



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Ecole Nationale Supérieure Agronomique

المدرسة الوطنية العليا للفلاحة

Département : Zoologie Agricole et Forestière

القسم : علم الحيوان الزراعي و الغابي

Spécialité : Zoologie Agricole et Forestière : Phytopharmacie التطبيق الكيميائية للنبات

Mémoire De Fin D'étude  
Pour L'obtention Du Diplôme De Master

THEME

Analyse de résidus de pesticides sur Blé stocké en provenance des CCLS  
de Ténés (Wilayat de Chlef)

Présenté par : M<sup>elle</sup> LAHMAR Halima

Soutenu publiquement le : 18 /10/2022

Devant le jury composé de :

<b>Présidente</b>	M <sup>me</sup> . DOUMANDJI MITICHE B.	Professeur (ENSA EL-Harrach)
<b>Promotrice</b>	M <sup>me</sup> . MOUHOUCHE F.	Professeur (ENSA EL-Harrach)
<b>Co-Promoteur</b>	M. MOKHTARI M.	MRB (CRAPC, Bousmail)
<b>Examineurs</b>	M. BOUKRAA S.	MCB (ENSA EL-Harrach)
	M <sup>me</sup> . MORSLI S.	MCB (ENSA EL-Harrach)

Promotion 2017/2022

# Table des matières

## Liste des figures

## Liste des tableaux

## Liste des abréviations

<b>Introduction générale</b> .....	1
<b>Partie I: Synthèse bibliographique</b> .....	3
<b>Chapitre I : Les pesticides</b> .....	5
I.1. Généralités sur les pesticides.....	5
I.1.1. Historique.....	5
I.1.2. Définition des pesticides .....	5
I.1.3. Classification des pesticides.....	6
I.1.3.1. Selon le groupe chimique.....	6
I.1.3.2. Selon la cible .....	7
I.1.3.3. Selon l'usage .....	7
I.1.3.4. Selon la toxicité.....	7
I.1.3.5. Selon leur persistance dans l'environnement .....	8
I.1.3.5.1. Les pesticides persistants .....	8
I.1.3.5.2. Les pesticides non persistants .....	8
I.2. Impact des pesticides.....	8
I.2.1. Impact sur la santé humaine .....	8
I.2.1.1. Toxicité aiguë.....	8
I.2.1.2. Toxicité chronique .....	9
I.2.2. Impact sur l'environnement .....	9
I.2.2.1. Impact sur le sol .....	9
I.2.2.2. Impact sur l'eau.....	10
I.2.2.3. Impact sur l'air .....	10
I.2.2.4. Impact sur la biodiversité .....	10
I.3. Le marché des pesticides.....	11
I.3.1. Marché mondial des pesticides .....	11
I.3.2. Marché des pesticides en Algérie.....	12
<b>Chapitre II : Les résidus de pesticides</b> .....	14
II.1. Normes relative aux résidus de pesticides .....	14
II.1.1. Les résidus de pesticides.....	14
II.1.2. La limite maximale de résidus (LMR).....	14
II.1.3. L'apport journalier maximum théorique (AJMT).....	14
II.1.4. Le délai avant la récolte (DAR).....	14

II.2. Paramètres relatifs à la toxicité des pesticides .....	15
II.2.1. La dose journalière admissible (DJA).....	15
II.2.2. La dose sans effet observable (DSEO) .....	15
II.2.3. La dose de référence aigue (ARfD) .....	15
II.2.4. Le niveau d'exposition acceptable pour l'opérateur (NEAO).....	15
II.2.5. La DL50.....	16
II.3. La réglementation sur les pesticides .....	16
II.3.1. A travers le monde .....	16
II.3.2. En Algérie.....	17
II.4. Méthodes de recherche des résidus de pesticides dans les aliments .....	18
II.4.1. Stockage et conservation des échantillons .....	18
II.4.2. Les techniques d'extraction et purification.....	19
II.4.2.1. L'extraction liquide-liquide (ELL) .....	19
II.4.2.2. L'extraction en phase solide (SPE).....	19
II.4.2.3. La microextraction en phase solide (SPME).....	19
II.4.2.4. L'extraction à base de membrane liquide (SLM) .....	20
II.4.2.5. QuEChERS .....	20
II.4.3. Les techniques d'analyse et de détection .....	21
II.4.3.1. La chromatographie .....	21
II.4.3.1.1. La chromatographie en phase gazeuse (CPG) .....	21
II.4.3.1.2. La chromatographie en phase liquide (CPL) .....	22
II.4.3.1.3. Chromatographie sur couche mince (CCM).....	22
II.4.3.2. L'électrophorèse capillaire (EC).....	22
II.4.3.3. L'ELISA .....	23
II.4.3.4. La spectrométrie de masse (SM).....	23
<b>Chapitre III : Les céréales</b> .....	<b>25</b>
III.1. Généralité sur les céréales .....	25
III.1.1. Intérêts des céréales .....	25
III.2. Importance socioéconomique de la céréaliculture.....	25
III.2.1. Dans le Monde.....	25
III.2.2. En Algérie.....	27
III.3. Les blés.....	28
III.3.1. Blé tendre.....	28
III.3.1.1. Position taxonomique de blé tendre.....	28
III.3.1.2. Description botanique de blé tendre .....	28
III.3.2. Blé dur .....	29
III.3.2.1. Position taxonomique de blé dur .....	29
III.3.2.2. Description botanique de blé dur.....	29

III.3.3. Valeur nutritionnelle du blé.....	30
III.4. Le stockage des céréales.....	32
III.4.1. Dispositifs de stockage .....	32
III.4.2. Les ravageurs des céréales stockées .....	32
III.4.3. Moyens de lutte chimique.....	33
<b>Etude expérimentale</b> .....	<b>34</b>
<b>Chapitre IV : Matériels et méthodes</b> .....	<b>36</b>
IV.1. Préambule.....	36
IV.2. Echantillonnage .....	36
IV.2.1. Description de l'organisme d'échantillonnage.....	36
IV.2.2. Caractéristiques de nos échantillons de blé.....	37
IV.2.3. Produit de traitement chimique .....	38
IV.3. Protocole expérimental d'extraction et d'analyse de résidus de pesticides dans le blé stocké.....	39
IV.3.1. Préparation et conservation des échantillons.....	39
IV.3.1.1. Codification des échantillons .....	39
IV.3.2. Extraction et purification des résidus de pesticides.....	40
IV.3.3. Concentration des phases .....	42
IV.3.4. Analyse des échantillons par GC-MS.....	43
IV.3.4.1. Présentation de l'appareil .....	43
IV.3.4.2. Optimisation des conditions chromatographiques.....	43
IV.3.4.3. Conditions Opératoires de l'analyse par GC/MS .....	46
IV.3.5. Critères de validations .....	47
<b>Chapitre V : Résultats et discussions</b> .....	<b>49</b>
V.1. Résultats.....	49
V.1.1. Mode d'analyse par GC-MS.....	49
V.1.2. Analyse des standard Organochlorées par GC-MS .....	49
V.1.2.1. Analyse des échantillons en comparaison avec les standards OC .....	58
V.1.3. Analyse des standard organophosphorés par GC-MS .....	61
V.1.3.1. Analyse des échantillons en comparaison avec les standards OP.....	65
V.1.3.2. Quantification des résidus de pesticides organophosphorés dans les échantillons de blés.....	68
V.1.3.2.1. Dichlorvos .....	68
V.1.3.2.2. Fenchlorphos .....	68
V.2. Discussion.....	69
<b>Conclusion</b> .....	<b>73</b>
<b>Références bibliographiques</b>	
<b>Résumé</b>	

## Résumé

Le but de notre travail est de contribuer à garantir une alimentation saine en matière de céréales traités au niveau des structures de stockage, et ce, en contrôlant le traitement chimique appliqué suivant un respect des normes réglementaires basé sur les LMRs.

Cette étude a pour objet d'analyser les résidus de pesticides sur blé stocké en provenance des CCLS de Ténès. La méthodologie pour laquelle nous avons opté, consiste à analyser les pesticides de deux familles chimiques utilisées comme étalons dont 15 substances organochlorées (2,4,5,6-Tetrachloro-m-xylene ;  $\alpha$ -BHC ; Lindane ;  $\beta$ -BHC ;  $\delta$ -BHC ; Heptachlor ; Aldrin ; Heptachlor exo-epoxide ;  $\alpha$ -Chlordane ;  $\gamma$ -Chlordane ; Dieldrin ; Endrin ketone ;  $\beta$ -Endosulfan ; Endosulfan sulfate ; Endrin) et 6 substances organophosphorées (Dichlorvos ; éthopropos ; Disulfoton ; Fenchlorphos ; Chlorpyrifos ; Prophephos) sur six échantillons de blé stockés de type confondu (dur et tendre) . L'extraction des résidus est faite par la méthode QuEChERS et leur dosage par la chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (GC-MS).

Les résultats obtenus montrent une absence de résidus de molécules organochlorées (interdites) étudiées dans les six échantillons de blé, et la présence de deux molécules organophosphorées dans l'ensemble de 5 échantillons de blé dont le Dichlorvos sur 3 échantillons et Fenchlorphos sur 2 échantillons. Ces 5 échantillons étaient dans les normes et n'en contenaient aucun taux de pesticides supérieur aux LMRs fixées par la FAO et le CODEX alimentarius. Nos résultats indiquent une utilisation modérée de pesticides sur les blés stockés.

**Mots clé :** Résidus de pesticides, analyse GC-MS, extraction QuEChERS, Blé stocké, CCLS.

## الملخص

الهدف من عملنا هو المساعدة في ضمان نظام غذائي صحي للحبوب المعالجة على مستوى هياكل التخزين، من خلال التحكم في المعالجة الكيميائية المطبقة وفقاً للامتثال للمعايير التنظيمية القائمة على LMRs . الغرض من هذه الدراسة هو تحليل مخلفات مبيدات الآفات على القمح المخزن من مركز السيطرة على الأمراض في تونس . والمنهجية التي اخترناها هي تحليل مبيدات الآفات لعائلتين كيميائيتين تستخدمان كمعايير، بما في ذلك 15 مادة من مواد الكلور العضوي ؛  $\delta$ -BHC ؛  $\beta$ -BHC ؛ Lindane ؛  $\alpha$ -BHC ؛ 2,4,5,6-Tetrachloro-m-xylene ؛ Heptachlor : ؛ Aldrin ؛ Heptachlor exo-epoxide ؛  $\alpha$ -Chlordane ؛  $\gamma$ -Chlordane ؛ Dieldrin ؛ Endrin ketone ؛  $\beta$ -Endosulfan ؛ Endosulfan sulfate ؛ Endrin) (Dichlorvos ؛ éthopropos ؛ Disulfoton ؛ Fenchlorphos ؛ Chlorpyrifos ؛ Prophephos . Fenchlorphos و 6 مواد من الفوسفات العضوي: Dichlorvos ؛ ethopropos ؛ Disulfoton ؛ Fenchlorphos ؛ Chlorpyrifos ؛ Prophephos . على ست عينات من القمح المخزن كنوع مرتبك صلب ولين . يتم استخراج المخلفات باستخدام طريقة QEChERS ويتم تحديدها بواسطة كروماتوغرافيا الغاز إلى جانب قياس الطيف الكتلي.(GC-MS)

تظهر النتائج التي تم الحصول عليها عدم وجود بقايا جزيئات الكلور العضوي المحظورة التي تمت دراستها في عينات القمح الست، ووجود جزيئين من الفوسفات العضوي في مجموعة من عينات القمح 5 بما في ذلك Dichlorvos على عينات 3 و Fenchlorphos على عينات 2 . وكانت هذه العينات 5 ضمن المواصفات ولم تكن تحتوي على مستويات مبيدات آفات أعلى من الحدود القصوى التي حددتها منظمة الأغذية والزراعة ومنظمة الدستور الغذائي . تشير نتائجنا إلى استخدام مبيد آفات معتدل على القمح المخزن.

**الكلمات الرئيسية:** مخلفات المبيدات، تحليل GC-MS ، استخراج QEChERS ، القمح المخزن . CCLS.

## **Abstract**

The aim of our work is to contribute to guarantee a healthy food in cereals treated at the level of the structures of storage, and this, by controlling the chemical treatment applied according to a respect of the regulatory standards based on the MRLs.

This study aims to analyze the residues of pesticides on stored wheat coming from the CCLS of Ténès. The methodology for which we opted, consists in analyzing pesticides of two chemical families used as standards of which 15 organochlorinated substances (2,4,5,6-Tetrachloro-m-xylene;  $\alpha$ -BHC; Lindane;  $\beta$ -BHC;  $\delta$ -BHC; Heptachlor; Aldrin; Heptachlor exo-epoxide;  $\alpha$ -Chlordane ; $\gamma$ -Chlordane ; Dieldrin ;Endrin ketone ; $\beta$ -Endosulfan ; Endosulfan sulfate ;Endrin) and 6 organophosphorus substances (Dichlorvos ; Ethopropos ; Disulfoton ; Fenchlorphos ; Chlorpyrifos ; Prophephos) on six samples of stored wheat of mixed type (durum and soft) . The extraction of the residues is made by the QuEChERS method and their determination by gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS).

The results obtained show an absence of residues of organochlorine molecules (prohibited) studied in the six wheat samples, and the presence of two organophosphorus molecules in all 5 wheat samples, including Dichlorvos in 3 samples and Fenchlorphos in 2 samples. These 5 samples were within the norms and did not contain any pesticide level higher than the MRLs set by the FAO and the CODEX alimentarius. Our results indicate a moderate use of pesticides on stored wheat.

**Key words:** Pesticide residues, GC-MS analysis, QuEChERS extraction, stored wheat, CCLS.