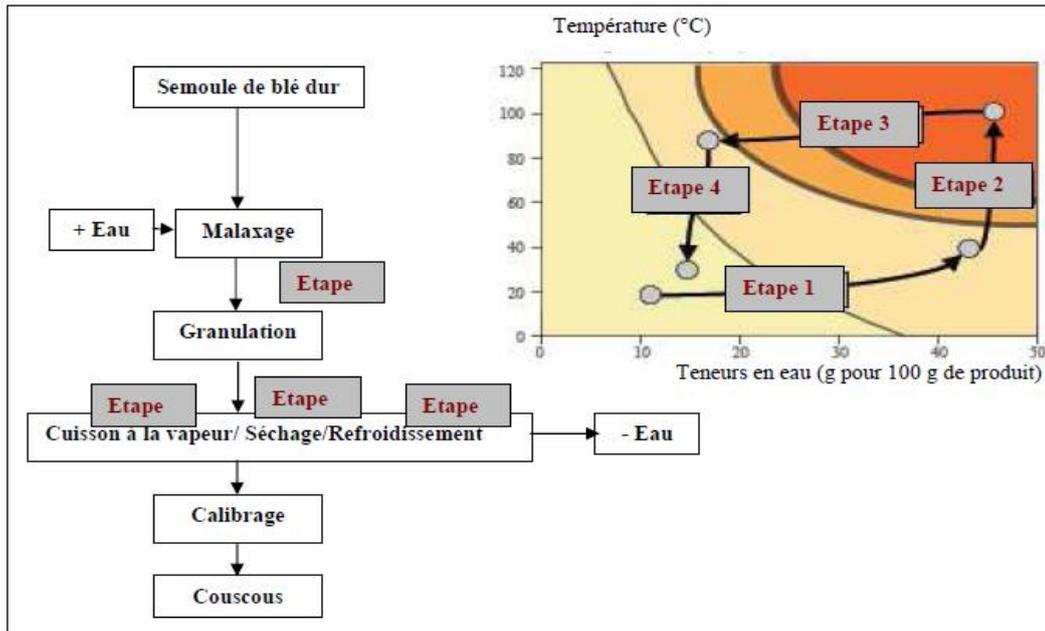
**Figure 8:** Microphotographies de grains secs et hydratés de semoule, d'agglomérats secs et humides, et grains fins de couscous et hypothèses du mécanisme de formation des grains de couscous (CUQ and ABECASSIS, 2006).

\* **Echelle moléculaire**

A l'échelle moléculaire, la description du processus de fabrication du couscous est étudiée par la considération de la réactivité des composants du blé dur, plus particulièrement, l'amidon et les protéines. Les diagrammes d'état de l'amidon et des protéines sont superposés sur celui de la "température-contenu en eau" qui indique les principaux changements chimiques suivants (CUQ and ABECASSIS, 2006) :

- La transition vitreuse des protéines ;
- La réticulation des protéines ;
- La gélatinisation de l'amidon.

Au cours du processus de fabrication du couscous, le changement dans le contenu en eau et de température induit des modifications significatives dans la réactivité des composants de la semoule. Cependant, il peut être noté que la formation de réseau de gluten n'a pas été démontrée durant la fabrication du couscous probablement en raison des faibles teneurs en eau et des faibles niveaux de malaxage (CUQ and ABECASSIS, 2006). Selon ces auteurs, il est possible de tracer les quatre principales étapes de fabrication de couscous sur le diagramme d'état des composants de blé dur (amidon & protéines) (Figure 9).

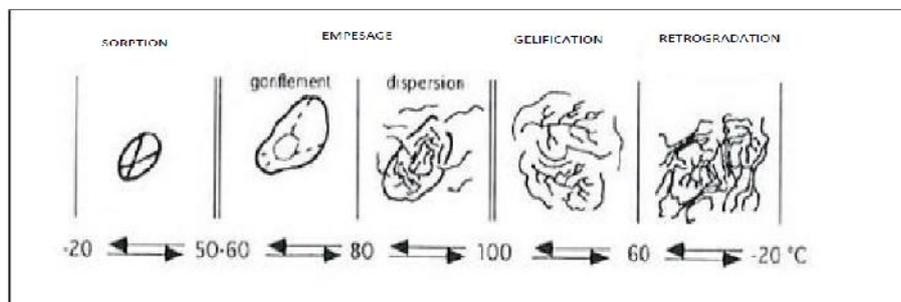


**Figure 9:** Superposition des étapes de fabrication du couscous sur le diagramme d'état des composants de blé dur (amidon & protéines) (CUQ et ABECASSIS, 2006).

## II.8. Effet du traitement hydrothermique sur les constituants biochimiques du couscous

Le traitement hydrothermique (cuisson à la vapeur d'eau) provoque des modifications profondes sur les composants biochimiques du couscous. COLLONNA et ROUAU 1986 ont souligné que l'amidon est altéré par les traitements physiques. Lorsque les grains d'amidon soumis à un traitement en milieu aqueux, ils gonflent en absorbant de l'eau, tandis qu'une fraction des chaînes passe en solution, essentiellement de l'amylose.

La figure 10 résume les modifications enregistrées sur l'amidon sous l'effet d'un traitement hydrothermique.



**Figure 10:** Modifications hydrothermiques de l'amidon (BULEON *et al.*, 1990).

Selon GUEZLANE *et al.* (1998 b), le traitement hydrothermique du couscous de blé dur provoque deux phénomènes :

- Une diffusion de l'amylose hors des fantômes des grains d'amidon (Figure 10). Ce phénomène intervient dès la gélatinisation et se poursuit pendant toute la durée du traitement hydrothermique.

- La complexation de l'amylose avec les lipides monoacylés présents dans la semoule forme une réticulation partielle au sein des particules de couscous (pseudo-gélification). Cette complexation n'est pas fonction de l'intensité du traitement mais seulement de la durée du traitement.

BARNES *et al.* 1981 décrivent la formation de liaisons protéines-amidon au cours de traitement thermique que subissent les couscous pendant leurs fabrication, la matrice protéino-glucidique empêche l'amylose de l'amidon de migrer vers la surface des grains de couscous lors de leur cuisson. Selon GUEZLANE *et al.* (1998 b), c'est ce phénomène de diffusion qui serait responsable de la désintégration des particules de couscous et de l'augmentation de leur caractère collant.

Les traitements thermiques ont un effet évident sur les protéines, HOSENEY et DEBI (1990) ont obtenu 2 pics montrant la dénaturation des protéines solubles associées au gluten par DSC (differential scanning calorimetry) durant un traitement thermique. GUEZLANE *et al.* (1998 a) ont étudié l'influence des traitements hydrothermiques du couscous sur le comportement des protéines, ils indiquent que les traitements hydrothermiques entraînent une dénaturation des protéines, les HMWG et LMWG s'agrègent très rapidement, cette agrégation des protéines intervient par la création de liaisons disulfures, ces liaisons covalentes imposent une nouvelle structure plus rigides aux protéines, ce qui réduit leurs possibilités d'interagir et pourrait ainsi limiter l'apparition du collant entre les particules de couscous.

Par ailleurs, ABECASSIS *et al.* 1990 indiquent que l'effet principal de traitement thermique à haute température sur les lipides est la formation des liaisons avec d'autres constituants. BULEON *et al.* 1990 rapportent qu'une interaction importante des acides gras et des monoglycérides avec l'amylose (complexe amylose-lipide) a pour effet de modifier la répartition de l'amylose, le gonflement de l'amidon et le mode de rétrogradation.

Pour les pâtes alimentaires, en général, la qualité culinaire ne peut être expliquée que par l'interaction entre les macromolécules. Il faut souligner que les principaux constituants (amidon, protéines, lipides) de la semoule et de ses dérivés (pâtes alimentaires, couscous, etc.) ne peuvent être considérés séparément (FEILLET, 1986).

### III. Liaisons et interactions

Une fois hydratées et en raison de la fonctionnalité des acides aminés qui les composent, les protéines de la farine sont susceptibles de former entre elles et avec les autres molécules présentes dans le milieu environnant (amidon, lipides et pentosanes plus particulièrement), des liaisons hydrogène, ioniques et covalentes ainsi que des interactions hydrophobes (Tableau 5) (FEILLET, 2000).

**Tableau 5:** Nature des liaisons entre les protéines de la pâte (FEILLET, 2000).

Dénomination des liaisons et des interactions	Nature	Exemple	Energie de rupture (KJ/mole)	Agent de rupture
<i>Covalentes</i>	mise en commun d'électrons entre atomes liés	Liaisons peptidiques Liaisons disulfures (cystine)	100 à 800	Protéases Réducteurs Cisaillement
<i>Ioniques</i>	Attraction entre charges électriques opposées	Groupements acides et basiques chargés	40 à 100	Eau, pH acide, force ionique élevé
<i>Hydrogène</i>	Attraction entre un atome d'hydrogène et un atome électronégatif	Acide glutamique sous forme amidée (glutamine, acides aminés non polaires)	10 à 40	Eau, urée, solvant polaires, élévation de température
<i>Hydrophobes</i>	Agrégation de groupements non polaires	Alanine, isoleucine, valine phénylalanine	4 à 12	Eau, solvants apolaires détergents, baisse de température

#### III.1. Forces chimiques

##### III.1.1. Liaisons hydrogène

Les liaisons hydrogène s'établissent entre un atome d'hydrogène lié de façon covalente à un atome électronégatif (comme l'oxygène ou l'azote) et un autre atome électronégatif qui sert d'accepteur de liaison hydrogène (MONTEL *et al.*, 1979; GARRETT et GRISHAM,

2000). La force de la liaison hydrogène est plus importante que celles des forces de van der Waals (GARRETT et GRISHAM, 2000).

Dans les protéines, les liaisons hydrogène peuvent apparaître entre l'oxygène d'un groupement carbonyle d'une liaison peptidique et l'hydrogène du NH d'une autre liaison peptidique (C=O...H-N). L'énergie de ces liaisons est comprise entre 8 à 40kJ/mole. Ces liaisons jouent un rôle important dans la stabilisation des structures secondaires et tertiaires des protéines. Elles sont renforcées avec le froid et détruites par la chaleur, les détergents et l'urée (TANFORD, 1968; CHEFTEL *et al.*, 1985).

Les liaisons hydrogène ont aussi une propriété supplémentaire. Elles sont essentiellement directionnelles et les atomes impliqués (donneurs, H, accepteurs) sont en général disposés de façon linéaire. Il faut aussi ajouter que les liaisons hydrogène sont plus spécifiques que les interactions de Vander Waals car elles requièrent la présence de groupements donneurs et accepteurs d'hydrogène complémentaires (GARRETT et GRISHAM, 2000).

### **III.1.2. Liaisons ioniques**

Les liaisons ioniques, ou interactions électrostatiques, résultent des forces d'attraction entre deux fonctions polaires dont les charges électriques sont opposées, par exemple entre un groupement carboxylique négatif et un groupement aminé positif. Les charges électrostatiques étant réparties de façon radiale, les liaisons n'ont pas le caractère directionnel des liaisons hydrogène. Néanmoins, les charges opposées ne se trouvant que dans des positions bien définies de la structure, les liaisons ioniques contribuent de façon importante à la spécificité structurale (GARRETT et GRISHAM, 2000).

Les interactions électrostatiques impliquent des énergies comprises entre 42 et 84 kJ/mole, et sont détruites par des solutions salines et des pH faibles ou forts (CHEFTEL *et al.*, 1985).

### **III.1.3. Interactions hydrophobes**

Les interactions hydrophobes sont des interactions impliquant les résidus d'acide aminé à chaîne latérale aliphatique ou aromatique qui auront tendance à s'associer dans des régions hydrophobes internes de la protéine. Elles ont une énergie comprise entre 4 et 12 kJ/mole et sont détruites par l'addition de détergent et de solvants organiques, et renforcées par la chaleur (TANFORD, 1968; CHEFTEL *et al.*, 1985).

Ce sont la conséquence de la très forte tendance des molécules d'eau à exclure les groupements et les molécules non polaires (CREIGHTON, 1993; GARRETT et GRISHAM, 2000; MEYER et *al.*, 2006). Les interactions hydrophobes ne résultent pas tant d'une affinité particulière des substances non polaires entre elles (encore que les forces de van der Waals établissent des liaisons faibles entre ces molécules), mais du fait de la très forte interaction entre les molécules d'eau, interaction beaucoup plus forte qu'avec une molécule non polaire (GARRETT et GRISHAM, 2000).

#### **III.1.4. Liaisons covalentes**

La liaison covalente résulte de la mise en commun d'électrons par deux atomes, c'est-à-dire de la création de paires d'électrons. Ainsi, lorsque deux atomes échangent ou mettent en commun un ou plusieurs électrons, ou lorsqu'ils s'adjoignent une paire d'électrons dans leur couche externe, il ya formation de substances dont les propriétés sont tout à fait différentes de celle des atomes individuels. Pour séparer à nouveau ces atomes, il faut de l'énergie. La mesure de la quantité de cette énergie est une indication de la stabilité de la liaison (FREIDLI, 2002).

La liaison covalente est, quant à elle, liée au partage d'une ou de plusieurs paires d'électrons entre les atomes dans une macromolécule. Le plus électronégatif a une tendance à attirer à lui les électrons de la liaison. Il en résulte un moment dipolaire (PETITET et BARQUINS, 2008).

#### **III.2. Dénaturation**

La dénaturation est un processus nécessitant de l'énergie mais les liaisons étant faibles, de nombreux agents, tant physiques que chimiques peuvent en être la cause. Chacun d'eux agit selon un mode plus ou moins spécifique : les acides et les bases modifient les ionisations, font disparaître les liaisons salines ; l'urée entraîne une rupture des liaisons hydrogène ; l'élévation de température qui accroît l'agitation provoque la rupture des liaisons les plus faibles (AUDIGIE et ZONZAIN, 1991).

C'est une propriété singulière des protéines qui résulte d'une modification de la structure spatiale sans aucune rupture de la liaison peptidique, donc sans décomposition. La dénaturation est le résultat de l'action d'agents variés :

- \* Physique : chaleur, radiations (ultraviolettes, ionisantes), agitation prolongée, interfaces,...

\* Chimiques : acides, solutions de métaux lourds (déprotéinisants, défécants), certaines molécules organiques (urée, solvants, détergents),...

C'est un phénomène fort complexe et imparfaitement connu. Ainsi des pH ou des températures extrêmes peuvent causer la rupture des liaisons hydrogène et donc la perte de la structure secondaire. L'addition de solvants organiques, tels l'éthanol ou l'acétone, interfère également avec ces liaisons en se substituant aux molécules d'eau qui enveloppent la protéine. Les détergents tels que le sodium dodécylsulfate ou SDS, les agents choatropes (urée, trichloroacétate) agissent surtout au niveau des interactions hydrophobes qui stabilisent la structure tertiaire.

Le point de départ étant la conformation native, de nouvelles conformations parfois fugaces, apparaissent. Le stade ultime est souvent l'enchaînement polypeptidique déplié ou déenroulé. Dans ce dernier cas, la dénaturation est irréversible (cas du blanc d'œuf cuit). Mais il arrive que la dénaturation soit apparemment réversible, avec réapparition d'une ou plusieurs propriétés. Les principaux effets de la dénaturation sont :

- Perte d'activité biologique
- Chute de la solubilité (démasquage des groupes hydrophobes) ;
- Sensibilité accrue aux protéases ;
- Défaut de cristallisation (ALAIS *et al.*, 2008).

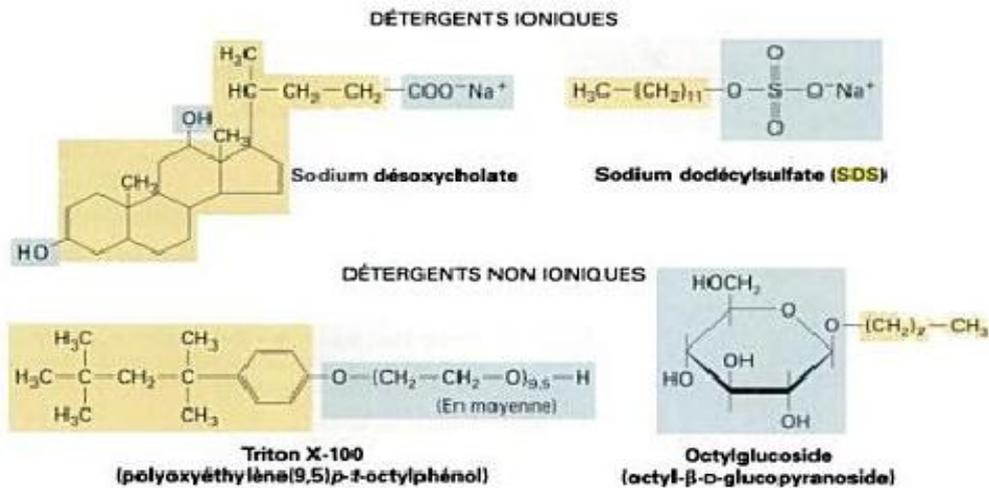
### **III.3. Agents dissociants**

#### **III.3.1. Détergents**

Les détergents sont des molécules amphipathiques. La partie hydrophobes d'une molécule de détergents est attiré par les glucides et se mélangent rapidement à eux. La partie hydrophile est fortement attirée par l'eau. Certains détergents sont des produits naturels, mais la plupart sont des molécules de synthèse élaborée pour le nettoyage ou la dispersion des mélanges d'huile et d'eau.

Les détergents ioniques comme le sodium désoxycholate et le sodium dodécylsulfate (SDS) contiennent un groupement chargé. En raison de leur charge, ces détergents rompent également les liaisons ioniques et les liaisons hydrogène. Les détergents non ioniques tels que le Triton X-100 et l'octylglucoside dépourvus de groupement chargé. A des concentrations très faibles, les détergents se dissolvent dans l'eau sous la forme de molécules isolées. Lorsque la concentration augmente, les molécules commencent à former

des micelles de petits agrégats sphériques dans lesquels les parties hydrophiles des molécules sont dirigées vers l'extérieur et les parties hydrophobes regroupées au centre. La concentration micellaire critique (CMC) à laquelle les micelles se forment est caractéristique de chaque détergent et dépend des structures de ces parties hydrophobes et hydrophiles (LODISH *et al.*, 2005). La figure 11 représente la structure de quatre détergents courants.



**Figure 11:** La structure de quatre détergents courants (LODISH *et al.*, 2005).

La partie hydrophobe de chaque molécule est en jaune, la partie hydrophile, en bleu. Le sodium désoxycholate, un sel biliaire, est un produit naturel ; les autres sont synthétiques. Bien que les détergents ioniques provoquent généralement la dénaturation des protéines, ce n'est pas le cas des détergents non ioniques qui servent à solubiliser les protéines membranaires intrinsèques (LODISH *et al.*, 2005).

Le sodium dodécylsulfate (SDS), un détergent souvent utilisé en biochimie, se lie très fortement aux protéines en leur conférant une forme de bâtonnet, la plupart des protéines se lient au SDS dans le même rapport : 1,4g de SDS/g de protéine (environ une molécule de SDS pour deux résidus d'acides aminés), la forte charge globale apporté par le SDS masque la charge intrinsèque des protéines (VOET et VOET, 2005).

Selon LEFEBVRE-CASES *et al.* (1998 a), SDS interagit principalement avec les groupes chargés et les groupes non polaires des chaînes latérales des protéines, induisant des répulsions électrostatiques intramoléculaires et la rupture concurrentielle des interactions

hydrophobes. Ils ont proposé trois hypothèses pour comprendre comment la molécule de SDS interagit avec les micelles de caséine :

\*la molécule de SDS interagit avec la micelle de caséine avec son partie anionique ayant pour résultat une augmentation de l'hydrophobicité micellaire;

\*la molécule de SDS lie à une micelle de caséine avec son partie hydrophobe menant à une augmentation de la charge négative micellaire;

\*ou les deux interactions sont impliquées.

À la différence de l'urée, les détergents ioniques, tels que le SDS, ne peuvent pas concurrencer pour les liens d'hydrogène de peptides qui stabilisent la structure secondaire des protéines (LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998 b). Il devrait également noter que la liaison du détergent ionique peut perturber indirectement les liaisons hydrogène de peptide (MARKUS et KARUSH, 1957; LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998 b).

Le Sodium dodécylsulfate (SDS) est le détergent anionique le plus employé dans les recherches scientifiques à raison de ses caractéristiques structurales, ce qui le spécifie des autres détergents. En effet il n'entraîne pas la perturbation des résultats lors du dosage des protéines par les méthodes spectroscopiques.

Le SDS est utilisé pour la rupture des interactions hydrophobes dans la technique d'électrophorèse en conditions dénaturantes décrite par LAEMMLI *et al.*, (1970).

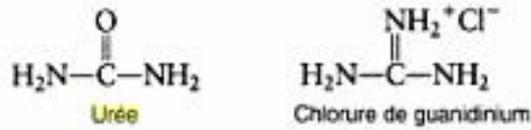
Il est également utilisé par LEFEBVER-CASES *et al.*, (1998) pour l'estimation des interactions hydrophobes dans les gels laitiers. WANG *et al.*, (2003 et 2007), l'ont aussi utilisé pour l'extraction des macros polymères de gluténine à partir de la farine de blé tendre.

### **III.3.2. Coupure des liaisons hydrogène**

L'urée établit des liaisons hydrogène forts avec les groupes polypeptidiques des protéines et, par conséquent, dénature les protéines en cassant les liaisons hydrogène intramoléculaires. L'urée peut également affaiblir les interactions hydrophobes (LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998 a).

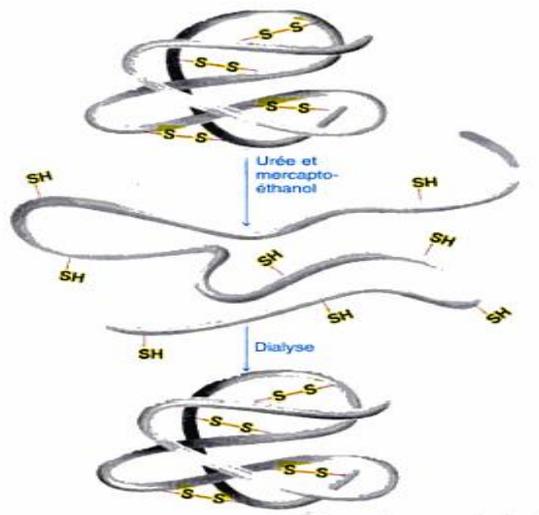
En traitant les protéines de façon à rompre les liaisons faibles stabilisant leur repliement, on peut dénaturer la protéine. Ainsi, l'énergie thermique détruit les liaisons faibles, des pH extrêmes peuvent modifier la charge des chaînes latérales d'acide aminée et rompre les liaisons ioniques et hydrogène. Des réactifs comme l'urée et le chlorure de guanidinium

(d'ordre de 6 à 8M) disloquent à la fois les liaisons hydrogène et les interactions hydrophobes, causant le déroulement des protéines :



En l'état dénaturé, une protéine a perdu à la fois sa forme compacte et son activité. La dénaturation des protéines entraîne le plus souvent leur précipitation, car de nombreux groupes hydrophobes qui s'attiraient mutuellement au sein de la molécule native accolent les molécules dénaturées les unes aux autres en formant un agrégat insoluble.

On peut dérouler complètement la plupart des polypeptides en les traitant par une solution (8M) d'urée additionnée de mercaptoéthanol ( $\text{HSCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$ ) (figure 12). L'urée rompt les liaisons hydrogène et hydrophobes intramoléculaires et le mercaptoéthanol réduit chaque ponts disulfure en deux groupes  $-\text{SH}$  (figure 12). En éliminant ces réactifs par dialyse, on permet la réoxydation spontanée des groupes  $-\text{SH}$  en ponts disulfure et le repliement simultané de la chaîne polypeptidique en sa conformation native (DE ROBERTIS et DE ROBERTIS, 1983).



**Figure 12:** Action combinée de l'urée et de mercaptoéthanol sur les polypeptides.

D'après CLAVERIE *et al.* 2008, L'urée (8M) et le chlorure de guanidinium (4M) : dénaturent les liaisons hydrogène. On les nomme « agents chaotropiques ».

Les ions qui, dans la série de Hofmeister, ont tendance à dénaturer les protéines,  $I^-$ ,  $ClO_4^-$ ,  $SCN^-$ ,  $Li^+$ ,  $Mg_2^+$ ,  $Ca_2$ , et  $Ba_2^+$ , sont dits chaotropiques. On peut ajouter à cette liste l'ion guanidinium ( $Gu^+$ ) et l'urée non ionique, qui, à des concentrations comprise entre 5 et 10M, sont les agents dénaturants de protéines les plus utilisés. L'effet de différents ions sur les protéines est fortement cumulatif :  $GuSCN$  est un agent dénaturant beaucoup plus puissant que  $GuCl$  souvent utilisé, tandis que  $Gu_2SO_4$  stabilise les structures des protéines.

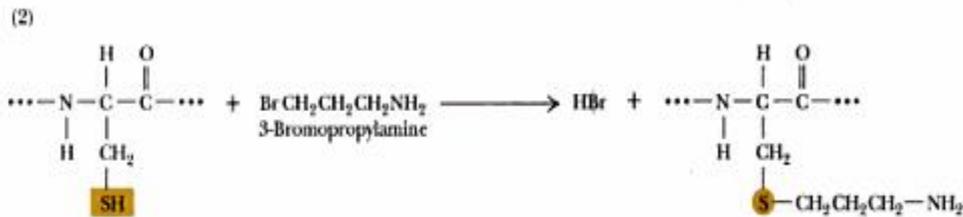
Les agents chaotropiques augmentent la solubilité des substances non polaires dans l'eau. Par conséquent, leur efficacité comme agents dénaturants est due à leur capacité à rompre les interactions hydrophobes même si le mécanisme responsable n'est pas très bien compris. Réciproquement, les substances qui stabilisent les protéines renforcent les forces hydrophobes, favorisant ainsi la tendance de l'eau à repousser les protéines. Cela explique la corrélation entre la capacité d'un ion à stabiliser les protéines et à les précipiter (VOET et VOET, 2005).

L'urée a été utilisée comme agent pour l'estimation des liaisons hydrogènes dans les gels laitiers (LEFEBVER-CASES *et al.*, 1998), et dans les agrégats protéiques selon LIAO *et al.* (2011). STRYER *et al.* (2003), l'ont également utilisé pour la rupture des liaisons hydrogènes présentes dans la structure secondaire, tertiaire, et quaternaire des protéines.

### III.3.3. Clivage des ponts disulfures dans les protéines

Plusieurs méthodes permettent le clivage des ponts disulfures. Ce clivage doit impérativement être effectué dans des conditions qui ne permettront pas le rétablissement des ponts d'origines, ni la création de nouvelles liaisons S-S. L'oxydation des ponts disulfures par l'acide performique aboutit à la formation de deux équivalents d'acide cystéique (figure 13). La transformation chimique du  $-SH$  de la cystéine en un groupe  $SO_3^-$  ionisé empêche la recombinaison S-S. Des molécules contenant des fonctions  $-SH$ , par exemple le 2-mercaptoéthanol, réduisant facilement les ponts disulfures avec régénération des chaînes latérales des cystéines (figure 14). Mais ces groupes  $-SH$  peuvent se recombiner pour redonner le pont d'origine, ou, si d'autres groupes  $-SH$  sont à proximité, peuvent créer de nouveaux ponts. Pour prévenir ces réactions, la réduction des S-S doit immédiatement être suivie d'un traitement par des agents d'alkylation, comme

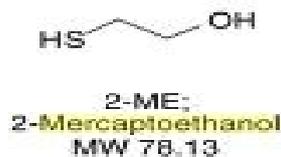




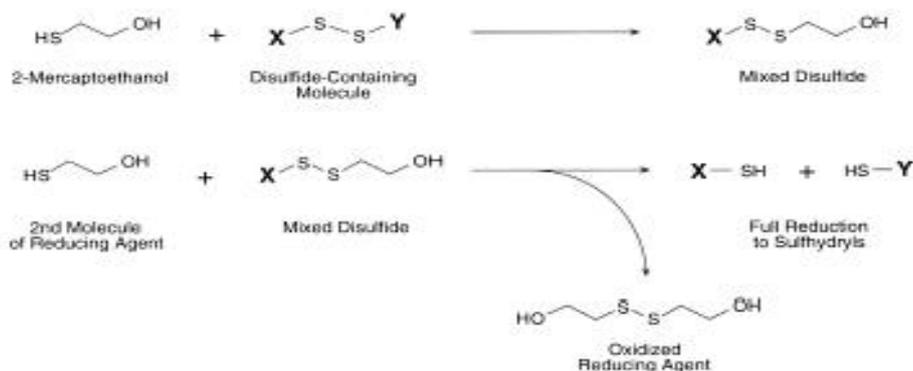
**Figure 16:** Blocage des groupes –SH par modification avec la 3-bromopropylamide (GARRETT et GRISHAM, 2000).

Les agents réducteurs (tels le mercaptoéthanol et le dithiothriol ou DTT peuvent dissocier de façon réversible les liaisons disulfures (LODISH *et al.*, 2005).

Le 2-mercaptoéthanol ( -mercaptoéthanol) est l'un des agents les plus communs utilisés pour la réduction des ponts disulfures. C'est un liquide clair et sans couleur avec une odeur extrêmement forte. Toutes les opérations avec ce réactif chimique doit être effectuées dans un lieu bien-aéré (HERMANSON, 2013).



La réduction de la liaison S-S de protéine avec le 2-mercaptoéthanol passe rapidement par un processus en deux étapes impliquant un composé intermédiaire (figure 17).



**Figure 17:** La réduction de la liaison S-S par le 2-mercaptoéthanol (HERMANSON, 2013).

Habituellement une concentration de 0,1M de 2-mercaptoéthanol va couper une liaison disulfide et va libérer des protéines conjuguées (HERMANSON, 2013).

Le - mercaptoéthanol est le plus utilisé dans la technique d'électrophorèse selon la méthode de LAEMMLI *et al.* (1970) pour l'obtention de la structure primaire des protéines. Il a été également utilisé par GOESAERT *et al.* (2005) pour l'extraction des sous unités de gluténine.

### **III.3.4. Coupure des liaisons ioniques**

L'acide acétique, un acide organique faible dont la formule chimique est « $\text{CH}_3\text{COO}^-$ ,  $\text{H}^+$  ». Il est utilisé comme un agent dissociant des interactions ioniques, où il contribue grâce aux anions  $\text{CH}_3\text{COO}^-$  et aux cations  $\text{H}^+$  à la neutralisation des charges positives et négatives des groupements ionisables.

Il est utilisé pour la fragmentation des protéines du gluten par le pH acide apporté par cet agent (GUPTA *et al.*, 1990), il est aussi utilisé pour l'extraction des protéines de la farine de blé tendre par précipitation ( ZHOU *et al.*, 2014).

***MATERIEL ET  
METHODES***

## I. Préparation des matières premières

La semoule de blé dur utilisée pour la fabrication du couscous témoin est une semoule extra conditionnée dans un sac en fibre synthétique de 25 kg, fabriquée le 11 novembre 2013 par le groupe « Smide », moulins BENI HAROUN, Mila, unité de production Ferdjioua.

Le riz utilisé pour fabriquer le couscous sans gluten est un riz (*Oryza sativa*) blanc, long et étuvé de la marque indienne Basmati, acheté et conditionné dans des sacs de 1 kg, récolté le 28/02/2012.

La féverole (*Vicia faba L.*) est achetée décortiquée, dégermée et partiellement broyée, ensachée dans des sacs de 250 kg, d'origine égyptienne récolté en septembre 2012 (importé par : Alamir company Far manufacturing et préparation Agroproducts).

Les grains de riz et de féverole sont broyés à l'aide d'un broyeur à meules de marque UMA Rouïba-Algérie de type MG E3 puis les produits de mouture sont passés à travers un tamis d'ouverture de maille de 1000  $\mu\text{m}$  pour éliminer les enveloppes et les grosses particules.

Un tamisage des produits de mouture du riz et de féverole ainsi que la semoule de blé dur est réalisé à l'aide d'un tamis d'ouverture de maille de 500 $\mu\text{m}$ , utilisées traditionnellement dans la fabrication du couscous pour séparer les deux fractions: grosse semoule ([500-1000] $\mu\text{m}$ ) et fines semoule ( $\leq 500\mu\text{m}$ ).

Les deux fractions sont conditionnées dans des sacs en fibres synthétiques et conservées dans un endroit frais et sec jusqu'à utilisation.

## II. Fabrication des couscous

Pour faire la comparaison entre des couscous de différentes origines, deux couscous artisanaux et un couscous industriel moyen (fabriqué le 17/10/2013 par SARL GMD W. Boumerdes sous le nom de couscous EL HARA) sont utilisés pour les manipulations.

Les couscous artisanaux dont le premier est un couscous de blé dur (couscous témoin), le second est un couscous sans gluten. La grosse semoule des deux couscous a subi une étape de précuisson.

La formule du couscous sans gluten est basée sur la supplémentation d'une céréale exempte de gluten qui est le riz par la féverole. La supplémentation a été réalisée avec un mélange de 2/3 de riz plus 1/3 de féverole en rapport massique (BENATALLAH *et al.*,

2009). La formulation a été réalisée pour les deux fractions granulométriques: ( $[500-1000]\mu\text{m}$ ) et ( $\leq 500\mu\text{m}$ ).

La fabrication de couscous a été réalisée selon un diagramme traditionnel testé et validé par BENATALLAH *et al.*, (2009) représentant la fabrication dans le Nord Est Algérien qui prévoit une étape de précuisson de la semoule (traitement thermique à la vapeur d'eau pendant 6 min à  $99 \pm 1^\circ\text{C}$  appliqué à la semoule grosse).

L'eau utilisée dans la fabrication de couscous est une eau distillée à  $\text{pH} = (6,5 \text{ à } 6,9)$ .

Le sel utilisé est un sel iodé produit par l'ENASEL et commercialisé pour les usages culinaires.

### **III. Caractérisation physicochimique des matières premières**

#### **III.1. Granulométrie**

La granulométrie est déterminée par tamisage à l'aide d'une tamiseuse de type Retsch AS 200 munie d'une boule en caoutchouc pendant 5 min d'un échantillon de 100g, de matières premières (fraction ( $[500-1000]\mu\text{m}$ ) et fraction  $\geq 500\mu\text{m}$ ), pesée à 0.0001g près à l'aide d'une balance technique de type SARTORIUS.

Les semoules destinées à la fabrication de couscous sont divisées en deux catégories en se référant au diagramme de fabrication :

Les semoules fines ( $\leq 500\mu\text{m}$ ): caractérisées par une batterie de tamis de 75, 100, 125, 150, 200 et  $500\mu\text{m}$  ;

Les grosses semoules ( $[500-1000]$ ): caractérisées par une batterie de tamis de 500, 710, 800 et  $1000\mu\text{m}$ .

Le refus de chaque tamis est pesé et permet d'exprimer sa proportion en pourcentage massique du produit à caractériser.

#### **III.2. Humidité**

L'humidité des semoules est déterminée selon la norme AFNOR NF VO3-707 de juin 1989 (AFNOR, 1991). La dessiccation à lieu dans une étuve de type MEMMERT.

#### **Appareillage**

- Balance analytique de type DENVER INSTRUMENT avec une précision de  $10^{-4}$
- Capsule en verre munie d'un couvercle

- Pince
- Etuve isotherme à chauffage électrique
- Dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace : silicogel.

Une prise d'essai de  $5 \pm 0.0001$ g est séchée à  $130^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures environ, jusqu'à obtention d'un poids constant de l'échantillon.

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

$$H = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$$

Où:

H: humidité en %

$m_0$ : masse en gramme de la prise d'essai

$m_1$  : masse en gramme de la prise d'essai après séchage

### III.3. Dosage des cendres

Les cendres totales sont obtenues par différence de pesée de l'échantillon avant et après incinération dans un four à moufle de type High therm 400.

#### Appareillage et réactif

- Ethanol solution à 95% (v/v) minimum
- Nacelles à incinération en platine
- Pince
- Four électrique
- Dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace
- Balance analytique de type DENVER INSTRUMENT avec une précision de  $10^{-4}$

#### *\*Cas de la féverole*

Selon la norme AFNOR NF V03-760 de décembre 1981 (AFNOR, 1991). Une prise d'essai de  $3 \pm 0,0001$  g est incinérée dans un four à moufle à une température de  $550^{\circ}\text{C}$  jusqu'à combustion complète de la matière organique et obtention d'une masse constante.

**\*Cas de la semoule de blé dur et du riz**

Les cendres totales sont mesurées selon la norme AFNOR NF V03-720 de décembre 1981 (AFNOR, 1991). Les matières minérales sont obtenues par calcination complète des prises d'essais dans un four à moufle à 900°C. Le temps d'incinération est fixé à 2h.

Le taux de cendres (C) exprimé en pourcentage en masse rapporté à la matière sèche, est égale à :

$$C = 100 \times \frac{m_1}{m_0} \times \frac{100}{(100-H)}$$

Où :

$m_0$  : Masse en gramme de la prise d'essai

$m_1$  : Masse en gramme du résidu

H : teneur en eau, exprimée en pourcentage en masse de l'échantillon

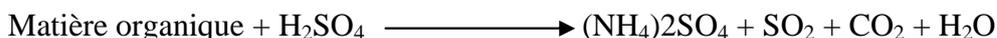
**III.4. Dosage des protéines**

La teneur en protéines totales des matières premières est déterminée selon la norme AFNOR NF V03-050 de septembre 1970 (AFNOR, 1991) par la méthode de KJELDAHL. Le coefficient de conversion de l'azote en protéines totales est de 5,70 pour la semoule de blé dur ainsi que pour le riz et les légumes secs (BAR, 1995).

Le principe consiste à minéraliser l'azote de la matière organique par l'acide sulfurique concentré à chaud en présence d'un catalyseur. L'azote minéralisé se trouve alors sous forme de sulfate d'ammonium qui sera déplacé par la lessive de soude ; L'ammoniac produit est titré par l'acide sulfurique 0,1 N. La méthode comporte essentiellement trois étapes :

**a. Minéralisation**

De l'acide sulfurique (96%,  $d=1,84$ ) concentré et à chaud, oxyde et détruit la matière organique, l'azote organique se minéralise.

**b. Distillation**

L'ammoniac est déplacé de son sel par la lessive de soude.



L'ammoniac libéré est déplacé par les vapeurs d'eau de la distillation. Le distillat est récupéré dans un volume connu d'acide borique ( $\text{H}_3\text{BO}_4$ ) à (4 %). Il se forme alors du borate d'ammonium.

### c. Titration

L'ammoniac récupéré sous forme de borate d'ammonium est titré par l'acide sulfurique 0,1 N en présence de l'indicateur coloré. La titration s'achève au virage du milieu au rose. L'opération de minéralisation et de distillation sont réalisées dans un appareil de type Gerhardt à deux unités l'une est pour la minéralisation et l'autre est pour la distillation. La titration est réalisée par une burette

La teneur en azote total (A) est exprimée en gramme pour 100 g de matière humide :

$$A = \frac{(D \times 14 \times V \times N)}{1000 \times Pe} \times 100$$

Où :

N : Normalité de l'acide titrant (0.1)

14 : masse en gramme d'un atome d'azote

V : Volume en ml de l'acide sulfurique utilisé pour la titration

D : Coefficient de dilution de l'échantillon

Pe : masse en gramme de la prise d'essai

La teneur en protéines (P) est approchée en multipliant la teneur en azote par le facteur de conversion (K), le résultat exprimé en pourcentage par rapport à la matière sèche est donné par la formule :

$$P = K \times A \times \frac{100}{(100-H)}$$

H : teneur en eau de l'échantillon en pour-cent de l'échantillon humide.

### III.5. Détermination de la teneur en lipides libres

Le dosage des lipides est réalisé selon le protocole défini par la norme AFNOR NFX03-713 de février 1984 (AFNOR, 1991).

#### a. Principe

Le principe consiste à réaliser une extraction de la matière grasse par un solvant organique (l'hexane) dans l'unité d'extraction en deux phases. Premièrement, l'échantillon est émergé dans le solvant en ébullition et la plupart des matières solubles sont extraites, en deuxième étape, cette échantillon est placée au dessus du solvant est rincée par ces vapeurs après l'extraction, on procède à l'évaporation du solvant puis, sa récupération en balayant le système de l'air provenant du module thermostat.

**b. Matériel et réactifs**

- balance analytique de type DENVER INSTRUMENT avec une précision de  $10^{-4}$
- unité SOXTEC HT comprend: unité d'extraction et module thermostat
- nacelles d'extraction en aluminium
- support à nacelles
- cartouches
- support à cartouches
- hexane

**c. Mode opératoire**

- Peser 3g de l'échantillon dans une cartouche d'extraction
- Régler le bain rempli d'huile à la température de 140°C
- Mettre en place les cartouches dans l'unité d'extraction
- Placer les nacelles tarées et remplies de 2 ml de solvant chacune dans l'unité d'extraction
- Immerger les cartouches dans le solvant
- Après une heure d'extraction, lancer l'étape d'évaporation pendant 30 minutes.
- Puis, libérer les nacelles contenant le résidu lipidique
- Peser les nacelles à nouveau.

**d. Expression des résultats**

$$\text{MG (\%)} = 100 \times \frac{(M_2 - M_1)}{M_0} \times \frac{100}{(100 - H)}$$

MG : teneur en matière grasse

$M_0$  : masse en gramme de la prise d'essai

$M_1$  : masse en gramme de la nacelle vide

$M_2$  : masse en gramme de la nacelle après extraction

### III.6. Glucides totaux

La somme des teneurs en cendres, protéines totales et lipides libres est soustraite de 100g de matière sèche pour obtenir la teneur en glucides totaux de l'échantillon. Les résultats ne donnent qu'une estimation approchée de la quantité totale des glucides.

La teneur en glucides totaux est exprimée en pourcentage de matière sèche :

$$\text{Glucides totaux} = 100 - [\text{cendres (\%)} + \text{protéines (\%)} + \text{lipides libres (\%)}]$$

## IV. Caractérisation physicochimique des couscous

### IV.1. Granulométrie

La granulométrie est déterminée par tamisage manuel d'un échantillon de 100g de couscous sec, pesée à 0.0001g près à l'aide d'une balance technique de type SARTORIUS. La granulométrie est réalisée sur des tamis du commerce constituée de tamis suivants: 1600 $\mu$ m, 1050 $\mu$ m, 710 $\mu$ m, 580 $\mu$ m d'ouverture de maille. Le refus de chaque tamis est pesé et permet d'exprimer sa proportion en pourcentage massique du produit à caractériser.

### IV.2. Humidité

L'humidité des couscous est déterminée selon la norme AFNOR NF VO3-707 de juin 1989 (AFNOR, 1991). La dessiccation à lieu dans une étuve de type MEMMERT.

### Appareillage

- Balance analytique de type DENVER INSTRUMENT avec une précision de  $10^{-4}$
- Capsule en verre munie d'un couvercle
- Pince
- Etuve isotherme à chauffage électrique
- Dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace : silicogel

Une prise d'essai de  $5 \pm 0.0001$ g est séchée à 130°C pendant 2 heures environ, jusqu'à obtention d'un poids constant de l'échantillon.

La teneur en eau est donnée par la formule suivante :

$$H = \frac{(m_0 - m_1)}{m_0} \times 100$$

Où:

H: humidité en %

$m_0$ : masse en gramme de la prise d'essai

$m_1$  : masse en gramme de la prise d'essai après séchage

### IV.3. Masse volumique

La masse volumique nous renseigne sur la densité et le degré de compacité des différents couscous.

Une éprouvette de 100 ml est utilisée pour déterminer le volume occupé par 25g de couscous sec (ANGAR et BELHOUCHE, 2002). La masse volumique de ces échantillons est ensuite déterminée sur cette base, elle est exprimée en g/cm<sup>3</sup>.

### IV.4. Gonflement

Le gonflement renseigne sur la capacité d'absorption d'eau du couscous.

### Appareillage

- Eprouvette graduée de 100ml
- Balance technique de type SARTORIUS ayant une précision 10<sup>-4</sup>
- Bain marie de type MEMMERT
- Bouchon en caoutchouc

Un échantillon de 20g de couscous sec est versé dans une éprouvette graduée de 100 ml contenant 50 ml d'eau distillée (à 25°C ou à 100°C). L'éprouvette est bouchée. On effectue 10 retournements successifs de manière à bien hydrater l'ensemble des particules. On ajoute 50 ml d'eau pour faire descendre les particules restées collées le long de la paroi. Celle-ci est laissée au repos à la température de l'étude puis on note le volume du couscous après (0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 et 60 min.). On détermine le gonflement (G) selon la relation de (GUEZLANE et ABECASSIS, 1991):

$$G \% = 100 \times \frac{(V_f - V_i)}{V_i}$$

$V_i$  : volume initial de couscous

$V_f$  : volume final de couscous

Cela permet de suivre la cinétique de gonflement de l'échantillon pendant une heure.

#### IV.5. Degré de délitescence

La délitescence constitue un paramètre de la qualité culinaire du couscous et représente un critère fondamental de la qualité organoleptique du couscous cuit (GUEZLANE, 1993).

##### Appareillage

- agitateur à barreau magnétique de type BIBBY STUART
- barreau émotté
- boîte de pétri en verre
- étuve de type MEMMERT, avec circulation d'air
- tamis 1000 $\mu$ m
- bécher de 200ml
- éprouvette 10ml, 25ml et 50ml
- balance technique de type SARTORIUS ayant une précision 10<sup>-4</sup>

##### *\*Préparation des échantillons*

La préparation consiste en une cuisson rapide. Une prise d'essai de 10g de couscous sec est placée dans un bécher de 200ml et hydratée avec 16.5ml d'eau distillée bouillante salée à 5g/l. Après addition de l'eau, le bécher est immédiatement recouvert et placé pendant 12min dans une étuve maintenue à 90°C (GUEZLANE, 1993).

##### *\*Evaluation du degré de délitescence du couscous cuit*

Un volume de 50 ml d'eau distillée à 25°C est ajouté au couscous cuit dans le même bécher de 200ml. Après une agitation durant 6mn à l'aide d'un barreau magnétique; le surnageant est récupéré à travers un tamis d'ouverture de maille de 1000 $\mu$ m. le filtrat obtenu est séché dans l'étuve à 100°C jusqu'au poids constant.

Le degré de délitescence (DD%) exprimé pour 100g de matière sèche (couscous sec étudié) est donné par la relation :

$$DD \% = (10 \times ES) \times \frac{100}{(100 - H)}$$

ES : extrait sec (g) issu du filtrat;

H : teneur en eau du couscous en pour-cent.

Les images de l'aspect des agglomérats de couscous sont obtenues à l'aide d'un appareil photo numérique (SONY , Cyber-Shot, 16.1 MEGA PIXELS) couplé à une binoculaire (PARALUX, XTB 01).

## V. Essais de dissociation chimique des interactions impliquées dans les agglomérats

Une multitude de méthodes notamment physiques, existent pour l'étude et l'appréciation des interactions moléculaires. Parmi ces méthodes on trouve les méthodes spectroscopiques (UV, IR, fluorescence), le microcalorimétrie, la résonance magnétique nucléaire (RMN), etc..... (CHEVREUX, 2005).

En plus des méthodes physiques, des méthodes chimiques ont été mises en place pour l'appréciation des interactions moléculaires dans les gels laitiers par l'utilisation d'agents dissociants (SDS, urée, EDTA) (LEFEBVER-CASES *et al.*, 1998). C'est ainsi que notre approche appuie sur l'application de cette idée sur des produits céréaliers (le couscous).

La mise au point d'une méthode pour l'estimation de la dissociation chimique des interactions moléculaires dans les agglomérats du couscous consiste à faire rompre les différents types de liaisons existants au niveau des agglomérats du couscous par l'utilisation d'agents dissociants spécifiques pour chaque type de liaison entraînant ainsi l'isolement de constituants du couscous et leur passage vers la solution. Des essais préliminaires ont été faits dans le but de :

- choisir les agents dissociants à utiliser,
- élaborer un mode opératoire à suivre pour atteindre l'objectif fixé,
- choisir l'intervalle des concentrations pour chaque agent choisi,
- estimer le niveau de dissociation selon les agents dissociants et les conditions de travail.

### V.1. Choix des agents dissociants

#### **\*Dissociation des ponts dissulfure (S-S)**

Nous avons choisi le -mercapto-éthanol pour estimer les liaisons S-S, cet agent à une capacité de réduire facilement les ponts disulfures avec régénération des chaînes latérales des cystéines (GARRETT et GRISHAM, 2000).

#### **\*Dissociation des interactions ioniques**

Le pH acide est une condition nécessaire pour la rupture des interactions ioniques (FEILLET, 2000). C'est ainsi que tous les acides méritent d'être testés pour l'estimation de la dissociation.

Les travaux de (DUMAS *et al.*, 2007) nous ont orienté à choisir l'acide chlorhydrique (Hcl), l'acide citrique et l'acide acétique.

A partir des résultats des essais préliminaires, nous avons choisi l'acide acétique pour estimer les liaisons ioniques car il a donné une quantité de matière sèche libérée supérieure à celle obtenue avec l'eau distillée. Par contre l'acide citrique a donné une quantité de matière sèche similaire à celle obtenue avec l'eau distillée, l'acide chlorhydrique donne également le même résultat que l'acide citrique. Cependant, il développe une coloration violette claire au niveau des agglomérats, qui est probablement le résultat des modifications biochimiques des constituants du couscous.

#### **\*Dissociation des interactions hydrophobes**

Le Sodium dodécylsulfate (SDS) est le détergent anionique le plus employé dans les recherches scientifiques à raison de ses caractéristiques structurales (LAEMMLI *et al.*, 1970, LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998)

Le sodium dodécylsulfate (SDS) se lie très fortement aux protéines en leur conférant une forme de bâtonnet (VOET et VOET, 2005). Selon LEFEBVRE-CASES *et al.* (1998 a), il interagit principalement avec les groupes chargés et les groupes non polaires des chaînes latérales des protéines.

#### **\*Dissociation des liens hydrogènes**

L'urée établit des liaisons hydrogène forts avec les groupes polypeptidiques des protéines et, par conséquent, elle casse les liaisons hydrogène intramoléculaires (LEFEBVRE-CASES *et al.*, 1998 a).

Les quatre agents dissociants résumés dans le tableau suivant ont été choisis en raison de leur disponibilité, mais d'autres agents comme: l'acide performique, le DTT, le chlorure de guanidinium, le sodium désoxycholate, les détergents non ioniques méritent également d'être testés.

**Tableau 6:** Agents dissociants et types d'interactions visée

Type d'interaction	Agent dissociant
Interactions hydrophobes	Sodium dodécyl sulfate (SDS)
Ponts disulfures	-mercapto-éthanol
Liaisons ioniques	Acide acétique
Liens hydrogène	Urée

**Matériel et réactifs**

- erlenmeyers de 250 ml,
- filtre en plastique d'ouverture de maille de 1mm
- spatule
- poire
- pipettes graduées de 30ml
- agitateur à barreau magnétique de type BIBBY STUART
- plaque basculante pour électrophorèse de type HEIDOLPH POLYMAX 1040
- balance analytique de type DENVER INSTRUMENT avec une précision de  $10^{-4}$
- couscous (industriel, de blé dur et sans gluten)
- papier aluminium
- capsule en verre munie d'un couvercle
- étuve de type MEMMERT
- pince
- dessiccateur garni d'un agent déshydratant efficace
- eau distillée
- urée
- SDS
- -mécaptoethanol à 14,3M
- acide acétique à 100%

**V.2. Mode opératoire et estimation des niveaux de dissociation**

La mise au point du mode opératoire consiste à choisir les conditions de mise en contact couscous-agent dissociant en précisant : la concentration, le mode et le niveau d'agitation nécessaires pour obtenir une dissociation, quantité du couscous, le temps et la température. Ensuite, le mode de séparation des phases et les possibilités de quantifier le niveau de dissociation.

**\*Choix des intervalles de concentration des agents dissociants**

Le choix des concentrations en agents dissociants se fait sur la base des essais préliminaires, ces derniers nous ont permis de choisir les intervalles résumés dans le tableau 7.

Il est à souligner que au delà de 5M urée et de 10% SDS, la solution dissociant devient très concentrée ce qui rend le mélange couscous-agent dissociant difficile à agiter et à filtrer,

nous avons remarqué également que au delà de 5M  $\beta$ -mécaptoéthanol, les agglomérats du couscous perdent leur forme.

**Tableau 7:** Concentrations des agents dissociants choisis

Agent dissociant	Concentrations									
	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Acide acétique (%)										
$\beta$ -mécaptoéthanol (M)	1	2	3	4	5					
SDS (%)	2	4	6	8	10					
Urée (M)	1	2	3	4	5					

Nous avons mis le mélange agent dissociant-couscous sous une agitation modérée, pour garantir cette dernière, nous avons opté pour la plaque basculante à une vitesse de 50 tours/min.

Les agglomérats du couscous doivent être totalement immergés dans la solution dissociant pour que le contact soit uniforme, c'est ainsi que le volume nécessaire pour 5g du couscous est de 30ml.

Nous visons également à choisir un temps permettant l'obtention d'une dissociation supérieure à celle donnée par l'eau distillée. Donc, le temps d'agitation choisi est de 30 minutes. Au delà de ce temps, la quantité de la matière sèche libérée par l'eau devient supérieure à celle libérée par l'agent dissociant.

Concernant le mode de séparation des phases (solide et liquide), nous avons opté pour la filtration en utilisant un tamis d'ouverture de maille égale à 1mm strictement inférieure à la fraction ]1050-1600]  $\mu\text{m}$  que nous avons choisi pour faire la comparaison entre les couscous afin d'assurer le passage des matières libérés du couscous vers le filtrat.

Les étapes du mode opératoire élaboré sont résumées comme suite :

- **Préparation des solutions dissociants**

- Dans un bécher de 250 ml, mettre une quantité de SDS ou de l'urée puis ajouter une quantité de l'eau distillée de manière à obtenir une concentration bien définie.

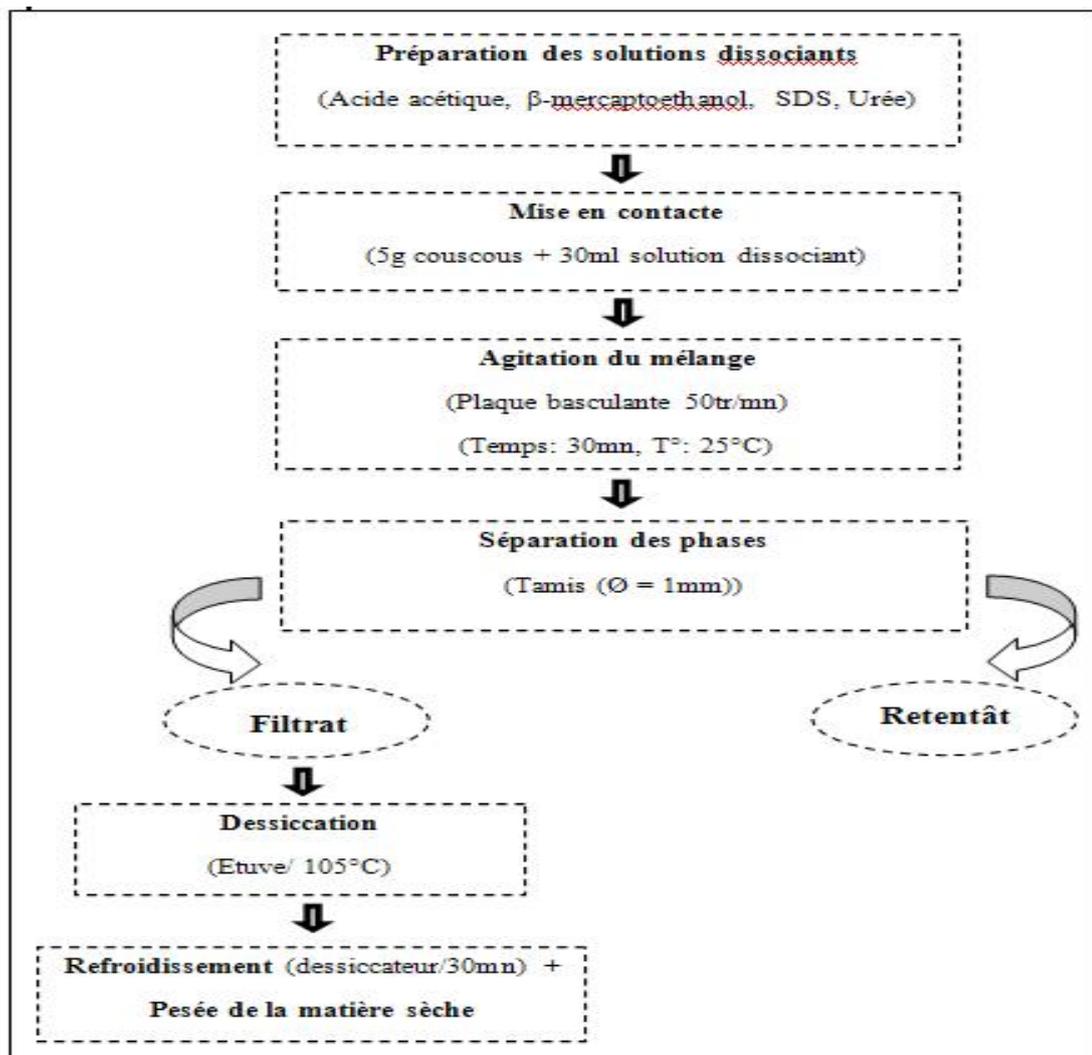
- Agiter le mélange à l'aide d'un agitateur à barreau magnétique jusqu'à obtention d'une solution homogène.

- Les solutions dissociants du  $\beta$ -mécaptoéthanol et de l'acide acétique sont préparées à partir des solutions mères de  $\beta$ -mécaptoéthanol à 14,3M et de l'acide acétique à 100%.

- **Mise en contact entre la solution dissociant et le couscous**

- Mettre l'erenmeyer sur la balance puis tarer le poids obtenu,
- A l'aide d'une spatule mettre 5g du couscous dans l'erenmeyer,
- A l'aide d'une pipette graduée de 30 ml, ajouter 30 ml d'eau distillée ou de la solution dissociant au 5g du couscous,
- Couvrir l'erenmeyer par un morceau du papier aluminium puis mettre le sur la plaque basculante qui doit être réglée à la vitesse de 50 tours/min pendant 30 minutes pour permettre un bon contact entre le couscous et la solution dissociant,
- Dans une capsule en verre préalablement pesée filtrer le mélange obtenue par le tamis,
- Mettre les capsules ouvertes dans l'étuve réglée à 105°C jusqu'à pois constant,
- Enfin, peser les boites par la balance analytique après les avoir refroidies dans le dessiccateur pendant 30 minutes.

Les étapes du mode opératoire élaboré sont récapitulées dans la figure 18 :



**Figure 18:** Diagramme récapitulatif des étapes du mode opératoire de la méthode élaborée.

**\*Estimation des niveaux de dissociation**

Pour estimer la capacité des différents agents dissociants à couper les différentes liaisons existantes au niveau des agglomérats du couscous, il est intéressant d'étudier deux aspects:

- La désintégration et le changement de diamètre des agglomérats au niveau de retentât
- Et la matière sèche libérée au niveau du filtrat.

Dans cette étude, nous sommes intéressés par la quantification de la matière sèche libérée.

**\*Expression des résultats**

Le taux de dissociation (TD) est défini comme le rapport entre la quantité de la matière sèche libérée et la quantité de la matière sèche initiale. Ce taux est exprimé en gramme pour 100g de la matière sèche.

$$\text{TD (\%)} = \frac{(\text{MSL} - \text{MA})}{\text{MSC}} \times 100$$

Tel que, **MSL** : la matière sèche totale libérée

**MA** : masse en g de l'agent dissociant contenue dans 30ml de la solution dissociant.

**MSC** : matière sèche contenue dans 5 g du couscous.

La matière sèche totale libérée est calculée par la formule suivante:

$$\text{MSL} = \text{P}_1 - \text{P}_2 \text{ (g)}$$

Tel que : **P<sub>1</sub>** : poids de la capsule après dessiccation

**P<sub>2</sub>** : poids de la capsule vide

Dans le cas de l'eau, le taux de dissociation est calculé comme suite:

$$\text{TD (\%)} = \frac{\text{MSL}}{\text{MSC}} \times 100$$

Pour tracer les courbes de taux de dissociation en *fonctions* des agents dissociants, le TD obtenu par l'eau distillée doit être soustrait des TD obtenus par les agents dissociants.

**V.3. Répétabilité de la méthode****Définitions**

La répétabilité représente la qualité de l'accord entre des mesures d'un même échantillon effectuées dans des conditions expérimentales très faiblement variables. Elle s'obtient en répétant un protocole de mesure sur un même échantillon, l'appareillage et l'opérateur étant identiques et les mesures étant effectuées dans un faible intervalle de temps. Ces conditions

expérimentales seront appelées conditions de répétabilité. Evidemment la répétabilité n'intègre pas les erreurs systématiques ou les défauts d'appareillage. Elle donne simplement une mesure de la dispersion du signal pour un protocole de mesure effectué sur un appareil donné et par un opérateur donné (JOST, 2000).

La limite de répétabilité ( $r$ ) est la valeur en dessous de laquelle on peut estimer que se situe la différence absolue entre deux résultats d'analyse unique, obtenus dans les conditions de répétabilité définies ci-dessus, et ce, avec un niveau de confiance de 95 %.

La limite de répétabilité ( $r$ ) peut se calculer à partir de l'écart-type de répétabilité ( $S_r$ ) comme suit :  $r = S_r \cdot 2 \cdot \bar{2}$ .

L'écart type de répétabilité ( $S_r$ ) est l'écart type des résultats obtenus dans les conditions de répétabilité. C'est un paramètre de la dispersion des résultats, obtenu dans les conditions de répétabilité (OIV, 2005; SAS, 2013).

#### V.4. Validation de la méthode

La validation de notre méthode passe par l'étude de sa répétabilité et la recherche de la corrélation entre le taux de dissociation et le degré de délitescence.

\*L'étude de la répétabilité est vérifiée pour chaque agent dissociant à ses différentes concentrations, elle fait appel au test de **Cochran** (KANJI, 2006) qui a pour but de vérifier l'homogénéité des variances. C'est-à-dire étudier la signification de la différence entre la variance la plus élevée et les **K-1** autres variances. En supposant que les **K** échantillons (concentrations) sont prélevés des populations normalement distribuées et que chaque échantillon est de taille égale (trois répétitions).

Le test statistique est :

$$C = \frac{\text{la plus grande des } S_i^2}{\text{somme de toutes les } S_i^2}$$

Où : **C**: valeur de Cochran

**$S_i^2$** : dénote la variance de l'échantillon **i**.

L'hypothèse nulle est que la plus grande variance ne diffère pas significativement des autres, elle est rejetée si la valeur observée de **C** dépasse la valeur critique.

Par ailleurs, nous devons comparer le classement obtenu à partir du taux de dissociation pour les trois échantillons du couscous de (blé dur, sans gluten et industriel) avec celui obtenu par le degré de délitescence (un bon indicateur de la qualité culinaire du couscous

(GUEZLANE, 1993)) pour les mêmes échantillons dans le but de chercher une corrélation entre le taux de dissociation et le degré de délitescence en utilisant l'analyse en composantes principales (ACP).

## **VI. Analyses statistiques**

Le calcul de la moyenne et de l'écart type est réalisé par Microsoft Office Excel 2007.

Le traitement des données fait appel à des méthodes statistiques (analyse de la variance (ANOVA) et analyse en composantes principales (ACP)). Les résultats statistiques sont calculés à l'aide du logiciel XLSTAT version 2009, au seuil de signification de 5%.

L'analyse de la variance (ANOVA) permet suivant le niveau de signification, de comparer les moyennes et de tester s'il existe une différence significative entre les échantillons étudiés ou non.

***RESULTATS ET  
DISCUSSION***

## I. Caractéristiques physicochimiques des matières premières

### I.1. Granulométrie

La figure suivante présente le pourcentage des différentes fractions granulométriques constituant les deux fractions (<500µm) et ([500-1000]µm) des différentes matières premières utilisées dans la fabrication des différents couscous.

Pour la fraction <500µm, la grande proportion est celle des particules dont le diamètre est strictement supérieure à 200µm pour la semoule de blé dur (92,1%), le riz (72,47%) et la fève (41,85%) quoique cette dernière est constituée de 36,35% et de 15,94% de la fractions ]150-200] et ]125-150] µm respectivement.

La fractions de granulométrie supérieure à 500µm est constituée principalement par les particules de diamètre compris entre 500 et 710µm pour la semoule de blé dur (97,91%) ainsi que pour le riz (67,83%), alors que la fève est constituée principalement par la fraction comprise entre 710 et 800µm de diamètre soit (67,48%) contre (31,79%) de la fraction comprise entre 500 et 710µm.

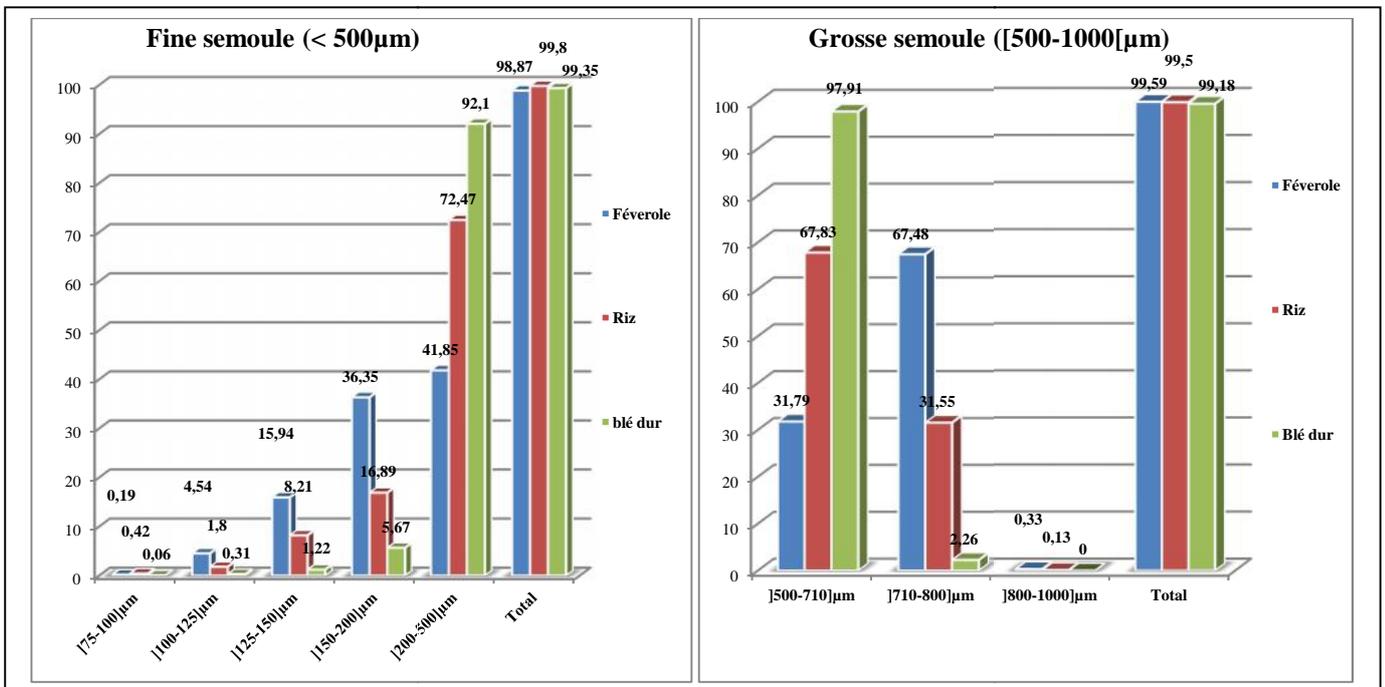


Figure 19: Granulométrie (%) des semoules destinées à la fabrication des couscous.

## I.2. Composition biochimique

Les teneurs moyennes des constituants majeurs de chaque matière première utilisée sont exprimées en (% ms) dans le tableau suivant :

**Tableau 8:** Principaux constituants des matières premières (g /100g de matière sèche).

	Féverole	Riz	Blé dur
Humidité	12,44 ± 0,05	11,61 ± 0,11	15 ± 0,19
Protéines	32,81 ± 0,00	9,93 ± 0,16	14,21 ± 0,00
Lipides	1,79 ± 0,06	0,43 ± 0,04	1,37 ± 0,53
Cendres	4,91 ± 0,02	0,51 ± 0,09	1,51 ± 0,09
Glucides totaux	60,49 ± 0,2	89,13 ± 0,11	82,91 ± 0,10

La semoule de blé dur utilisée dans la fabrication de notre couscous témoin a présenté la composition chimique suivante :

Une humidité de 15 supérieure à celle donnée par différents auteurs : 10% (FEINBERG *et al.*, 1991), 13,10% (SOUCI *et al.*, 1994), et même supérieure au maximum (14,5%) indiqué par la norme du Codex Alimentarius (FAO, 1996). En effet, selon KIGER et KIGER (1967) l'humidité est très variable : fonction d'une part de la saison, d'autre part de la quantité d'eau ajoutée au blé avant mouture. La détermination de ce paramètre est importante puisque elle conditionne la précision des divers résultats analytiques rapportés à la matière sèche (CALVEL, 1984).

La teneur moyenne en protéines est de l'ordre de 14,21% ms. Cette valeur est proche de 13,5 % donnée par HEBRARD (2002) et OUNANE *et al.* (2006). Elle est également comprise dans l'intervalle de la teneur en protéines de la semoule de blé dur rapportée par TURNBULL (2001) (11-16% ms) et FEILLET (2000) (8-18 % ms).

En ce qui concerne la teneur en lipides libres, elle est de 1,37% ms, cela se rapproche de la valeur trouvée par OUNANE *et al.* (2006) qui est égale à 1,15 %. OUNANE *et al.* (2006) ont trouvé que la teneur en lipides libres de la semoule des différents cultivars utilisée pour la fabrication de couscous est comprise entre 0,92 % et 1,47 % ms. La teneur en lipides

renseigne sur le taux d'extraction de la semoule, plus ce dernier sera élevé et plus le pourcentage de ces matières est important, puisque ces substances se localisent principalement dans le germe et les enveloppes (CALVEL, 1984).

Selon GODON et LOISEL (1984), la détermination des cendres offre la possibilité de connaître la teneur en matière minérale globale des céréales et des légumineuses et de leurs produits dérivés. Le taux de cendre de notre semoule (1,51% ms) s'éloigne un peu de l'intervalle des semoules supérieures (< 1.1 %) donné par BAR (1995).

Le riz présente un taux d'humidité (11,61%), conforme aux normes du Codex Alimentarius (FAO, 1996) qui donne une limite maximale de 15 %. Pour les protéines notre résultat (9,93%) est légèrement supérieur à la valeur habituellement attribuée à la teneur du riz usiné en protéines (7 %). La teneur en lipides libres est de l'ordre de 0,43%.

La semoule du riz présente la teneur en cendre la plus faible comparativement aux autres ingrédients (0,51%). Cette valeur se situe presque au milieu de l'intervalle 0,3-0,8% cité par LAIGNELET (1991). La faible teneur en cendre notée pour la semoule du riz pourrait être expliquée par le fait que le riz utilisé, est un riz décortiqué et blanchi, ce qui accuse relativement sa pauvreté en sons et donc en cendres.

La féverole renferme 12,44% d'humidité nettement inférieure au niveau fixé par la norme du Codex alimentarius (15 %) mais elle se rapproche de la valeur trouvée par BENATALLAH (2009) qui était 11,92%. La teneur en protéines (32,81%) est proche de 31 % teneur en protéines de la féverole du printemps indiquée par BOYELDIEU (1991). La teneur en lipides libres (1,79%) et la teneur en cendres (4,91%) est plus élevée comparativement aux autres matières premières. Mais la teneur en cendre se situe dans l'intervalle cité par BOYELDIEU (1991) (4-5)% ms.

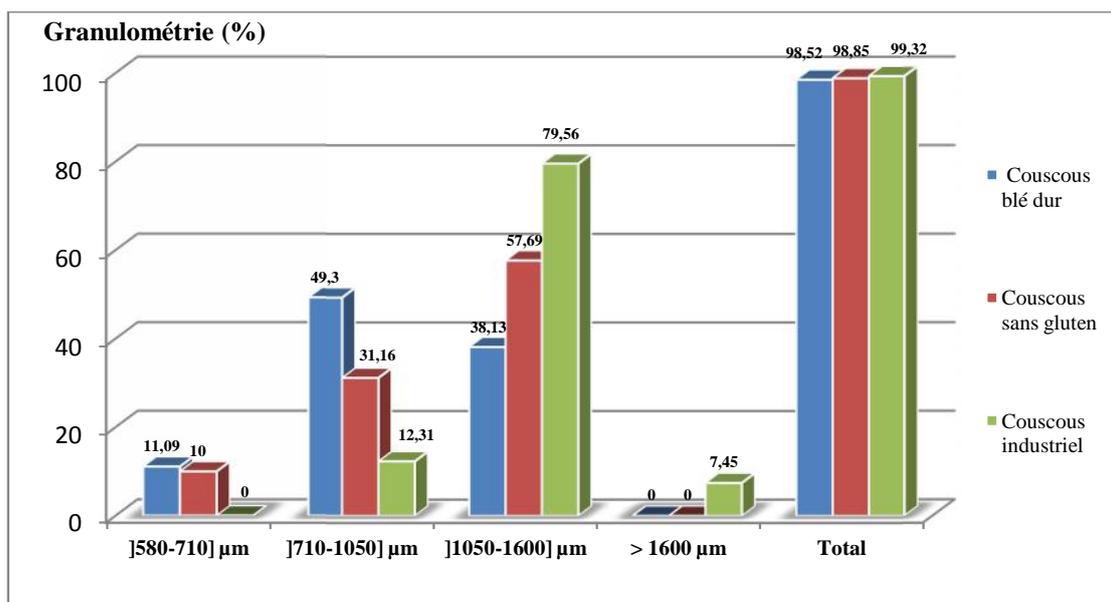
La teneur en glucides totaux est de l'ordre de 82,91 pour la semoule de blé dur, 89,13 pour le riz et 60,49 pour la féverole.

## **II. Caractéristiques physicochimiques des couscous**

### **II.1. Granulométrie**

Les résultats du tamisage pratiqué à l'aide des tamis allant du tamis de 1600 $\mu$ m, utilisé traditionnellement pour éliminer les impuretés et les gros agglomérats, jusqu'au tamis de 580 $\mu$ m utilisé pour éliminer les traces de semoule, sont illustré dans la figure 20.

La granulométrie moyenne du couscous de blé dur montre qu'elle est constituée principalement de deux fractions presque égales : la fraction ]710-1050]µm (49,3%) et la fraction ]1050-1600]µm (38,13%). Par contre, pour le couscous sans gluten et industriel, la grande proportion est constituée par la fraction ]1050-1600]µm soit 57,69% et 79,56% contre 31,16% et 12,31% pour la fraction ]710-1050]µm respectivement. La fraction ]580-710]µm est minoritaire pour toutes les types du couscous et nulle pour le couscous industriel qui est le seul à renfermer le refus du tamis 1600µm soit 7,45%.



**Figure 20:** Granulométrie des trois types de couscous

## II.2. Composition biochimique

**Tableau 9:** Composition biochimique et teneur en matière sèche (ms) des couscous

	Couscous blé dur	Couscous sans gluten	Couscous industriel
Humidité (%)	11,17 ± 0,07	10,11 ± 0,21	12,85 ± 0,16
Lipides libres (%)	0,05 ± 0,009	0,13 ± 0,04	0,11 ± 0,03
Protéines (%)	12,58 ± 0,0	17,76 ± 0,89	13,76 ± 0,04
(ms/5) g	4,13	4,49	4,35

Le couscous du blé dur a une l'humidité de 11,17%, strictement supérieure à l'humidité du couscous sans gluten (10,10%), en effet, la semoule du blé dur a présenté la teneur en eau la plus élevée par rapport aux autres matières premières. Ces résultats se rapprochent un

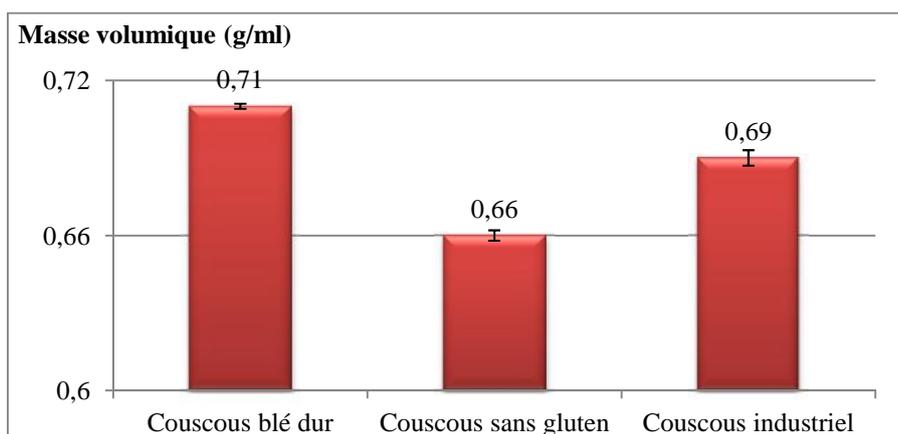
peu de ceux de BOUCHEHAM (2009). Alors que le couscous industriel a l'humidité la plus élevée soit 12,85% ce résultat est de même ordre que celle trouvée par MEZROUA (2011).

La teneur en lipides libres de nos couscous varie entre 0,05 et 0,13%. En effet, la teneur en lipides libres du couscous industriel (0,11%) sur un total de 2,29% est inférieure au résultat trouvé par MEZROUA (2011) (0,29%) cela pourrait être dû à la différence de la marque des deux couscous industriels. De même, la teneur en lipides libres du couscous témoin (0,05%) est égale à la moitié du résultat trouvé par le même auteur (0,1%)

Concernant la teneur en protéines, il varie entre 12,58 % et 17,76 %. Le résultat du couscous industriel (13,76%) se situe dans l'intervalle trouvé par MEZROUA (2011) concernant quatre types de couscous industriels moyennement commercialisés en Algérie soit [12,93–14,5]% ms. Par contre la teneur en protéine du couscous témoin (12,58) est inférieure au résultat trouvé par le même auteur (14,87).

Le couscous sans gluten est très riche en protéines soit 17,76% à cause de la richesse de la féverole qui entre dans sa composition à raison de 1/3 de la formule riz-féverole. Ce résultat est strictement supérieur à celle trouvée par BENATALLAH (2009) et BOUCHEHAM (2009), cela pourrait être dû à la différence des variétés de riz et de la féverole utilisés pour fabriquer le couscous sans gluten.

### II.3. Masse volumique

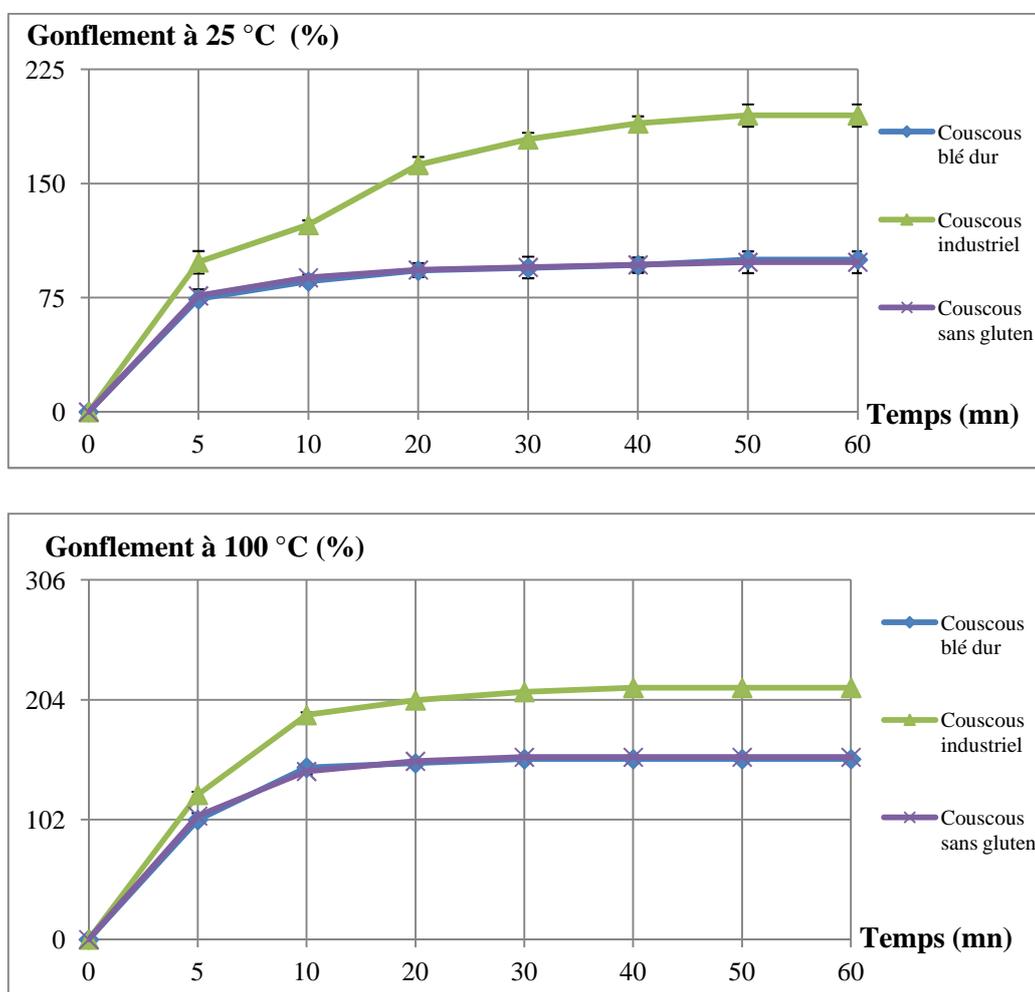


**Figure 21:** Moyenne des masses volumiques des couscous en (g/ml)

La masse volumique exprime une quantité de matière par unité de volume. Elle est influencée par différents facteurs principalement l'importance de l'espace inter-granulaire

(SCOTTI, 1984) et le degré de compacité des granules de couscous de blé dur (GUEZLANE, 1993). Le couscous témoin présente la masse volumique la plus élevée (0,71%) comparativement aux autres couscous, ce résultat est identique à celle trouvé par MEZROUA (2011) et corroborent les résultats de YOUSFI (2002) et les résultats de DEROUICHE (2002) donnés pour le couscous à base de semoule supérieure, mais elle est inférieure à celle trouvé par BOUCHEHAM (2009) (0,75 g/ml). La masse volumique élevée du couscous témoin pourrait être due à la dominance de la fraction ]710-1050] comparativement aux deux autres couscous, ce qui se laisse un espace interparticulaire faible et par conséquent un volume faible et une masse volumique plus élevée.

#### II.4. Gonflement



**Figure 22:** Cinétique du gonflement des couscous à 25°C et à 100°C

Le gonflement est évalué selon la méthode décrite par GUEZLANE et ABECASSIS (1991) dans un bain-marie à 25°C ou 100°C. Il est mesuré par les changements du volume apparent d'un échantillon de couscous une fois immergé dans l'eau froide (à 25°C) ou

chaude (à 100°C). Les valeurs élevées du gonflement sont indicatives d'un couscous de haute qualité (GUEZLANE et ABECASSIS 1991; GUEZLANE, 1993; OUNANE *et al.*, 2006).

La cinétique de gonflement à 25°C des quatre couscous est illustrée par la figure 22. Une nette différence est observée entre le comportement du couscous industriel et celui des autres couscous. Non seulement le couscous industriel gonfle plus rapidement (98,34% à 5 min, contre moins de 77% pour les autres couscous) mais il absorbe beaucoup plus d'eau soit 2,89 fois son volume sec initial contre moins de 2,16 fois pour des autres couscous.

Les trois types du couscous continuent à gonfler jusqu'à cinquantième minute où ils sont saturés. On peut remarquer également que les deux couscous artisanaux (de blé dur et sans gluten) montrent une cinétique de gonflement presque identique.

Quand au gonflement à 100°C, les couscous gardent la même allure mais la vitesse de gonflement est plus grande. En effet, à 5 mn, le couscous industriel gonfle jusqu'à 123,21% et plus de 101% pour les autres couscous. Le maximum par contre est atteint plus rapidement qu'à la température de 25°C, soit à la trentième minute pour l'ensemble des couscous et à la quarantième minute pour le couscous industriel. GUEZLANE (1993) et BELAID *et al.* (1994) s'accordent au temps optimum de gonflement du couscous à haute et à basse température. Il est respectivement 40 min à 100°C et 60 min à 25°C.

Comparativement au gonflement des couscous à 25°C, le maximum de l'indice de gonflement est beaucoup plus important soit entre 153,57% et 214,29%. Des différences dans la nature des amidons et dans le degré de gélatinisation des différentes matières premières seraient à l'origine de cette différence de comportement entre les couscous et entre les températures de 25°C et de 100°C.

Ces résultats sont proches du résultat trouvé par MEZROUA (2011) qui a trouvé que le couscous artisanal est celui qui présente le gonflement le plus faible par rapport aux autres types du couscous industriel.

## II.5. Degré de délitescence

**Tableau 10:** Degré de délitescence des différents couscous (%).

Couscous blé dur	Couscous sans gluten	Couscous industriel
8,79 ± 0,08	12,00 ± 0,54	6,44± 0,01

L'analyse de la variance (ANOVA) montre qu'il y a une différence significative ( $p < 0,0001$ ) (au seuil de 5%) entre le degré de délitescence des couscous.

D'après les résultats du tableau 10, on peut remarquer que le couscous industriel est le moins désintégrant (6,44) suivi par les deux couscous artisanaux (couscous de blé dur et couscous sans gluten) respectivement.

Les valeurs de degré de délitescence varient entre 6,44% et 12%, ils sont un peu élevés comparativement aux résultats trouvés par BOUCHEHAM (2010) et MEZROUA (2011) qui varient dans l'intervalle de 4,89% à 7,47% (ms).

La différence des valeurs de degré de délitescence pourrait être expliquée par la différence au niveau des forces de cohésion qui s'installent entre les particules de la semoule au cours du roulage du couscous (YETTOU, 1998)

Le couscous sans gluten se désintègre plus que le couscous de blé dur, cela pourrait être expliqué par la fragilité des grains du couscous sans gluten due à l'absence du gluten et à la faible cohésion entre le riz et la féverole entrant dans sa composition. D'ailleurs BOUCHEHAM (2009) a remarquée que l'agglomération du couscous sans gluten à été moins bonne et moins importante comparativement au couscous de blé dur.

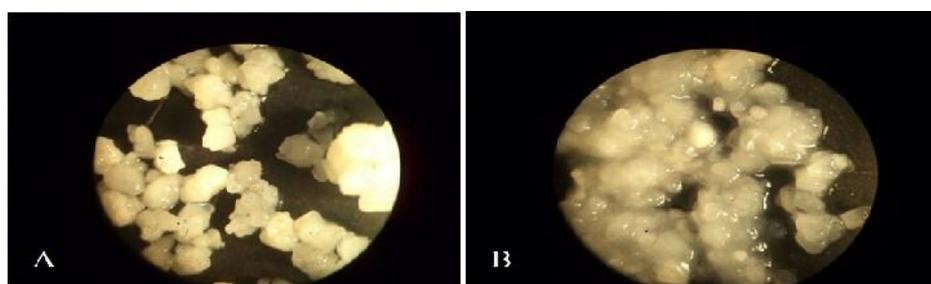
## III. Taux de dissociation

### III.1. -mercaptoéthanol

Les résultats visuels montrent une différence entre l'effet de l'eau distillée et celui du -mercaptoéthanol sur les agglomérats du couscous. En effet, dans ce cas là les mélanges solution dissociant-coucous obtenus après 30mn d'agitation sont presque liquides et de couleur assez blanche, d'ailleurs les agglomérats de couscous perdent leurs formes sous l'action du -mercaptoéthanol (figure 23 et 24).

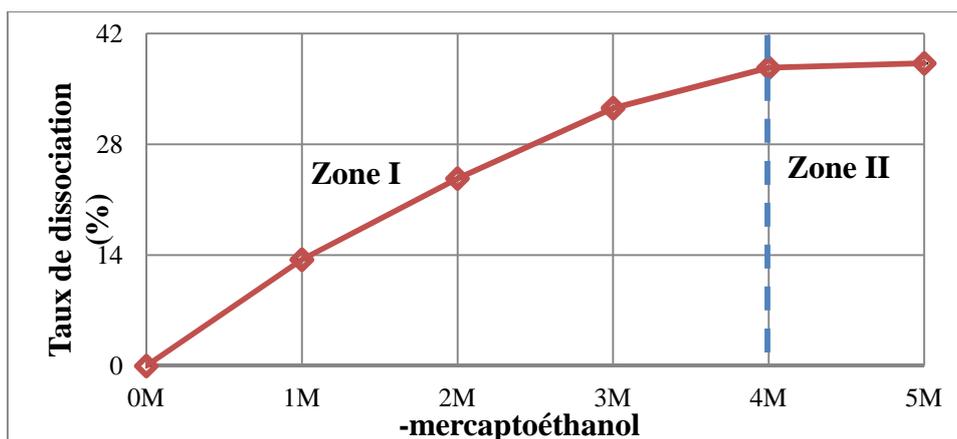


**Figure 23:** Effet du 2-mercaptoéthanol sur les agglomérats du couscous témoin, A : mélange obtenu à 5M 2-mercaptoéthanol, B : aspect des agglomérats de couscous dans la solution à 5M 2-mercaptoéthanol, C : aspect des agglomérats de couscous dans l'eau distillée.



**Figure 24:** Images de l'aspect des agglomérats de couscous témoin avec l'eau distillée (A) et avec la solution de 2-mercaptoéthanol à 5M (B).

L'estimation quantitative de la dissociation par le 2-mercaptoéthanol est illustrée dans la figure suivante :



**Figure 25:** Dissociation du couscous témoin par le 2-mercaptoéthanol

L'allure générale de cette courbe montre que le taux de dissociation augmente avec l'augmentation de la concentration du 2-mercaptoéthanol jusqu'à 4M.

De 4M à 5M le TD commence à se stabiliser vers la valeur maximale de 38%, ceci serait peut être due à la saturation de la solution dissociant à 4M en matière sèche.

Ces résultats signifient que le  $\beta$ -mercaptoéthanol a une capacité de réduire les ponts disulfure (S-S) existants au niveau des agglomérats du couscous et de libérer une certaine quantité de la matière sèche, GARRETT et GRISHAM, 2000 a indiqué que  $\beta$ -mercaptoéthanol peut réduire facilement les ponts disulfures avec régénération des chaînes latérales des cystéines.

En effet, GUEZLANE *et al.* (1998 a) ont indiqué que les traitements hydrothermiques du couscous entraînent la dénaturation des protéines et la création de liaisons disulfures, ces liaisons covalentes imposent une nouvelle structure plus rigides aux protéines, ce qui réduit leurs possibilités d'interagir et pourrait ainsi limiter l'apparition du collant entre les particules de couscous.

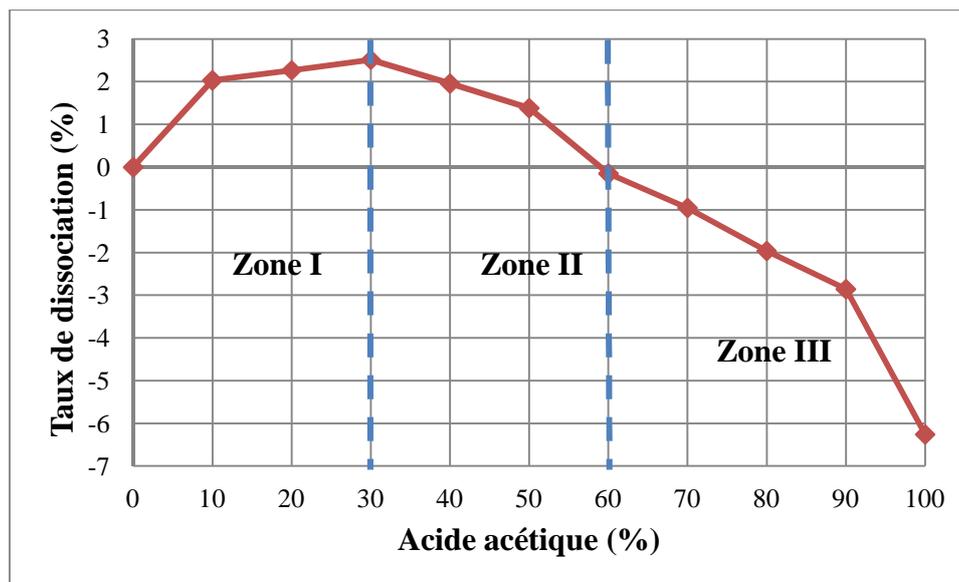
Des résultats similaires mais avec un TD maximal plus important soit (63,29%) ont été obtenus par FETTOUHI (2014) à 0,1M  $\beta$ -mercaptoéthanol au niveau de la pâte boulangère, cette différence pourrait être expliquée par la différence au niveau de la structure de la pâte et du couscous, en effet, au niveau de la pâte boulangère et au cours du pétrissage, il ya installations des liaisons S-S au niveau du réseau glutineux (FEILLET, 2000) beaucoup plus importantes que celles installée au niveau des agglomérats au cours du roulage du couscous.

Suite à ces observations et afin d'obtenir un TD important, nous avons choisi trois concentrations (0.5, 1 et 1.5) M pour faire la comparaison entre les couscous.

### III.2. Acide acétique

Après leur contacte avec la solution d'acide acétique à 100% pendant 30 minutes d'agitation, les agglomérats du couscous témoin ne se gonflent pas car ils n'ont pas absorbé la solution et qu'ils se gonflent très peu à 90% acide acétique. Ces observations sont confirmées par les filtrats obtenus qui sont de couleurs très claires comparativement aux filtrats obtenus avec le  $\beta$ -mercaptoéthanol qui sont assez blanches en raison leur richesse en matière sèche libérée (Annexe 3).

Plus la concentration en acide acétique diminue, plus il ya gonflement des agglomérats et plus les filtrats obtenus sont blanches (figure 26).



**Figure 26:** Dissociation du couscous témoin par l'acide acétique

La courbe de TD en fonction de la concentration en acide acétique est partagée en trois zones :

De 0% à 30%, le TD augmente avec l'augmentation de la concentration en acide acétique jusqu'à une valeur maximale égale à 2,51% obtenu à 30% acide acétique, cette dissociation pourrait être résultat de l'action de l'acide acétique qui modifie la charge des chaînes latérales des acides aminés et rompre les liaisons ioniques (DE ROBERTIS et DE ROBERTIS, 1983) existantes aux niveaux des agglomérats de couscous.

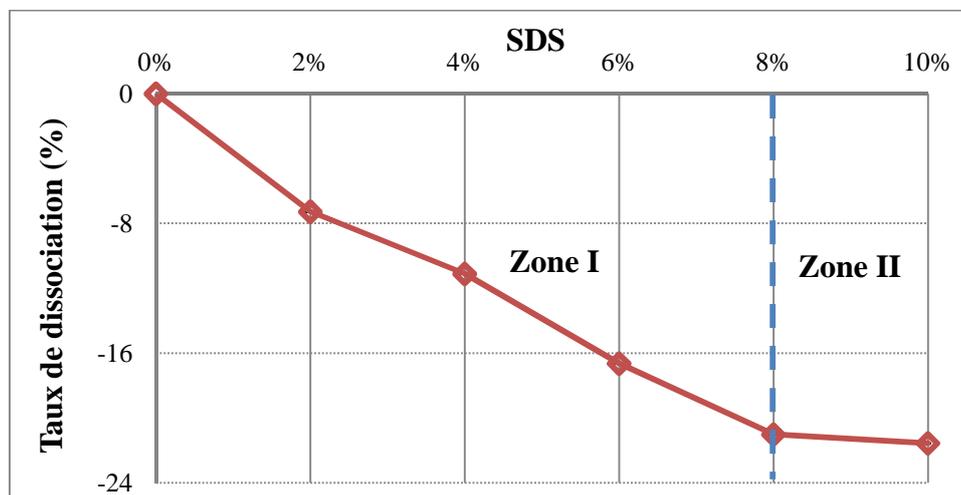
De 30% à 60%, le TD par contre commence à diminuer pour atteindre une valeur minimale presque identique à celle obtenue avec l'eau distillée. Au delà de 60%, le TD continue à diminuer à des valeurs inférieures à 0% jusqu'à la valeur minimale de (- 6,25%) obtenue à 100% acide acétique.

D'une manière générale, le TD dans ce cas là est inférieure à celui obtenue dans le cas du -mercaptoéthanol ce qui justifierait probablement la faible participation des liaisons ioniques pour le maintien des agglomérats du couscous.

Il est également inférieure au maximum obtenu par FETOUHI (2014) dans la pâte boulangère (25,53% à 50% acide acétique).

Suite à ces observations et en vue d'essayer de classer les couscous en fonctions des liaisons ioniques impliquées, nous avons choisi trois concentrations d'acide acétique à savoir 10%, 20% et 30%.

### III.3. SDS



**Figure 27:** Dissociation du couscous témoin par le SDS

Le SDS est un détergent utilisé généralement pour couper les liaisons hydrophobes, la figure 27 montre que le TD est strictement inférieure au TD obtenu par l'eau distillée, l'allure générale de cette courbe montre que plus la concentration en SDS augmente plus le TD diminue. Au delà de 8% SDS, le taux de dissociation commence à se stabiliser vers la valeur minimale d'environ -22%.

Les résultats visuels montrent que plus la concentration en SDS augmente, plus le mélange couscous-SDS devient plus concentré et difficile à agiter car les agglomérats de couscous gonflent et colmatent les uns aux autres ce qui rend l'opération de mélange et surtout de filtration difficile. Donc, il se pourrait qu'il y avait dissociation des interactions hydrophobes des agglomérats par le SDS mais que cette dissociation ne peut être estimée par la quantification de la matière sèche libérée, c'est ainsi que d'autres méthodes sont nécessaires pour estimer la désintégration et le changement du diamètre au niveau des agglomérats. Et que d'autres détergents comme le sodium désoxycholate et les détergents non ioniques méritent d'être testés

Contrairement à ces résultats, le TD obtenue par le SDS dans le cas de la pâte boulangère était de 34,51% à 4% SDS (FETOUHI, 2014).

### III.4. Urée



**Figure 28:** Dissociation du couscous témoin par l'urée

L'urée est connue par sa capacité à couper les liaisons hydrogènes, la courbe obtenue montre que le TD est strictement inférieure aux TD obtenu par l'eau distillée et qu'il diminue plus que la concentration en urée augmente (figure 28). Par contre, Un TD de l'ordre de 3,34% à 0,04M urée est obtenu dans la pâte boulangère.

Les liaisons hydrophobes et hydrogènes sont des liaisons faibles, elles ne nécessitent qu'une faible énergie de rupture allant de 4 à 12 KJ/mol et de 10 à 40 KJ/mol respectivement (FEILLET, 2000), comparativement aux liens covalents de forte énergie comme les ponts S-S, ces derniers pourraient empêcher la libération des constituants des agglomérats du couscous qui pourraient probablement libérée par coupure des liaisons hydrophobes et hydrogènes par le SDS et par l'urée. Ceci expliquerait probablement le TD plus considérable de -mercaptoéthanol par rapport au TD du SDS et de l'urée.

## IV. Validation de la méthode

### IV.1. Répétabilité des essais

La répétabilité est vérifiée par le test de Cochran, la valeur observée de C et la valeur critique obtenue à partir du tableau des valeurs critiques du test de Cochran au niveau de signification  $\alpha = 0,05$  (annexe 1) sont résumé dans le tableau suivant:

**Tableau 11:** Valeurs de C observée et C critique du test du Cochran

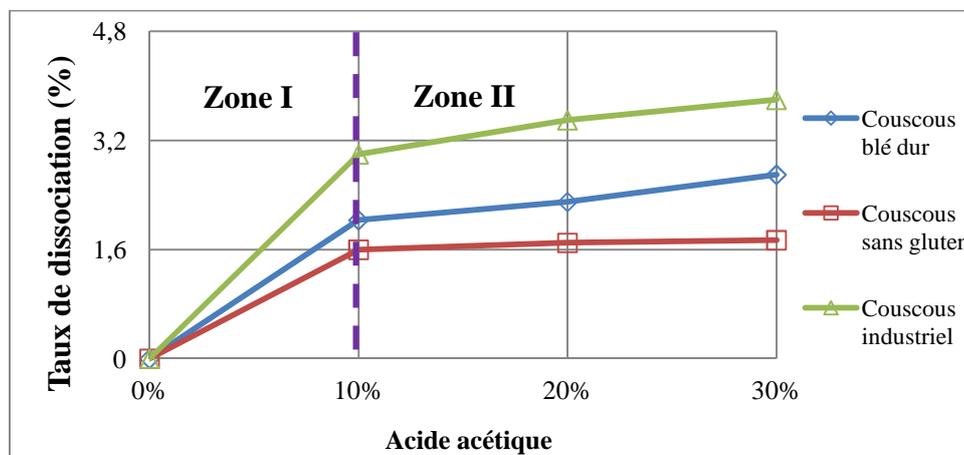
Agents dissociants	SDS	Urée	-mercaptoéthanol	Acide acétique
C observée	0,5793	0,6228	0,6487	0,3416
C critique	0,7808	0,7808	0,7808	0,570
Hypothèse nulle (H <sub>0</sub> )	acceptée	acceptée	acceptée	acceptée

D'après le tableau 11, on peut remarquer que C observée est toujours inférieure à C critique pour tous les agents dissociants ce qui nous permet d'accepter l'hypothèse nulle, cette dernière signifie qu'il n'y a pas de différence significatif entre la variance la plus élevée et les autres variances et par conséquent elle permet de confirmer l'homogénéité des variances pour chacun des agents dissociants utilisés et de vérifier la répétabilité des essais.

## IV.2. Test de classement

La validation de notre méthode consiste également à faire un test de classement entre trois types du couscous de granulométrie allant de 1050 $\mu$ m à 1600 $\mu$ m puis de comparer la classification obtenue avec celle obtenue par le degré de délitescence.

### IV.2.1. Classification en fonction des liaisons ioniques

**Figure 29:** Classification par l'acide acétique

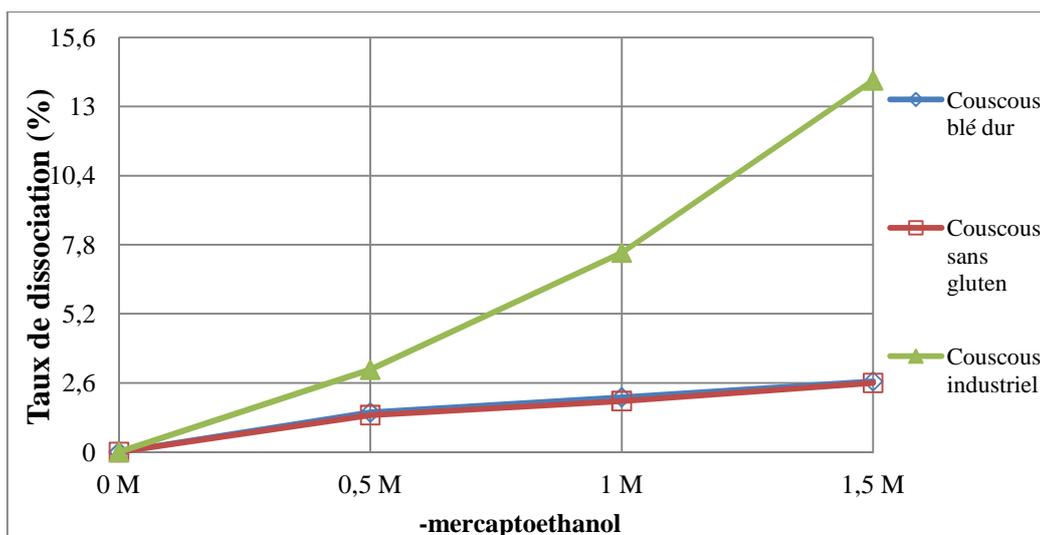
D'après la figure, nous notons que l'allure générale des trois courbes peut être divisé en deux zones, la zone I se caractérise par une évolution concomitante du TD en fonction de la concentration en acide acétique jusqu'à la concentration de 10%, à cette concentration, le couscous industriel a un TD qui est égale à 3% supérieure à celui du couscous du blé dur (2,03%) et du couscous sans gluten (1,6%).

Au delà de 10%, le TD continue à augmenter pour les trois types du couscous mais d'une manière un peu plus faible comparativement à la première zone

A 30%, le TD atteint leur maximum ce dernier est significativement différent ( $p < 0,0001$ ) entre les trois types du couscous et égale à 3.8%, 2.7% et 1.74% pour le couscous industriel, le couscous du blé dur et le couscous sans gluten respectivement. Cela signifie que les liaisons ioniques sont importantes dans le couscous industriel que dans les autres couscous

Les faibles TD du couscous sans gluten pourraient être expliquée par la fragilité de leurs agglomérats, ces derniers sembleraient être moins compacte et moins rigides comparativement aux autres couscous. Ceci est du probablement à la faible cohésion entre le riz et la féverole qui entrent dans leurs constitution (BOUCHEHAM, 2009).

#### IV.2.2. Classification en fonction des liaisons S-S



**Figure 30:** Classification par le -mercaptoéthanol

La figure 30 montre que le TD évolue d'une manière positive avec la concentration du  $\beta$ -mercaptoéthanol avec un TD du couscous industriel plus élevé à celui du couscous de blé dur et du couscous sans gluten. Ces deux derniers sembleraient avoir des TD presque égales dans tout l'intervalle de concentration utilisé, sachant que ces deux couscous artisanaux sont issus d'un même diagramme traditionnel de fabrication.

En conclusion, les intervalles ayant permis l'obtention d'un même classement des couscous sont de: ]0-1,5] M  $\beta$ -mercaptoéthanol pour les liaisons S-S et de ]0-30] % acide acétique pour les interactions ioniques.

A partir de ces résultats, nous pouvons dire que les taux de dissociation les plus élevés sont noté respectivement pour le couscous industriel, le couscous de blé dur puis le couscous sans gluten.

### IV.3. Corrélation entre le taux de dissociation et le degré de délitescence

A fin de faire le lien entre la variation du taux de dissociation et les différentes concentrations en agents dissociants ainsi que le degré de délitescence du couscous qui est un bon indicateur de la qualité culinaire du couscous (GUEZLANE, 1993), une matrice de corrélation à été construite (Annexe 2). Les corrélations significatives au seuil de 5% sont montrées en gras.

La matrice de corrélation fait apparaître des corrélations significatives et négatives entre le TD de l'acide acétique ( $r_1 = -0,951$ ,  $r_2 = -0,956$  et  $r_3 = -0,978$ ) à 10%, à 20% et à 30% respectivement et le degré de délitescence, autrement dit, plus le degré de délitescence diminue, plus le TD issu par l'acide acétique augmente.

De même, le degré de délitescence est négativement corrélé avec le TD issu par le  $\beta$ -mercaptoéthanol ( $r_1 = -0,763$ ,  $r_2 = -0,829$ ,  $r_3 = -0,816$ ) à 0,5M, 1M et 1,5M respectivement.

A partir de ces résultats, on peut conclure que pour les liaisons S-S et les liaisons ioniques les TD les plus élevés sont ceux qui caractérisent les meilleurs couscous.

***CONCLUSION ET  
PERSPECTIVES***

## **Conclusion**

Le but de notre travail est la mise au point d'une nouvelle méthode de classification des couscous en se basant sur la dissociation chimique des interactions moléculaires impliquée.

A l'issue de ce travail, nous pouvons conclure que:

Pour la granulométrie des matières premières, la fraction  $<500 \mu\text{m}$  est constituée principalement par la fraction strictement supérieure à  $200 \mu\text{m}$  pour la semoule de blé dur et le riz, quoique plus de la moitié des particules de la féverole soit (52,29%) sont inférieure à  $200 \mu\text{m}$ . par contre la fraction  $[500-1000[ \mu\text{m}$  est constituée principalement par des particules de diamètre compris entre  $500 \mu\text{m}$  et  $710 \mu\text{m}$  pour la semoule de blé dur ainsi que pour le riz, alors que pour la féverole la fraction comprise entre  $710 \mu\text{m}$  et  $800 \mu\text{m}$  de diamètre est majoritaire.

Concernant la composition biochimique des matières premières, l'humidité la plus élevée est celle de la semoule de blé dur (15%), le riz et la féverole ont des humidités de l'ordre de 11,61% et de 12,44% respectivement. La teneur en lipides libres varie dans un intervalle de  $[0,43-1,79]$  et la teneur en cendre varie entre  $[0,51-4,91]$  sachant que les teneurs les plus élevées de ces deux paramètres sont attribuées à la féverole.

La granulométrie moyenne des couscous montre que le couscous de blé dur est constitué principalement par deux fractions presque égales qui sont la fraction  $]710-1050[ \mu\text{m}$  et la fraction  $]1050-1600[ \mu\text{m}$ , par contre pour le couscous sans gluten et industriel la grande proportion est constituée par la fraction  $]1050-1600[ \mu\text{m}$

Pour la composition biochimique des couscous, les résultats obtenus montrent que le taux d'humidité des couscous varie entre 10,11% et 12,85%, la teneur en protéines la plus importante est celle du couscous sans gluten (17,76%).

L'ensemble des échantillons présentent une faible teneur en lipides libres comprises entre 0,05% et 0,13%

Le couscous témoin (de blé dur artisanal) présente la masse volumique la plus élevée (0,71 g/ml) suivi par le couscous industriel (0,69 g/ml) puis le couscous sans gluten (0,66 g/ml).

Sur le plan culinaire, le couscous industriel montre un gonflement dépasse celui du couscous témoin et sans gluten à  $25^{\circ}\text{C}$  et à  $100^{\circ}\text{C}$ . Le gonflement à  $100^{\circ}\text{C}$  des couscous

permet de les classer comme suit: le couscous industriel (214,29%), le couscous témoin (153,57%), puis le couscous sans gluten (155,17%).

La classification des couscous en fonctions du degré de délitescence en tant qu'une méthode conventionnelle nous a montré que le couscous qui se désintègre le moins est le couscous industriel (6,44%), en deuxième position vient le couscous témoin (8,79%) et enfin le couscous sans gluten qui semble le plus fragile (12%).

Le test de Cochran au seuil de signification de 5% nous a permis de confirmer l'homogénéité des variances pour chacun des agents dissociants et par conséquent de vérifier la répétabilité des essais.

La méthode de dissociation chimique en fonction des interactions moléculaires a permis la classification des couscous en fonction des liaisons disulfures ( -mercaptoéthanol) et des interactions ioniques (acide acétique). Les intervalles ayant permis l'obtention d'un même classement des couscous que celui du degré de délitescence sont : de ]0-1,5] M -mercaptoéthanol et de ]0-30] % acide acétique.

A partir des résultats du -mercaptoéthanol et de l'acide acétique, nous pouvons dire que les taux de dissociation les plus élevés sont notés respectivement pour le couscous industriel, le couscous de blé dur puis le couscous sans gluten.

Les résultats de corrélation nous montrent que plus le degré de délitescence diminue, plus le taux de dissociation issu par l'acide acétique et par le -mercaptoéthanol augmente. Donc, Un couscous de bonne qualité doit présenter un minimum de taux de dissociation égale à (3,8 %) à 30 % acide acétique et (13,98 %) à 1,5 M -mercaptoéthanol.

Suite aux résultats de la répétabilité et de la corrélation, nous pouvons dire que la validation de notre méthode de dissociation chimique des interactions moléculaires est confirmée.

D'autres études semblent être nécessaires pour compléter ce travail en s'intéressant aux volets suivants :

- l'estimation de la dissociation moléculaire par des méthodes spectroscopiques telles que la spectrométrie infrarouge, afin de préciser la nature des interactions réellement touchées par les agents dissociants et d'expliquer le mécanisme impliqué dans la constitution des agglomérats du couscous.

- l'estimation de la dissociation moléculaire par la quantification des protéines dans le filtrat.
- tester l'effet des autres agents dissociants comme l'acide performique, le dithiothriitol (DTT), le chlorure de guanidinium, le sodium désoxycholate et les détergents non ioniques.
- appliquer cette méthode de classification sur d'autres types de couscous industriel et artisanal.
- l'estimation de la dissociation chimique en s'intéressant à la désintégration et au changement du diamètre au niveau des agglomérats du couscous.

Ce travail a donné lieu à une production scientifique (annexe 4) sous forme de communication affichée : "Mise au point d'une méthode d'approche des interactions impliquées dans la constitution de pâtes alimentaires sans gluten : cas des agglomérats de couscous", BOUDOUIRA N.; BENATALLAH Le., ZIDOUNE M.N., Séminaire International sur les Sciences Alimentaires, 14, 15 & 16 octobre 2014, Constantine, Algérie.

***REFERENCES***  
***BIBLIOGRAPHIQUES***

## Références bibliographiques

### **A**

**ABECASSIS J., GOUTIER M.F. et AUTRAN J.C., 1990**, La filière blé dur-pâtes alimentaires: apports complémentaires de la technologie et de la génétique dans l'amélioration de la qualité, Ind. Agric. Alim, p: 475-479.

**AFNOR, 1991**, Recueil de normes françaises-contrôle de la qualité des produits alimentaires céréales et produits céréaliers, 3<sup>ème</sup> édition, Paris, p 360.

**ALAIS C., LINDON G., MICLO L., 2008**, Biochimie alimentaire, 6<sup>ème</sup> édition de l'abrégé, Dunod, Paris, p 260.

**ANGAR O. et BELHOUCHE L., 2002**, Granulométrie du couscous : relation avec quelques paramètres de fabrication et la qualité culinaire, mémoire d'ingénieur, INATAA, université Mentouri Constantine, p 53.

**AUDIGIE C. et ZONSZAIN F., 1991**, Biochimie structurale, Wolters Kluwer France, p 266.

### **B**

**BAR C., 1995**, Contrôle de la qualité des céréales et des protéagineux, Guide pratique ITCF, Paris, p 253.

**BARNES P. J., DAY K. M. et SCHOFIELD J. D., 1981**, Commercial pasta manufacture changes in lipid binding during processing of durum wheat semolina, Z. Lebensn. Unters. Foch., 172 : 373-376.

**BENATALLAH Le., AGLI, A. et ZIDOUNE, M. N. 2008**, Gluten-free couscous preparation: traditional diagram description and technological feasibility for three rice-leguminous supplemented formulae, Journal of Food, Agriculture & Environment, Vol 6, p: 105-112.

**BENATALLAH Le., 2009**, Couscous et pain sans gluten pour malades cœliaques : aptitude technologique de formules à base de riz et de légumes secs, Thèse de doctorat, Spécialité: Sciences Alimentaires, I.N.A.T.A.A., Constantine, Algérie, p 173.

**BENYAHIA-KRID F.A., ATTIA H., ZIDOUNE M.N., 2010**, Comparative study of milk coagulation with chicken pepsin or rennet: Interactions and microstructure, *J. of Agriculture, Biotechnology and Ecology* 3, p: 75-86.

**BOUCHEHAM N., 2009**, Aptitude technologique de trois formules à base de riz pour la fabrication de couscous sans gluten, Mémoire de Magister, Option: Biochimie et Technologie Alimentaire, I.N.A.T.A.A., Constantine, Algérie, p 103.

**BOUDREAU, A. et MENARD, G. 1992**, Le blé : Eléments fondamentaux et transformation, DOMINI, 4<sup>ème</sup> trimestre, Canada, p 493.

**BOYELDIEU J., 1991**, Produire des grains oléagineux et protéagineux, Lavoisier, Tec et Doc, Paris, p 234.

**BULEON A., COLONNA P., LELOUP V., 1990**, Les amidons et leurs dérivés dans les industries des céréales, IAA Juin, 515-532.

## **C**

**CALVEL R., 1984**, La boulangerie moderne, EYROLLES, 10<sup>ème</sup> édition, Paris, p 460.

**CHAKER S., 1995**, Linguistique berbère, Etudes de syntaxe et de diachronie, Paris/Louvain, Peeters.

**CHEFTEL J.C., CUQ J.L., LORIENT D., 1985**, Protéines alimentaires : Biochimie, propriétés fonctionnelles, valeur nutritionnelle et modifications chimiques. Tec et Doc. Lavoisier, pp: 20-35.

**CHEVREUX G., 2005**, Etude des interactions moléculaires spécifiques par spectrométrie de masse: application à la chimie du vivant. Thèse de doctorat, Ecole doctorale des sciences chimiques moléculaires et supramoléculaires de Strasbourg, p 204.

**CLAVERIE I., BARBEAU S. et PANET M., 2008**, Biochimie, Edition Porphyre, Wolters Kluwer, France, 107 p.

**CODEX ALIMENTARIUS, NORME CODEX 202, 1995**, Norme codex pour le couscous, p: 1-3.

**COLLONNA P. et ROUAU X., 1986**, L'amidon, utilisations industrielles, Industries des Céréales, p: 13-17.

**CREIGHTON T.E., 1993**, Physical interactions that determine the properties of proteins, In CREIGHTON T.E, FREEMAN W. H. and COMPANY, Proteins-Structure and molecular properties, Second edition, , New York, USA, pp 139-170.

**CUQ J. L., et LEYNAUD-ROUAUD C., 1992**, Les graines de légumineuse, In DUPIN H., CUQ J. L., MALEWIAK M. I. et LEYNAUD-ROUAUD C., Alimentation et nutrition humaine, ESF, Paris, pp 941-961.

**CUQ B. et ABECASSIS, J., 2006**, Effects of semolina composition and processing conditions on couscous quality, World Grains Summit Symposium: Foods and Beverages, 17-20 September, San Francisco, USA.

## **D**

**DEBBOUZ A., DIK J. W., DONNELLY B. J., 1994**, Influence of raw material on couscous quality, Cereal foods world, 39: 231-236.

**DE ROBERTIS E.D.P. et DE ROBERTIS E.M.F., 1983**, Biologie cellulaire et moléculaire, Presses Université Laval, p 758.

**DEROUICHE M., 2003**, Couscous : enquête de consommation à Constantine, fabrication artisanale et qualité, Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine, Algérie, p 125.

**DUMAS C., SAUL C., BENDER O., 2007**, Apport en protéines : consommation, qualité, besoins et recommandations, Agence française de sécurité sanitaire des aliments, p 282.

## **F**

**FAO, 1982**, Les graines de légumineuses dans l'alimentation humaine, FAO Alimentation et nutrition 20, Rome, p 152.

**FAO, 1990**, Utilisation des aliments tropicaux : Céréales, FAO, Alimentation et Nutrition, 47/1, Rome, p 120.

**FAO, 1996**, Codex Alimentarius : Céréales, légumes secs, légumineuses, produits dérivés et protéines végétales, FAO, Vol 7, 2ème édition, Rome, p 164.

**FEILLET P., 1986**, L'industrie des pâtes alimentaires : technologies de fabrication, qualité des produits finis et des matières premières, IAA, 10 : 979-989.

**FEILLET P., 2000**, Le grains de blé, composition et utilisation, INRA, Paris, p 308.

**FEINBERG M., FAVIER J. C. et IRLAND-RIPERT J., 1991**, Répertoire général des aliments, INRA/Cuiqual-Régal/Lavoisier, Tec et Doc, Paris, p 281.

**FETOUHI A., 2014**, Panification à base de blé tendre ou de riz-fèverole (sans gluten) : essai de prédiction de la qualité technologique par dissociation chimique des interactions impliquées, Mémoire de magister, option technologies alimentaires, I.N.A.T.A.A. université Constantine 1, p 102.

**FOURY C.L., 1994**, Production légumineuse, Tome 3: Légumineuses potagères, légumes, fruits, Tec et Doc, Lavoisier, Paris, 1-73.

**FREIDLI, 2002**, Chimie générale pour ingénieur, PPUR presses polytechniques, p 747.

## **G**

**GARRETT R. H. et GRISHAM C.M., 2000**, Biochimie, De Boeck Supérieur, p 1292.

**GODON B. et LOISEL W., 1984**, Guide pratique d'analyses dans les industries de céréales, 1<sup>ème</sup> édition, Tech et Doc, Lavoisier, Paris, p 686.

**GODON B., WILLM C., 1998**, Les industries de première transformation des céréales, Tec et Doc, Lavoisier, Paris, p 679.

**GOESAERT H, BRIJS K, VERAVERBEKE W.S., 2005**, Laboratory of Food Chemistry, Katholieke, University Leuven, Kasteel park Arenberg 20, B-3000 Heverlee, Belgium, Trends in Food Science & Technology 16, 12-30.

**GUEZLANE L., 1993**, Mise au point de méthodes de caractérisation et étude de modifications physico-chimiques sur l'effet de traitements hydrothermique en vue d'optimiser la qualité du couscous de blé dur, Thèse de Doctorat d'Etat, INA, El Harrach, Alger, p 89.

**GUEZLANE L. et ABECASSIS J., 1991**, Méthodes d'appréciation de la qualité culinaire du couscous de blé dur, Industrie Alimentaire et Agricole, Vol 11, p : 966-971.

**GUEZLANE L., COLONNA P. et ABECASSIS J., 1998 a**, Effet du traitement hydrothermique du couscous de blé sur le comportement des protéines, Annales de l'Institut National Agronomique, El Harrach, Vol. 19, N° 1 et 2, p : 72-81.

**GUEZLANE L., COLONNA P. et ABECASSIS J., 1998 b**, Effet du traitement hydrothermique du couscous de blé sur les modifications physiques de l'amidon, Annales de l'Institut National Agronomique, El Harrach, Vol. 19, N° 1 et 2, p : 62-71.

**GUPTA., R.B., BEKES, F., GRAS, P.W., MACRITCHIE, F., 1990**, Functionality of glutenin, gliadin and secalin fractions as measured by extensograph and mixograph, In Gluten Proteins, Association of Cereal Research, Detmold, p: 550-559.

## **H**

**HEBRARD A., 2002**, Granulation de semoules de blé dur, PhD thesis, ENSA Montpellier.

**HERMANSON G.T., 2013**, Bioconjugate Technique, Academic Press, p 1200.

**HOSENEY R.C. et DEBI E.R., 1990**, The formation and properties of wheat flour dough, Food Science and Nutrition, Vol. 29, p: 73-92.

## **J**

**JOST P.**, Statistiques à l'usage des ingénieurs et des techniciens, p 200.

## **K**

**Kanji G. K., 2006**, 100 Statistical Testes, 3<sup>rd</sup> Edition, SAGE Publications Ltd, p 239.

**KIGER J. L., KIGER J. G., 1967**, Techniques modernes de la biscuiterie, patisserie-boulangerie industrielles et artisanales et des produits de régime, Dunod, Tome 1, Paris, p 696.

## **L**

**LAEMMLI U.K., 1970**, Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4, Nature 227, 680-685.

**LAIGNELET B., 1991**, Le riz, In GODON B., WILLM C., Les industries de première transformation des céréales, Lavoisier, Tec et Doc/Apria, Paris, p 679.

**LEFEBVRE-CASES E., GASTALDI E., VIDAL V., MARCHESSEAU S., LAGAUE A., CUQ J.L., TARODO DE LA FUENTE B., 1998 a**, Identification of interactions among casein gels using dissociating chemical agents, *J. Dairy Sci.*, 81: 932-938.

**LEFEBVRE-CASES E., GASTALDI E., TARODO DE LA FUENTE B., 1998 b**, Influence of chemical agents on interactions in dairy products: Effect of SDS on casein micelles, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 11: 281–285.

**LIAO L., LIU T., ZHAO M., ZHAO H., CUI C., 2011**, Aggregation behavior of wheat gluten during carboxylic acid deamidation upon hydrothermal treatment, *Journal of Cereal Science* 54, p: 129-136.

**LODISH H., BERK A., MATSUDAIRA P., KAISER C ; H., DARNELL J., 2005**, *Biologie moléculaire de la cellule*, De Boeck supérieur, p 1096.

## **M**

**MARKUS G., KARUSH F., 1957**, Structural effects of the interaction of human serum albumin with sodium dodecyl sulfate, *J. Am. Chem. Soc* 79, 3264-3269.

**MAZARI A., OURAHMOUNE N., 1996**, Effet de la supplémentation par la farine de pois chiche sur quelques paramètres de semoule de blé dur, *Mémoire d'ingénieur*, INA, El Harrach, Alger, p 93.

**MAZOYER M., 2002**, *Larousse agricole*, Larousse/VUEF, Milan, Italie, p 492.

**MEYER E.E., ROSENBERG K.J., ISRAELACHVILI J., 2006**, Recent progress in understanding hydrophobic interactions, *PNAS* 103, p: 15739-15746.

**MEZROUA L., 2011**, étude de la qualité culinaire de quelques couscous industriels et artisanaux et effet d'adjonction de la matière grasse durant la cuisson, *Mémoire de Magister*, Option : Technologie Alimentaire, I.N.A.T.A.A., Constantine, Algérie, p 114.

**MOHAMAD SAAD M., BARKOUTI A., RONDET E., RUIZ T. et CUQ B., 2010**, Réactivité et mécanisme d'agglomération de la semoule de blé dur: description de la croissance et de la texture des agglomérats, *Industrie de céréales*, N° 169, p: 30-31.

**MOHAMAD SAAD M., BARKOUTI A., RONDET E., RUIZ T. et CUQ B., 2011,** Study of agglomeration mechanisms of food powders: Application to durum wheat semolina, *Powder Technology*, Vol 208, p: 399-408.

**MONTEL G., LATTES A., HEUGHEBAERT M., 1979,** Introduction à la chimie structurale, BORDAS, Paris, p 239.

## **O**

**OUNANE G., CUQ B., ABECASSIS J., YESLI A. et OUNANE S.M., 2006,** Effects of physicochemical characteristics and lipid distribution in algerian durum wheat semolinas on the technological quality of couscous, *Cereal chem*, Vol 83, 377-384.

## **P**

**PETITET G. et BARQUINS M., 2008,** Matériaux caoutchouteux: morphologies, formulations, adhérence, glissance et usure, PPUR presses polytechniques, p 447.

**POISSON D., 2005,** Redécouvrir les légumes secs, CERIN : Alimentation et précarités N°30: 6-8.

**PONS M.N., VIVIER H., BELAUOI K., BERNARD-MICHEL B., CORDIER F., OULHANA D. et DODDS J.A., 1999,** Particle morphology: from visualization to measurement, *Powder Technology*, Vol. 103, p: 44-57.

## **R**

**RAUX J. 1990,** Les industries de transformation du riz et de sous produits au Japon, IAA avril : 259-264.

**RECUEIL DES METHODES INTERNATIONALES D'ANALYSE-OIV, 2005,** Guide de validation-Contrôle qualité, OIV Ed., Paris, 1-91.

## **S**

**SCOTTI G., 1984,** Analyse physique des grains, In GODON B. et LOISEL W., Guide pratique d'analyses dans les industries des céréales, Lavoisier, Tec et Doc/Apria, Paris, pp 685.

**SERVICE D'ACCREDITATION SUISSE (SAS), 2013**, Guide pour la validation des méthodes d'essai chimico-physiques et l'évaluation de l'incertitude de mesure, N° 324. fw, Edition février 2013, 1-23.

**SOUCI S.W., FACHMANN W.et KRAUT H., 1994**, La composition des aliments: Tableaux des valeurs nutritives, Medpharm Scientific publishers, 5ème édition, Stuttgart, Germany, p 1091.

**STRYER L., BERG J.M., TYMOCZK J.L., 2003**, Biochimie, Flammarion médecine sciences, 5<sup>ème</sup> ed., p 792.

## **T**

**TANFORD C., 1968**, Protein denaturation in *Advances in protein chemistry*. Edited by ANFINSINJ R. *et al.*, Volume 23 Academic press.

**TURNBULL K., 2001**, Quality assurance in a dry pasta factory, In KILL R.C., TURNBULL K., *Pasta and semolina technology*, Eds Blackwell scientific Oxford, p: 181-221.

## **V**

**VOET D. et VOET J.G., 2005**, Biochimie, De Boeck supérieur, p 1600.

## **W**

**WANG M., OUDGENOEG G., VLIET T.V., HAMER R. J., 2003**, Interaction of water unextractable solids with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality, *Journal of Cereal Science* 38, p: 95-104.

**WANG J., ZHAO M., ZHAO Q., 2007**, Correlation of glutenin macropolymer with viscoelastic properties during dough mixing, *Journal of Cereal Science* 45, p: 128-133.

## **Y**

**YETTOU N., 1998**, Les méthodes instrumentales d'appréciation de la qualité culinaire du couscous de blé dur, Mémoire de Magister, INA, El-Harrach, Alger, p 101.

**YETTOU N., GUEZLANE L. et OUNANE G., 2000**, Mise au point d'une méthode instrumentale d'évaluation de la délitescence du couscous de blé dur, Symposium blé 2000, enjeux et stratégies, Alger, 271-276.

**YOUSFI L., 2002**, Influence des conditions de fabrication et des modes de préparation sur la qualité du couscous industriel et artisanal, Thèse de magister, Université Mentouri Constantine, Algérie, p 140.

## **Z**

**ZHOU Y., ZHAO D., FOSTER T.J., LIU Y., WANG Y., NIRASAWA S., TATSUMI E., CHENG Y., 2014**, Konjac glucomannan induced changes in thiol/disulphide exchange and gluten conformation upon dough mixing, Food Chemistry 143, 163-169.

**ZIKIOU A., 2013**, La coagulation du lait par l'extrait des fleurs de cardon (*Cynara cardunculus*), Mémoire de magister, option biochimie et technologie alimentaire, I.N.A.T.A.A. université Constantine 1, p 87.

# ***ANNEXES***

## Annexe 1. Tableau des valeurs critiques du test de Cochran

Level of significance  $\alpha = 0.05$

k	$V_{\alpha}$													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	16	36	144	$\infty$
2	0.9985	0.9750	0.9392	0.9057	0.8772	0.8534	0.8332	0.8159	0.8010	0.7880	0.7341	0.6602	0.5813	0.5000
3	0.9669	0.8709	0.7977	0.7457	0.7071	0.6771	0.6530	0.6333	0.6167	0.6025	0.5466	0.4748	0.4031	0.3333
4	0.9065	0.7679	0.6841	0.6287	0.5895	0.5598	0.5365	0.5175	0.5017	0.4884	0.4366	0.3720	0.3093	0.2500
5	0.8412	0.6838	0.5981	0.5441	0.5065	0.4783	0.4564	0.4387	0.4241	0.4118	0.3645	0.3066	0.2513	0.2000
6	0.7808	0.6161	0.5321	0.4803	0.4447	0.4184	0.3980	0.3817	0.3682	0.3568	0.3135	0.2612	0.2119	0.1667
7	0.7271	0.5612	0.4800	0.4307	0.3974	0.3726	0.3535	0.3384	0.3259	0.3154	0.2756	0.2278	0.1833	0.1429
8	0.6798	0.5157	0.4377	0.3910	0.3695	0.3362	0.3185	0.3043	0.2926	0.2829	0.2462	0.2022	0.1616	0.1250
9	0.6385	0.4775	0.4027	0.3684	0.3286	0.3067	0.2901	0.2768	0.2669	0.2568	0.2226	0.1820	0.1446	0.1111
10	0.6020	0.4450	0.3733	0.3311	0.3029	0.2823	0.2666	0.2541	0.2439	0.2353	0.2032	0.1655	0.1308	0.1000
12	0.5410	0.3924	0.3264	0.2880	0.2624	0.2439	0.2299	0.2187	0.2098	0.2020	0.1737	0.1403	0.1100	0.0833
15	0.4709	0.3346	0.2758	0.2419	0.2195	0.2034	0.1911	0.1815	0.1736	0.1671	0.1429	0.1144	0.0889	0.0667
20	0.3894	0.2705	0.2205	0.1921	0.1735	0.1602	0.1501	0.1422	0.1357	0.1303	0.1108	0.0879	0.0675	0.0500
24	0.3434	0.2354	0.1907	0.1656	0.1493	0.1374	0.1286	0.1216	0.1160	0.1113	0.0942	0.0743	0.0567	0.0417
30	0.2929	0.1980	0.1593	0.1377	0.1237	0.1137	0.1061	0.1002	0.0958	0.0921	0.0771	0.0604	0.0457	0.0333
40	0.2370	0.1576	0.1259	0.1082	0.0968	0.0887	0.0827	0.0780	0.0745	0.0713	0.0595	0.0462	0.0347	0.0250
60	0.1737	0.1131	0.0895	0.0765	0.0682	0.0623	0.0583	0.0552	0.0520	0.0497	0.0411	0.0316	0.0234	0.0167
120	0.0998	0.0632	0.0495	0.0419	0.0371	0.0337	0.0312	0.0292	0.0279	0.0266	0.0218	0.0165	0.0120	0.0083
$\infty$	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

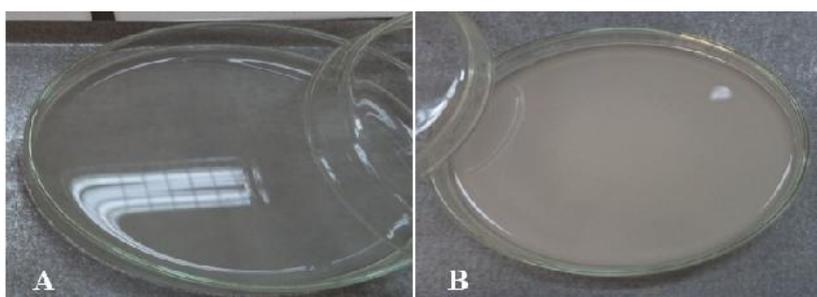
Kanji, Gopal K. 100 Statistical Tests. London : SAGE Publication Ltd., 1993.

## Annexe 2. Matrice de corrélation entre le degré de délitescence et les taux de dissociations

Variables	DD%	TD 10% ac	TD 20% ac	TD 30% ac	TD 0,5M mer	TD 1M mer	TD 1,5M mer
DD%	<b>1</b>						
TD 10% ac	<b>-0,951</b>	<b>1</b>					
TD 20% ac	<b>-0,956</b>	<b>0,997</b>	<b>1</b>				
TD 30% ac	<b>-0,978</b>	<b>0,986</b>	<b>0,991</b>	<b>1</b>			
TD 0,5M mer	<b>-0,763</b>	<b>0,885</b>	<b>0,881</b>	<b>0,842</b>	<b>1</b>		
TD 1M mer	<b>-0,829</b>	<b>0,956</b>	<b>0,952</b>	<b>0,915</b>	<b>0,954</b>	<b>1</b>	
TD 1,5M mer	<b>-0,816</b>	<b>0,948</b>	<b>0,943</b>	<b>0,903</b>	<b>0,924</b>	<b>0,993</b>	<b>1</b>

mer : -mercapto-éthanol, ac : acide acétique, DD: degré de délitescence

## Annexe 3: Aspect des filtrats obtenus avec la solution d'acide acétique à 90% (A) et avec la solution du -mercaptoéthanol (B).



## Annexe 4. Production scientifique


**SISA**  
 Séminaire International sur les Sciences Alimentaires  
 Constantine-les 14, 15 et 16 octobre 2014

**Mise au point d'une méthode d'approche des interactions impliquées dans la constitution de pâtes alimentaires sans gluten : cas des agglomérats de couscous >**  
**BOUDOUIRA Nassira, BENATALLAH Le., ZIDOUNE M. N.**  
 Institut de la Nutrition de l'Alimentation et des Technologies Agro-Alimentaires (I.N.A.T.A.A.)  
 Université Constantine -1-  
 E-mail: na.bou99@gmail.com

### INTRODUCTION

La qualité culinaire des pâtes alimentaires ne peut être expliquée que par l'interaction entre les macromolécules (FELLET, 1986). Des méthodes d'appréciation de la qualité des produits alimentaires se basant sur la dissociation chimique des interactions moléculaires ont été mises en place. Ce type de techniques est dernièrement appliqué seulement pour la classification des gels laitiers. En vue d'essayer d'élaborer une méthode rapide simple et pratique de classification des pâtes alimentaires on a fixé les objectifs suivants:

### OBJECTIFS

- Tester l'effet de deux agents dissociants sur le couscous par la quantification du résidu sec obtenu et le calcul du taux de dissociation
- Tester la répétabilité des essais par le test de Cochran
- Comparer le classement obtenu par la méthode élaborée avec celui obtenu par une méthode conventionnelle (degré de délitescence).

### METHODOLOGIE

1. Préparation des matières premières (semoule, riz féverole) et fabrication des couscous
2. Caractérisation physicochimique de la matière première (Granulométrie, humidité, cendre, protéines, lipides libres)
3. Caractérisation physicochimique du couscous sec (humidité, granulométrie, masse volumique, gonflement, degré de délitescence)
4. Taux de dissociation

**But:** Tester la capacité de l'acide acétique et de  $\beta$ -mercaptoéthanol à couper les liaisons existantes au niveau des agglomérats du couscous.

**Principe:** Le principe consiste à mesurer la matière sèche libérée dans un filtrat suite à l'action de la solution dissociant sur les agglomérats du couscous.

**Mode opératoire**

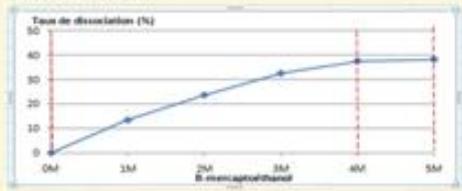
- \*Préparation des solutions dissociant
- \*Mise en contact entre la solution dissociant et le couscous (mélange, agitation, filtration et dissociation)

**Expression des résultats**

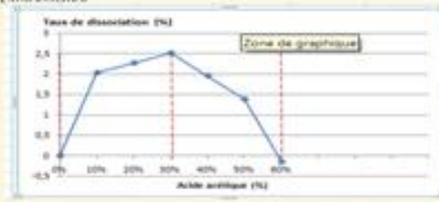
La matière sèche totale libérée:  $MST = P1 - P2$   
 la matière sèche libérée par l'agent dissociant:  $MSA = MST - MSE$   
 Le taux de dissociation:  $TD (\%) = (MSA / MSI) \cdot 100$

On peut remarquer que C observée est inférieure à C critique pour ce qui nous permet d'accepter l'hypothèse nulle, cette dernière signifie qu'il n'y a pas de différence significatif entre la variance la plus élevée et les autres variances et par conséquent de confirmer l'homogénéité des variances et la répétabilité des essais.

### 3. Taux de dissociation



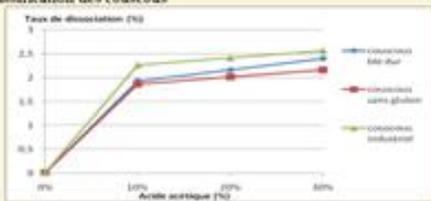
**Figure 1:** Evolution du taux de dissociation en fonction de la concentration du  $\beta$ -mercaptoéthanol



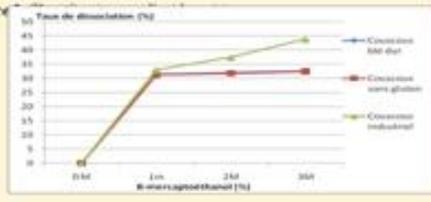
**Figure 2:** Evolution du taux de dissociation en fonction de la concentration en l'acide acétique

En se basant sur ses deux courbes on a choisi les concentrations qui nous a donner un maximum de dissociation pour faire la classification des couscous, ces concentrations sont les suivantes: de 0,5 à 1,5M pour le  $\beta$ -mercaptoéthanol et de 0 à 30 % pour l'acide acétique

### 4. Classification des couscous



**Figure 3:** Classification des couscous



**Figure 4:** Classification par le  $\beta$ -mercaptoéthanol

-La même classification qu'avec l'acide acétique a été obtenue avec le  $\beta$ -mercaptoéthanol. Par contre, le maximum de taux de dissociation est plus élevé, est égale à environ 13,98% obtenu avec le couscous industriel à 1,5M.

-A partir des résultats du  $\beta$ -mercaptoéthanol et de l'acide acétique, nous pouvons dire que les taux de dissociation les plus élevés sont notés respectivement pour le couscous industriel, le couscous de blé dur puis le couscous sans gluten.

### RESULTATS

1. Degré de délitescence des différents couscous (%).

Couscous de blé dur	Couscous sans gluten	Couscous industriel
8,79 ± 0,08	12,00 ± 0,54	6,44 ± 0,01

le couscous industriel est le moins désintégrant (6,44) suivi par les deux couscous artisanaux (couscous de blé dur et sans gluten) respectivement.

2. Répétabilité des essais

Tableau 1: Valeurs de C observée et C critique du test de Cochran

Agents dissociant	$\beta$ -mercaptoéthanol	Acide acétique
C observée	0,6487	0,3416
C critique	0,7808	0,570
Hypothèse nulle (H <sub>0</sub> )	acceptée	acceptée

### CONCLUSION

- Le test de Cochran nous permet de vérifier l'homogénéité des variances et par conséquent de vérifier la répétabilité des essais.
- L'estimation de la dissociation moléculaire par des méthodes spectroscopiques telles que la spectrométrie infrarouge.

## Résumé

Le but de notre travail est la mise au point d'une nouvelle méthode de classification des couscous en se basant sur la dissociation chimique des interactions moléculaires impliquées dans leurs agglomérats.

Pour répondre à cet objectif, nous avons réalisé des analyses physicochimiques sur les matières premières utilisées et sur les couscous fabriqués.

Nous avons pu fixer les paramètres du mode opératoire suivant: le type et le temps d'agitation, le mode de séparation des phases, les agents dissociant spécifiques pour chaque type d'interaction et leurs domaines de faisabilité, puis nous avons estimé les niveaux de dissociation chimique par le calcul du taux de dissociation.

Nous avons vérifié la répétabilité des essais par le test de Cochran, puis nous avons comparé le classement des couscous obtenu par notre méthode avec celui obtenu par une méthode conventionnelle (degré de délitescence) dont le but de valider notre méthode.

Le couscous industriel montre un gonflement dépasse celui du couscous témoin et sans gluten. La classification des couscous en fonctions du degré de délitescence a montré que le couscous le moins désintégrant est le couscous industriel suivi par le couscous témoin puis le couscous sans gluten.

Les intervalles ayant permis l'obtention d'un même classement que celui du degré de délitescence sont : de ]0-1,5] M<sup>-</sup>-mercaptoéthanol et de ]0-30] % acide acétique. En effet, les taux de dissociation les plus élevés sont noté respectivement pour le couscous industriel, le couscous de blé dur puis le couscous sans gluten.

Les résultats de corrélation nous montrent que plus le degré de délitescence diminue, plus le taux de dissociation issu par l'acide acétique et par le -mercaptoéthanol augmente.

Un couscous de bonne qualité doit présenter un minimum de taux de dissociation égale à (3,8 %) à 30% acide acétique et (13,98 %) à 1,5M<sup>-</sup>-mercaptoéthanol.

---

**Mots clé:** méthode, interactions moléculaires, agglomérats de couscous, taux de dissociation, agents dissociants.

## Abstract

The aim of our work is the development of a new method of classification of the couscous while being based on the chemical dissociation of the molecular interactions implied in their agglomerates.

To meet this aim, we carried out physico-chemical analyses on the raw materials used and the couscous manufactured.

We could fix the parameters of the procedure following: the type and the time of agitation, the mode of separation of the phases, specific dissociating agents for each type of interaction and their fields of feasibility, then we estimated the levels of chemical dissociation by the calculation of the dissociation rate.

We have checked the repeatability of the tests by the test of Cochran, then we compared the classification of the couscous obtained by our method with that obtained by a conventional method (degree of efflorescence) of which the goal is to validate our method.

The industrial couscous shows a swelling that exceeds that of the pilot couscous and without gluten. The classification of the couscous according to the degree of efflorescence showed that the couscous less disintegrating is the industrial couscous followed by the pilot couscous then the couscous without gluten.

Intervals having allowed obtaining the same classification that of the degree of efflorescence are: of  $[0-1,5]$  M -mercapto ethanol and  $[0-30]$  % acid acetic. indeed, the highest dissociation rates are noted respectively for the industrial couscous, the durum wheat couscous then the couscous without gluten.

The results of correlation show us that the more the degree of efflorescence decreases, the more the dissociation rate resulting by the acetic acid and by the -m ercaptoéthanol increases.

A good quality couscous must present a minimum of dissociation rate equal to (3,8 %) at 30% acetic acid and (13,98 %) at 1,5 M -mercapto ethanol.

---

**Key words:** method, interactions molecular, couscous agglomerates, dissociation rates, dissociating agents.

الهدف من هذه الدراسة هو إيجاد طريقة جديدة لترتيب الكسكس على أساس التفكك الكيميائي للروابط الجزيئية الموجودة في حبيباته.

لتحقيق هذا الهدف، قمنا بانجاز تحاليل فيزيوكيميائية على المواد الأولية المستعملة وعلى الكسكس المحضر.

استطعنا تحديد ثوابت طريقة العمل التالية : نوع و مدة التحريك، طريقة فصل المراحل، العوا  
نوع من الروابط و مجال فاعليتها. ثم قمنا بتقدير مسويات التفكك الكيميائي بحساب نسبة التفكك.

قمنا بالتحقق من تكرارية المحاولات بواسطة اختبار " ثم قمنا بمقارنة ترتيب الكسكس المحصل عليه بهذه  
الطريقة مع الترتيب المحصل عليه بواسطة طريقة معتمدة : ( من اجل تثبيت هذه الطريقة.

الكسكس الصناعي اظهر انتفاخ أكثر من الكسكس الشاهد و الكسكس الخالي من الغلوتين. ترتيب الكسكس حسب درجة  
التفتت اظهر أن الكسكس الأقل تفتت هو الكسكس الصناعي ثم يليه الكسكس الشاهد ثم الكسكس الخالي من الغلوتين.

المجالات التي سمحت بالحصول على نفس الترتيب المحصل عليه بواسطة درجة التفتت هي: [0-1.5] /  
بيتا- مركبتوايثانول ومن [0-30] % حمض الاسيتيك حيث أن الترتيب التنازلي لنسب تفكك الكسكس هي:  
ناعي، كسكس القمح الصلب و الكسكس الخالي من الغلوتين.

نتائج الارتباط أوضحت لنا بأنه كلما نقصت درجة التفتت، كلما زادت نسبة التفكك المحصل عليها بواسطة البيتا-  
مركبتوايثانول و حمض الاسيتيك.

الكسكس ذو النوعية العالية يجب أن يكون لديه نسبة تفكك دنيا 3.8 30 % حمض الاسيتيك و 13.98  
1.5 / بيتا- مركبتوايثانول

---

كلمات مفتاحية: طريقة، روابط جزيئية، حبيبات الكسكس، نسبة التفكك، عوامل مفككة.