



**BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR
QUALITÉ DANS LES
INDUSTRIES
AGROALIMENTAIRES ET LES
BIOINDUSTRIES**

**ANNALES
SESSIONS
1998-1999**

**UPBM Édition
Publications de l'UPBM**

Les Annales du BTS Qualité dans les Industries agroalimentaires et les bioindustries ont été réalisées par Jean-Noël JOFFIN, professeur au Lycée Paul Éluard à Saint Denis.

Tous nos remerciements à Gisèle RIGARD, Martine CHARRIN, Patrick VANESTE, Annie CARÈME et Sophie CANAC pour le recueil des sujets et à Gérard LEVEAU pour une relecture attentive.

Pour l'édition 1999, les corrigés ont été réalisés par Pierre BAYARD.

La numérisation des textes a été faite sur Power Macintosh.

Photographie de couverture réalisée par Khedidja CHEKIR, étudiante de BTS Qualité, lors de son stage en Boulangerie industrielle

AVERTISSEMENT

Tous les sujets ne figurent pas dans les annales, en particulier pour les techniques de production (partie pratique). Il n'a pas en effet été possible de les rassembler tous.

Nous espérons les erreurs limitées par une relecture aussi attentive que possible...

Le prix de ces annales peut paraître élevé : nous aurions souhaité qu'il soit moindre mais un tirage inévitablement limité conduit à des frais de fabrications particulièrement élevés et nous oblige à un prix de vente en rapport.

Nous avons cette année ajouté des corrigés sommaires pour les sujets 1999.

ISBN 2-91069-27-3



Règlement d'examen

Tableau des épreuves

Épreuve	Forme	Durée	Coefficient
Anglais	Écrite	2h	2
Mathématiques et Physique Chimie	Écrite	4 h	5 (2 + 3)
Biochimie - Biologie	Écrite	4 h	5
Sciences appliquées	Écrite	4 h	5
Techniques d'analyse et de production	Pratique	10 h	6
Épreuve professionnelle de synthèse : étude de cas se rapportant à la qualité	Écrite et Orale	5 h	7
TOTAL		29 h	30

Définition des épreuves

MINISTÈRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA CULTURE

DIRECTION DES LYCÉES ET COLLÈGES

S/Direction des enseignements et des diplômes

Bureau des enseignements post-baccalauréat DLC5

Arrêté portant création et définition du brevet de technicien supérieur Qualité dans les industries alimentaires et les bioindustries et fixant les modalités de la formation sanctionnée par ce diplôme.

LE MINISTRE D'ÉTAT, MINISTRE DE L'ÉDUCATION NATIONALE ET DE LA CULTURE

- VU le code de l'enseignement technique;
- VU le code du travail. notamment ses livres I et IX;
- VU la loi n° 71.577 du 16 juillet 1971 d'orientation sur l'enseignement technologique;
- VU la loi n° 75.620 du 11 juillet 1975 relative à l'Éducation;
- VU la loi n° 84.52 du 26 janvier 1984 sur l'enseignement supérieur;
- VU la loi de programme n° 85.1371 du 23 décembre 1985 sur l'enseignement technologique et professionnel;
- VU la loi n° 89.486 du 10 juillet 1989 d'orientation sur l'éducation
- VU le décret n° 59.57 du 6 janvier 1959 portant réforme de l'enseignement public, notamment son article 35;
- VU le décret n° 76.1304 du 28 décembre 1976 relatif à l'organisation des formations dans les lycées;
- VU le décret n° 86.496 du 14 mars 1986 portant règlement général du brevet de technicien supérieur. modifié par le décret n° 87.829 du 9 octobre 1987;
- VU le décret n° 90.484 du 14 juin 1990 relatif à l'orientation et à l'affectation des élèves;

• VU le décret n° 91.372 du 16 avril 1991 relatif à l'orientation et à l'affectation des élèves dans les établissements d'enseignement privés sous contrat;

• VU l'arrêté du portant création et définition du brevet de technicien supérieur qualité dans les industries alimentaires et les bio industries et fixant les modalités de la formation sanctionnée par ce diplôme;

• VU l'avis de la Commission professionnelle consultative du 11 décembre 1992:

• VU l'avis du Conseil national de l'enseignement supérieur et de la recherche du ...

• VU l'avis du Conseil Supérieur de l'Éducation du ...

ARRÊTE

ARTICLE 1^{er}

Les conditions de délivrance du brevet de technicien supérieur qualité dans les industries alimentaires et les bio-industries créé par l'arrêté du susvisé sont fixées conformément aux dispositions du décret n° 86.496 du 14 mars 1986 modifié portant règlement général du brevet de technicien supérieur et des annexes I (règlement d'examen) et II (définition des épreuves) du présent arrêté.

ARTICLE 2

Pour se présenter à l'examen les candidats doivent justifier d'une des conditions d'inscription fixées à l'article 7 du décret n° 86.496 du 14 mars 1986 modifié susvisé.

ARTICLE 3

Une seule session est organisée chaque année scolaire. La date de début des épreuves, les dates d'ouverture et de clôture des registres d'inscription sont fixées par le Ministre d'État, Ministre de l'Éducation Nationale et de la Culture. La liste des pièces à fournir lors de l'inscription est fixée par les Recteurs.

ARTICLE 4

Le brevet de technicien supérieur qualité dans les industries alimentaires et les bio-industries est délivré aux candidats ayant subi avec succès l'examen défini par le présent arrêté conformément aux dispositions de l'article 10 ou aux dispositions de l'article 13 du décret n° 86.496 du 14 mars 1986 modifié susvisé.

Chaque candidat précise au moment de son inscription s'il souhaite subir l'examen dans sa forme globale tel que le prévoit l'article 10 du décret précité ou épreuve par épreuve conformément à l'article 13 de ce décret. Dans ce dernier cas il précise en outre les épreuves qu'il souhaite subir à la session pour laquelle il s'inscrit.

ARTICLE 5

La première session du brevet de technicien supérieur qualité dans les industries alimentaires et les bioindustries organisée conformément aux dispositions du présent arrêté aura lieu en 1995.

ARTICLE 6

Le Directeur des Lycées et Collèges est chargé de l'exécution du présent arrêté qui sera publié au Journal Officiel de la République française et au Bulletin Officiel de l'Éducation nationale.(1)

Fait à Paris, le

(1) Le présent arrêté et son annexe I seront publiés au Bulletin Officiel du Ministère de l'Éducation Nationale du vendu au prix de 12,50 F, disponible au centre national de documentation pédagogique, 13 rue du Four-75006 Paris, ainsi que dans les centres régionaux et départementaux de documentation pédagogique.

L'arrêté et ses annexes seront diffusés par les centres précités.

Définition des épreuves

1. Anglais

- Épreuve écrite
- Durée : 2 heures
- Coefficient : 2

L'épreuve doit permettre de vérifier les capacités du candidat à :

- exploiter correctement des documents à caractère technique (articles de presse ou extraits d'ouvrages spécialisés, notices et modes d'emploi, diagrammes et schémas en anglais concernant des matériels étrangers, lettres, communications);
- proposer des éléments de rédaction simples en anglais sur un sujet touchant à la spécialité

Cette épreuve comprendra d'abord la traduction ou le compte rendu en français d'un texte extrait d'un document technique ou d'une revue spécialisée; lui fera suite la rédaction en anglais d'un texte se rapportant au sujet précédemment étudié.

2. Mathématiques et Sciences physiques

- Épreuve écrite
- Durée : 4 heures (2 h pour les mathématiques, 2 h pour le physique-chimie)
- Coefficient : 5 (2 pour les mathématiques, 3 pour le physique-chimie)

1. Objectifs de l'épreuve.

L'enseignement des mathématiques a pour triple objectif de fournir un outil efficace pour les sciences physiques et biologiques et la technologie, de développer la formation scientifique et de contribuer à la formation personnelle et relationnelle de l'étudiant. Les sciences physiques et la chimie ont les mêmes objectifs généraux : ils fournissent en outre les bases scientifiques nécessaires aux enseignements technologiques et professionnels. Par suite l'épreuve qui sanctionne ces enseignements a pour objectifs:

- d'apprécier la solidité des connaissances des étudiants et leur capacité à les mobiliser dans des situations variées;
- de vérifier leur aptitude au raisonnement et leur capacité à analyser correctement un problème, à justifier les résultats obtenus et à apprécier leur portée;
- d'apprécier leurs qualités dans le domaine de l'expression écrite et de l'exécution soignée de tâches diverses (calculs avec ou sans instrument, tracés graphiques).

2. Nature de l'épreuve

C'est une épreuve écrite d'une durée de 4 heures (2 h pour les mathématiques - 2 h pour les sciences physiques) et de coefficient 5 (2 pour les mathématiques - 3 pour les sciences physiques et la chimie).

Les sujets comportent: deux exercices de mathématiques et deux exercices de sciences physiques et chimie. Ces exercices porteront sur des parties différentes du programme et devront rester proches de la réalité professionnelle .

L'épreuve porte à la fois sur des applications directes des connaissances du cours et sur leur mobilisation au sein de problèmes plus globaux.

Il convient d'éviter toute difficulté théorique et toute technicité mathématique excessives. La longueur et l'ampleur du sujet doivent permettre à un candidat moyen de traiter le sujet et de le rédiger posément dans le temps imparti.

L'utilisation des calculatrices pendant l'épreuve est définie par la circulaire n° 86.228 du 28 juillet 1986 publiée au Bulletin officiel n° 34 du 2 octobre 1986.

En tête des sujets doivent figurer les deux rappels suivants:

- la clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.
- l'usage des instruments de calcul et du formulaire officiel de mathématiques est autorisé.

Chacune des parties de l'épreuve sera corrigée par un professeur de la discipline.

3. Biochimie - Biologie

- Épreuve écrite
- Durée : 4 heures
- Coefficient : 5

Le sujet comportera une ou plusieurs questions liées ou indépendantes et pourra faire appel à l'utilisation de documents.

L'épreuve permet d'apprécier :

- la compréhension et l'assimilation des connaissances fondamentales en biochimie, microbiologie générale et appliquée, toxicologie
- l'aptitude à la réflexion et au raisonnement scientifique
- la clarté et la rigueur de l'expression écrite et de la composition.

Elle se réfère au programme de biochimie-biologie.

4. Sciences appliquées

- Épreuve écrite
- Durée : 4 heures
- Coefficient : 5

L'épreuve comportera au minimum deux questions : une question se rapportant au programme de sciences des aliments et une question se rapportant au programme du cours de génie industriel. Elle pourra faire appel à l'utilisation de documents.

Elle permet d'évaluer

- les connaissances fondamentales en sciences des aliments et génie industriel
- ses capacités à utiliser ses connaissances dans un contexte qualitatif
- sa maîtrise des problèmes de sécurité
- ses qualités d'analyse et de synthèse.

5. Techniques d'analyse et de production

- Épreuve écrite
- Durée : 10 heures
- Coefficient : 6

Cette épreuve porte sur les techniques d'analyses biochimiques, les techniques d'analyses microbiologiques, les techniques d'analyses immunologiques, les techniques d'analyses toxicologiques, sur l'analyse sensorielle et sur les travaux d'atelier du génie industriel. Trois de ces domaines au moins devront être évalués.

L'épreuve a pour but de vérifier que le candidat est capable de:

- mettre en oeuvre un protocole opératoire dans des conditions satisfaisantes de sécurité et d'efficacité en respectant les exigences des Bonnes Pratiques de Fabrication ou des Bonnes Pratiques de Laboratoire
- s'organiser rationnellement dans le temps et dans l'espace - traiter et exploiter des résultats.
- évaluer et valider ses résultats

Elle doit permettre d'évaluer tout ou partie des capacités et compétences terminales suivantes du référentiel de certification du domaine professionnel:

C31: préparer les produits, réactifs et milieux

C32: vérifier les produits, réactifs et milieux

C33: vérifier le bon fonctionnement de l'appareillage d'analyses au laboratoire ou de mesures en fabrication

C34: pratiquer des interventions simples de maintenance sur les appareils du contrôle qualité; déclencher des interventions de

maintenance sur les appareils du contrôle qualité

C35: conduire les analyses, les essais et les mesures

C41: recueillir et présenter les résultats des essais ou des mesures

C42: déterminer un intervalle de confiance d'une méthode et valider la mesure

C43: interpréter les résultats des essais et des mesures en vue de l'évaluation des procédés, des matières premières, du conditionnement, de l'emballage, et du produit fini

C44: évaluer les risques liés à l'activité professionnelle

C45: identifier les dysfonctionnements des appareils d'analyse et de mesure

Cette épreuve pourra se dérouler en plusieurs étapes.

Elle donnera lieu à la rédaction de comptes rendus et pourra éventuellement faire appel aux techniques de l'informatique.

Des documents techniques annexes peuvent être distribués aux candidats avec le sujet.

6. Épreuve professionnelle de synthèse : étude de cas se rapportant à la qualité

- Épreuve écrite et orale
- Durée : 5 heures
- Coefficient : 7

Cette épreuve est caractéristique des activités professionnelles du technicien supérieur en «Qualité dans les industries alimentaires et les bio-industries».

Elle a pour but de vérifier que le candidat est capable:

- de présenter une analyse rigoureuse d'une situation relative à la qualité
- de proposer des solutions argumentées
- de traiter et d'exploiter des informations techniques réglementaires
- de mobiliser ses connaissances théoriques et pratiques pour analyser et/ou résoudre un problème relatif à la qualité

Cette épreuve doit permettre d'évaluer tout ou partie des capacités et compétences terminales suivantes du référentiel de certification du domaine professionnel:

C11: Analyser tout ou partie d'un cahier des charges

C12: Concevoir un auto-contrôle ou un contrôle en cours de production

C13: Proposer des actions préventives et correctives pour réduire les écarts entre objectifs et résultats (notamment des

ajustements ou des modifications des procédures et/ou des modes opératoires)

C14: Proposer de nouvelles procédures de fabrication ou d'analyses ou adapter des procédures existantes

C21: Inventorier les contraintes d'exploitation et les contraintes de l'environnement

C22: Définir et faire appliquer les mesures d'hygiène particulières à chaque production;

Dans le but d'assurer la qualité de la production:

- proposer les mesures et les moyens de prévention des risques vis à vis des personnels

- proposer les moyens permettant de préserver les matières, les produits, les matériels et l'environnement

C23: Proposer les circuits relatifs aux personnels, aux matériels, aux matières, aux produits et aux déchets en prenant en compte les contraintes d'exploitation, les contraintes d'environnement et les objectifs de qualité

C24: Prévoir l'approvisionnement des postes de travail des laboratoires de contrôle de qualité en produits, réactifs, milieux et matériel s

C25: Organiser les activités d'auto-contrôle et de contrôle en cours de production

C41: Recueillir et présenter les résultats des essais ou des mesures

C42: Déterminer un intervalle de confiance d'une méthode et valider un résultat

C43: Interpréter les résultats des essais ou des mesures en vue de l'évaluation des procédés, des matières premières, du conditionnement, de l'emballage et du produit fini

C44: Évaluer les risques liés à l'activité professionnelle

C51: Recenser et sélectionner les différentes sources documentaires professionnelles et réglementaires:

- Repérer les différentes sources d'information sur le sujet donné

- Utiliser un fichier bibliographique pour une recherche d'information

- Consulter une banque de données

C52: Référencer et stocker l'information:

- Référencer un article ou un périodique ou une notice technique ou un texte réglementaire

- Mettre à jour un fichier manuel ou automatisé

C53: Traiter l'information

C54: Décoder des informations techniques

C61: Produire et transmettre un message

C63: Rendre compte des opérations effectuées et des résultats attendus

Cette épreuve porte sur les programmes de «Qualité» et sur l'expérience acquise durant les stages en milieu professionnel. Elle fait également appel aux connaissances de biochimie-biologie, sciences des aliments, génie industriel, techniques d'analyse, sécurité et économie-gestion. Elle fait appel en outre aux qualités d'expression et de communication développées en particulier dans l'enseignement du français. Elle peut comporter des documents en anglais.

L'épreuve se déroulera en deux phases complémentaires:

a) La première phase consiste à analyser une situation relative à la qualité.

Au cours de cette phase, le candidat exposera un travail personnel réalisé pendant son deuxième stage en milieu professionnel ou, pour un candidat qui se présente au titre de la promotion sociale ou de la formation continue, pendant son activité professionnelle. Ce travail personnel doit donc porter sur l'analyse d'une situation relative à la qualité. Il fait l'objet d'un document écrit de 5 pages maximum présentant succinctement la problématique étudiée, les éléments de réflexion et d'analyse qui seront développés au cours d'un exposé oral et une bibliographie sommaire.

Le document écrit sera communiqué au jury quelques jours avant l'examen à une date fixée par le recteur.

La présentation du travail personnel ne doit pas excéder 30 minutes. Cette présentation est suivie d'une interrogation par le jury d'une durée de 30 minutes. Cette interrogation porte sur le travail présenté.

b) La deuxième phase consiste à résoudre un problème relatif à la qualité: cette résolution aboutit à des propositions concrètes qui complètent le travail d'analyse conduit pendant la première phase. L'étude est conduite à partir d'un dossier technique fourni au candidat. Le candidat dispose de 4 heures pour traiter ce problème.

Le jury de cette épreuve devra comporter:

- un enseignant de la spécialité
- un professionnel
- un enseignant susceptible d'apprécier les qualités de communication du candidat
- un enseignant d'Économie-Gestion si le contenu du rapport l'impose.

BTS Qualité dans les Industries agroalimentaires et les bioindustries

Sujets 1998

Anglais

L'usage d'un dictionnaire bilingue est autorisé

It sounds like a textbook case for tougher food safety rules: an unprecedented 25 million pounds of meat recalled in order to stop an outbreak of a potentially deadly bacterium, E. coli O157:H7.

Thanks to the administration's efforts to upgrade food safety programs, this outbreak of E. coli appears to have been stemmed at fewer than 20 cases, said Mitchell Cohen, director of the division of bacterial and mycotic diseases for the Centers for Disease Control and Prevention in Atlanta. Cohen compared the new outbreak to the tragic E. coli outbreak in 1993. Although the « explosive » period of that outbreak occurred in January of that year, in fact some 15 cases had been detected in the region a month before.

« We had these sentinel cases that foretold the problem, » Cohen said. Had the new system been up and running in 1993, potentially, « We would have been able to identify the problem and take appropriate action » early, Cohen said. « That's what we hope we're doing now ».

The Clinton administration has long called food safety one of its top priorities, and officials say they have worked to reduce the estimated 9,000 deaths each year caused by eating tainted food.

Earlier this year, the Clinton administration announced a \$ 43 million package of food safety initiatives that was aimed at several aspects of making food safer. The plan called for mandated high-tech food inspection and monitoring systems from farm to market, and also sets up a nationwide initiative to educate food industries and consumers about how to more safely process and prepare food. The program also expands a nationwide network of « sentinel sites » that could hasten detection of disease outbreaks.

The core of the safety program can be summed up in one ungainly acronym: HACCP (pronounced « hassup »). The term stands for Hazard Analysis and Critical Control Point systems. The system, developed within the food-processing industries, focuses on identifying likely hazards in a product and finding « critical control points » in the process of preparing those foods where that risk can be reduced. HACCP also calls for monitoring to make sure the safety measures are working, as well as detailed record-keeping to trace problems when they do occur.

Even though the Agriculture Department's new HACCP rules call for increased inspections, the rules might not have prevented the current outbreak, said Caroline Smith DeWaal, of the Center for Science in the Public Interest. The increased requirements for E. coli apply only to slaughterhouses and not to processing plants. Contamination can occur at either. Many plants do check for E. coli voluntarily, DeWaal said, but « There is nothing in there that says all processing plants that make ground beef have to check it ».

Jacque Knight, a spokeswoman for the USDA's Food Safety Inspection Service, said DeWaal is correct about the letter of the rule, but that in practice, required tests for salmonella at processing plants could catch a great deal of E. coli, as well because salmonella is « an indicator organism » for other problems.

No matter how good detection gets, however, outbreaks are certain to continue.

Sara Lilygren, a spokeswoman for the American Meat Institute, said that industry must improve its practices, but consumers have to take responsibility as well -cooking food to 160 degrees, and following good sanitation practices.

Adapted from the Washington Post, August 23, 1997.

Vocabulaire:

To be stemmed = to be limited

To be up and running = to be working

QUESTIONS:

I. Rendre compte en français de manière ordonnée et cohérente des éléments essentiels du texte. (150 mots à 10% près)

II. Répondre en anglais aux questions suivantes:

a) This article focuses on a current outbreak of food poisoning in the U.S.A. caused by the presence of a strain of E. coli in meat. What other hazards do you know of as regards food poisoning ? (100 mots à 10% près)

b) Should consumers be better informed of the potential dangers that food industries imply ? What means of action do they have to avoid such dangers or fight them ?

BAREME:

- question I: 10 points
- question II: a): 5 points
b): 5 points

Mathématiques - Sciences physiques

Les calculatrices de poche sont autorisées conformément à la circulaire n° 86-228 du 28juillet 1986.

La clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.

Mathématiques

EXERCICE I (10 points)

I - Le taux de sucre des kiwis d'une production donnée est une variable aléatoire qui suit une loi normale de moyenne 10,4 % et d'écart type 0,5 %.

On note \bar{X} la variable aléatoire qui à chaque échantillon de 50 kiwis pris au hasard, associe son taux moyen de sucre. Déterminer la loi de \bar{X} .

II - Pour un échantillon de 50 kiwis d'une production différente, les mesures du taux de sucre donnent les résultats suivants:

Taux de sucre	[9,1; 9,4[[9,4; 9,7[[9,7; 10[[10;10,3[[10,3;10,6[[10,6;10,9[[10,9;11,2[[11,2;11,5[
Nombre de kiwis	1	4	12	9	10	9	4	1

1) Représenter l'histogramme de cette distribution.

- 2) Déterminer une valeur approchée à 10^{-2} près du taux moyen de sucre m_1 puis de l'écart-type σ_1 de cet échantillon à 10^{-2} près.
- 3) Au seuil de risque de 1 % peut-on faire l'hypothèse que la production étudiée est identique à la production de la question 1 ?
- 4) L'étude d'un deuxième échantillon de 50 kiwis donne comme taux moyen de sucre $m_2 = 10,5$ % avec un écart type $\sigma_2 = 0,4$ %. Peut-on estimer au seuil de risque de 5 % que ces deux échantillons proviennent de la même production ?

EXERCICE 2 (10 points)

Le but de cet exercice est de comparer deux modes d'administration d'une même quantité de médicament à des bovins, soit par une injection intraveineuse, soit par une pertusion continue.

I - 1) Si on injecte 100 mg d'un produit dans le sang, alors la quantité Q_1 de produit présente dans le sang à l'instant t , où t est exprimé en heures pour $t \geq 0$, vérifie l'équation différentielle:

$$(E_1): \frac{dQ_1}{dt} = -Q_1 \text{ avec de plus la condition initiale: } Q_1(0) = 100.$$

Résoudre cette équation différentielle sur $[0, +\infty[$.

2) Si on perfuse, pendant 4 heures, 25 mg par heure du même produit, alors la quantité Q_2 de produit présente dans le sang à l'instant t , où t est exprimé en heures pour $0 \leq t \leq 4$, vérifie l'équation différentielle:

$$(E_2): \frac{dQ_2}{dt} + Q_2 = 25 \text{ avec de plus la condition initiale: } Q_2(0) = 0$$

Résoudre cette équation différentielle sur $[0, +\infty[$.

II - Soient f_1 et f_2 les fonctions définies respectivement par:

$$f_1(t) = 100 e^{-t} \text{ pour } t \geq 0 \quad \text{et} \quad f_2(t) = 25 (1 - e^{-t}) \text{ pour } 0 \leq t \leq 4.$$

- 1) Montrer que f_1 est décroissante sur l'intervalle $[0, +\infty[$ et que f_2 est croissante sur $[0, 4]$.
- 2) Construire dans un même repère orthogonal les représentations graphiques de ces deux fonctions. On prendra 2 cm pour une heure en abscisses et 1 cm pour 5 mg en ordonnées.
- 3) Sur quel intervalle a-t-on: $f_1(t) \geq f_2(t)$?
 - a) graphiquement,
 - b) par le calcul.

Sciences physiques

Les calculatrices de poche sont autorisées conformément à la circulaire n° 86-228 du 28 juillet 1986.

La clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.

Étude sur le vin

Toutes les parties du problème sont indépendantes et peuvent être traitées dans un ordre quelconque.

I. Fermentation et thermodynamique

Le vin provient de la fermentation, due à des levures présentes dans la pellicule du fruit, du glucose en éthanol et dioxyde de carbone.

- 1.1. Ecrire l'équation bilan de la réaction de fermentation du glucose $C_6H_{12}O_6$.
 - 1.2. Calculer l'enthalpie de cette réaction.
 - 1.3. Calculer la constante d'équilibre de cette réaction à 298 K. Que pensez-vous du résultat ?
- Données: $R = 8,31 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

Enthalpie de formation du glucose: $\Delta_f H^\circ = -1268 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$

Entropie du glucose: $S^\circ = 212 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

Enthalpie de formation de l'éthanol: $\Delta_f H^\circ = -277,69 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$

Entropie de l'éthanol: $S^\circ = 160,7 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$

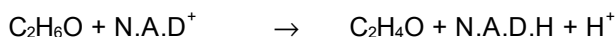
Enthalpie de formation de CO_2 : $\Delta_f H^\circ = -393,51 \text{ kJ.mol}^{-1}$

Entropie de CO_2 : $S^\circ = 213,74 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$

II. Dosage de l'éthanol par spectrophotométrie

Le degré alcoolique d'un vin est un nombre égal au volume exprimé en mL d'éthanol contenu dans 100 mL de vin. Les méthodes de dosage sont nombreuses et de spécificité variable. Il existe une méthode très spécifique effectuée en présence de l'alcool déshydrogénase (A.D.H.) selon la réaction.

A.D.H



Remarque: N.A.D: Nicotinamide Adénine Dinucléotide

2.1. Quel est le rôle de l'A.D.H ?

2.2. Ecrire les demi-équations des couples rédox intervenant dans la réaction.

La forme réduite N.A.D.H présente une bande d'absorption avec un maximum d'absorbance à $\lambda = 340 \text{ nm}$ alors que la forme oxydée N.A.D⁺ n'absorbe pas à cette longueur d'onde.

2.3. A quel domaine d'onde λ appartient-elle ? Calculer la fréquence ν correspondante.

Donnée: vitesse de la lumière dans le vide: $c = 3,0 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1}$.

2.4. Rappeler la loi de Beer-Lambert en indiquant, pour chaque terme, sa signification et son unité.

La réaction étudiée est une réaction lente et totale. On montre que, pour une concentration d'enzyme A.D.H constante, la quantité de N.A.D⁺ qui a réagi à un instant donné est proportionnelle à la quantité initiale d'éthanol.

On va donc, pour déterminer le degré alcoolique du vin, établir une courbe d'étalonnage en mesurant l'absorbance de solution de concentration C connue en éthanol au bout d'une même durée Δt , pour une même concentration d'enzyme.

On donne le tableau de résultats suivant:

n° échantillon	1	2	3	4	5	vin étudié
C en g.L ⁻¹	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25	
Absorbance A	0,146	0,251	0,320	0,489	0,643	0,460

Toutes les mesures ont été effectuées au bout de 30 min de réaction entre la solution d'échantillon et la solution de N.A.D⁺, pour une concentration identique de A.D.H et de N.A.D⁺.

L'échantillon de vin est préparé en diluant 2 mL dans une fiole jaugée de 1 L et en complétant à l'eau distillée.

Donnée: masse volumique de l'éthanol: $\rho = 789 \text{ kg.m}^{-3}$

2.5. Pourquoi doit-on prélever les échantillons à un instant t donné ?

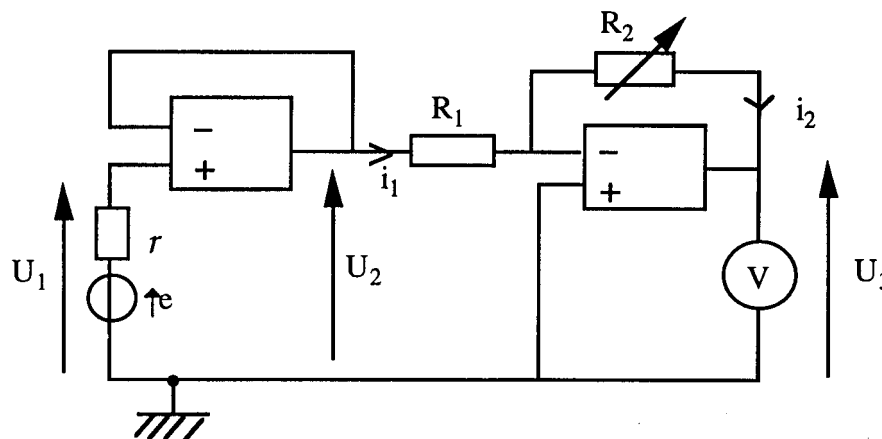
2.6. A partir du tableau de mesures ci-dessus, tracer le graphe $A = f(C)$; retrouver la concentration, en g.L⁻¹ de l'échantillon de vin étudié.

2.7. En déduire le degré d'alcool du vin.

2.8. On pouvait lire sur l'étiquette de ce vin: vin à 12°. Comparer le résultat obtenu à l'indication portée sur l'étiquette ?

III. Acidité d'un vin et pH-métrie

De nombreux acides organiques sont présents dans le vin; on les dose par pH-métrie. On donne le montage simplifié d'un pH-mètre:



Le montage est constitué de deux amplificateurs opérationnels alimentés en + 15 V et - 15 V, d'une résistance R_1 de 1 k Ω et d'une résistance variable R_2 . Le capteur est constitué des deux électrodes de mesure. Le capteur est équivalent à un générateur de tension e et de résistance interne r avec: $e = C - 0,059 \text{ pH}$ où C est une constante.

3.1. Donner la caractéristique de transfert d'un amplificateur opérationnel réel en indiquant à quels moments l'amplificateur opérationnel est en régime linéaire et en régime saturé.

3.2. Que signifie l'indication qu'un amplificateur opérationnel (A.O) est parfait ou idéal ?

Dans la suite du problème on considérera que la tension entre les deux bornes d'entrée des A.O est nulle, de même que les courants d'entrée.

On étudie la partie du montage constitué du premier A.O.

3.3. Montrer que $U_2 = U_1$.

3.4. Montrer alors que $U_2 = e$. Donner l'expression de U_2 en fonction du pH.

3.5. Quel est l'intérêt du premier A.O ? Comment appelle-t-on un tel montage ?

On étudie maintenant la partie du montage qui correspond au deuxième A.O.

3.6. Exprimer U_3 et U_2 en fonction de R_1 , R_2 , i_1 et i_2 .

3.7. En déduire que $U_3 = - U_2 \cdot R_2 / R_1$

3.8. On veut régler la résistance R_2 de telle façon que 1 unité pH corresponde à une variation de 1 V de la tension U_3 . Quelle doit être la valeur de R_2 ?

IV. Stéréochimie

Parmi les acides que l'on trouve dans le vin, certains sont optiquement actifs comme l'acide L(+) lactique ou l'acide tartrique.

4.1. Rappeler ce qu'est une onde électromagnétique.

4.2. Qu'est-ce qu'une lumière polarisée ?

4.3. Que signifie qu'un composé est optiquement actif ?

4.4. Quelle(s) caractéristique(s) géométrique(s) présente(nt) une molécule optiquement active ?

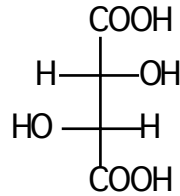
On donne les formules développées respectivement de l'acide lactique et de l'acide tartrique:



4.5. Après avoir rappelé ce qu'est un carbone asymétrique, indiquer, s'ils existent, ceux des deux acides.

4.6. Que signifient, dans le nom de l'acide L (+) lactique, la lettre L et le symbole (+) ?

4.7. La représentation de Fisher de l'acide (+) tartrique est la suivante:



Dessiner la configuration de l'acide (-) tartrique et de la forme optiquement inactive. Justifier vos réponses.

Biochimie - Biologie

(Durée : 4 h Coefficient 5)

LES SUPPLÉMENTS ALIMENTAIRES

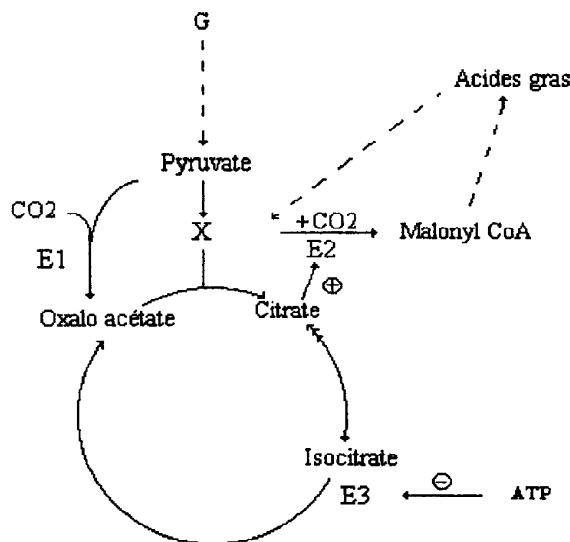
Les acides gras polyinsaturés à longue chaîne et la vitamine B 12 font partie des nombreux suppléments de l'alimentation humaine et animale. Ils sont utilisés dans les cas de carences et font l'objet d'études biochimiques, microbiologiques et toxicologiques.

BIOCHIMIE (50 points)

1. Équilibre glucides-lipides dans l'alimentation (15 points)

Un régime alimentaire équilibré doit apporter chez un homme adulte (70 kg) environ 90 g de lipides et 385 g de glucides.

Le schéma ci-dessous présente les interrelations entre les métabolismes glucidique et lipidique.



Donner le nom des molécules X, E1, E2, E3.

En utilisant le schéma, montrer comment:

- le catabolisme des glucides (glucose) est indispensable au catabolisme des acides gras;
- un catabolisme intense des glucides stimule la synthèse des acides gras.

2. Structure des acides gras (5 points)

Deux acides gras sont indispensables: l'acide linoléique (C18: 2 n-6) et l'acide linolénique (C18: 3 n-3).

2.1. Écrire les formules semi-développées de ces acides gras.

2.2. Que signifie « acide gras indispensable » ?

3. Étude des paramètres cinétiques de la $\Delta 6$ désaturase (24 points)

Les acides linoléique et linoléique sont précurseurs d'acides gras polyinsaturés à longue chaîne (AGPI). La voie de biosynthèse de ces AGPI est fournie (cf. Document 1). Ces AGPI entrent dans la constitution de phospholipides membranaires. L'acide arachidonique et l'écicosapentaénoïque (EPA) sont d'autre part les précurseurs de certaines hormones (les prostaglandines).

3.1. Préciser la structure d'un phospho-aminolipide.

3.2. Une étude cinétique de la $\Delta 6$ désaturase est effectuée. Toutes les mesures sont effectuées à pH 7,5 et à 30°C.

Première expérience

La vitesse initiale de la réaction est mesurée pour différentes concentrations en acide linoléique, seul et en présence d'acide linoléique.

C _{Acide linoléique} (mmol/L)	0,2	0,5	1	2
Vitesse initiale (μmol/min)	14,3	25	33,3	40

C _{Acide linoléique} (mmol/L)	0,2	0,5	1	2
C _{Acide linoléique} (mmol/L)	5	5	5	5
Vitesse initiale (μmol/min)	8,3	16,7	25	33,3

Deuxième expérience

La vitesse initiale de la réaction est mesurée pour différentes concentrations en acide linoléique, seul et en présence d'acide linoléique.

C _{Acide linoléique} (mmol/L)	2	5	10	20
Vitesse initiale (μmol/min)	14,3	25	33,3	40

C _{Acide linoléique} (mmol/L)	2	5	10	20
C _{Acide linoléique} (mmol/L)	0,5	0,5	0,5	0,5
Vitesse initiale (μmol/min)	8,3	16,7	25	33,3

3.2.1. Tracer les courbes $1/v_i = f(1/[S])$ pour chaque expérience.

3.2.2. Déterminer les V_m et les K_m de l'enzyme pour l'acide linoléique et l'acide linoléique.

Que peut-on en conclure ?

3.2.3. Pour quel substrat l'enzyme a-t-il le plus d'affinité et en quelle proportion ?

3.2.4. Que peut-on en déduire quant aux proportions d'acides linoléique et linoléique à respecter lorsque l'on fait un ajout aux aliments ?

4 Déficit en enzymes (6 points)

Les nouveau-nés et surtout les prématurés sont physiologiquement déficients en enzymes d'élongation et désaturation (Document 1).

4.1. Quels acides gras, sous forme de phospholipides, faudrait-il ajouter aux laits infantiles de remplacement pour un apport nutritionnel optimal ?

4.2. Sachant que l'acide écicosapentaénoïque (EPA) est en compétition avec l'acide arachidonique pour la synthèse des prostaglandines, la supplémentation doit-elle être très importante en EPA ? Justifier la réponse.

MICROBIOLOGIE (46 points)

La vitamine B 12 ayant une action prépondérante sur la croissance, doit être utilisée comme adjuvant d'alimentation animale dans les élevages industriels.

Aussi le développement de la fabrication de cette vitamine s'est imposé pour répondre à un tel impératif et des efforts de recherche importants ont permis d'améliorer le procédé de production par fermentation.

1. Production industrielle de vitamine B 12 (34 points)

La biosynthèse de cette vitamine est réalisée uniquement par des souches bactériennes hautement productrices appartenant principalement aux genres *Propionibacterium* et *Pseudomonas*.

La vitamine B 12 est produite par un *Pseudomonas denitrificans*, en fermenteur aéré, en 3 à 5 jours, à pH 7,4 et à une température de 29 °C sur un milieu contenant:

Saccharose ou mélasse de betterave	100 g
Extrait de levure	2 g
Phosphate d'ammonium	5 g
Sulfate de magnésium	3 g
Sulfate de manganèse	200 mg
Nitrate de cobalt	188 mg
Diméthyl-5,6 benzimidazole	25 mg
Sulfate de zinc	20 mg
Molybdate de sodium	5 mg
Eau	1000 mL

La production industrielle a lieu dans un fermenteur de 100 m³.

1.1. Donner le rôle des différents constituants du milieu (le diméthyl-5,6 benzimidazole et le nitrate de cobalt sont indispensables à la synthèse de la structure centrale de la vitamine B 12).

1.2. Indiquer et justifier les types trophiques de *Pseudomonas denitrificans* par rapport à la source de carbone et par rapport à la source d'énergie.

1.3. *Pseudomonas denitrificans* est une souche aérobie stricte mais elle est également capable de cultiver en l'absence d'oxygène.

Expliquer précisément le processus qui permet à cette bactérie de se développer en anaérobiose. Envisager également l'aspect énergétique.

1.4. Préciser pourquoi le pH doit être maintenu à 7,4 et la température à 29 °C et montrer de quelle façon le pH et la température interviennent sur la croissance bactérienne.

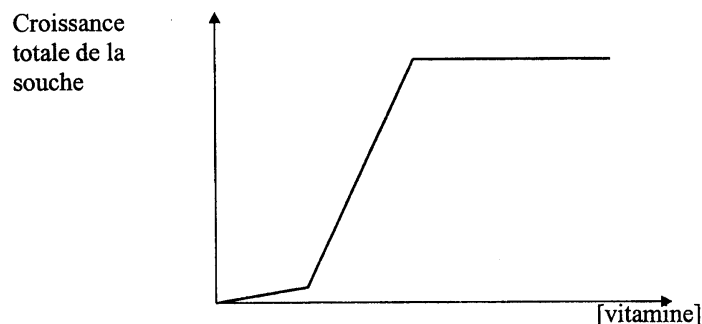
1.5. Reporter sur la copie les légendes 1 à 8 du document 2. Citer les dispositifs complémentaires adaptés à la réalisation de la fermentation dans les conditions opératoires proposées ci-dessus.

1.6. Après l'incubation, le moût de fermentation est transféré dans un atelier où l'on extrait la vitamine B 12 et un nouveau cycle de fermentation démarre dans le fermenteur. Indiquer quels sont les inconvénients d'une culture en batch (système fermé, culture discontinue) par rapport à la fermentation en continu

2. Dosages de la vitamine B 12 par méthode microbiologique (12 points)

Pour les dosages de routine de la vitamine B 12, on choisit la méthode microbiologique basée sur le caractère de dépendance de certaines souches vis à vis des cobalamines: *Lactobacillus leichmanii* ATCC 4797, *E.coli* 113-3 ...

2.1. Donner le principe du dosage microbiologique d'une vitamine et commenter l'allure de la courbe: croissance totale = f [vitamine]



2.2. Méthodes de dosage

Deux méthodes distinctes sont utilisables:

- la méthode en milieu liquide

- la méthode par diffusion en milieu gélosé.

On réalise le dosage de la vitamine B 12 produite par fermentation industrielle, à l'aide de la méthode par diffusion en milieu gélosé.

Technique:

Un milieu de culture, carencé en vitamine B 12, estensemencé dans la masse avec E coli 113-3 et coulé à la surface d'une plaque. 4 solutions étalon de vitamine B 12 sont préparées:

$E_1 = 5 \mu\text{g/mL}$

$E_2 = 10 \mu\text{g/mL}$

$E_3 = 20 \mu\text{g/mL}$

$E_4 = 40 \mu\text{g/mL}$

Pour doser la vitamine B 12, il faut, d'abord l'extraire des cellules de Pseudomonas dénitrificans par un traitement thermique (chauffage à 100 °C).

Deux essais sont effectués:

Tube X₁: 4 mL de moût de fermentation sont prélevés et on ajoute 6 mL de solution tampon, puis on porte le tube 5 minutes à ébullition

Tube X₂: 2 mL de moût de fermentation sont prélevés et on ajoute 8 mL de solution tampon, puis on porte le tube 5 minutes à ébullition.

Des disques de papier filtre imbibés avec E₁, E₂, E₃, E₄, X₁ et X₂ sont disposés à la surface de la gélose préalablementensemencée avec la souche d'E. coli.

Après 24 heures d'incubation à 30 °C, on obtient les résultats présentés dans le document 3.

2.2.1. Tracer, sur du papier millimétré, la courbe: diamètre moyen = f (log [vitamine B 12]).

Prendre pour origine des abscisses: log E₁

Prendre pour origine des ordonnées: d_{moyen} de E₂.

Échelles: 2 cm sur l'échelle des ordonnées correspondent à 1 mm de diamètre moyen

2 cm sur l'échelle des abscisses correspondent à 0,1 unité log[vit B 12]

2.2.2. Calculer la concentration de la vitamine B 12 produite en mg/L de moût de fermentation.

TOXICOLOGIE (4 points)

Les suppléments sont soumis aux mêmes contrôles que les additifs.

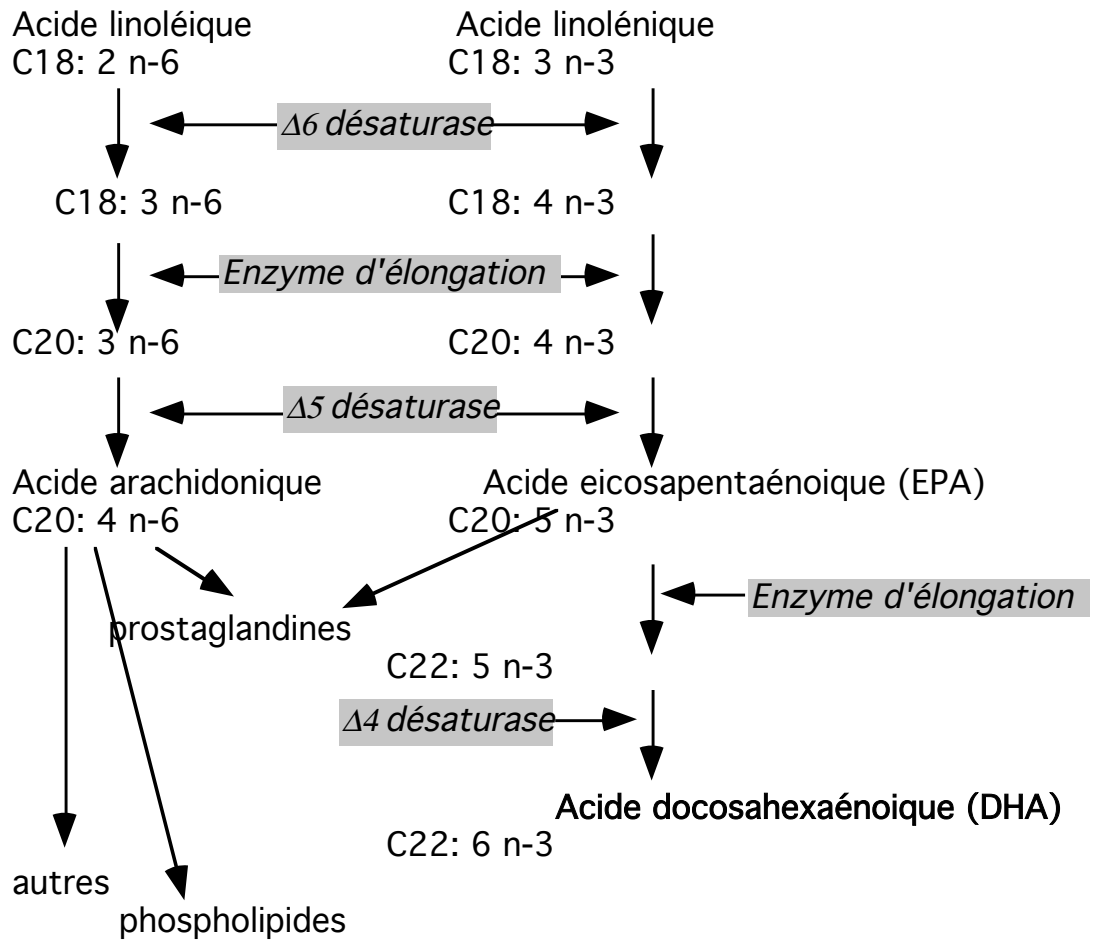
L'analyse toxicologique d'un additif alimentaire consiste dans l'évaluation de la sécurité d'emploi et dans des études complémentaires portant sur la digestion, l'absorption intestinale et le métabolisme de l'additif.

Le comité mixte OAA/OMS d'experts des additifs alimentaires a défini la DJA (dose journalière admissible).

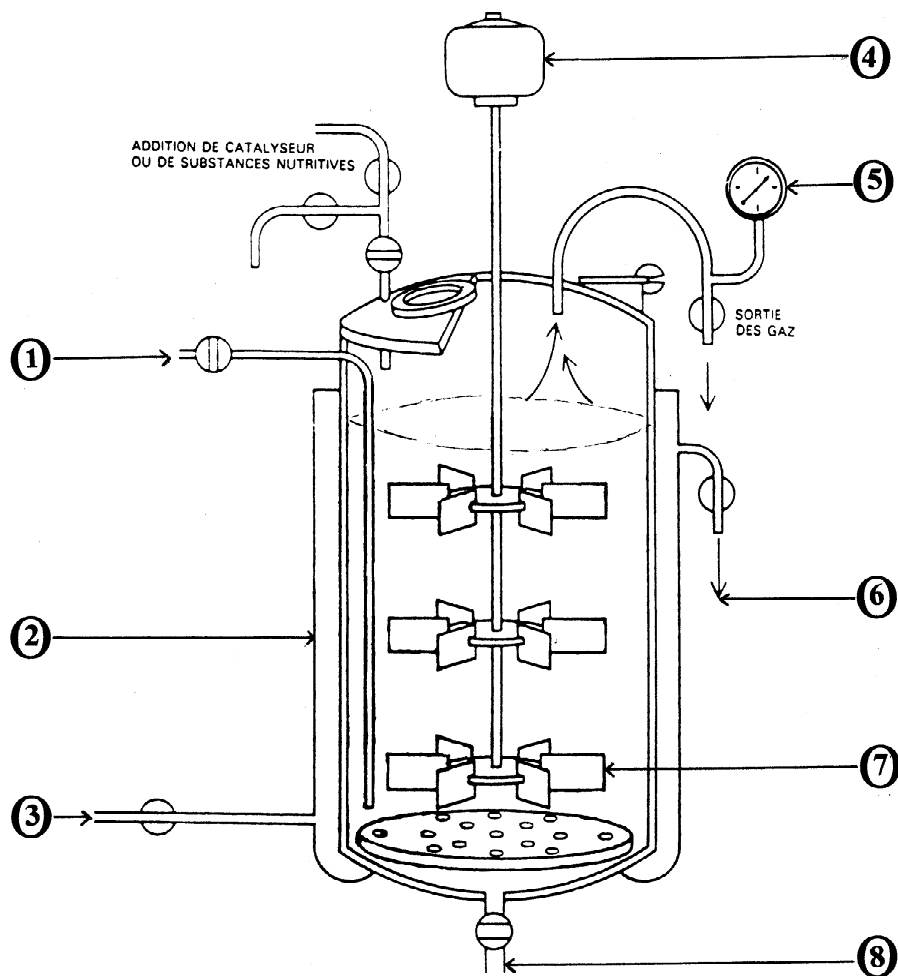
1. Donner la définition de la DJA.

2. Cette dose est déterminée en général chez l'espèce animale la plus sensible. Expliquer comment peut se faire l'extrapolation du résultat à l'homme.

DOCUMENT 1 : SCHÉMA DE LA BIOSYNTHÈSE DES ACIDES GRAS POLYINSATURÉS À LONGUE CHAÎNE



DOCUMENT 2 :



DOCUMENT 3 :

Échantillon	X ₂	X ₁	E ₃	E ₄	E ₁	E ₂
Diamètre (mm)	31,5	34	33,5	35	28	30,5
Échantillon	E ₃	E ₁	E ₂	X ₁	E ₄	X ₂
Diamètre (mm)	32,5	28	31	33,5	34,5	31
Échantillon	X ₁	X ₂	E ₄	E ₃	E ₂	E ₁
Diamètre (mm)	32,5	30,5	34,5	32	30	28
Échantillon	E ₄	E ₂	X ₁	E ₁	X ₂	E ₃
Diamètre (mm)	33	30	33	28	31	32
Échantillon	E ₁	E ₄	X ₂	E ₂	E ₃	X ₁
Diamètre (mm)	28	35	30,5	30,5	32,5	32
Échantillon	E ₂	E ₃	E ₁	X ₂	X ₁	E ₄
Diamètre (mm)	30,5	32,5	28	30,5	32,5	35

Répartition des disques à la surface du milieu gélosé.

Le chiffre donné dans chaque case est le diamètre de la zone de culture autour du disque, mesuré en mm.

Étude d'un pâté de foie

Les produits camés transformés subissent préalablement le hachage et sont ensuite restructurés.

De la première phase dépendront les opérations technologiques ultimes qui permettront d'augmenter la cohésion des grains et de fixer les structures obtenues par la coagulation des protéines. Un manque à ce niveau entraîne la séparation des constituants et du gras en particulier dans le produit étudié: le pâté de foie.

Première partie (50 Points)

Le pâté de foie fait partie des produits de troisième transformation. Au cours de cette dernière les produits de la filière viande sont additionnés à d'autres produits avec en général un traitement thermique, permettant la cohésion du produit.

1. Étude de quelques matières premières du pâté de foie: (23 points) -Annexe 1 -

1.1. Mouille de porc

La mouille de porc correspond à du tissu adipeux. De quels types de lipides est elle constituée ? Donner leur(s) rôle(s) dans ce produit ?

Le tissu adipeux peut être transformé pour être utilisé en pâtisserie. Donner le nom du produit de transformation ainsi que son mode d'obtention.

1.2. Caséinate

Préciser la nature chimique du caséinate ainsi que ses rôles dans ce produit

1.3. Sucre

Les glucides sont souvent ajoutés dans les préparations des produits camés. Donner leur(s) rôle(s) dans ce type de produits ainsi que dans les produits carnés fermentés (saucisson par exemple).

1.4. Amidon

L'ajout d'amidon dans les pâtés est relativement récent. Après avoir donné succinctement l'origine et la structure (sans formule) de l'amidon, expliquer le ou les rôles probables de cette molécule dans le produit considéré (envisager aussi l'aspect nutritionnel par rapport aux lipides).

1.5. Alginate

L'alginate peut être classé dans les additifs alimentaires. Ces produits sont définis par une directive communautaire du 21/12/1988 publiée au journal officiel du 11/2/1989.

1.5.1. Donner la définition d'un additif.

1.5.2. Donner l'origine de l'alginate, sa structure (formules non demandées), et son rôle dans le pâté de foie.

1.5.3. Les ingrédients additionnés au produit carné, tels que le sucre ou le caséinate, sont ils des additifs ? Justifier.

1.6. Pyrophosphate disodique

Les sels alcalins de polyphosphates sont couramment utilisés dans la fabrication des viandes restructurées, en plus du chlorure de sodium. Ce dernier permet la solubilisation des protéines et donc une meilleure cohésion au fromage. Quel(s) rôle(s) complémentaire(s) peuvent jouer les polyphosphates ?

2. Étude du procédé de fabrication (17 points)

2.1. Pâte fine

Le pâté de foie est une émulsion de viande que l'on peut qualifier de pâte fine. Donner la définition d'une pâte fine.

2.2. Températures

Les températures utilisées lors de la préparation de la mêlée sont indiquées sur l'annexe 2. Justifier ces choix

2.3. Couleur du pâté

L'intensité de la couleur de la pâte est fonction de la teneur en gras mais évolue aussi avec le temps de cutterage. Expliquer ces deux observations.

2.4. Traitements thermiques

Le pâté subit deux traitements thermiques en fin de fabrication. Justifier ces traitements.

2.5. Aspects technologiques

D'après la composition et le procédé de fabrication, dire quels sont pour vous les 4 facteurs les plus importants dans la technologie mise en œuvre pour ce pâté.

3. Qualité du produit fini (7 points)

3.1. Évolution du produit

Compte tenu de la composition (annexe 1) et du conditionnement de ce produit, justifier la date limite de consommation.

3.2. Contrôles

Indiquer les types de contrôles possibles en fin de fabrication et au cours du stockage sur ce produit.

4. Aspect nutritionnel (3 points)

Comparer les valeurs nutritionnelles du pâté de foie et du foie seul (annexe 1). Conclure.

Montrer l'intérêt de la fabrication d'un tel produit.

Seconde partie (50 points)

On se propose d'étudier l'efficacité d'un procédé de stérilisation par un chauffage par micro-ondes ainsi que les conditions de cutterage.

1. Le produit (7 points)

Il s'agit du pâté de foie dont la fabrication a été envisagée dans la première partie.

Cependant, pour les essais de stérilisation, le process a été modifié.

- Ensemencement artificiel du pâté avec environ 10 000 UFC (unités formant colonies) de spores de *Bacillus subtilis* par gramme de produit. Cette bactérie mésophile non pathogène est responsable d'altérations alimentaires.
- Remplacement du sel nitrité à 0,6 %, entrant dans la composition normale, par du sel ordinaire.

Ce pâté est conditionné dans des barquettes en polyéthylène de 250 g chacune, operculées sous vide avec un film de polyamide bicouche.

1.1. Préciser les avantages et inconvénients du sel nitrité. Pourquoi est-il remplacé par du sel ordinaire ?

1.2. Quelles qualités essentielles doit présenter l'emballage des pâtés, dans le cadre de cette étude ?

2. La stérilisation (25 points)

2.1. Matériel de stérilisation (25 points)

La cuisson par micro-ondes peut faire appel à deux fréquences électriques, 915 MHz et 2450 MHz. Quelle est la fréquence la plus efficace, pourquoi ?

2.2 Lors du chauffage par micro-ondes, à quel mécanisme est due la dissipation de la chaleur dans le produit ?

Pourquoi, dans ce cas, les durées de traitement sont-elles plus faibles que lors de l'utilisation d'un procédé traditionnel ?

2.3. Conduite de l'essai

2.3.1. Calcul de la valeur stérilisatrice lors d'une cuisson au four traditionnel.

Le nombre de bactéries survivantes est de 10^{-8} par gramme de produit. La durée de réduction décimale (D) à 121,1 °C est égale à 1 minute.

Calculer la valeur stérilisatrice F. Que représente cette valeur ?

2.3.2. Stérilisation en four à micro-ondes

L'évolution de la température à cœur du produit est enregistrée, les résultats figurent en Annexe 3.

Calculer, par la méthode de Bigelow, la valeur stérilisatrice.

Données:

$$LT = 10^{\frac{(T-T^*)}{Z}}$$
$$Z = 10^{\circ C}$$

2.3.3. Bilan

Comparer les valeurs stérilisatrices et conclure.

3. Les opérations de cutterage (18 points)

3.1. Proposer un schéma légendé d'un cutter industriel. On fera apparaître les éléments garantissant la sécurité.

3.2. Expliquer son fonctionnement et présenter les paramètres de conduite.

3.3 Cette opération peut être conduite sous vide ou sous azote. Justifier l'intérêt de cette adaptation

ANNEXE 1

Pâté de foie (barquettes polyéthylène)

La formulation exprimée (en g) est la suivante:

Foie de porc	250
Gras de porc (mouille)	370
Eau	270
Lait écrémé en poudre	20
Blanc d'oeuf pasteurisé	10
Caséinate	20
Sucre	2
Sel nitré ou ordinaire	15
Amidon	20
Alginate	3
Pyrophosphate disodique	10
Sulfate de calcium	10

Date limite de consommation: 21 jours

Valeur nutritionnelle moyenne du pâté de foie

Composition en g/100 g	
Eau	37
Protides	14
Lipides	42
Glucides	2
Vitamines (mg/100 g)	
B1	0,1
B2	0,8
B6	0,3
B9	160
B12	6
PP	11,6
A	4,2
Fer (mg/100 g)	6,3
NO ₂ (mg/100 g)	0,2
NO ₃ (mg/100 g)	13,1

Valeur nutritionnelle moyenne du foie frais

Composition en g/100 g	
Eau	66
Protides	19
Lipides	3,4
Glucides	3
Vitamines (mg/100 g)	
B1	0,27
B2	2,80
B6	
B9	
B12	76
PP	21
A	
Fer (mg/100 g)	2,3
Date limite de consommation: 21 jours	

ANNEXE 2 : Fabrication d'un pâté de foie

Mélanges ingrédients /additifs	Vitesse tour/min	Temps s	Mélanges ingrédients /additifs	Vitesse tour/min	Temps s
↓	3000	105	Mouille** pochée (10 min., 85°C) (égouttage) Caséinate Alginate Pyrophosphate	1500	30
	3000	30	Eau chaude (80°C)	3000	60
			Arrêt	0	30

Lait en poudre (1500 tours/min., 30 s)

Sucre

Sulfate de calcium (1500 tours/min., 15 s)

Cuisson au four (150°C 1 heure)
puis Bain Marie (85°C 1/2 heure)

Pâté de foie

* Sel de salaison : 99,4 % de NaCl - 0,6 % de NaNO₂

** La mouille est le lard maigre (poitrine)

ANNEXE 3 : Stérilisation en four à micro-ondes

Évolution de la température à coeur du pâté

t (min.)	T°C
0	10
20	70
40	91
60	104
80	112,5
100	115,5
120	112,5
140	104
160	91
180	70
200	25

Épreuve professionnelle de synthèse

Durée : 4 heures Coefficient 4

Madame X. est responsable qualité dans une entreprise fabriquant des charcuteries et plats cuisinés à base de viande.

1. Organisation de la qualité dans l'entreprise (2,5 points)

Depuis plusieurs mois, cette société est engagée dans une démarche qualité afin d'obtenir la certification ISO 9002.

1.1. Définir le terme "certification".

1.2. Donner la signification de "ISO 9002".

1.3. Il existe d'autres possibilités de certification ISO pour cette entreprise; les préciser et en donner une comparaison succincte.

1.4. Dans le cadre de cette démarche, Madame X. est amenée à mettre en place l'organisation d'un système d'audit.

1.4.1. Définir le terme "audit".

1.4.2. Préciser le type d'audit mis en place dans ce cas.

1.4.3. Indiquer les autres circonstances dans lesquelles l'entreprise peut-être amenée à subir un audit.

2. Fabrication des "Blocs de foie gras de canard avec morceaux, en gelée" (6,5 points)

2.1. Réception des foies

Les foies de canard sont livrés dans des bacs en acier inoxydable, avec couvercle, par une société qui regroupe plusieurs éleveurs. Madame X. consulte les données figurant en ANNEXE 1 dans le but de préparer la rédaction d'une instruction de travail.

Ce document est destiné à l'employé chargé de la réception des foies et de leur stockage dans la chambre froide à 2°C + 1°C (le contrôle de la conformité des matières premières n'est pas de son ressort).

Indiquer les principaux éléments que cette instruction devra comporter (la présentation du document ne sera pas abordée).

2.2. Nouveau conditionnement

Le produit "Bloc de foie gras de canard avec morceaux, en gelée" est conditionné en boîte de 200 g, selon le diagramme de fabrication dont un extrait est donné en ANNEXE 2. A la demande du service clients, l'entreprise envisage d'ajouter un nouveau conditionnement en boîte de 280g. Madame X. est chargée de vérifier la faisabilité de cette nouvelle production et les conditions de commercialisation, dans le respect de la réglementation.

A l'aide des données des ANNEXES 3 et 3 bis, indiquer, en la justifiant, la réponse de Madame X.

3. Fabrication du confit de canard (11 points)

3.1. Contrôle de température

Les confits sont fabriqués à partir de cuisses de canard congelées. Après réception, les découpes de volaille sont entreposées dans une chambre froide. Madame X. veut mettre en place un contrôle de routine de la température du produit, dans la chambre de stockage.

Après avoir consulté les documents des ANNEXES 4 et 4 bis, elle vérifie les caractéristiques de l'instrument de mesure et les documents associés puis entreprend la rédaction d'une instruction de travail relative à ce contrôle.

3.1.1. Préciser les documents associés à l'instrument de mesure.

3.1.2. Rédiger cette instruction (il est rappelé que la copie ne doit en aucun cas comporter des éléments permettant d'identifier le candidat).

3.2. Établissement d'une carte de contrôle

Une carte de contrôle doit être mise en place au niveau du remplissage des boîtes de confit.

Les premières étapes de la réalisation ont été effectuées, il reste à calculer les limites, à construire la carte et à former le personnel chargé de son utilisation.

3.2.1. Carte de contrôle

La valeur cible (m_0): 810 g

Effectif de l'échantillon (n): 5

Écart type de la population (σ_0): 5,43

Limites de contrôle: $m_0 \pm 3 \frac{\sigma_0}{\sqrt{n}}$

Limites de surveillance: $m_0 \pm 2 \frac{\sigma_0}{\sqrt{n}}$

Calculer les limites de contrôle et de surveillance, donner leur signification. Préciser les étapes qui ont précédé cette phase. Construire la carte de contrôle.

3.2.2. Formation du personnel

Proposer des exemples de résultats de carte de contrôle permettant d'en expliquer l'utilisation et l'intérêt.

ANNEXE 1 : extrait du LAMY DEHOVE page suivante

SECTION II

Transport des denrées animales ou d'origine animale

§ 1 Dispositions applicables à toutes les denrées animales ou d'origine animale

A – Exigences liées aux moyens de transport

302 50 Conditions générales

Les moyens de transport utilisés pour ces denrées ne doivent pas constituer, du fait de leur aménagement, de leur état d'entretien ou de leur chargement, un risque de contamination, d'altération ou de souillures pour ces denrées.

Ils sont dotés des équipements nécessaires à la bonne conservation des denrées.

Ils ne doivent pas être utilisés pour des animaux vivants ou des marchandises susceptibles d'altérer ou de contaminer les dites denrées. Toutefois, par dérogation, des règles particulières peuvent être édictées en ce qui concerne le transport simultané ou successif de certaines denrées (D. n° 71-636, 21 juill. 1971, art. 13).

302 51 Engins de transport sous température dirigée

Les engins de transport utilisés (wagons, camions, remorques, semi-remorques, conteneurs) doivent être réfrigérants, frigorifiques ou, le cas échéant, calorifiques.

Ne peuvent être désignés comme engins isothermes, réfrigérants, frigorifiques ou calorifiques que les engins qui répondent aux définitions fixées et satisfont aux normes énoncées à l'annexe II (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 3, al. 1^{er} et 3).

Remarques

L'annexe II a été publiée au Journal officiel du 20 mars 1974.

302 52 Agrément des véhicules de transport sous température dirigée

Les engins de transport définis (voir 302-51) doivent être soumis avant leur mise en service à un examen destiné à vérifier que les présentes prescriptions sont observées et, notamment, qu'ils sont aptes à acheminer les denrées dans les conditions de température prévues (voir 302-61 ; Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 19, al. 1^{er}).

Remarques

Les modalités d'agrément des véhicules de transports sous température dirigée (isothermes, réfrigérants, frigorifiques, citernes, parois minces, véhicules à plusieurs compartiments) ont été édictées par la

note de service DGAE n° 8187 du 21 novembre 1987 modifiée. Elles tiennent compte également de l'accord international relatif aux transports internationaux de denrées périssables (AIP).

302 53 Dispense d'agrément

Pour des envois d'un poids total de moins de 200 kg net, les dispositions prévues (voir 302-51) pourront ne pas être satisfaites à condition que chaque colis soit présenté sous emballage unitaire assurant la protection hygiénique des denrées et permettant de maintenir les denrées jusqu'à leur destination à la température mentionnée au numéro 302-61 (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 17, al. 1^{er}).

B – Exigences liées aux denrées

302 55 Exigences liées aux manipulations

Au cours des opérations de changement et de déchargement, les denrées qui ne sont pas contenues dans un emballage résistant les enveloppant complètement ne doivent jamais être déposées à même le sol.

A l'intérieur des engins de transport, les denrées doivent être disposées de façon que la circulation de l'air soit convenablement assurée.

Toutes précautions doivent être prises pour que les denrées introduites dans les engins de transport ne soient pas en contact direct avec le plancher, lorsqu'elles ne sont pas contenues dans un emballage les enveloppant complètement, ni avec les agencements susceptibles de recouvrir celui-ci (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 11).

302 60 Exigences de température de prise en charge à maintenir pendant toute la durée du transport

Les denrées périssables animales ou d'origine animale, qu'elles soient à l'état frais, congelé ou surgelé, notamment :

- les viandes, c'est-à-dire toutes les parties d'animaux de boucherie, de volailles, des lapins et du gibier, susceptibles d'être livrées au public en vue de la consommation ;
- les poissons, mollusques et crustacés à l'état vivant ou non ;
- le lait et les œufs ;
- les produits transformés d'origine animale, et notamment les produits laitiers, les ovoproduits et les produits de charcuterie ;
- les denrées d'origine végétale surgelées,

doivent être présentées en vue de leur transport sous un des états et dans les conditions de températures fixées (voir 302-61). Lesdites conditions doivent être maintenues pendant toute la durée du transport (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 1^{er} et 2).

Remarques

Les présentes dispositions concernent aussi les denrées d'origine végétale surgelées.

302-80

302 61 Températures maximales fixées à la prise en charge

a) Denrées congelées et surgelées

Denrées congelées (1)	
Toutes denrées surgelées	- 18° C
Glaces et crèmes glacées	- 20° C
Organes pour opothérapie	- 18° C
Plats cuisinés et préparations culinaires, crèmes pâtisseries, pâtisseries, entremets	- 18° C
Produits de la pêche	- 18° C
Viandes	- 12° C
Ovoproduits, abats, issues, lapins, volailles et gibiers ..	- 12° C
Beurres, graisses alimentaires, y compris la crème destinée à la beurrerie (3)	- 14° C
Autres denrées congelées	- 10° C

(1) État congelé : la température de la denrée indiquée est la température maximale sans limite inférieure.
(3) Pour les beurres et les matières grasses d'origine animale non stabilisées destinées à être concentrés ou conditionnés immédiatement après le transport, la température de + 10° C peut être tolérée.

b) Denrées réfrigérées

Denrées réfrigérées (2)	
Poissons frais (sous glace), crustacés et mollusques (autres que vivants)	+ 2° C
Plats cuisinés et préparations culinaires (4), crèmes pâtisseries, pâtisseries fraîches, entremets, ovoproduits	+ 3° C
Viandes et produits de charcuterie conditionnés en unités de vente au consommateur	+ 3° C (5)
Abats	+ 3° C (5)
Volailles (6), lapins (6), gibiers	+ 4° C (5)
Laits non stérilisés, crus ou pasteurisés, laits fermentés, laits emprésurés, laits gélifiés, crèmes non stérilisées crues ou pasteurisées, fromages frais, cancoillote	+ 6° C (9)
Laits et crèmes destinés à l'industrie	+ 6° C (7)
Produits de charcuterie (à l'exclusion des produits stabilisés par salaison, fumage, séchage ou stérilisation)	+ 6° C
Œufs en coquilles réfrigérés	+ 8° C
Beurre	+ 6° C (10)
Viandes	+ 7° C (10)
Fromages à pâte molle, à pâte persillée	+ 8° C
Matières grasses d'origine animale non stabilisées autres que le beurre (11)	+ 10° C
Fromages à pâte pressée ou cuite	+ 15° C

(2) État réfrigéré : la température de la denrée doit être comprise entre la température maximale indiquée et celle de la température de la congélation commençante de la denrée.
(4) Les plats cuisinés peuvent également être transportés dans des récipients conformes aux prescriptions réglementaires assurant le maintien d'une température égale ou supérieure à + 65° C.
(5) La température de + 6° C est provisoirement tolérée dans la limite de 80 km avec une rupture de charge.
(6) Pour les volailles et lapins commercialisés par des petits producteurs sur les marchés locaux les plus proches de l'exploitation d'origine, la température de + 10° C peut être tolérée.
(7) La température de + 8° C est provisoirement tolérée; quelle que soit la distance, si ces produits sont acheminés vers un réceptionnaire unique sans rupture de charge.
(9) La température de + 8° C est provisoirement tolérée dans la limite de 200 km avec rupture de charge.
(10) La température de + 10° C est provisoirement tolérée dans la limite de 200 km avec rupture de charge.
(11) Les suifs et les saindoux destinés à la transformation peuvent être transportés à l'état liquide (50° C environ).

(Arr. 1^{er} févr. 1994, Annexe).

302 65 Sanctions pénales

Nonobstant les pénalités prévues pour les infractions aux prescriptions des textes en vigueur en matière de répression des fraudes (voir 110), les infractions aux présentes prescriptions se rapportant aux denrées périssables relèvent des peines prévues en la matière (voir 202-85).

Les infractions se rapportant aux denrées d'origine végétale surgelées relèvent des peines prévues en matière de tromperie et de falsification (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 27, modifié par Arr. 20 juin 1984).

§ 2 Dispositions particulières à certaines denrées animales ou d'origine animale

302 70 Viandes et abats - Gibier

Les carcasses de bovins, ovins, caprins, porcins, équidés, ainsi que les pièces de découpe telles que demi, creux, pan, quartier, sont transportées suspendues à des tringles ou des crochets, à l'exception des viandes congelées renfermées dans leur emballage d'origine.

Les autres pièces de viande qui ne peuvent être accrochées sont placées dans des récipients ou emballages ou sur des supports en matériau résistant faciles à nettoyer et à désinfecter.

Les abats sont placés dans des récipients en matériau imperméable, conforme à la réglementation en vigueur (voir 220-50), faciles à nettoyer et à désinfecter, et réservés à ce seul usage (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 12 modifié).

302 71 Abats et gibier congelés - Volailles et lapins - Produits de la mer et d'eau douce congelés

Les abats congelés, les viandes de volailles et de lapins à l'état frais ou congelé, les produits dérivés ou transformés d'origine animale, les petites pièces de gibiers congelés ou non, les produits de la mer et de l'eau douce congelés, à l'exception des sardines congelées en mer et destinées à la conserverie ainsi que les poissons de grande taille tels que les thons, sont disposés, conditionnés ou non, dans des récipients ou emballages résistants et tapissés intérieurement d'une enveloppe en matériau conforme à la réglementation en vigueur (voir 220-50), assez grande pour être rabattue sur les denrées après remplissage. La solidité de cette enveloppe, dont le réemploi est interdit, doit être suffisante pour assurer une protection efficace des denrées au cours du transport et des manipulations (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 13 modifié).

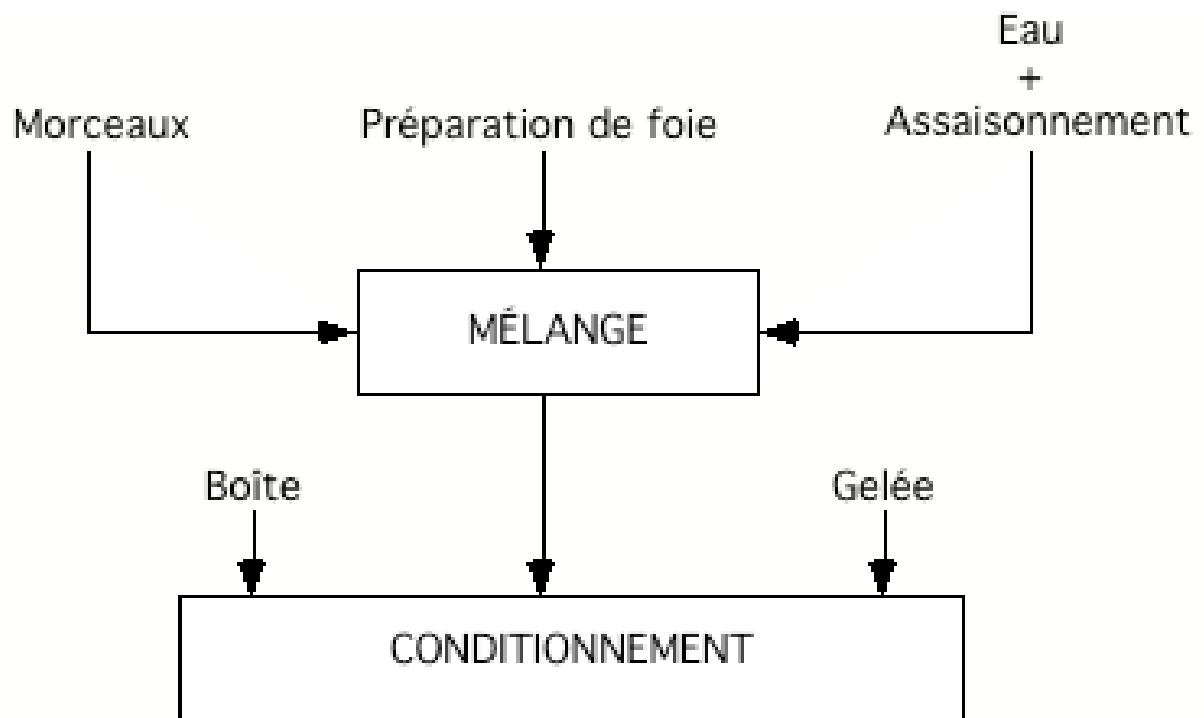
302 75 Corps gras

Les corps gras alimentaires, animaux ou d'origine animale autres que les beurres doivent être transportés dans les conditions prévues ci-dessus, à l'exception de ceux qui sont placés sous conditionnement ou emballages résistants et à fermetures jointives (Arr. 1^{er} févr. 1974, art. 14 modifié).

302 80 Produits de la mer et d'eau douce frais

Les poissons frais, les crustacés et mollusques d'origine aquatique, à l'exception de ceux qui sont présentés à la vente vivants ou congelés, sont transportés sous glace fondante de qualité alimentaire dans des récipients ou emballages satisfaisant aux prescriptions réglementaires (voir 220-50).

ANNEXE 2 : extrait du diagramme de fabrication



ANNEXE 3 :extrait du LAMY DEHOVE page suivante

SECTION II

Dispositions nationales spécifiques aux préparations à base de foie gras

§ 1 Dénominations de vente réservées

316 100 Obligation de conformité réglementaire et dénominations réservées

Il est interdit de détenir en vue de la vente ou de la distribution à titre gratuit, de mettre en vente, de vendre ou de distribuer à titre gratuit sous les dénominations visées (voir 316-105) des préparations à base de foie gras qui ne sont pas conformes aux présentes dispositions (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 1^{er}).

316 105 Définitions

Au sens des présentes dispositions, on entend par :

- foie gras d'oie entier, foie gras de canard entier : les préparations composées d'un foie gras entier ou d'un ou plusieurs lobes de foie gras, d'oie ou de canard selon le cas, et d'un assaisonnement ;
- foie gras d'oie, foie gras de canard : les préparations composées de morceaux de lobes de foie gras, d'oie ou de canard selon le cas, agglomérés et d'un assaisonnement ;
- bloc de foie gras d'oie, bloc de foie gras de canard : les préparations composées de foie gras, d'oie ou de canard selon le cas, reconstitué et d'un assaisonnement ;
- parfait de foie d'oie, parfait de foie de canard, parfait de foie d'oie et de canard, parfait de foie de canard et d'oie : les préparations composées d'au moins 75 % de foie gras traité par des moyens mécaniques, auquel est ajouté du foie maigre d'oie ou de canard et un assaisonnement ;
- médaillon ou pâté de foie d'oie, médaillon ou pâté de foie de canard, médaillon ou pâté de foie d'oie et de canard, médaillon ou pâté de foie de canard et d'oie : les préparations composées d'au moins 50 % de foie gras ou de bloc de foie gras, présenté en noyau entouré d'une farce, et assaisonnées ;
- galantine de foie d'oie, galantine de foie de canard, galantine de foie d'oie et de canard, galantine de foie de canard et d'oie : les préparations composées d'au moins 50 % de foie gras ou de bloc de foie gras mêlé à une farce et assaisonnées ;
- mousse de foie d'oie, mousse de foie de canard, mousse de foie d'oie et de canard, mousse de foie de canard et d'oie : les préparations composées d'au moins 50 % de foie gras mêlé à une farce de façon à donner au produit la texture caractéristique de sa dénomination et assaisonnées ;
- assaisonnement : le sel, le sucre, les épices et plantes aromatiques, les eaux-de-vie, les vins de liqueur, les vins ;
- morceau de lobe : tout morceau de foie gras dont la masse, constatée dans le produit fini, est au moins égale à 20 g ;

- morceau : tout fragment de foie gras dont la masse, constatée dans le produit fini, est au moins égale à 10 g ;
- homogénat : l'ensemble constitué par la partie de foie gras qui n'a pas gardé la texture de morceau après agglomération des morceaux et les fragments de masse inférieure à 20 g ;
- graisse de pochage : la graisse exsudée du foie gras lors de sa transformation ;
- parures de déveinage : les produits provenant du parage des foies gras ;
- farce : produit élaboré à partir d'un ou plusieurs des ingrédients suivants : maigre ou gras de porc, de veau ou de volaille, foie de porc, foie de volaille, parures de déveinage, graisse de pochage, œufs, lait, lactoprotéines, farine, amidon (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 2).

Remarques

Le foie gras est défini également au niveau communautaire dans le cadre des normes communes de commercialisation des viandes de volailles (voir 320).

316 106 Cas des préparations culinaires

Les présentes dispositions ne visent pas en tant que telles les préparations culinaires contenant du foie gras. Ces plats cuisinés sont désignés selon les usages ou par une dénomination de vente descriptive. Le foie gras utilisé comme ingrédient doit être désigné conformément aux définitions fixées (voir 316-105). Si la proportion de foie gras est faible par rapport à sa mise en relief dans la dénomination de vente, le pourcentage de foie gras mis en œuvre doit figurer à proximité immédiate de la dénomination de vente, afin d'éviter toute confusion pour le consommateur (NI DGCCRF n° 1066, 30 mars 1994).

§ 2 Caractéristiques exigées

316 110 Proportion maximale en saccharose et en assaisonnement

Les préparations de foie gras désignées ci-dessus ne doivent pas contenir plus de 2 g de saccharose par kg de préparation. L'assaisonnement est limité à 4 % de la masse de la préparation (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 12).

316 111 Foies gras entiers

Les foies gras entiers ne doivent pas comporter plus de 30 % de graisse exsudée.

Lorsqu'ils sont préemballés, l'emballage peut ne renfermer qu'un seul morceau de lobe, si la masse nette est inférieure ou égale à 250 g.

La présence d'un fragment de lobe supplémentaire est admise pour compléter la masse (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 3, al. 2 à 4).

316 112 Foies gras

La proportion totale de graisse exsudée et d'homogénat ne doit pas dépasser 30 % du produit fini pour les foies gras (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 4, al. 2).

316 113 Blocs de foies gras

Pour les blocs de foies gras, la quantité d'eau ajoutée et la quantité d'eau apportée par les assaisonnements ne doivent pas, au total, excéder 10 % de la masse de la préparation.

Le taux d'humidité rapporté au produit délipidé ne doit pas dépasser 82 %.

Lorsque l'étiquetage indique la présence de morceaux, la masse totale des morceaux doit représenter au moins 30 % du produit fini (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 5, al. 2 à 4).

316 114 Parfaits

Pour les parfaits, la graisse de pochage et les parures ne sont pas comptées dans le pourcentage de foie gras.

Le taux d'humidité rapporté au produit délipidé ne doit pas dépasser 82 % (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 6, al. 2 et 3).

316 115 Médailles et pâtés

Pour les médailles et les pâtés, le taux d'humidité rapporté au produit délipidé et désamidonné ne doit pas dépasser 80 % (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 7, al. 2).

316 116 Galantines et mousses

La graisse de pochage et les parures ne sont pas comptées dans le pourcentage de foie gras.

Le taux d'humidité rapporté au produit délipidé et désamidonné ne doit pas dépasser 80 %.

Le foie gras des galantines reconstitué ou non, visible à la coupe, doit représenter au moins 35 % de la masse du produit fini, débarrassé, le cas échéant, de sa barde et de sa gelée d'enrobage (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 8, al. 2 à 4).

316 117 Farces

Les farces ne doivent pas renfermer plus de 2 % de liant protéique, ni plus de 3 % de liant amylacé, exprimés en matière sèche (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 11).

§ 3 Traitements

316 120 Addition de gélatine

L'addition de gélatine destinée à absorber le jus d'exsudation est admise à l'emboîtement dans la limite de 1 % (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 10, al. 3).

316 121 Foies gras entiers

Les foies gras entiers définis par les présentes dispositions peuvent être additionnés de truffes, de gelée d'enrobage, de sel nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 3, al. 1^{er}).

316 122 Foies gras

Les foies gras peuvent être additionnés de truffes, de gelée d'enrobage, de sel nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 4, al. 1^{er}).

316 123 Blocs de foie gras

Les blocs de foie gras peuvent être additionnés de truffes, de gelée d'enrobage, d'eau, de sel nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 5, al. 1^{er}).

316 124 Parfaits

Les parfaits peuvent être additionnés de truffes, de gelée, d'eau, de graisse de pochage, de parures de déveinage, de sel

nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 6, al. 1^{er}).

316 125 Médailles et pâtés

Les médailles et les pâtés peuvent être additionnés de truffes, de gelée, d'eau, de graisse de pochage, de sel nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 7, al. 1^{er}).

316 126 Galantines - Mousses

Les galantines et les mousses peuvent être additionnées de truffes, de gelée, de barde, d'eau, de graisse de pochage, de parures de dénervage ou de déveinage, de sel nitré, d'acide ascorbique ou d'ascorbate de sodium.

Le bardage des galantines n'est autorisé qu'au moyen de bardes de porc non reconstituées et dans la limite de 10 % de la masse des préparations de 250 g ou plus et de 13 % de la masse des préparations de moins de 250 g (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 8, al. 1^{er} et 5).

§ 4 Etiquetage

316 130 Référence aux truffes

La dénomination de vente ne peut faire référence à la présence de truffes que s'il s'agit de *Tuber melanosporum* et que si le taux de truffes garanti est au minimum de 3 %.

Pour les médailles, galantines, mousses et produits de charcuterie, le taux de truffes garanti peut être compris entre 1 et 3 % ; dans ce cas, la dénomination de vente est complétée par la mention : « truffé à x % ».

Le pourcentage est calculé par rapport à la masse de la préparation débarrassée de la graisse, de la barde ou de la gelée de couverture.

L'utilisation des brisures ou de pelures de truffes n'est pas autorisée (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 9).

316 131 Indication « en gelée »

La dénomination de vente est complétée par l'indication « en gelée » si la préparation est enrobée de gelée.

Le pourcentage de gelée est limité à 20 % pour les préparations de masse inférieure à 250 g et à 15 % pour les autres préparations (D. n° 93-999, 9 août 1993, art. 10, al. 1^{er} et 2).

Le poids de gelée est compris dans le poids net annoncé ; en plus de l'indication dans la dénomination de vente, la gelée est mentionnée dans la liste des ingrédients (NI DGCCRF n° 1066, 30 mars 1994).

316 132 Pourcentage de foie gras

L'indication du pourcentage de foie gras mis en œuvre demeure obligatoire pour les parfaits, médailles, pâtés, galantines, mousses (NI DGCCRF n° 1066, 30 mars 1994).

§ 5 Contrôles

316 135 Méthodes d'analyse

Les méthodes officielles pour la préparation des échantillons, le plan d'échantillonnage et l'analyse des préparations à base de foie gras sont décrites en annexe (Arr. 8 avr. 1994, art. 1^{er}).

L'annexe a été publiée au Journal officiel du 5 mai 1994. Elle comprend les méthodes de détermination suivantes :

— masse nette totale ;

- pourcentage de graisse exsudée, pourcentage de graisse exsudée et d'homogénéat ;
- pourcentage de morceaux ;
- humidité (NF V 04-401) ;
- teneur en matière grasse libre (NF V 04-403) ;
- teneur en L(-)hydroxyproline (NF V 04-415) ;

- teneur en sucres ;
- teneur en amidon (NF V 04-414).

Elle comprend également la méthode de détection par électrophorèse des foies de différentes espèces de volailles ainsi que l'examen histologique des préparations à base de foie gras.

**MISE
À JOUR
JUILLET
1997**

SECTION II

Dispositions nationales spécifiques aux préparations à base de foie gras

316 105 Définitions

Le numéro 316-105 est complété comme suit.

Il y a lieu lors des contrôles de s'assurer que les foies gras mis en œuvre lors de la production de préparations à base de foie gras répondent bien à la définition communautaire du foie gras. Il convient donc de prélever des foies gras avant leur uti-

lisation et de contrôler leur poids qui doit être supérieur ou égal à 300 g. Tout foie de canard n'atteignant pas ce poids doit être considéré comme du foie maigre (NI DGCCRF 4 janv. 1996, n° 1484).

316 113 Blocs de foies gras

Du fait de la prise de position de l'Administration exprimée dans une note de service en date du 8 octobre 1996, le numéro est complété comme suit.

L'évolution du marché dans le secteur des préparations à base de foies gras s'oriente de plus en plus vers la commercialisation des blocs de foies gras avec morceaux vendus en petits conditionnements.

Il convient d'admettre que le poids minimum des morceaux puisse être réduit à 5 grammes pour les blocs conditionnés en petits emballages (poids net inférieur à 50 g) (NS DGCCRF 8 oct. 1996, n° 6310).

ANNEXE 3 bis :

Composition du mélange :

Foie :	52 g
Morceaux :	40 g
Eau (avec assaisonnement et conservateurs) :	8 g

Conditionnement :

mélange :	166 g
geée d'enrobage	34 g

Étiquetage :

Bloc de foie gras de canard avec morceaux en gelée

Composition : Foie gras de canard
Morceaux de foie gras (30%)
Eau, conservateurs (sel nitrité,
ascorbate de sodium), poivre,
sel, sucre

ANNEXE 4 : Méthode officielle concernant le prélèvement d'échantillons et le contrôle des aliments surgelés destinés à l'alimentation humaine (13 Janvier 1992)

MODALITÉS RELATIVES AU PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE DES TEMPÉRATURES DES ALIMENTS SURGELÉS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE

1. Choix des paquets à contrôler

Choisir les paquets à contrôler de sorte et en quantité telle que leur température soit représentative des points les plus chauds du stock examiné.

1.1. Entrepôts frigorifiques

Choisir les échantillons à contrôler en plusieurs points critiques de l'entrepôt, par exemple: près des portes (en haut et en bas), près du centre de l'entrepôt (en haut et en bas) et à la reprise d'air des évaporateurs.

Tenir compte de la durée de séjour des produits dans l'entrepôt (pour la stabilisation des températures).

1.2. Transport

a) S'il y a lieu de prélever des échantillons pendant le transport:

Prélever en haut et en bas du chargement contigu à l'arête d'ouverture de chaque porte ou paire de portes.

b) Échantillonnage durant le déchargement

Choisir 4 échantillons parmi les points critiques énumérés ci-après:

- en haut et en bas du chargement contigu à l'arête d'ouverture des portes,
- en haut du chargement aux coins arrière (le plus loin possible du groupe frigorifique),
- au centre du chargement,
- au centre de la surface frontale du chargement (le plus près possible du groupe frigorifique),
- aux coins inférieurs et supérieurs de la surface frontale du chargement (le plus près possible du groupe frigorifique).

1.3. Meubles de vente au détail

Prélever un échantillon aux 3 points les plus chauds du meuble de vente utilisé.

MÉTHODE POUR MESURER LA TEMPÉRATURE DES ALIMENTS SURGELÉS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE

1. Champ d'application

Conformément à l'article 1^{er} paragraphe 2 premier tiret de la directive 89/108/CEE, la température du produit surgelé dans tous ses points, après stabilisation thermique, doit être à tout moment maintenue à des valeurs égales ou inférieures à - 18 °C moyennant de faibles fluctuations telles que précisées à l'article 5 de cette même directive.

2. Principe

La mesure de la température des denrées surgelées consiste à mesurer de façon exacte à l'aide d'un matériel approprié la température sur un échantillon prélevé conformément à l'annexe 1.

3. Définition de la température

On entend par « température », la température mesurée à l'emplacement spécifié par la partie thermosensible de l'instrument ou du dispositif de mesure.

4. Appareillage

4.1. Instruments de mesure thermométrique

4.2. Instruments de perçage du produit

On utilisera un instrument métallique pointu, par exemple, un poinçon à glace ou une perceuse à main mécanique ou une vrille facile à nettoyer.

5. Spécification générale des instruments de mesure de la température

Les instruments de mesure de la température doivent répondre aux spécifications suivantes:

- a) le temps de réponse doit, en trois minutes, atteindre 90 % de la différence entre la lecture initiale et la lecture finale;
- b) l'instrument doit être exact à + 0,5 °C dans l'intervalle allant de - 20 °C à + 30 °C;
- c) l'exactitude de la mesure ne doit pas être affectée de plus de + 0,3 °C par la température du milieu ambiant entre - 20°C et + 30°C;
- d) les divisions de l'échelle de l'instrument doivent être de 0,1 °C au moins;
- e) L'exactitude de l'instrument doit être vérifiée à intervalles réguliers;
- f) L'instrument doit être muni d'un certificat d'étalonnage valide;
- g) L'instrument doit pouvoir être nettoyé facilement;
- h) la partie thermosensible du dispositif de mesure doit être conçue de façon à assurer un bon contact thermique avec le produit;
- i) le matériel électrique doit être protégé des effets indésirables dus à la condensation de l'humidité.

6. Mode opératoire

6.1. Prérefroidissement des instruments

Procéder au prérefroidissement de l'élément thermosensible et de l'instrument de perçage avant de mesurer la température du produit.

La méthode de prérefroidissement consiste à stabiliser thermiquement l'appareillage à une température aussi proche que possible de la température du produit.

6.2. Préparation de l'échantillon

Les éléments thermosensibles ne sont généralement pas conçus pour pénétrer un produit surgelé. Il est donc nécessaire au préalable de faire un trou à l'aide de l'instrument de perçage pour y insérer l'élément thermosensible.

Le diamètre du trou doit être à peine plus grand que celui de la partie thermosensible et sa profondeur dépend du type de produit à contrôler (voir 6.3).

6.3. Mesure de la température interne du produit

L'échantillon et l'appareillage doivent être maintenus dans l'environnement réfrigéré choisi pour le contrôle.

Opérer comme suit:

- a) lorsque les dimensions du produit le permettent, insérer 1 élément thermosensible jusqu'à une profondeur située à 2,5 cm de la surface du produit;
- b) lorsque les dimensions du produit ne le permettent pas, insérer l'élément thermosensible à une profondeur correspondant à trois à quatre fois le diamètre de l'élément thermosensible;
- c) certains produits, en raison de leur dimension ou de leur nature (par exemple petits pois), ne peuvent être percés pour permettre la mesure de la température interne.

Dans ce cas, la température interne du paquet contenant ces produits est déterminée en insérant un élément thermosensible, approprié et prérefroidi, au centre du paquet pour mesurer la température au contact du produit surgelé;

- d) lire la température indiquée quand elle a atteint une valeur stabilisée.

SECTION IV

Congélation, conservation et décongélation des denrées animales et d'origine animale

302 150 Champ d'application

Les présentes prescriptions visent les conditions de congélation, de conservation et de décongélation des denrées animales ou d'origine animale (voir 202-26 ; Arr. 26 juin 1974, art. 1^{er}).

Remarques

Ces dispositions s'appliquent également aux denrées animales ou d'origine animale surgelées (voir 220-125).

302 155 Etablissement soumis à la déclaration préalable

Sous réserve des obligations particulières concernant la déclaration des établissements de surgélation (voir 220-15), toute personne responsable d'un établissement dans lequel sont congelées des denrées animales ou d'origine animale est tenue d'en faire la déclaration au Préfet (Direction des Services Vétérinaires) du département dans lequel est situé cet établissement.

La déclaration doit être faite dans le mois qui suit l'ouverture de l'établissement.

Les établissements déjà tenus de faire une déclaration en ce qui concerne les lieux de préparation des produits de la mer et d'eau douce ne sont pas soumis à cette disposition.

Ces établissements de congélation doivent être conformes aux normes définies (Arr. 26 juin 1974, art. 2 et 3).

Remarques

Des imprimés sont à la disposition des intéressés dans chaque Direction départementale des Services Vétérinaires.

§ 1 Congélation des denrées animales ou d'origine animale

A – Obligations générales

302 160 Denrées soumises à la congélation

Ne peuvent être soumis à la congélation que les produits et denrées animales ou d'origine animale, mélangés ou non avec d'autres denrées, notamment les plats cuisinés, dont les constituants sont conformes aux conditions imposées par les présentes dispositions (voir 302-165 ; Arr. 26 juin 1974, art. 12).

Aussi il convient d'interdire la congélation de produits réfrigérés, conditionnés en vue de leur vente au détail, refusés par les clients et retournés, effectuée par les entrepôts frigorifiques servant de plate-forme de distribution. Leur congélation pourra cependant être autorisée par le Vétérinaire Inspecteur dans les conditions suivantes :

- le détenteur des marchandises alerte le Directeur des Services vétérinaires préalablement à toute congélation ;

- la congélation des produits est réalisée avant leur date limite de consommation ;
- la destination du produit est choisie en accord avec le réel propriétaire de la marchandise, souvent différent du détenteur ; il pourra s'agir de l'envoi vers la transformation ou l'alimentation animale (NS DGAL n° 8006, 13 janv. 1989).

302 161 Températures maximales fixées

Sont seuls autorisés les processus de congélation permettant d'obtenir, conformément à la bonne pratique de l'industrie alimentaire, pour chaque catégorie des denrées, des températures inférieures ou égales à celles indiquées ci-dessous, en tous points du produit :

- glaces et crèmes glacées : - 20 °C ;
- toutes denrées surgelées d'origine animale : - 18 °C ;
- produits de la pêche : - 18 °C ;
- plats cuisinés : - 18 °C ;
- beurres, graisses alimentaires y compris la crème destinée à la beurrerie : - 14 °C ;
- ovoproduits, abats, issues, lapins, volailles et gibiers : - 12 °C ;
- viandes : - 12 °C ;
- autres denrées : - 10 °C (Arr. 26 juin 1974, art. 4 modifié par Arr. 7 janv. 1986).

B – Obligations spécifiques par catégories de denrées

302 165 Viandes, abats et volailles

Ne peuvent être soumis à la congélation que les viandes, abats et volailles en provenance directe d'abattoirs agréés à l'exportation d'Etats membres de la CEE.

Les viandes, abats et volailles importés congelés doivent avoir été préparés dans leur pays d'origine dans des conditions identiques à celles fixées pour la France et notamment provenir d'abattoirs agréés par les services vétérinaires.

La conformité à ces dispositions est attestée par la remise d'un document (Arr. 26 juin 1974, art. 6).

Des viandes précédemment conditionnées sous vide et entreposées en chambre réfrigérée pendant un mois et demi ne constituent pas des viandes en provenance directe d'abattoirs. Un prévenu a donc été légalement poursuivi pour avoir mis tardivement en congélation 36 caisses de viandes conservées à l'état réfrigéré depuis plusieurs semaines (Cass. crim., 3 sept. 1986, n° 85-93.224).

Remarques

Les agréments relatifs aux établissements ne concernent plus seulement l'exportation mais également la mise sur le marché communautaire.

302 166 Produits de la mer et d'eau douce

Ne peuvent être soumis à la congélation que les poissons, batraciens, crustacés et mollusques traités sur le lieu de leur capture ou provenant directement du lieu de débarquement ou de production et répondant aux caractéristiques de fraîcheur imposées. Ces dispositions sont applicables sans préjudice des conditions particulières découlant de l'application des règlements communautaires.

Des dérogations pourront toutefois être accordées pour ce qui est relatif à la provenance de ces produits. Dans ce cas, la provenance et les caractéristiques de fraîcheur seront attestées par la présentation d'un document (Arr. 26 juin 1974, art. 7).

302 167 Ovoproduits

Ne peuvent être soumis à la congélation que les produits d'œuf préparés dans des établissements conformes aux dispositions imposées.

La congélation doit être effectuée après pasteurisation, dans les 12 h qui suivent le cassage (Arr. 26 juin 1974, art. 8).

302 168 Produits laitiers

Ne peuvent être soumis à la congélation que :

- les beurres fabriqués dans les établissements agréés ou répondant aux normes du beurre pasteurisé (voir 362) ;
- les produits laitiers, autres que le beurre, fabriqués dans des établissements inspectés ou en provenance directe de ces établissements.

En outre, les matières premières ayant servi à l'obtention de ces produits, ou ces produits eux-mêmes, ou les mélanges de ces produits avec d'autres denrées d'origine animale doivent avoir été soumis avant congélation soit à une pasteurisation, soit à tout autre traitement reconnu d'effet équivalent.

Des dérogations autorisant la congélation sans pasteurisation préalable des matières premières pourront être accordées (Arr. 26 juin 1974, art. 9).

302 169 Gibiers

Les gibiers considérés comme animaux domestiques et destinés à la congélation sont soumis aux mêmes obligations sanitaires et techniques que les viandes de boucherie.

Toutefois, des dérogations particulières concernant les conditions d'abattage pourront être accordées.

Les gibiers sauvages, capturés ou abattus dans des conditions fixées, destinés à la commercialisation à l'état congelé, devront être traités le lendemain du jour de l'abattage dans un établissement conforme aux normes définies et placé sous surveillance vétérinaire. Des documents sanitaires précisant notamment la provenance, l'heure de l'abattage, etc., devront accompagner les gibiers destinés à la congélation (Arr. 26 juin 1974, art. 10).

302 170 Autres denrées importées congelées

Les denrées animales ou d'origine animale, autres que les viandes, abats et volailles, importées congelées, doivent avoir été préparées dans leur pays d'origine dans des conditions identiques à celles fixées par les présentes dispositions, et notamment provenir d'établissements agréés par les Services vétérinaires (Arr. 26 juin 1974, art. 11).

§ 2 Entreposage et distribution des denrées congelées et surgelées

302 175 Respect des températures maximales fixées

Jusqu'au moment de l'utilisation par le transformateur ou de la remise au consommateur lorsque celle-ci est faite en l'état, les denrées congelées doivent être maintenues à des températures inférieures ou égales à celles fixées (voir 302-161 ; Arr. 26 juin 1974, art. 14, al. 1^{er}).

302 176 Vente en compartiments séparés

A l'exception des glaces et crèmes glacées, les produits congelés et surgelés présentés à la vente dans un même

meuble doivent être placés dans des compartiments séparés (Arr. 26 juin 1974, art. 14, al. 2).

§ 3 Décongélation

302 180 Méthodes de décongélation autorisées

En l'absence de méthode de décongélation autorisée, par voie d'arrêté ministériel, la décongélation des denrées animales ou d'origine animale doit être effectuée à l'abri des souillures, dans une enceinte à une température comprise entre 0 et + 4 °C (Arr. 26 juin 1974, art. 20).

302 181 Dossier de demande d'autorisation d'une méthode de décongélation

Lorsqu'un industriel fait une demande d'autorisation de procédé de décongélation, il convient d'appliquer la procédure suivante.

Le responsable de l'établissement fait une demande au Directeur des Services vétérinaires.

La demande est accompagnée d'un dossier constitué des pièces suivantes :

- demande d'autorisation ;
- descriptif de la méthode ;
- liste des produits soumis à la décongélation ;
- dispositif de sécurité en cas de fonctionnement non satisfaisant des matériels de décongélation utilisés.

Lorsque le dossier est complet, le Directeur des Services vétérinaires visite l'établissement puis donne une autorisation provisoire dans le but d'apprécier la conformité de la méthode dans les conditions réelles de fonctionnement. Cette autorisation a une validité de 3 mois.

Les essais effectués pendant cette période permettront d'obtenir les renseignements suivants :

- relevés de températures des cellules pendant chaque phase du cycle ;
- relevés de températures du produit à décongeler pendant l'intégralité du cycle ;
- devenir des denrées après décongélation (viande hachée, sous-vide, découpe, etc.) ;
- résultats des contrôles bactériologiques effectués sur les produits notamment en fin de décongélation et sur les produits frais.

Ces renseignements sont joints au dossier qui est adressé à la Direction Générale de l'Alimentation.

Le dossier est ensuite transmis pour avis au LERPAC.

Dans le cas d'un avis favorable, l'Administration Centrale informe le Directeur des Services vétérinaires de l'autorisation définitive qu'il y a lieu d'attribuer pour le procédé de décongélation (NS DGAL n° 8012, 10 janv. 1992).

302 185 Recongélation interdite

A l'exception des cas où la préparation du produit découpé ou transformé en vue de la vente au détail nécessite une décongélation préalable des denrées, la recongélation des denrées est interdite (Arr. 26 juin 1974, art. 17 et 21, al. 1^{er}).

TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION

Analyses biochimiques et microbiologiques (coef: 3)

sujet 1

ACCIDENTS DE FABRICATION EN INDUSTRIE LAITIÈRE

PREMIER JOUR (4 heures)

La réussite des fabrications fromagères, de la préparation des laits fermentés ou des beurres, dépend de la qualité du lait et de celle des ferments lactiques.

La présence d'antibiotiques dans le lait est devenue la cause la plus fréquente d'inhibition de la fermentation. L'ampicilline est un antibiotique fréquemment utilisé en médecine vétérinaire lors du traitement des mammites, pouvant donc se retrouver en proportion élevée dans le lait.

Par ailleurs, plus de 90 % des défauts de fabrication dans les industries laitières sont dus à la présence de phages qui détruisent l'équilibre bactérien des ferments lactiques.

1. ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE L'AMPICILLINE SUR LA CROISSANCE DES FERMENTS DU YAOURT (18 points)

Le yaourt est obtenu par fermentation lactique d'un lait préalablement pasteurisé etensemencé avec un levain constitué de *Lactobacillus delbrueckii bulgaricus* et de *Streptococcus salivarius thermophilus*.

Pour étudier la sensibilité à l'ampicilline d'une culture de ferments du yaourt, on réalisera le protocole expérimental ci-dessous:

- Vérification de la pureté du levain lactique Yalacta (étiqueté L). Réaliser une coloration de Gram.
- Préparation des flacons (ou des tubes) Répartir stérilement dans 10 flacons, 20 mL de lait UHT par flacon.
- Préparation de la gamme d'ampicilline.

On dispose d'une solution mère d'ampicilline à 100 µg/mL.

Réaliser la gamme dans une série de 7 tubes à hémolyse stériles.

Effectuer des dilutions successives au 1/2, en eau distillée stérile jusqu'au tube n° 7.

- Ensemencement - Incubation

Deux flacons serviront de témoins:

- témoin sans antibiotique
- témoin sans levain lactique.

Dans les huit autres flacons, introduire:

- 0,4 mL de chacune des solutions d'ampicilline
- 0,4 mL de levain lactique Yalacta (environ 10⁷ bactéries/mL).

Incuber à 45°C pendant 20 h.

2. CONTRÔLE D'UN LEVAIN LACTIQUE UTILISÉ DANS LA FABRICATION DES YAOURTS (12 points)

Pour les yaourts, la variation du goût et de la prise en masse est souvent due à l'attaque phagique des *Streptococcus salivarius thermophilus* ou des *Lactobacillus delbrueckii bulgaricus*. En conséquence, pour s'assurer d'une bonne régularité dans les fabrications, la recherche et le dénombrement des phages lactiques s'imposent.

À partir du filtrat d'un échantillon de levain lactique (étiqueté F), procéder au dénombrement des phages par la méthode des plages de lyse en suivant le mode opératoire ci-dessous:

- Préparation des dilutions du filtrat de levain lactique.
Réaliser les dilutions 10^{-1} , 10^{-2} et 10^{-3} du filtrat de levain lactique dans des tubes de 9 mL de chlorure de calcium à 11,4 g/L.
 - Ensemencement - Incubation
Pour chaque dilution, ensemercer en double un milieu M gélosé de la manière suivante:
A 4 mL de gélose molle M maintenue en surfusion à 46°C, ajouter:
 - 100 μ L de la dilution du filtrat de levain
 - puis 100 μ L, de la culture de la souche sensible (étiquetée S).
- Homogénéiser rapidement le contenu du tube au vortex.
Verser stérilement la totalité du tube à la surface d'une boîte de gélose M.
Laisser solidifier puis retourner les boîtes.
Incuber à 37° pendant 24 heures.

3. ÉTUDE de PARAMÈTRES BIOCHIMIQUES DE LA COAGULATION

La coagulation dépend de la teneur en caséine et en calcium, aussi il est important de connaître leurs concentrations.

Chaque candidat réalisera les dosages sur les deux laits proposés (L1 et L2)

3.1. Dosage de la caséine (18 points)

3.1.1 . Dosage

- diluer le lait 10 fois;
- dans un tube à centrifuger, introduire:
 - 1 mL de lait dilué
 - 5 gouttes de solution d'acide éthanoïque 1/10
- mélanger; attendre quelques minutes et centrifuger à 5000 t/min pendant 8 min;
- égoutter le précipité, le laver en le remettant en suspension chaque fois et en centrifugeant après chaque lavage:
 - 1 fois avec 3 mL d'éthanol à 95°;
 - 1 fois avec 3 mL d'éther;
- mettre le précipité en suspension dans 1 mL d'eau physiologique;
- ajouter 4 mL de réactif de Gornall;
- mélanger, laisser 30 minutes à température ambiante et à l'obscurité;
- lire l'absorbance à 540 nm.

3.1.2. Étalonnage

- à l'aide de la solution étalon de caséine à 6 g.L⁻¹, réaliser une gamme de dilutions de façon à obtenir des volumes de 1 mL contenant de 0 à 6 mg de caséine/tube;
- à 1 mL de chaque dilution, ajouter 4 mL de réactif de Gornall;
- mesurer les absorbances dans les mêmes conditions que le dosage.

3.1.3. Résultats

- faire un tableau précisant la composition des tubes de la gamme, des dilutions et les mesures effectuées;
- construire la courbe d'étalonnage ou donner la régression linéaire;
- calculer la concentration massique en caséine du lait.

3.2. Détermination de la teneur en calcium (12 points)

On réalise le dosage sur les minéralisats qui vous sont fournis des deux laits L1m, et L2m, correspondants respectivement aux deux laits L1, L2.

3.2.1. Étalonnage d'une solution de complexon III à environ 0,05 mol.L⁻¹.

Dans un vase à réaction, introduire:

- 40 mL d'eau distillée,
- 10 mL d'une solution étalon d'ions Mg²⁺ (MgSO₄, 7 H₂O à 13 g.L⁻¹)
- 5 mL d'une solution tampon pH 10,
- quelques gouttes de NET.

Tiédir entre 40°C et 50°C. Doser par le complexon III.

Conserver cette solution de dosage S.

3.2.2. Dosage des ions Ca^{2+} dans un minéralisat de lait

Une minéralisation sulfo-nitrique de 50 mL de lait a été effectuée. Le minéralisat a été transvasé quantitativement dans une fiole jaugée de 100 mL et le volume a été complété avec de l'eau distillée.

Dans un vase à réaction, introduire:

- 25 mL de minéralisat,
- 25 mL d'eau distillée,
- 5 mL de solution tampon pH 10,
- 5 mL de solution de dosage S,
- éventuellement quelques gouttes de NET.

Doser par la solution de complexon III.

3.2.3. Résultats

Donner le titre exact de la solution de complexon III.

Donner la teneur en calcium des deux laits L1, et L2.

Conclure.

Données:

Constantes de dissociation des différents complexes

EDTA-Ca	10^{-11}
EDTA-Mg	10^{-9}
NET-Mg	10^{-7}
NET-Ca	$10^{-5,4}$

Les laits étudiés ont une concentration en calcium inférieure à $0,025 \text{ mol.L}^{-1}$

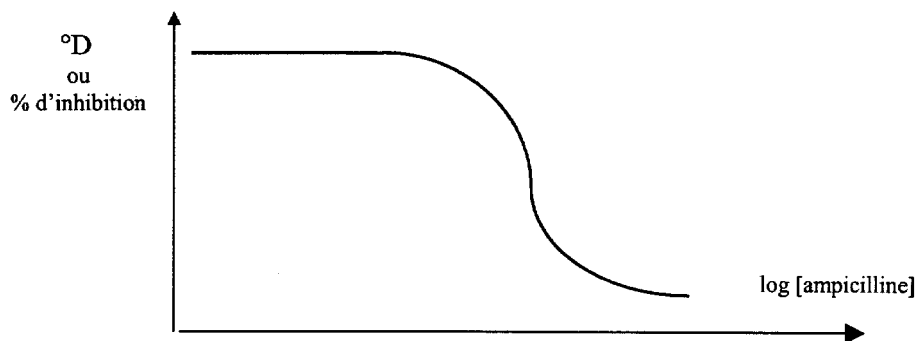
La masse molaire de $\text{MgSO}_4, 7 \text{ H}_2\text{O}$ est de $246,47 \text{ g mol}^{-1}$

ρ_{Ca} lait de vache: $0,56 \text{ -- } 3,80 \text{ g.L}^{-1}$.

DEUXIÈME JOUR (2 heures)

I. ÉTUDE DE L'INFLUENCE DE L'AMPICILLINE SUR LA CROISSANCE DES FERMENTS DU YAOURT

- Indiquer le rôle de chacun des témoins.
Interpréter l'aspect du contenu des deux flacons témoins.
Pour chaque flacon, noter l'apparition de la prise en masse par un signe + ou - et son importance par jusqu'à + + +.
- La croissance totale des ferments du yaourt est déterminée par la production d'acide lactique.
L'acidité titrable est dosée par protométrie à l'aide d'une solution d'hydroxyde de sodium à 1/9 mol/L (soude Dornic).
Prélever 10 mL de chaque flacon et ajouter 10 gouttes de phénolphtaléine.
Verser la soude Dornic jusqu'à l'apparition d'une teinte rosée persistante pendant une dizaine de secondes. Il n'y a pas lieu de tenir compte de la disparition progressive de la couleur après le virage.
1 degré Dornic = 1°D = 1 dg d'acide lactique dans 1 L de lait.
masse molaire de l'acide lactique: 90 g/mole.
Présenter les résultats dans un tableau.
- Tracer la courbe degrés Dornic = f(log [ampicilline]).
Placer la valeur de chacun des témoins sur cette courbe.
Cette courbe est une sigmoïde d'inhibition ayant l'allure suivante:



Courbe à intégrer °D ou % d'inhibition = f(log [ampicilline])

- Déterminer graphiquement les concentrations en ampicilline permettant d'obtenir une acidification de 50 à 80 % et de moins de 20 % par rapport aux témoins.

2. CONTRÔLE D'UN LEVAIN LACTIQUE UTILISÉ DANS LA FABRICATION DES YAOURTS

- Dénombrer les plages de lyse sur les milieux.
 - Consigner les résultats dans un tableau.
 - À partir des résultats obtenus, exprimer le nombre de phages en Unités Formant Plages (UFP) par mL de filtrat de levain lactique. Conclure.
- Remarque: seules les boîtes présentant entre 30 et 300 UFP/mL seront retenues.

TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION

Analyses biochimiques et microbiologiques (coef: 3)

sujet 2

CONTROLES EN BRASSERIE

PREMIER JOUR (5 heures)

La bière est une boisson obtenue par la fermentation alcoolique d'un moût fabriqué avec de l'eau, du houblon et du malt d'orge pur ou associé à des grains crus (céréales non maltées) riches en amidon, et/ou à des sucres.

En brasserie, comme dans les autres bio-industries de transformation, des contrôles sont effectués, aux différentes étapes de l'élaboration du produit. Ces contrôles portent notamment sur les matières premières, les produits en cours de fabrication, les produits finis et les matériels.

1. CONTRÔLE BIOCHIMIQUE D'UNE MATIÈRE PREMIÈRE: LE MALT (12 points)

Lors de la fabrication de la bière, plus particulièrement lors du brassage, les enzymes du malt, notamment les α et β amylases, jouent un rôle fondamental, puisqu'elles transforment l'amidon en sucres fermentescibles, maltose principalement. Comme cela a été précisé dans la définition ci-dessus, la quantité d'amidon apportée par le malt peut être plus ou moins augmentée par l'incorporation de grains crus d'autres céréales. Le potentiel enzymatique du malt doit être suffisant pour hydrolyser tout l'amidon ainsi mis en œuvre.

Détermination de l'activité α -amylasique du malt

L'échantillon sur lequel on travaillera est un extrait enzymatique « E », qui a été préparé à partir d'une mouture de malt, selon le protocole opératoire décrit plus loin (cf 1.2.). On effectuera, parallèlement à l'essai, un contrôle à l'aide d'une solution enzymatique calibrée (validation).

L'activité enzymatique est déterminée selon une méthode cinétique colorimétrique. Le substrat utilisé est un substrat synthétique: 2-chloro-4-nitrophénylmaltotriose (CNP_{G3}); ce substrat est hydrolysé par l' α -amylase, en produisant directement du 2-chloro-4-nitrophénol (CNP).

La vitesse d'apparition du CNP, mesurée par l'augmentation d'absorbance à 405 nm par unité de temps, est proportionnelle à l'activité de l' α -amylase.

1.1 Mode opératoire.

1.1.1. Extraction

L'échantillon fourni (extrait enzymatique E) a été préparé selon le protocole suivant:

- Peser précisément 1 g de mouture et l'introduire dans une fiole jaugée de 50 mL;
- Ajouter environ 30 mL de tampon d'extraction, agiter et mettre le récipient à l'étuve, à une température de 30°C; poursuivre l'extraction pendant une heure, en agitant périodiquement.
- Ajuster le volume à 50 mL avec le tampon, puis filtrer.
- Diluer le filtrat au 1/100: on obtient alors l'extrait « E ».

1.1.2. Détermination de l'activité (α -amylasique de l'extrait « E » et de la solution contrôle.

- Conditions de mesure:
 - Température: 30°C
 - Longueur d'onde: 405 nm
 - Cuve : trajet optique de 1 cm
 - Zéro de l'appareil: air ou eau distillée
- Protocole:
 - Introduire dans la cuve de mesure:
 - * 1 ml de réactif α -amylase (monoréactif contenant notamment le substrat)

* 0,025 mL d'échantillon (extrait «E» = 2 essais, solution contrôle α -amylase = 1 essai)

- Mélanger, puis mettre en place dans le compartiment thermostaté du spectrophotomètre et attendre 1 minute.
- Enregistrer la variation d'absorbance, ou lire et relever l'absorbance toutes les 30 secondes, pendant 3 minutes.

Remarque: rejeter le contenu des cuves dans le flacon récupérateur.

1.2. Résultats

- Présenter les enregistrements obtenus [ou le tracé sur papier millimétré des courbes $A = f(\text{temps})$] respectivement pour l'extrait « E » et pour la solution contrôle.
- Déterminer:
 - la variation moyenne d'absorbance par minute, pour l'extrait « E » et le contrôle.
 - la concentration catalytique, en UI.L⁻¹, ou katal de l' α -amylase, dans l'extrait « E » et dans la solution contrôle.
 - évaluer le pourcentage d'inexactitude de la méthode.
 - exprimer l'activité de l' α -amylase dans le malt, en UI par mg de mouture.

Données:

- Un katal est la quantité d'enzyme qui catalyse la transformation d'une mole de substrat par seconde.
- Une unité, UI correspond à la quantité d'enzyme produisant 1 micromole de CNP par minute dans les conditions du dosage.
- Le coefficient spécifique d'absorbance molaire du CNP, à 405 nm, dans les conditions de la mesure vaut $1673 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$.
- La valeur de l'activité amylasique de la solution contrôle sera communiquée au cours de l'épreuve.

2. CONTRÔLES BIOCHIMIQUES DU PRODUIT FINI (18 points)

Le produit fini doit répondre aux cahiers des charges de la brasserie pour être distribué; divers contrôles sont donc effectués sur la bière filtrée et sur la bière embouteillée. Il s'agira ici de contrôler deux caractéristiques d'une bière à faible teneur en alcool, dite bière « sans alcool » (appellation réservée, selon la législation, aux bières dont le titre alcoométrique est inférieur à 1,2%).

2.1. Détermination du titre alcoométrique volumique (12 points)

On utilisera la méthode par dosage chimique de l'éthanol, méthode réservée aux liquides peu alcoolisés; la technique comporte une distillation, suivie d'une oxydation sulfochromique.

La distillation a déjà été réalisée, selon le protocole opératoire décrit en 2.1.1. On dosera donc l'éthanol contenu dans le distillat (échantillon fourni).

2.1.1. Mode opératoire

- Distillation: l'échantillon (distillat) a été obtenu selon le protocole suivant:
 - Placer, dans le ballon de distillation, 200 mL de bière décarboniquée; alcaliniser, dans le cas de bières très acides, par un léger excès de lait de chaux.
 - Recueillir 90 à 95 mL de distillat, dans une fiole jaugée de 100 mL.
 - Amener au trait de jauge avec de l'eau.
- Oxydation
 - Dans une fiole d'Erlenmeyer de 250 mL, bouchant émeri, introduire:
 - $E_1 = 20 \text{ mL}$ de solution de bichromate de potassium
 - 20 mL de solution d'acide sulfurique à 50%.
 - mélanger; refroidir puis ajouter:
 - $E_2 = 10 \text{ mL}$ de distillat
 - Boucher la fiole; agiter. Attendre 30 minutes, à l'obscurité, en agitant de temps en temps.
- Dosage de l'excès de dichromate.
 - Titrer par la solution de sulfate ferreux ammoniacal: lorsque la solution vire au vert, ajouter 4 gouttes de réactif à l'orthophénanthroline; arrêter l'addition de solution ferreuse lorsque le milieu vire au marron. Soit V_e (mL) le volume versé.

- Effectuer le dosage du témoin dans les mêmes conditions, en remplaçant le distillat par de l'eau distillée, et en opérant sur $E_3 = 10$ mL de solution de dichromate de potassium. Soit V_t (mL) le volume versé.

2.1.2 Résultats

- Calculer le titre alcoométrique volumique, exprimé en %, de la bière analysée.
- Conclure, sachant que cette bière doit avoir un titre égal à 0,9%.

Données:

- Le titre alcoométrique volumique est égal au nombre de litres d'éthanol contenu dans 100 litres de bière décarboniquée; son symbole est « %vol ».
- La solution de dichromate est ajustée de façon à ce que 1 mL de cette solution oxyde quantitativement 7,892g d'éthanol.
- Masse volumique de l'éthanol (entre 4 et 20° C) = 0,7892 Kg.L⁻¹.

2.2 Détermination de l'acidité totale (6 points)

L'acidité totale de la bière est la somme des acides titrables lorsqu'on amène la bière au pH = 8,2, par addition de liqueur alcaline titrée; l'acide carbonique n'est pas compris dans l'acidité totale.

L'acidité totale se détermine par titrage potentiométrique par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire égale à 0,100 mol. L⁻¹.

2.2.1 Mode opératoire

- Faire le montage potentiométrique, et étalonner le pHmètre en suivant la procédure d'emploi fournie par le centre d'examen.

Dans un bécher de 150 mL, introduire 50 mL de bière décarboniquée (l'échantillon fourni a été préalablement décarboniqué); immerger les électrodes, et mettre en marche l'agitateur.

- Ajouter la solution d'hydroxyde de sodium à 0,100 mol.L⁻¹, jusqu'à ce que le pH soit égal à 8,2 (l'addition doit être faite sous agitation constante). Soit V (mL) le volume versé.

2.2.2 Résultats.

- Donner l'acidité totale, exprimée en millimoles d'ions H⁺ par litre, de l'échantillon analysé.
- Conclure sachant que la bière analysée doit avoir une acidité inférieure à 30 mmol.L⁻¹.

3. MICROBIOLOGIE DE LA BIÈRE Premier jour

1. Contrôle du processus fermentaire d'une bière (24 points)

Le moût M a étéensemencé par environ $1,5 \cdot 10^7$ cellules de *Saccharomyces cerevisiae* par mL.

En fin de croissance, la population maximale sera environ de $6 \cdot 10^7$ cellules par mL.

1.1 Vérifier l'absence de contaminant dans le moût de fermentation M.

- par un examen microscopique,
- par un isolement sur gélose WL dont la composition est donnée en annexe 1.

1.2 Effectuer une estimation de la population des levures dans le moût M en cellule de comptage (cf annexe 2).

Montrer la préparation à l'examineur.

Un bourgeon est considéré comme une cellule si son diamètre est supérieur ou égal à la moitié du diamètre de la cellule dont il est issu.

Noter sur le compte rendu les indications utiles conduisant au nombre de levures par cm³:

- dilutions éventuelles du moût M,
- résultat brut du comptage, (nombre d'unités de comptage, nombre total de levures comptées sachant qu'il ne sera pas inférieur à 200),
- calcul.

1.3 Numération du moût M.

En tenant compte de l'estimation de la population par comptage, trois dilutions successives seront testées en double essai sur un milieu laissé à l'initiative du candidat.

Incuber 24 heures à 30°C.

Justifier sur le compte rendu le choix des dilutions.

DEUXIÈME JOUR (1 heure)

1. Contrôle du processus fermentaire d'une bière. (suite)

1.1 Lecture du milieu WL.

- Orientation de l'identification du contaminant.

1.2 Numération du moût M

- Dénombrer les unités formant colonies.
- Rassembler les résultats dans un tableau
- Exprimer le nombre d'UFC par cm³ de moût M.

2. Contrôle de pureté d'un moût M' en vue de la réutilisation des levures comme levain (6 points).

Lorsque les levains de levures du genre *Saccharomyces cerevisiae* sont employés en brasserie, ils sont presque toujours contaminés: la réutilisation de ces levains est liée à ce niveau de contamination par des bactéries ou des levures sauvages. Le contrôle doit être aussi rapide que possible, afin de ne pas entreposer trop longtemps le levain avant son utilisation, ce qui serait nuisible à sa viabilité. Pour tenir compte du temps nécessaire à l'analyse, il peut être avantageux de prélever les échantillons dans les moûts lors de la fermentation principale.

Parmi les levures contaminantes, on distingue les levures du genre *Saccharomyces* et les autres levures. Les contaminants morphologiques très différents de la levure de culture sont les seuls détectables à l'examen microscopique direct.

À partir d'un prélèvement de quelques mL de moût M', réaliser un état frais afin de mettre en évidence la présence éventuelle de levures sauvages.

BTS Qualité dans les Industries agroalimentaires et les bioindustries

Sujets 1999 – Corrigés

NDLR : les corrigés proposés sont sommaires et ne portent pas sur toutes les disciplines. Ils ne sont pas garantis et n'engagent évidemment pas l'UPBM. Ils ne sont proposés que comme aide aux lecteurs. Merci.

Anglais

L'usage d'un dictionnaire bilingue est autorisé

GROWING SEEDS OF DOUBT

It's called Terminator Technology. Companies sell genetically modified crops that only produce sterile seeds, so farmers have to buy new stock every year. This is just one example of the new generation of genetically engineered food. But will these new biotechnology techniques feed the world or will they simply germinate destruction ?

First, some figures. Of the top 100 economies 49 are countries, 51 are multinational companies. Of these multinationals, four companies control the international trade in bulk foodstuffs such as soya, corn and wheat.

In the space of three years, genetically modified (GM) foods have come from nowhere to representing 30 per cent of all the soya grown in the USA and over a quarter of the maize. Much of these crops are grown from seeds produced by one biotechnology company, Monsanto.

Monsanto currently controls ten per cent of the global seed supply and its share is growing rapidly. Now Monsanto is on the verge of winning an even bigger prize: it's buying the company that jointly holds the patent on the hugely controversial 'Terminator Technology'. And whoever holds the patent could gain unprecedented control over global agriculture.

RISKY BUSINESS

But just how risky is it ? "We just don't know," says Dr Ian Taylor of Greenpeace. "That's the fundamental problem with this technology. Certain risks are statistically small but the consequences, if things go wrong, are catastrophic.

"You cannot just release these things into the environment and hope for the best. Technologists believe these sorts of risks can be managed and contained. But there's a whole category of risks which cannot be managed. The BSE (1) fiasco shows this clearly."

Colin Merritt, of Monsanto, believes that the rigorous screening of the crops ensures that they are safe.

"What it comes down to is this: do you cease to approve all new technologies until everything that you could imagine as a risk has been evaluated to the Nth degree? Or, do you press on when you have sufficient information to make a rational decision?

"I have never known risk evaluation procedures as careful as those concerning GM crops. I am confident that they are safe", stresses Merritt.

But Greenpeace's Dr Taylor disagrees: "Genetic engineering crosses a fundamental threshold in the human manipulation of the planet. It changes the nature of life itself. Because genetic engineering deals with living organisms, which can reproduce, any mistakes cannot be reversed."

SO HOW CAN YOU TELL ?

From the beginning of this month, all food containing genetically modified protein and DNA has to be labelled. Former agricultural Minister Jack Cunningham heralded the introduction of this law as a "triumph for consumer rights to better information". However, Lindsay Keenan, national coordinator for GenetiX Food Alert, has called the agreement "a complete farce", and estimates that about 90 per cent of GM foodstuffs is likely to remain unmarked.

In 1996, the EU bought over 37 per cent of the US soya crop at a cost of £1.5 billion; of this over 30 per cent is now GM based. When soya products hit the UK shores, they are used in producing over 30 000 foodstuffs including ice cream, bread, chocolate and baby food.

But they won't all be labelled. The new law states: "GM soya and maize must be labelled except when neither protein nor DNA resulting from genetic modification is present". What this means is that while soya proteins and flour ingredients (which account for ten per cent of foodstuffs) will be labelled, the derivatives from soya, such as additives (including the commonly used lecithin), flavourings, extraction solvents and processing enzymes won't be, as the modified protein or DNA is not detectable. Meat may also be contaminated as animals can be fed on GM soy cake (a derivative of soy oil) and this will also not be labelled.

For the food that is labelled you may need a pair of spectacles to identify them, as the information will be tucked away in the ingredients list.

Considering that a recent MORI poll showed 77 per cent of British shoppers believe there should be a ban on growing GM foods and crops, the new law may leave a sour taste in consumers' mouths. Still, there is one way you'll know your food is not GM. Go organic.

Ali Hanan

Tomorrow's world, October, 1998

Lexique:

BSE: encéphalopathie spongiforme bovine.

QUESTIONS.

I. Vous rendrez compte en français de manière organisée et cohérente des éléments essentiels exposés dans le texte (environ 150 mots à 10% près).

II. Répondez en anglais aux questions suivantes:

- 1) Referring to the document, would you say that the labelling of GM food in stores is going to have a strong impact on consumers and drastically change their shopping habits ? (100 mots à 10% près)
- 2) Some scientists say that modifying nature is potentially risky, some others think it is perfectly safe: give your own opinion about the issue. Justify your position. (100 mots à 10% près).

BARÉME

- Question I: 10 points
Question II 1): 5 points
2): 5 points

Mathématiques - Sciences physiques

Les calculatrices de poche sont autorisées conformément à la circulaire n°86-228 du 28 juillet 1986.

La clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.

Mathématiques

Durée 2 heures

Exercice I: (9 points)

Une entreprise fabrique des pots de peinture.

Elle les fait livrer habituellement par lots de 20 pots ou de 100 pots. On se propose d'étudier les variations de la quantité d'un certain produit A contenu dans chaque pot.

Partie A

On suppose que la production totale de l'entreprise est très importante et que 7,5 % des pots fabriqués contiennent plus de 110 g de substance A. On note X la variable aléatoire qui à tout tirage aléatoire de 20 pots (tirage considéré comme tirage avec remise) associe le nombre de pots contenant plus de 110 g de substance A. On note de même Y la variable associée dans le cas de tirages de 100 pots.

1°) Préciser la loi de X .

2°) Calculer au millième le plus proche la probabilité de l'événement « $X = 1$ ».

3°) Préciser la loi de Y .

4°) On veut approcher la loi de Y par une loi de Poisson de même espérance mathématique. Préciser le paramètre de cette loi de Poisson.

5°) En supposant que Y suive effectivement la loi de Poisson ainsi définie, donner une approximation au millième le plus proche de la probabilité de l'événement « $Y \leq 6$ ».

Partie B

On a contrôlé le dosage du produit A à la sortie de deux chaînes de fabrication.

Deux échantillons de 100 pots ont été analysés; l'un provient de la chaîne n°1, l'autre de la chaîne n°2.

Le tableau suivant donne la répartition de l'échantillon de la chaîne n°1 en fonction de la masse de produit A exprimée en grammes.

m(en g)	[100,102[[102,104[[104,106[[106,108[[108,110[[110,112[[112,114[[114,116[
Effectifs	1	3	25	32	27	6	4	2

On donne des valeurs approchées de la moyenne m_2 et de l'écart type σ_2 de l'échantillon fabriqué par la chaîne n°2: $m_2 = 107$ et $\sigma_2 = 2$ (en grammes).

Dans les questions 1 et 2 les valeurs seront arrondies au dixième le plus proche.

1°) En prenant les centres des classes, calculer une approximation de la moyenne m_1 et de l'écart type σ_1 de l'échantillon issu de la chaîne n°1.

2°) En considérant les résultats obtenus dans la première question, donner les estimations ponctuelles:

a) des quantités moyennes μ_1 et μ_2 de produit A pour les productions de ces deux chaînes,

b) des écarts types s_1 et s_2 correspondants.

3°) On se propose de savoir si la différence des moyennes observées dans les deux échantillons est due à des fluctuations d'échantillonnage ou si la chaîne de fabrication n°1 produit des pots contenant davantage de produit A que la chaîne n°2.

On note \bar{X}_1 , la variable aléatoire qui à tout échantillon aléatoire de 100 pots provenant de la chaîne n°1 associe la quantité moyenne de produit A dans cet échantillon.

On note \bar{X}_2 la variable aléatoire qui à tout échantillon aléatoire de 100 pots provenant de la chaîne n°2 associe la quantité moyenne de produit A dans cet échantillon.

On admettra que:

- \bar{X}_1 suit une loi normale de paramètres μ_1 et $\frac{\sigma_1}{10}$;
- \bar{X}_2 suit une loi normale de paramètres μ_2 et $\frac{\sigma_2}{10}$;
- \bar{X}_1 et \bar{X}_2 sont des variables aléatoires indépendantes;
- $D = \bar{X}_1 - \bar{X}_2$ suit une loi normale.

On choisit l'hypothèse nulle H_0 : « $\mu_1 = \mu_2$ » contre l'hypothèse alternative H_1 : « $\mu_1 > \mu_2$ ».

- Calculer la variance de la variable aléatoire D . On appelle $\sigma(D)$ son écart type. Vérifier que $\sigma(D) \approx 0,32$.
- Calculer au centième le plus proche le réel a tel que $P(D < a) = 0,99$.
- L'hypothèse nulle H_0 est-elle acceptée ou rejetée (au seuil de 1 %) ?

Exercice II: (11 points)

Dans cet exercice, les quatre parties peuvent être traitées de façon indépendante. La partie A a pour objet la détermination d'une loi d'évolution à partir de données statistiques. Les parties B et C correspondent à des modélisations données du phénomène étudié. La partie D envisage l'évolution de la population dans un nouveau contexte.

Partie A:

On procède à une réimplantation d'écrevisses. On lâche 100 individus et on relève tous les six mois l'effectif n de la colonie d'écrevisses en fonction du temps écoulé t (exprimé en mois).

On obtient ainsi huit effectifs n_i (i variant de 1 à 8):

Temps t_i (en mois)	0	6	12	18	24	30	36	42
Effectifs n_i	100	160	350	900	2500	7500	22000	64000

1°) On pose $y = \ln(3n - 200)$ où \ln représente la fonction logarithme népérien. Calculer les valeurs $y_i = \ln(3n_i - 200)$ pour i variant de 1 à 8 (valeurs décimales arrondies au millième le plus proche). On donnera ces valeurs dans un tableau.

2°) Représenter le nuage de points $M_i (t_i; y_i)$ dans un repère orthogonal (unités graphiques : 3 cm pour 6 mois sur l'axe des abscisses, 1 cm par unité sur l'axe des ordonnées).

3°) Donner une équation de la droite de régression de y en t (les coefficients seront donnés sous forme décimales, au centième le plus proche) et en déduire l'expression de n en fonction de t associée à cet ajustement.

Partie B:

Dans cette partie, on considère que la fonction donnant le nombre d'individus en fonction du temps t (exprimé en mois) est représentée par une solution de l'équation différentielle

$$(E): X' - 0,18 X = -12.$$

1°) Résoudre l'équation différentielle d'inconnue X : $X' - 0,18 X = 0$.

2°) Sachant que (E) admet une solution particulière X_0 constante, donner la solution générale de (E).

3°) Déterminer la solution de (E) qui vérifie $X(0) = 100$.

Partie C:

Soit (O, \vec{i}, \vec{j}) un repère orthogonal (unités graphiques : 1 cm pour 3 mois sur l'axe des abscisses et 1 cm pour 4000 unités sur l'axe des ordonnées).

1°) Soit N la fonction définie sur l'intervalle $I = [0; 42]$ par $N(t) = \frac{100}{3} e^{0,18t} + \frac{200}{3}$

Étudier le sens de variation de N sur I.

2°) Tracer la courbe représentative de N dans le repère (O, \vec{i}, \vec{j}) . On suppose que cette fonction représente correctement l'évolution du nombre d'écrevisses.

Partie D:

A partir de $t = 42$, on décide d'autoriser la pêche aux écrevisses.

On admet que la population d'écrevisses est alors représentée par la fonction F définie sur l'intervalle $[42; 72]$ par $F(t) = 64000e^{-0,043t-42}$.

1°) Étudier F sur l'intervalle $[42; 72]$ (variation et valeurs aux bornes).

2°) Tracer la courbe représentative de F dans le repère précédent (partie C), sur le même graphique qu'à la question C 2°).

3°) Déterminer graphiquement l'instant où la population devient inférieure à 32 000 individus.

FORMULAIRE du GROUPEMENT D non reproduit ici.

Le formulaire disponible contient des résultats ne figurant peut être pas au programme du BTS QUIAB

Sciences physiques

Les calculatrices de poche sont autorisées conformément à la circulaire n° 86-228 du 28 juillet 1986.

La clarté des raisonnements et la qualité de la rédaction interviendront pour une part importante dans l'appréciation des copies.

ÉTUDE DU LAIT

1-Chimie organique

Le lait contient de l'acide lactique qui a pour formule semi-développée $\text{CH}_3\text{—CHOH—COOH}$.

1-1. Indiquer le nom des groupes fonctionnels présents dans la molécule.

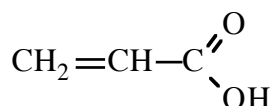
1-2. Donner le nom de l'acide lactique en utilisant la nomenclature systématique.

1-3. Le spectre infra rouge de la molécule d'acide lactique est donné sur le document 1. Identifier, sur ce spectre, la bande d'allongement de la liaison O—H et celle de la liaison C=O en indiquant leur nombre d'onde en cm^{-1} .

1-4. Cette molécule possède un C asymétrique. Définir ce qu'est un carbone asymétrique et identifier celui-ci dans la molécule.

1-5. Classer les substituants du carbone asymétrique par ordre de priorité en justifiant votre classement. Faire le schéma des stéréoisomères de configuration R et S dans la représentation de votre choix.

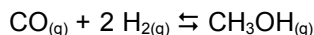
1-6. L'acide lactique est le composé majoritaire obtenu par hydratation du composé de formule:



Quel est le nom de ce composé ? De quel type de réaction s'agit-il ? Écrire l'équation bilan de la réaction et indiquer pourquoi l'acide lactique est le composé majoritaire obtenu.

2- Thermochimie

La synthèse du méthanol est effectuée en phase gazeuse à $T = 298\text{K}$.



On donne les grandeurs standards suivantes à 298 K

	$\text{CO}_{(g)}$	$\text{H}_{2(g)}$	$\text{CH}_3\text{OH}_{(g)}$
$\Delta_f H^\circ$ (kJ.mol ⁻¹)	-110,5	0	-201,2
$\Delta_f G^\circ$ (kJ.mol ⁻¹)	-137,3	0	-161,9

- 2-1. Calculer l'enthalpie standard de la réaction. Cette variation d'enthalpie correspond-elle à une réaction exothermique ou endothermique ?
- 2-2. Calculer l'enthalpie libre standard de la réaction.
- 2-3. Calculer l'entropie standard de la réaction à T = 298 K. Le signe de cette variation est-il conforme à ce que l'on pouvait prévoir à priori ?
- 2-4. Calculer la constante d'équilibre thermodynamique K(T) à T = 298 K.
- 2-5. Quelle est l'influence sur l'état d'équilibre d'une augmentation de la température ?

Données: R = 8,314 J.K⁻¹.mol⁻¹

3-Dosage de l'acide lactique dans un mélange

On effectue le dosage pH-métrique d'un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide lactique de concentrations voisines respectives Ca1 et CA2 par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration Cb = 1,00 x 10⁻¹ mol.L⁻¹.

La prise d'essai du mélange est Va = 10,0 mL.

- 3-1. Écrire l'équation de la réaction de chaque acide avec l'eau dans la prise d'essai initiale.
- 3-2. La courbe pH-métrique ci-jointe sur le document 1 montre que les deux acides présents dans le mélange sont dosés successivement. Quel est l'acide dosé en premier ? Écrire l'équation bilan de la réaction acido-basique.
Quel est l'acide dosé en second ? Écrire l'équation bilan de la réaction acido-basique.
- 3-3. Déterminer les concentrations Ca₁, et Ca₂ des deux acides à partir des valeurs indiquées sur la courbe pH-métrique.
- 3-4. Déterminer par le calcul la valeur du pH initial du mélange d'acides en justifiant brièvement la méthode employée. Comparer avec la valeur expérimentale.

Donnée: $pK_{a_{\text{CH}_3\text{CHOHCOOH} / \text{CH}_3\text{CHOHCOO}^-}} = 3,86$

4-Mesure de la viscosité du lait

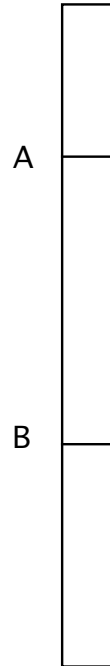
On veut mesurer la viscosité du lait. On utilise pour cela un viscosimètre, à chute de bille qui comporte un long tube de verre vertical, rempli de lait, et dans lequel on laisse tomber une bille sphérique. On mesure le temps nécessaire relatif au déplacement de la bille entre deux repères fixes A et B.

4-1. Faire le bilan des forces appliquées à la sphère (poids, poussée d'Archimède, force de frottement) et les représenter sur un schéma. Donner l'expression littérale des normes (valeurs) de chacune de ces forces en fonction :

- de l'accélération de la pesanteur g ;
- du coefficient de viscosité η et de la masse volumique ρ du lait;
- du rayon r de la sphère, de sa masse volumique ρ_B et de sa vitesse v .

Rappels:

- La poussée d'Archimède est égale au poids du volume de liquide déplacé.
- La force de frottement s'exerçant sur un sphère de rayon r en mouvement à la vitesse v dans un fluide de coefficient de viscosité η a pour valeur $F = 6\pi\eta r v$.



4-2. Sachant que le mouvement vertical descendant de la sphère devient rapidement uniforme avant l'arrivée au repère A, établir la relation entre la durée t du parcours AB de longueur L et les grandeurs précédentes.

4-3. Le temps de chute de la bille entre A et B distants de $L = 30$ cm est $t = 10$ s. Calculer le coefficient de viscosité dynamique η du lait.

Données:

- masse volumique du lait $\rho = 1032$ kg.m⁻³
- masse volumique de la bille $\rho_B = 1050$ kg.m⁻³
- rayon de la bille $r = 1,0$ mm;
- $g = 9,81$ m.s⁻²
- volume d'une sphère: $V = \frac{4}{3} \pi r^3$

5-Pompage du lait

Dans une laiterie, on utilise une pompe centrifuge pour aspirer le lait considéré comme un liquide incompressible dans une citerne, pour le refouler sous la pression atmosphérique dans un récipient où il sera utilisé pour faire du fromage. Le niveau de la surface libre du lait dans la citerne est situé à $Z_A = -4$ m du niveau du sol. La surface libre du lait dans la citerne est $S_A = 10$ m². La citerne communique avec l'atmosphère, la pression à la surface du lait est égale à la pression atmosphérique. Le tuyau par lequel le lait s'écoule a un diamètre $d = 5$ cm. L'écoulement dans le récipient se fait à une hauteur $Z_B = +80$ cm au-dessus du sol. Le repère Oz est ascendant et l'origine O est au niveau du sol.

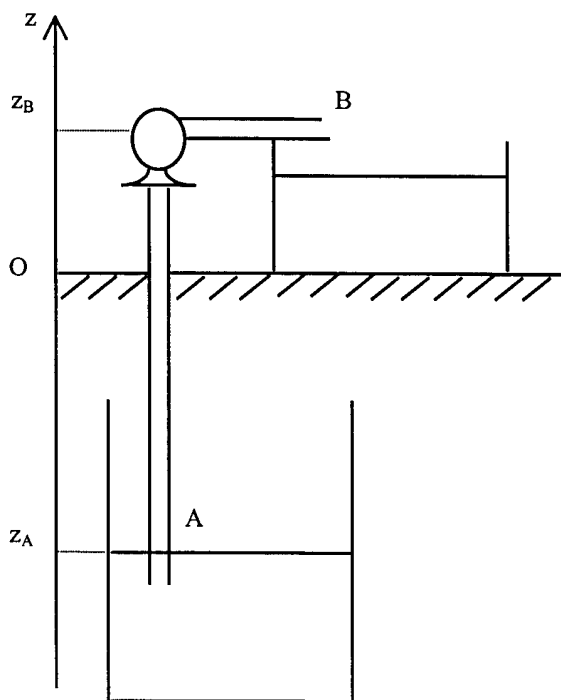
On veut que le temps de remplissage du récipient de volume $V = 100$ L soit de $t = 5$ min.

- 5-1. Calculer le débit volumique Q_v d'écoulement du lait à la sortie du tuyau.
- 5-2. Calculer la vitesse V_B d'écoulement du lait à la sortie du tuyau.
- 5-3. Calculer la vitesse V_A de déplacement du niveau du lait dans la citerne. Peut-on négliger V_A devant V_B ?
- 5-4. La perte de charge dans le tuyau assurant le transport du lait de la citerne vers le récipient est de 2,5 cm par mètre. Calculer la perte de charge J dans le tuyau qui a une longueur $L = 8$ m.
- 5-5. Calculer la puissance hydraulique P_h de la pompe. On utilisera pour effectuer ce calcul, la relation de Bernoulli généralisée :

$$\left(\frac{p_B}{\rho g} + \frac{V_B^2}{2g} + z_B \right) - \left(\frac{p_A}{\rho g} + \frac{V_A^2}{2g} + z_A \right) = \frac{P_h}{\rho g Q_v} + J$$

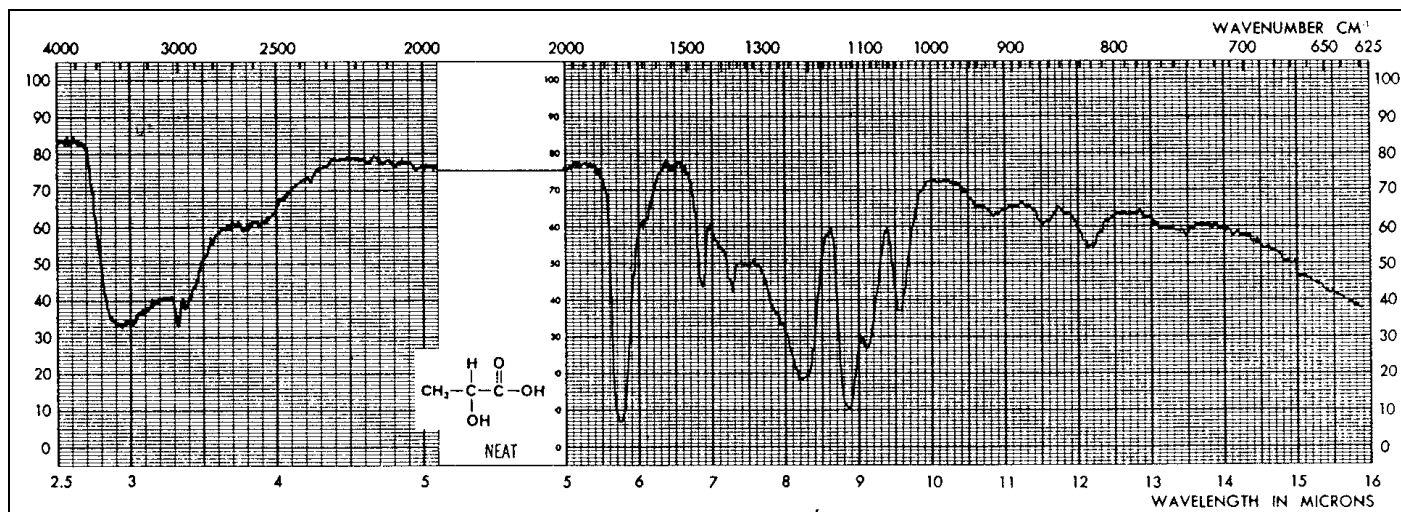
5-6. Sachant que le moteur qui entraîne la pompe fournit une puissance $P_m = 20 \text{ W}$, calculer le rendement de la pompe.

Données: masse volumique du lait $\rho = 1032 \text{ kg.m}^{-3}$, $g = 9,81 \text{ m.s}^{-2}$.

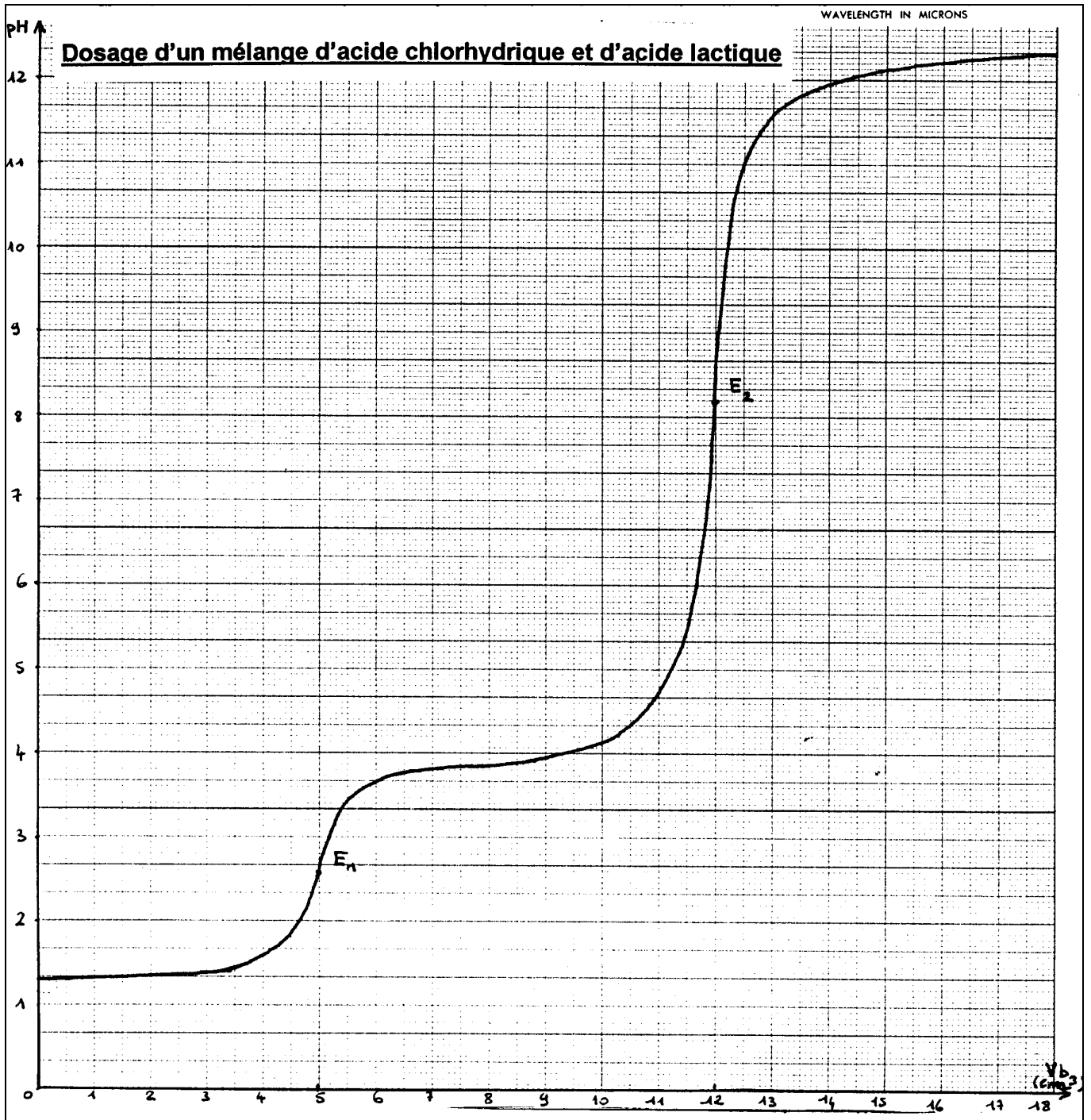


DOCUMENT 1

Spectre infrarouge de l'acide lactique



Dosage d'un mélange d'acide chlorhydrique et de l'acide lactique



ÉLÉMENTS DE CORRIGÉ Mathématiques

Exercice 1

Partie A

- 1) Loi de X: $B(20; 0,075)$
- 2) $P(X=1) = 20 \cdot 0,075 \cdot 0,925^{19} \approx 0,341$.
- 3) Loi de Y: $B(100; 0,075)$
- 4) Paramètre: moyenne de Y = 7,5.
- 5) $P(Y \leq 6) = e^{-7,5} (1 + 7,5 + 7,5^2/2 + \dots + 7,5^6 / 720) \approx 0,378$.

Partie B

- 1) $m_1 = 107,5$; $\sigma_1 = 2,5$.
- 2) a) estimations pour μ_1 : 107,5 ; pour μ_2 : 107
- b) estimations pour σ_1 : $2,5 \sqrt{\frac{100}{99}} \approx 2,5$; pour σ_2 : $2 \sqrt{\frac{100}{99}} \approx 2$
- 3) a) $v(D) = v(\bar{X}_1) + v(\bar{X}_2) = 0,25^2 + 0,2^2 = 0,1025 = 0,1025$. D'où $\sigma(D) \approx 0,32$.
- b) D suit une loi normale de moyenne 0 et d'écart type 0,32.
 $P(D < a) = P(D/0,32 < a/0,32) = \pi(a/0,32)$. D'après la table: $a/0,32 \approx 2,33$. D'où $a \approx 0,75$.
- c) Comme $m_1 - m_2 = 0,5 < 0,75$, l'hypothèse nulle H_0 est acceptée.

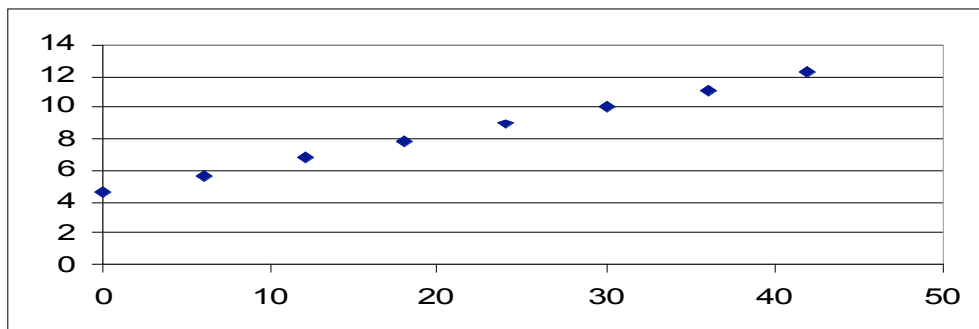
Exercice II

Partie A

1)

Temps t_i (en mois)	0	6	12	18	24	30	36	42
Effectifs n_i	100	160	350	900	2500	7500	22000	64000
y_i	4,605	5,635	6,745	7,824	8,896	10,012	11,094	12,164

2)



- 3) $y = 0,18t + 4,58$; $n = 32,50 \cdot e^{0,18t} + 66,67$ (accepter également 32,40).

Partie B

- 1) $X(t) = C \cdot e^{0,18t}$. (C : constante réelle)
- 2) $X_0 = 12/0,18 = 200/3$; solution générale: $X(t) = e^{0,18t} + 200/3$.
- 3) $X(0) = C + 200/3 = 100$ d'où $C = 100/3$ et $X(t) = 100/3 \cdot e^{0,18t} + 200/3$

Partie C

- 1) N est croissante sur I.

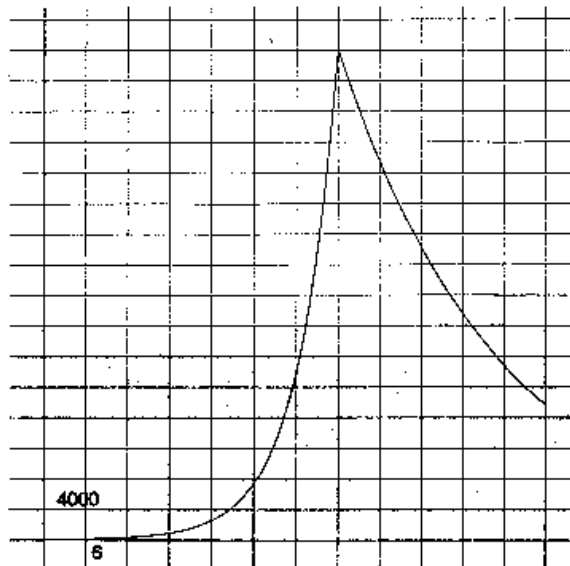
2) voir graphique

Partie D

1) F est décroissante ; $F(42) \approx 64080$; $F(72) \approx 17640$

2) voir graphique

3) graphiquement : à partir de 58 mois.



ÉLÉMENTS DE CORRIGÉ Sciences physiques

1.

1.1 (0.5 point)

- Acide lactique $\text{CH}_3\text{-CHOH-COOH}$
- Groupe fonctionnel carboxyle -COOH des acides carboxyliques ;
- Groupe fonctionnel hydroxyle -OH fixé sur un atome de carbone secondaire, caractéristique des alcools secondaires.

1.2 Nom de l'acide lactique dans la nomenclature. (0.5 point)

Acide-2-hydroxypropanoïque.

1.3 Spectre infrarouge de la molécule d'acide lactique. (0.5 point)

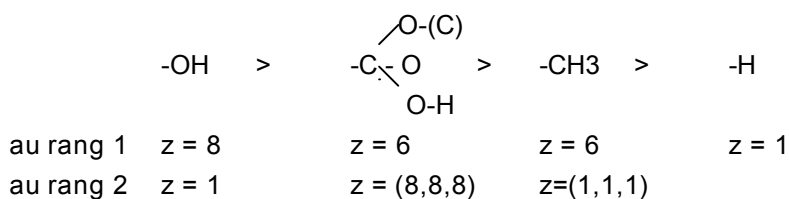
- Bande d'allongement de la liaison -O-H $\bar{\nu}_{\text{O-H}} \approx 3200 \text{ cm}^{-1}$: bande large et intense correspondant aux 2 groupes -OH de la molécule, associés à de fortes liaisons hydrogène.
- Bande d'allongement de la liaison -C=O $\bar{\nu}_{\text{C=O}} \approx 1730 \text{ cm}^{-1}$ caractéristique du groupe carbonyle C=O .

1.4 (0.5 point)

Elle possède un atome de carbone asymétrique $\text{CH}_3\text{-C}^*\text{HOH-COOH}$ lié à quatre substituants différents.

1.5 Ordre de priorité des substituants : (1 point)

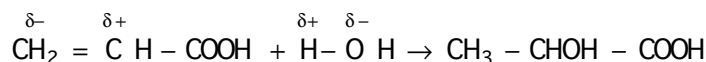
Ordre de priorité des substituants d'après les règles de Cahn, Ingold et Prelog.



Représentation perspective de Cram.

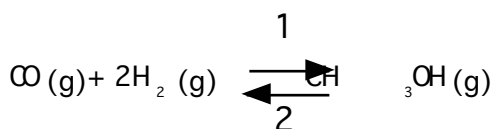
1.6 Composé $\text{CH}_2=\text{CH}-\text{COOH}$ nom : acide propénoïque. (1 point)

Il s'agit d'une réaction d'addition électrophile sur un alcène :



L'acide lactique est le composé majoritairement obtenu, car d'après la règle de Markonikov, lors de l'addition électrophile de l'eau $\text{H}-\overset{\delta^+}{\text{O}}-\overset{\delta^-}{\text{H}}$ sur l'alcène dissymétrique, OH^- se fixe sur le carbone 2 qui est le plus substitué.

2. Thermochimie : Synthèse du méthanol.



2.1 Variation d'enthalpie standard de la réaction : (0.75 point).

D'après la loi de Hess : $\Delta_r H^\circ = \sum \Delta F H_i^\circ$

$$\Delta_r H^\circ = \Delta_r H^\circ_{(\text{CH}_3\text{OH})} - \Delta_r H^\circ_{(\text{CO})} - 2\Delta_r H^\circ_{(\text{H}_2)} \text{ or } \Delta_r H^\circ_{(\text{H}_2)} = 0 \text{ (H}_2 \text{ corps pur dans son état standard).}$$

$$\Delta_r H^\circ = -2012 - (-1105) = -90.7 \text{ kJ.mol}^{-1}$$

$\Delta_r H^\circ < 0$: réaction exothermique.

2.2 Variation d'enthalpie libre standard de la réaction : (0.5 point).

D'après la loi de Hess : $\Delta_r G^\circ = \sum v_i \Delta F G_i^\circ$

$$\Delta_r G^\circ = \Delta_r G^\circ_{(\text{CH}_3\text{OH})} - \Delta_r G^\circ_{(\text{CO})} - 2\Delta_r G^\circ_{(\text{H}_2)} \text{ or } \Delta_r G^\circ_{(\text{H}_2)} = 0$$

$$\Delta_r G^\circ = -1619 - (-1373) = -246 \text{ kJ.mol}^{-1}$$

$\Delta_r G^\circ < 0$: réaction exergonique.

2.3 Variation d'entropie standard à $T = 298^\circ\text{K}$. (1.25 point)

$$\Delta_r G^\circ = \Delta_r H^\circ - T\Delta_r S^\circ$$

$$\Delta_r S^\circ = \frac{\Delta_r H^\circ - \Delta_r G^\circ}{T} \quad \Delta_r S^\circ = \frac{[-90.7 - (-246)] \cdot 10^3}{290} = -221.8 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$$

$\Delta_r S^\circ < 0$ diminution du désordre or $\Delta v_{\text{gaz}} = 1 - 1 - 2 = -2$: il y a diminution du nombre de moles de gaz au cours de la réaction dans le sens 1 donc le désordre diminue, ce qui est conforme au signe négatif de $\Delta_r S^\circ$.

2.4 Constante d'équilibre thermodynamique $K(T)$ à $T = 298^\circ\text{K}$. (1 point)

$$\Delta_r G^\circ = -RT \ln K(T)$$

$$\ln K(T) = - \frac{\Delta rG^\circ}{RT}$$

$$K(T) = e^{-\frac{\Delta rG^\circ}{RT}} \quad K(T) = e^{\frac{-(-24,6)10^3}{8,314 \times 298}}$$

$K(T) = 2,05 \times 10^4$ réaction quasi totale dans le sens 1.

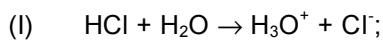
2.5 Influence sur l'état d'équilibre d'une augmentation de la température. (0.5 point)

D'après la loi de Le Chatelier, une augmentation de température favorisera la réaction endothermique qui absorbe de la chaleur : l'équilibre va donc évoluer dans le sens 2 de façon à s'opposer à l'augmentation de température que l'on veut lui faire subir.

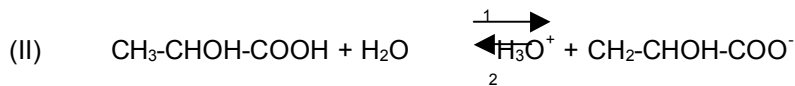
3. Dosage de l'acide lactique dans un mélange.

3.1 Réaction de l'acide chlorhydrique avec l'eau. (0.5 point)

acide fort réaction quasi totale



Réaction de l'acide lactique avec l'eau : acide faible.



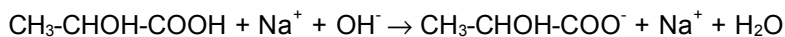
3.2 (0.75 point) La courbe pH métrique présente deux « sauts » de pH.

La présence de l'acide fort dans le milieu réactionnel entraîne la présence d'ions H_3O^+ : l'équilibre II est fortement déplacé dans le sens 2.

Les ions H_3O^+ provenant de l'acide chlorhydrique sont dosés les premiers :



Après la première équivalence E_1 , l'acide lactique va être dosé par l'hydroxyde de sodium :



3.3 Concentration C_{a1} de l'acide chlorhydrique. (1.5 point)

Au premier point d'équivalence E_1 : $n \text{H}_3\text{O}^+$ initial = $n\text{OH}^-$ ajouté

$$C_{a1}V_a = C_bV_{bE1} \text{ avec } V_{bE1} = 5 \text{ ml}$$

$$C_{a1} = \frac{C_b \times V_{bE1}}{V_a} \quad C_{a1} = \frac{0,1 \times 5 \cdot 10^{-3}}{10 \cdot 10^{-3}}$$

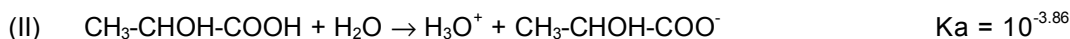
$$C_{a1} = 5,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$$

Au deuxième point d'équivalence E_2

$$C_{a2} = 7,00 \cdot 10^{-2} \text{ mol.L}^{-1}$$

3.4 pH initial du mélange d'acide. (1.25 point)

Équations des réactions :



On néglige les ions H_3O^+ provenant de (II) et (III) : la réaction (I) est la réaction prépondérante. L'acide fort impose son pH.

$$[\text{H}_3\text{O}^+] \approx [\text{Cl}^-] = C_{a1}$$

$$\text{pH} = -\log[\text{H}_3\text{O}^+] \text{ donc } \text{pH} = -\log C_{a1}$$

$$\text{pH} = -\log(5 \cdot 10^{-2}) \text{ donc } \text{pH} = 1,30$$

Conclusion : $pH < pK_a - 1 = 3.86 - 1 = 2.86$ et $pH < 6.5$ on pouvait donc négliger (II) et (III). La valeur de pH_i déterminée d'après le graphe est $pH_i \approx 1.30$ les deux valeurs sont donc concordantes.

4. *Mesure de la viscosité du lait.*

4.1 (1.5 point)

Système étudié : la bille ;

Référentiel terrestre supposé galiléen. Repère associé Oz.

Bilan des forces :

- Poids $\vec{P} = m \vec{g}$: point d'application G, direction verticale, sens : vers le bas.
- Poussée d'Archimède exercée par le lait : $F_A = -\rho V \vec{g}$ point d'application C confondu avec G, direction verticale et sens vers le haut.
- Force de frottement visqueux $F = 6\pi\eta r v$: point d'application G direction verticale dans le sens contraire à \vec{v} : vers le haut.

4.2 Relation entre t et L. (1.5 point)

D'après le théorème du centre d'inertie :

$$\vec{P} + \vec{F}_A + \vec{F} = m \vec{a}$$

Or entre A et B le mouvement rectiligne est uniforme : $\vec{a} = \vec{0}$

$$\vec{P} + \vec{F}_A + \vec{F} = \vec{0} \text{ la bille a atteint sa vitesse limite.}$$

Projection sur Oz

$$-P + F_A + F = 0$$

$$-\frac{4}{3} \pi r^3 \rho_B g + \frac{4}{3} \pi r^3 \rho g + 6\pi\eta r v_{lim} = 0$$

$$v_{lim} = \frac{4\pi r^3 g (\rho_B - \rho)}{3 \times 6\pi\eta r} = \frac{2r^2 g (\rho_B - \rho)}{9\eta}$$

Le mouvement étant rectiligne et uniforme :

$$L = v_{lim} t \text{ donc } v_{lim} = L/t$$

Donc

$$\frac{L}{t} = \frac{2r^2 g (\rho_B - \rho)}{9\eta} \text{ donc } t = \frac{9\eta L}{2r^2 g (\rho_B - \rho)}$$

4.3 Calcul du coefficient de viscosité dynamique η du lait . (1 point)

$$\eta = \frac{2r^2 g (\rho_B - \rho) t}{9L}$$

$$\text{A.N : } \eta = \frac{2(1.10^{-3})^2 \times 9.8(1050 - 1032)10}{9 \times 3.10^{-1}}$$

$$\eta = 1.31.10^{-3} \text{ Pa}\cdot\text{s}$$

5. *Pompage du lait.*

5.1 Débit volumique d'écoulement du lait. (0.75 point)

$$Q_v = \frac{V}{t} \quad Q_v = \frac{10010^{-3}}{5 \times 60} \quad Q_v = 3.3310^{-4} \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$$

5.2 Vitesse d'écoulement à la sortie du tuyau. (0.75 point)

$$Q_v = V_B S_B = V_B \times \frac{\pi d^2}{4} \quad V_B = \frac{4Q_v}{\pi d^2}$$

$$V_B = \frac{4 \times 3.3310^{-4}}{\pi \times 5^2 \times 10^{-4}} \quad V_B = 1.7010^{-1} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

5.3 vitesse de déplacement du lait dans la citerne.(0.5 point)

Le lait est un liquide incompressible, sa masse volumique est constante ; il y a conservation du débit volumique au cours de l'écoulement du lait :

$$Q_v = V_B S_B = V_A S_A \text{ d'où } V_A = \frac{Q_v}{S_A} \quad V_A = \frac{3.3310^{-4}}{10} = 3.3310^{-5} \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$\frac{V_A}{V_B} = \frac{3.3310^{-5}}{1.7010^{-1}} = 1.9610^{-4} \text{ donc } V_A \text{ est négligeable devant } V_B.$$

5.4 Perte de charge le long du tuyau. (0.5 point)

$$J = j \times L \quad J = -2.10^{-1} \text{m}.$$

5.5 Puissance hydraulique de la pompe. (1 point)

Hypothèses :

- Le lait est un liquide incompressible $\rho = \text{constante}$.
- Le régime permanent d'écoulement est atteint.

On applique le théorème de Bernoulli généralisé entre les points A et B, le long d'une ligne de courant :

$$\left(\frac{P_B}{\rho g} + \frac{V_B^2}{2g} + z_B \right) - \left(\frac{P_A}{\rho g} + \frac{V_A^2}{2g} + z_A \right) = \frac{Ph}{\rho g Q_v} + J$$

Or $P_B = P_A = P_0$: pression atmosphérique.

Et $V_A \approx 0 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

$$\frac{V_B^2}{2g} + z_B - z_A = \frac{Ph}{\rho g Q_v} + J$$

$$Ph = \rho g Q_v \cdot \left(\frac{V_B^2}{2g} + z_B - z_A - J \right)$$

$$Ph = 1032 \times 9.81 \times 3.3310^{-4} \left(\frac{(1.7010^{-1})^2}{2 \times 9.81} + 8.10^{-1} + 4 + 2.10^{-1} \right)$$

$$Ph = 168 \text{W}$$

5.6 Rendement de la pompe. (0.5 point)

Le moteur qui entraîne la pompe fournit une puissance $P_m = 20 \text{W}$

$$r = \frac{Ph}{P_m} \quad r = \frac{168}{20} = 8.8310^{-1} \quad r = 84.3\%$$

Biochimie - Biologie

(Durée : 4 h Coefficient 5)

LA FABRICATION D'UN FROMAGE

Le diagramme de fabrication des fromages à pâte pressée cuite est présenté en annexe 1. La maturation d'un fromage et ses qualités organoleptiques découlent en grande partie des propriétés des divers organismes présents dans le lait, et ajoutés au lait (les levains). La maturation des fromages à pâte cuite tels l'emmental, le comté, dépend de l'association de deux fermentations:

- fermentation lactique après emprésurage,
- fermentation propionique en cave d'affinage. Une fermentation accidentelle, nuisible à la qualité des fromages à pâte cuite peut se manifester: la fermentation butyrique

BIOCHIMIE (50 points)

1. Transformation de la caséine (14 points)

Grâce à leur équipement enzymatique les bactéries lactiques peuvent dégrader la caséine du lait en peptides, qui donneront à leur tour les composés précurseurs des molécules aromatiques: amines, acides cétoniques, aldéhydes... (annexe 2).

1.1. Quelle est la nature chimique de la caséine ?

1.2. Construire un dipeptide formé de deux acides aminés différents en en précisant les différentes fonctions chimiques et les liaisons.

1.3. Quelle est l'action:

- d'une endopeptidase ?
- d'une amino peptidase ?
- d'une carboxypeptidase ?

1.4. Écrire les équations de réaction de désamination oxydative et de décarboxylation d'un acide aminé.

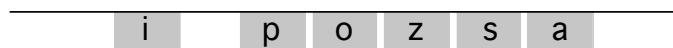
2. Fermentation lactique par *Streptococcus thermophilus* (15 points)

Les bactéries lactiques hydrolysent le lactose grâce à une β -galactosidase. Le galactose produit est excrété vers le milieu extracellulaire et seul l'autre composé subira la glycolyse.

2.1. Écrire la formule développée du lactose et celles des composés d'hydrolyse.

2.2. La β -galactosidase, enzyme inductible, est présente ordinairement à l'état de traces dans la cellule bactérienne. Le gène de structure de cette enzyme appartient à l'opéron lactose. Celui-ci est constitué d'un gène régulateur (i), d'un gène promoteur (p), d'un gène opérateur (o) et de trois gènes de structure (z, s et a).

Le gène z code pour la β -galactosidase; le gène s code pour la β -galactoside perméase et le gène a code pour la β -galactoside transacétylase.



Expliquer le mécanisme de l'induction.

2.3. La caséine a un pI (point isoélectrique) de 4,65. Définir le pI et indiquer la conséquence de l'acidification d'un lait par production d'acide lactique.

3. Fermentation propionique (5 points)

Elle aboutit à la formation de 2 acides (acide propionique et acide éthanoïque).

En utilisant les schémas A et B de l'annexe 3, écrire l'équation du bilan moléculaire de cette fermentation de façon à avoir égalité de consommation et de production de $\text{NADH} + \text{H}^+$.

Le bilan en ATP n'est pas demandé.

4. Dosage du L-Lactate dans l'emmental au démoulage (16 points)

La teneur en L(+) lactate renseigne sur l'activité métabolique de la flore lactique utilisée. *Streptococcus thermophilus* produit exclusivement du lactate L(+). Au démoulage la teneur en L(+) lactate est voisine de 750 mg pour 100 g; en fin d'affinage la teneur est de 100 à 400 mg pour 100 g.

Le principe du dosage est le suivant:

À partir d'emmental, après démoulage, on prépare une solution à doser (S) par homogénéisation de 1 gramme de fromage râpé, dans de l'eau distillée; puis on complète à 100 mL dans une fiole jaugée.

Le lactate est oxydé en pyruvate par la L-LDH (lactate deshydrogénase); la réaction est rendue totale par la présence d'un excès de L-glutamate et d'ALAT = alanine amino transférase.

On procède selon le tableau suivant:

	TÉMOIN	ESSAI
Solution réactionnelle en cm ³		
- Tampon glycyl-glycine pH = 10,0	5	5
- acide L-glutamique		
- NAD ⁺		
Solution à doser S (cm ³)	0,1	0,1
Suspension LDH et ALAT (cm ³)		0,1
Eau distillée	0,1	

Mélanger et incuber 15 min à 27°C..

Les absorbances sont lues contre l'air à 340 nm : A₁ (témoin) = 0,320 A₂ (essai) = 0,420

4.1. Ecrire les équations correspondant à ce dosage.

4.2. Expliquer le rôle du pH10, le choix de la longueur d'onde, et la variation de l'absorbance.

4.3. Calculer la concentration d'acide lactique en mole par litre de solution préparée S.

4.4. En déduire la teneur de l'échantillon en mg d'acide lactique pour 100 g d'emmental; comparer avec la teneur en acide lactique après affinage, expliquer cette différence.

4.5. La teneur en acide lactique est souvent exprimée en mg d'acide lactique pour 100 g de matière sèche non grasse = ESD (extrait sec dégraissé).

Donner la teneur en L(+) lactate en mg pour 100 g ESD.

Données : NADH : $\epsilon_{340\text{ nm}} = 6\,300\text{ cm}^{-1}\cdot\text{mol}^{-1}$

Masse molaire de l'acide lactique = 90,01 g.mol⁻¹

Extrait sec dégraissé: 32 %

MICROBIOLOGIE (46 points)

I. Fermentation lactique (12 points)

Les principales bactéries lactiques utilisées lors de la fabrication de fromages à pâte pressée cuite sont:

Streptococcus thermophilus

Lactobacillus helveticus

Lactobacillus delbrückii subsp. *lactis*

Ces germes à Gram positif, acapsulés et asporulés, sont thermophiles et homolactiques.

1.1. Définir les termes " thermophiles" et " homolactiques".

1.2. Ces bactéries transportent le lactose dans leur cytoplasme par un système actif.

1.2.1. Réaliser un schéma de l'architecture moléculaire de la membrane plasmique et de la paroi des bactéries à Gram positif (aucune structure détaillée des constituants n'est demandée).

1.2.2. Préciser les caractéristiques d'un transport actif.

2. Fermentation propionique (8 points)

Cette fermentation est assurée par *Propionibacterium freudenreichii* subsp *shermanii*.

Les études de croissance montrent que *Propionibacterium freudenreichii* est un germe hétérotrophe qui exige la présence de biotine et d'acide pantothénique dans le milieu de culture.

2.1. Donner la définition du terme hétérotrophe.

2.2. Comment appelle-t-on une substance telle que la biotine ? En donner une définition précise.

2.3. Comment qualifier le comportement nutritionnel de *Propionibacterium freudenreichii* vis à vis de la biotine et de l'acide pantothénique ?

3. Fermentation butyrique (10 points)

L'utilisation de fourrages ensilés pour l'alimentation des vaches laitières peut entraîner la contamination du lait par des spores de *Clostridium tyrobutyricum*.

La présence d'un certain nombre de spores peut induire un gonflement anormal des fromages consécutif à la production d'acide butyrique et de gaz (H_2 , CO_2)

3.1. Faire un schéma légendé montrant l'ultrastructure d'une spore libre.

3.2. Énoncer les propriétés des spores bactériennes.

3.3. Quel est le devenir des spores présentes au cours de la fabrication du fromage ? Préciser et justifier la réponse.

4. Fabrication industrielle (20 points)

La qualité des produits fromagers repose à la fois sur la qualité microbiologique du lait utilisé et sur l'emploi de levains sélectionnés. Ces levains doivent, en particulier, être résistants aux bactériophages présents dans le milieu de culture (lait).

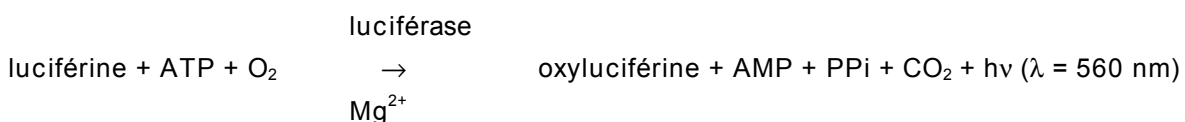
4.1. Définir un bactériophage.

4.2. La détection des bactériophages peut se réaliser par une technique rapide: dosage d'ATP par bioluminescence.

Le dosage d'ATP permet d'évaluer la biomasse cellulaire en reposant sur trois principes de base:

- tous les organismes vivants contiennent un taux constant d'ATP,
- l'ATP n'est jamais présent dans les cellules mortes,
- l'ATP peut être extrait facilement et dosé de manière précise.

Le système bioluminescent classique est celui de la luciole (*Photinus pyralis*) utilisant le complexe luciférine-luciférase.



4.2.1. Quelle relation peut-on établir entre la teneur en ATP et la bioluminescence ?

4.2.2. L'activité des bactériophages peut être révélée expérimentalement par le suivi de la croissance de souches bactériennes issues de ferments industriels :

- souche de streptocoques S1 cultivée sur milieu M17: culture S1a,
- souche de streptocoques S1 cultivée sur milieu M17 et contaminée au temps $t = 3 \text{ h } 30$. durant la phase exponentielle,, par le bactériophage $\Phi 1$ culture S1b
- souche de streptocoques lysogènes S2 cultivée sur milieu M17: culture S2a,
- souche de streptocoques lysogènes S2 cultivée sur milieu M17 en présence de mitomycine (MC) culture S2b.

L'annexe 4 présente les résultats des courbes de croissance obtenues par dosage de l'ATP.

4.2.2.1. Donner l'allure générale d'une et nommer les différentes phases. Délimiter et nommer les différentes phases.

4.2.2.2. Commenter la courbe de croissance obtenue avec le témoin de croissance (annexe 4, figure I).

4.2.2.3. Préciser l'activité du bactériophage $\Phi 1$ ainsi mise en évidence; justifier la réponse.

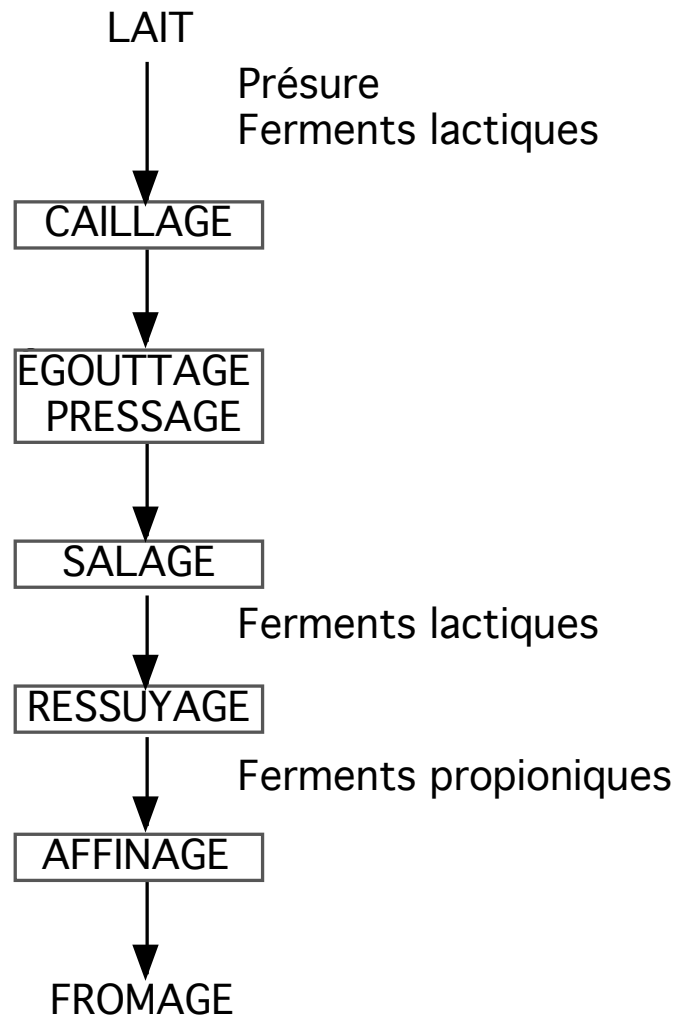
Comment peut-on qualifier le bactériophage $\Phi 1$?

4.2.2.4. Définir une souche lysogène .

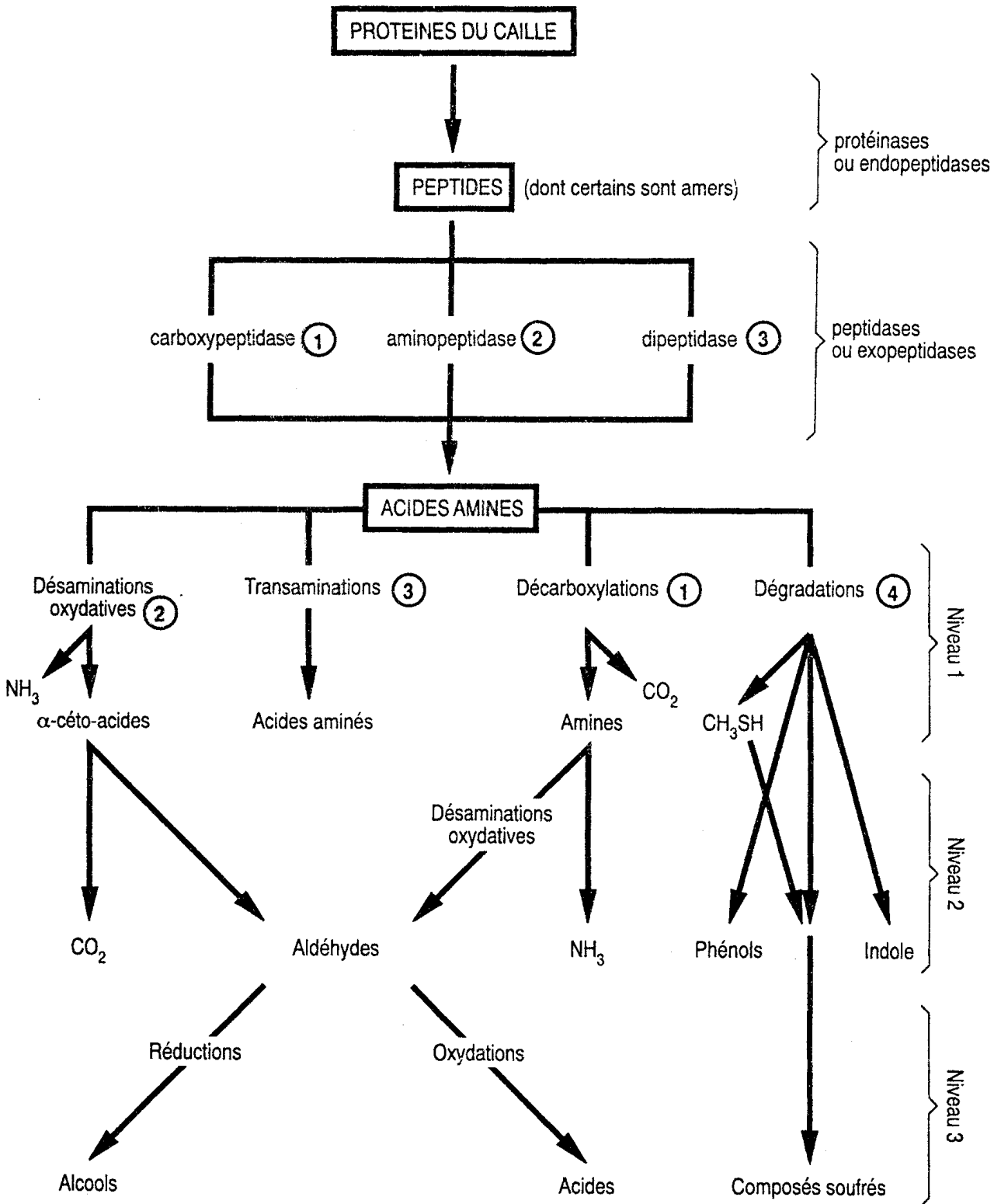
Comparer les résultats obtenus lors de la croissance de S2 en absence et en présence de mitomycine (annexe 4, figure 2).

Expliciter précisément les événements produits chez S2 en présence de mitomycine.

Annexe 1 : fabrication de fromage à pâte pressée cuite

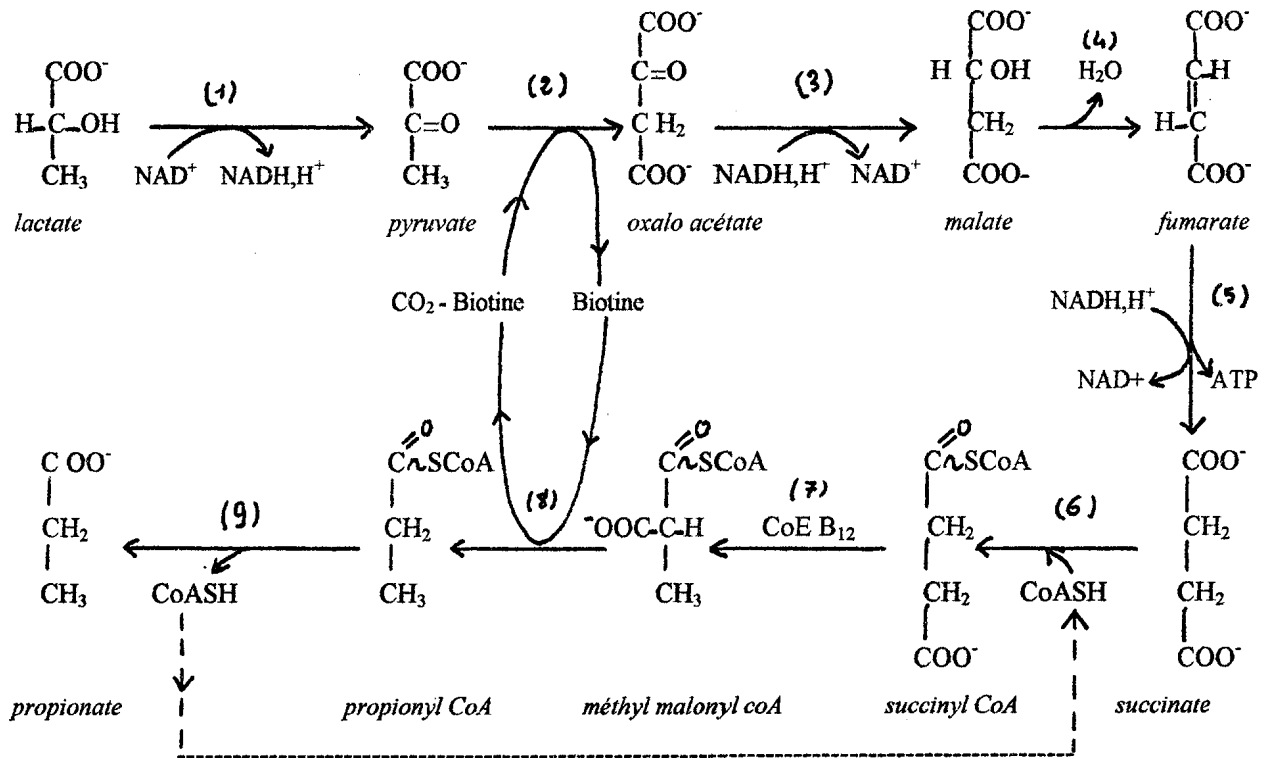


Annexe 2 : principales voies de dégradation des protéines du caillé au cours de l'affinage des fromages (HEMME et al. 1982)



Annexe 3 :

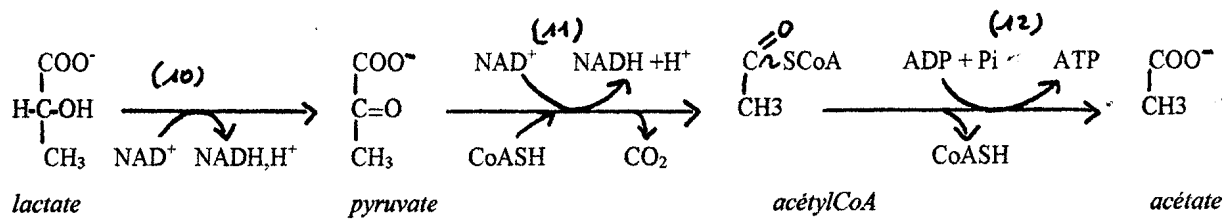
SCHEMA (A)



La réaction (5) catalysée par un complexe membranaire « la fumarate réductase et $\text{NADH}+\text{H}^+$ » s'accompagne de la synthèse d'une mole d'ATP.

Cette fermentation consomme plus de $\text{NADH}+\text{H}^+$ qu'elle en produit, ceci est compensé par l'oxydation d'une mole de lactate en acétate selon le schéma suivant :

SCHEMA (B)



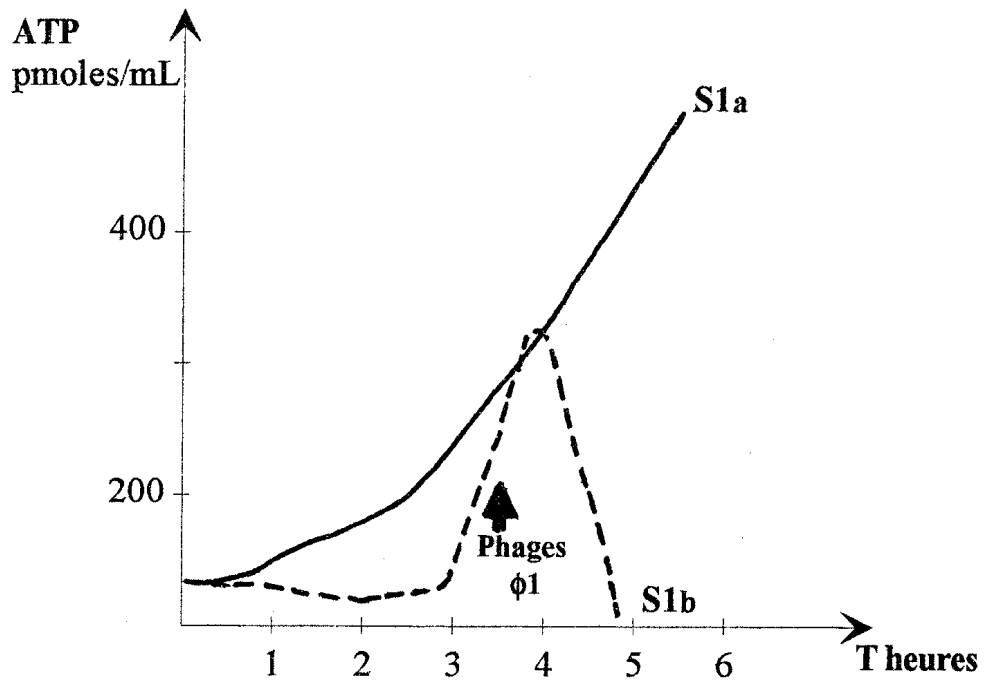


Figure 1: S1_a : témoin de croissance mesurée par dosage d'ATP
 S1_b : action des bactériophages φ1 mesurée par dosage d'ATP

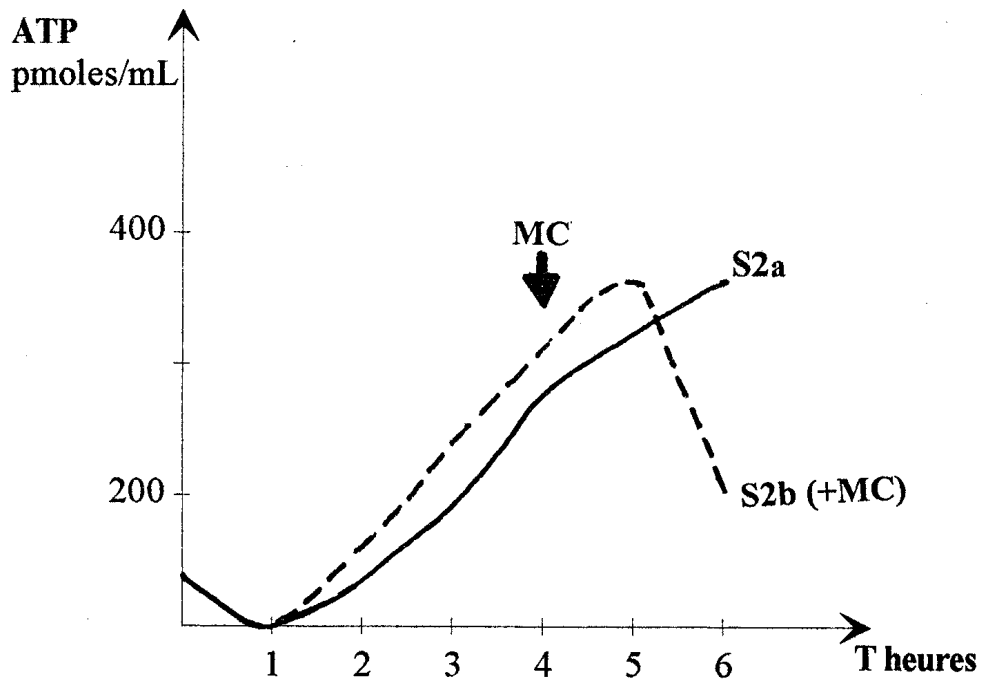


Figure 2: S2_a : témoin de croissance mesurée par dosage d'ATP
 S2_b : action de la mitomycine sur la croissance de S2 mesurée par dosage d'ATP
 MC: Mitomycine

4.4 : (4 points) 100ml de S contiennent 1 g d'emmental ; pour 100 g d'emmental il y a 743 mg d'acide lactique.

Après affinage il en reste moins car la fermentation propionique a utilisé le lactate.

4.5 : (2 points) 2321,9 mg d'acide lactique.

MICROBIOLOGIE (50 points)

1. Fermentation lactique (12 points)

1.1: (4 points) thermophiles: germes dont la température optimale de croissance est $\geq 45^{\circ}\text{C}$.

homolactiques: germes produisant principalement de l'acide lactique par fermentation

1.2: (8 points)

1.2.1: (5 points) Schéma légendé de la paroi d'un Gram + et de la membrane cytoplasmique.

1.2.2: (3 points) Besoin d'énergie, besoin de peméases spécifiques, contre le gradient de concentration.

2. Fermentation propionique (7 points)

2.1: (2 points) hétérotrophe: germe qui exige une source de carbone organique

2.2: (3 points) biotine = facteur de croissance c'est à dire une substance organique indispensable à la croissance d'un micro-organisme qui est incapable de la synthétiser.

2.3: (2 points) germe auxotrophe .

3. Fermentation butyrique (11 points)

3.1: (4 points) Schéma légendé montrant les différentes enveloppes: tuniques, cortex, paroi sporale , membrane sporale, cytoplasme, ADN.

3.2:(3 points) thermorésistance; résistance aux agents physico-chimiques à citer.....

3.3: (4 points). Le lait présente des conditions nutritionnelles et un degré d'humidité, favorables à la germination des spores puis à la division des bactéries néoformées. Reprise des activités métaboliques: fermentation butyrique en particulier.

4. Production industrielle (20 points)

4.1: (1 point) virus qui parasite une bactérie

4.2:

4.2.1 (2 points) l'équation donnée montre qu'il y a proportionnalité entre la bioluminescence et la concentration d'ATP :($h\nu = k [ATP]$)

4.2.2: (17 points)

4.2.2.1: (4 points) latence; accélération; exponentielle; ralentissement; stationnaire; déclin.

4.2.2.2: (2 points) [ATP] varie avec la croissance bactérienne : latence, accélération exponentielle où la [ATP] ↗ régulièrement.

4.2.2.3: (3 points) L'ajout de bactériophages $\phi 1 \rightarrow$ rapidement \searrow [ATP] \rightarrow lyse des bactéries. Bactériophage lytique ou virulent.

4.2.2.4: (8 points) Une bactérie lysogène est une bactérie porteuse d'un prophage (ADN d'un bactériophage tempéré intégré dans le chromosome bactérien).

En absence de mitomycine, on observe une croissance normale de S2.

En présence de mitomycine : \searrow [ATP] \rightarrow lyse des bactéries \rightarrow rupture de la lysogénie et amorçage d'un cycle lytique.

- bactérie avec prophage dans le chromosome
- mitomycine = agent inducteur, transforme le prophage en phage végétatif lequel entame un cycle lytique à décrire.

Étude de la fabrication des yaourts

Les yaourts ont connu un développement spectaculaire dans les années 1970-80. Ainsi aux yaourts traditionnels dits «fermes» sont venus s'ajouter selon le goût les yaourts sucrés, aux fruits, au miel, à la confiture, aromatisés, ou selon la texture, les yaourts brassés, «à boire».

1. Étude de quelques matières premières pouvant entrer dans la composition du yaourt (4 points)

1.1. Lait

- 1.1.1. Les protéines laitières sont très importantes dans la fabrication de produits fermentés. Donner le nom des principales classes de protéines.
- 1.1.2. Les protéines associées à d'autres molécules forment une organisation particulière. Présenter celle-ci par un schéma légendé simple.
- 1.1.3. Les protéines laitières ont une bonne valeur biologique ainsi qu'un bon coefficient d'utilisation digestif. Après avoir donné la signification de ces termes, justifier cette affirmation.

1.2. Sucre

- 1.2.1. Le terme « sucre » est employé couramment. Préciser la structure chimique du « sucre », sans utiliser de formule chimique.
- 1.2.2. Le « sucre » est utilisé dans le yaourt pour son pouvoir sucrant. Définir ce terme.
- 1.2.3. Différentes formes physiques de « sucre » sont utilisées dans l'industrie du yaourt. Donner trois exemples.

1.3. Fruits

La production de yaourts aux fruits s'est développée avec l'amélioration de la conservation des fruits.

- 1.3.1. Donner la définition du fruit au sens botanique du terme.
- 1.3.2. La qualité des fruits à la récolte dépend de plusieurs facteurs. Citer trois de ces facteurs en expliquant leur effet à l'aide d'exemples.
- 1.3.3. Un des problèmes de la conservation des fruits est le brunissement. Donner les substances responsables de ce phénomène. Citer au moins deux exemples de techniques employées pour le prévenir.

2. Étude du procédé de fabrication (3 points)

La législation ainsi que le procédé de fabrication des yaourts peuvent varier selon le pays (souches employées, temps de fermentation, produits ajoutés...).

2.1. Yaourt

Citer les critères permettant la conformité à la législation française de l'appellation «yaourt»

La composition qualitative d'un «yaourt» canadien est présentée ci-dessous. Discuter cette composition.

Composition d'un yaourt canadien		
Ingrédients	Information nutritionnelle pour 100 g de produit:	
Substances lactiques	Énergie	390 kJ
Sucre	Protéines	3,8 g
Myrtilles	Matière grasse	1,5 g
Culture bactérienne active	Glucides	16 g
Gélatine		
Arômes naturels		
Pectine		
<u>À consommer avant le «31 mai 1999»</u>		

2.2. Diagramme de fabrication Le diagramme de fabrication des yaourts est présenté en ANNEXE 1.

2.2.1. Ajout de caséine et de fruits. Justifier l'ajout de caséine pour certains yaourts. Pour les yaourts fluides aux fruits, justifier le moment de l'ajout de fruits.

2.2.2. Fermentation

Détailler les étapes de la fermentation en expliquant le rôle particulier de chaque souche.

3. Qualité du produit fini (3 points)

3.1. Evolution du produit

3.1.1. Accidents de production

Un certain nombre d'accidents de production sont possibles pour le yaourt.

Indiquer l'origine possible des accidents suivants :

- amertume
- trop d'acidité
- manque de fermeté (pour le yaourt traditionnel)

3.1.2. Date limite de consommation

Justifier la mention, apparaissant sur le produit, de «à consommer avant le 31.05.99».

3.2. Contrôles

Le diagramme de fabrication proposé en ANNEXE 1 représente la fabrication des yaourts fermes et brassés.

Comparer les deux produits et justifier l'enchaînement des opérations unitaires.

Indiquer et justifier les différents contrôles mis en œuvre pour chacune des opérations unitaires ou matières premières marquées d'un astérisque sur l'ANNEXE 1.

Étude de la fabrication du sucre

1. Présentation générale des différentes étapes.

Le diagramme de fabrication du sucre peut être représenté par le schéma donné en ANNEXE 2. Justifier succinctement chacune des étapes de ce diagramme.

2. Extraction.

2.1. Titrer et légèrer le schéma simplifié d'extracteur représenté en ANNEXE 3. Décrire sommairement son fonctionnement.

2.2. L'extracteur traite 150 tonnes de betteraves, dont la teneur en sucre est de 15 %, en une heure avec un rendement de 93 %. On obtient 180 tonnes de jus par heure.

2.2.1. Quelle masse de sucre obtient-on à partir de 500 tonnes de betteraves ? Quel est le brix du jus obtenu ?

2.2.2. La vitesse de défilement du tapis est de 65 centimètres par minute. Quel serait l'effet d'une diminution de cette vitesse ?

2.2.3. Quelle serait la modification du NUT (nombre d'unités de transfert) si on traitait 100 tonnes de betteraves par heure ? On précisera ce que représente le NUT.

Données :

$$\text{NUT} = \frac{C1 - C2}{\Delta C_m}$$

Masse de soluté extraite par unité de temps = $k A \Delta C_m = k'V (C1 - C2)$

Avec:

C1 et C2 Concentrations de soluté dans la phase solide à l'entrée et à la sortie

ΔC_m différence moyenne logarithmique des concentrations entre le jus et la phase solide

k coefficient global de transfert

k' proportion du volume de la phase solide contenant le soluté

\dot{V} débit volumique de la phase solide

3. Évaporation

L'évaporation est réalisée par des évaporateurs à flot tombant.

3.1. Que signifie le terme «flot tombant» ?

3.2. L'installation, qui comprend trois évaporateurs, est schématisée en ANNEXE 4. Décrire le fonctionnement de cette installation en précisant l'évolution de la température et de la pression dans chacun des effets.

3.3. Les paramètres enregistrés au niveau de l'un de ces évaporateurs, sont les suivants :

Jus	débit brix température chaleur spécifique	22 tonnes à l'heure 13 % 66 °C 3,7 kJ.kg ⁻¹ .°C ⁻¹
Sirop	brix température chaleur spécifique	38 % 69 °C 2,5 kJ.kg ⁻¹ .°C ⁻¹
Vapeur de travail	débit température enthalpie massique	15 tonnes par heure 74 °C 2600 kJ.kg ⁻¹
Condensat vapeur de travail	température	72 °C
Vapeur retirée au jus	Température enthalpie massique	68 °C 2500 kJ.kg ⁻¹

Calculer la capacité évaporatoire.

Établir le bilan enthalpique et déterminer le rendement thermique.

Sachant que la surface d'échange (A) est de 1100 m², calculer le coefficient global de transfert de chaleur (U).

Données:

chaleur spécifique de l'eau 4,18 kJ. kg⁻¹.°C⁻¹

quantité de chaleur échangée par unité de temps = U A ΔTm

$$\Delta T_m \text{ (différence moyenne de température)} = \frac{\Delta T_B - \Delta T_A}{\ln\left(\frac{\Delta T_B}{\Delta T_A}\right)}$$

avec ΔT_B différence de température à l'entrée

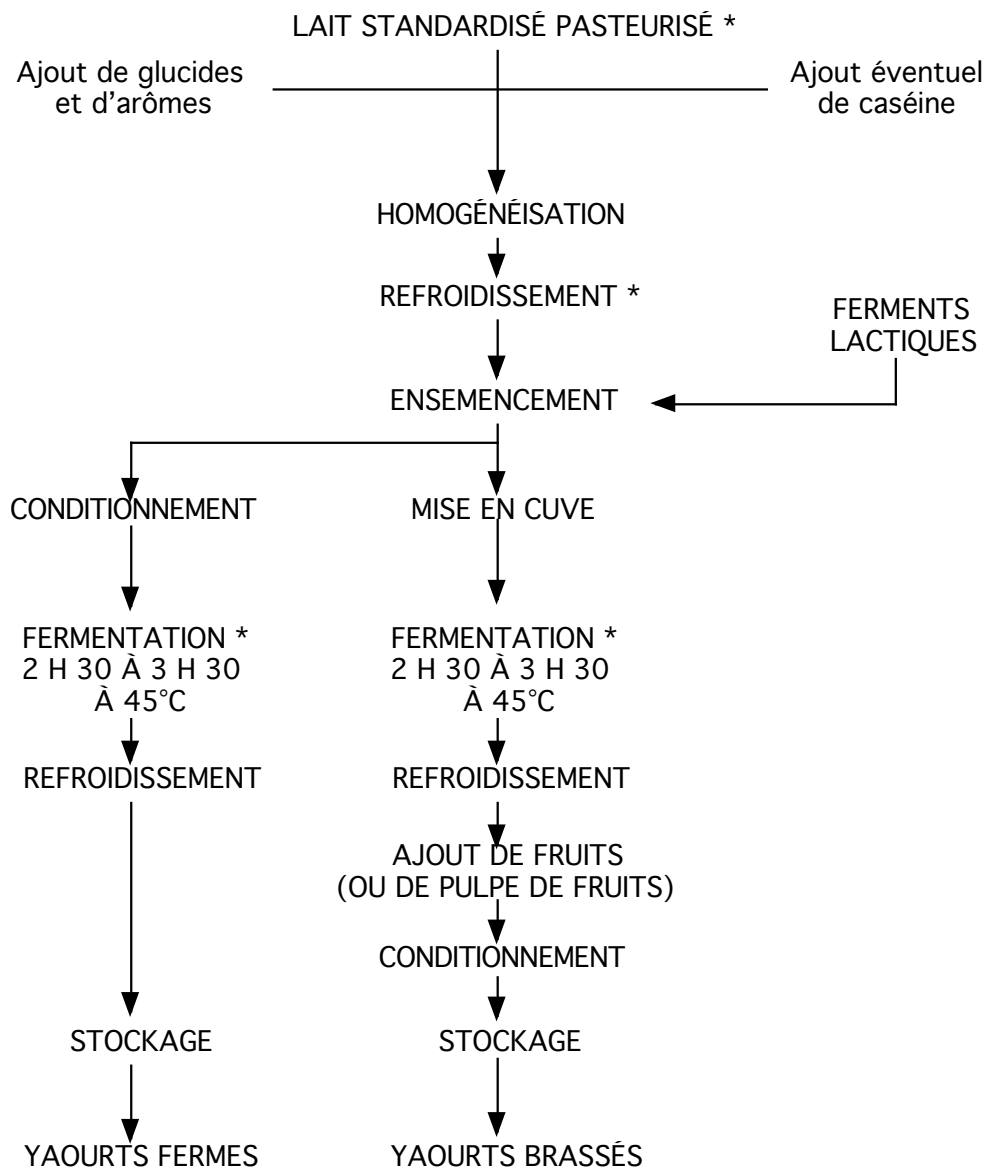
4. Cristallisation

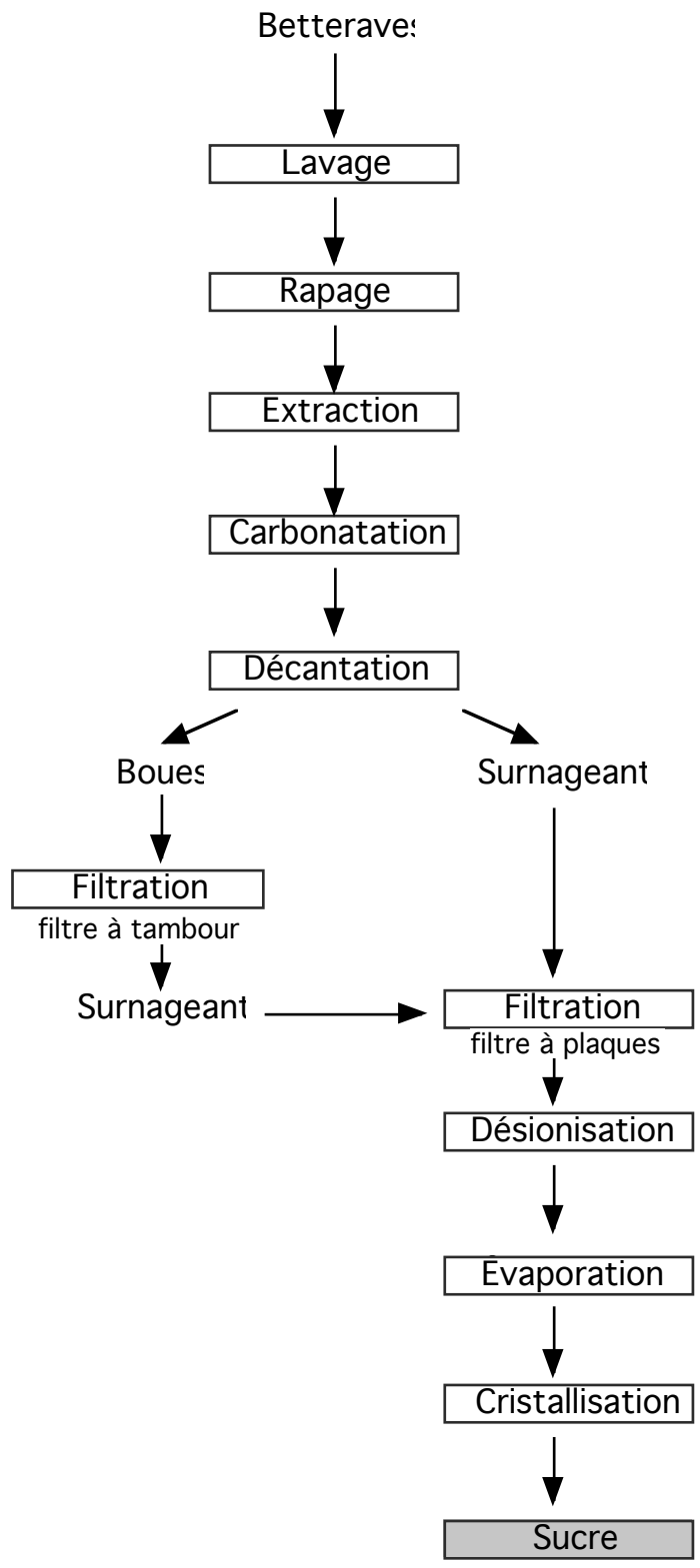
La conduite de la cristallisation peut être résumée par les étapes suivantes:

- chauffage du sirop et évaporation sous vide (formation du pied de cuite)
- ajout de très fins cristaux de sucre (grainage),
- évaporation (cuite),
- essorage,
- lavage (clairçage).

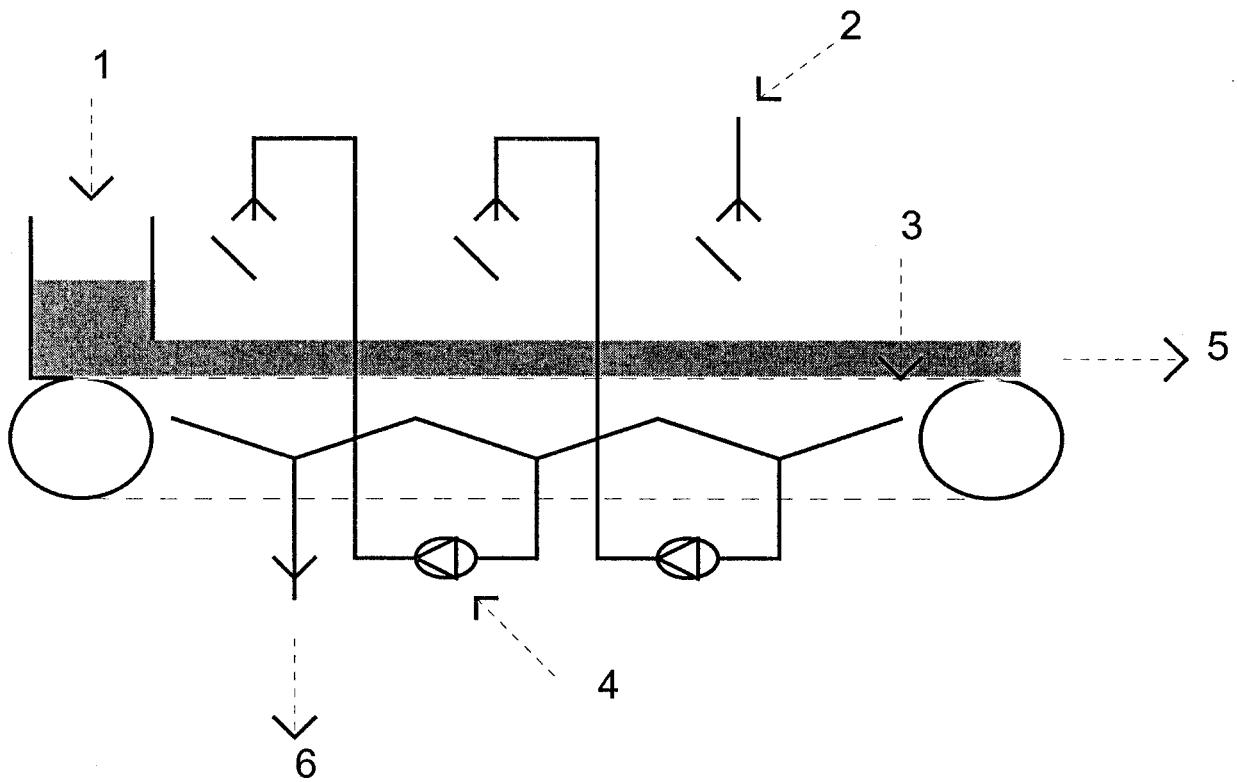
À l'aide des données figurant en ANNEXE 5, expliquer et justifier chacune de ces étapes.

Annexe 1

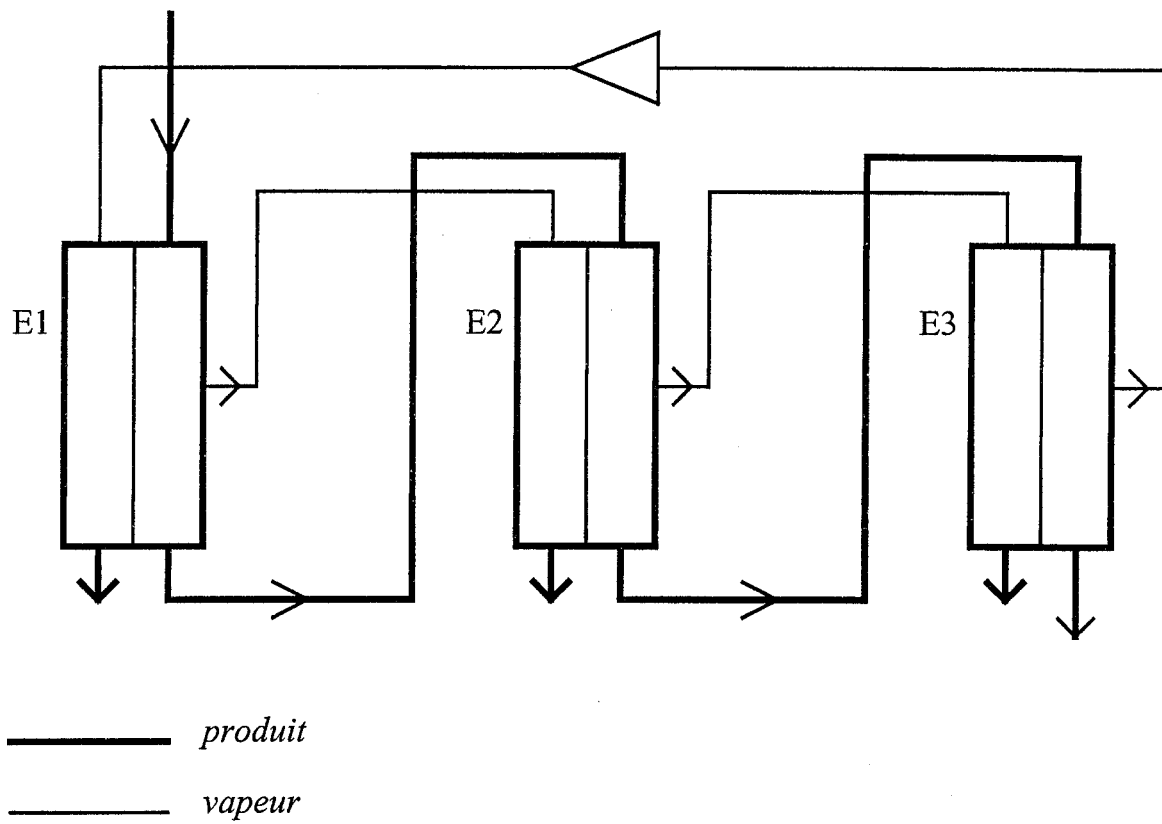


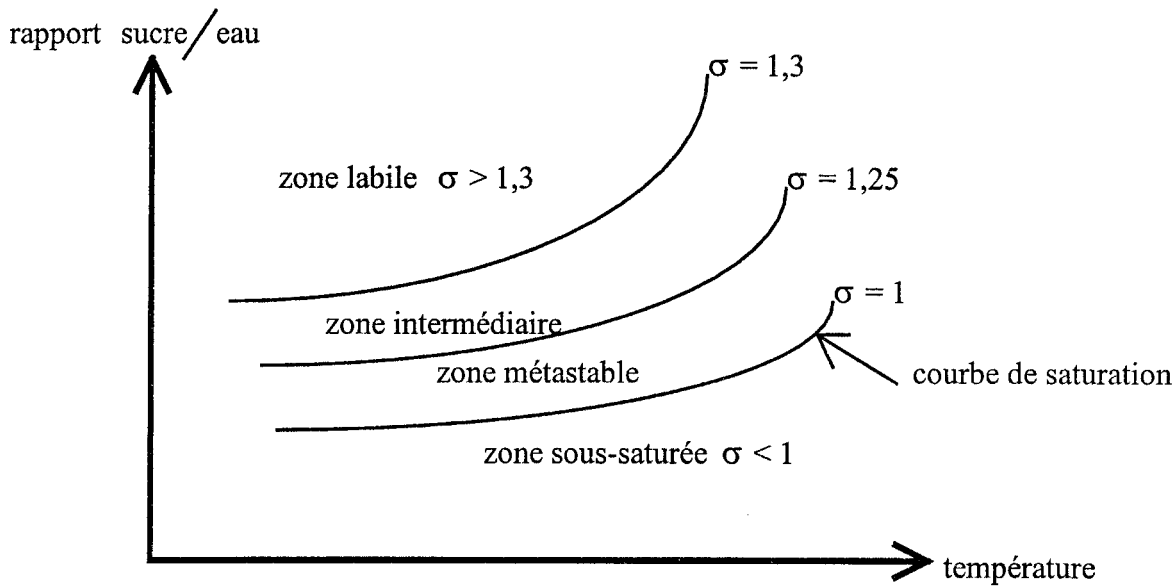


Annexe 3 (à rendre avec la copie)



Annexe 4





Dans la zone métastable, il n'y a pas formation spontanée de cristaux mais si on ajoute de petits cristaux à la solution, ils grossissent.

Dans la zone labile, il y a formation spontanée de cristaux.

$$\sigma \text{ (sursaturation)} = \frac{\text{sucre/eau à la température } \theta}{\text{sucre/eau à saturation, à la température } \theta}$$

ÉLÉMENTS DE CORRIGÉ Sciences des aliments

1. Étude de quelques matières premières pouvant entrer dans la composition du yaourt (4 points)

1.1. Lait

1.1.1. caséines.

albumine, (lactalbumine, sérum albumine), globulines (β lactoglobuline, immunoglobulines lactotransferrine, etc.) enzymes (lipases, phosphatase alcaline, lactoperoxydase, etc.).

1.1.2. Schéma de micelles.

1.1.3. Valeur biologique : les protéines du lait contiennent tous les acides aminés indispensables en proportion satisfaisante.

Coefficient d'utilisation digestif : les protéines sont facilement hydrolysées par le tube digestif. Les acides aminés et peptides passent en majeure partie la paroi intestinale et sont métabolisés.

1.2. Sucre

1.2.1. Saccharose (glucose-fructose)

1.2.2. Le pouvoir sucrant reflète la sucrosité et se définit à partir d'une solution de concentration déterminée de saccharose qui est la référence égale à 1 à 20°C.

1.2.3. Sucre cristallisé blanc, sucre liquide ou sirop de sucre, caramel, vergeoise, cassonade..

1.3. Fruits

1.3.1. Structure de la plante qui au stade de la maturité contient la graine.

1.3.2. Variété, engrais utilisés, conditions climatiques, mode de culture, état de maturité.

1.3.3. Diverses molécules dans le cas du brunissement non enzymatique (réaction de Maillard) et Molécules cycliques (phénols) /+ enzyme (polyphénol oxydase) dans le cas du brunissement enzymatique.

Inactivation des enzymes par la chaleur, addition de composés réducteurs, immersion des fruits dans un bain salé ou sucré, acidification à l'acide citrique, désoxygénation, traitement à l'anhydride sulfureux, ionisation.

2. Étude du procédé de fabrication (3 points)

2.1. Yaourt

La dénomination yaourt ou yoghourt est réservée au lait fermenté obtenu, selon les usages loyaux et constants, par le développement des seules bactéries lactiques. *Lactobacillus bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus*, qui doivent êtreensemencés simultanément et se trouvent vivantes dans le produit mis en vente. (La quantité d'acide lactique ne doit pas être inférieure à 0,8 g/100 g lors de la vente au consommateur).

Le lait de départ peut être partiellement ou totalement écrémé, plus ou moins concentré par évaporation ou par addition de lait en poudre. Les produits suivants peuvent être ajoutés à diverses étapes de la fabrication :

- sucre (saccharose) ;
- matières colorantes autorisées ;
- matières aromatiques naturelles ;
- pulpes ou jus de fruits, miel ou confitures à la condition que le lait fermenté proprement dit entre au moins dans une proportion de 70% du produit mis en vente.

Commentaire sur le yaourt canadien :

La composition est peu précise ;

La culture bactérienne est active, on peut considérer que les souches sont correctes sans plus de précision ;

La gélatine et la pectine ne sont pas autorisées en France pour le yaourt ;

Les fruits et le sucre sont autorisés.

2.2. Diagramme de fabrication

2.2.1. Ajouts de produits divers

La caséine permet d'augmenter la matière sèche.

L'ajout de fruits se fait après fermentation car perturbation de la fermentation si faite avant.

2.2.2. Fermentation

La fermentation correspond à la phase d'acidification.

C'est la dégradation du lactose en acide lactique par les bactéries lactiques.

Fermentation :

Les Streptocoques fermentent le lactose du lait qui est à pH 6,6 au départ. La production d'acide lactique abaisse le pH, autour de 5,5 puis les *Lactobacillus* fermentent le lactose et produisent du diacétyle (arôme). A pH 4,2, ils sont les seuls à fermenter (pH d'un bon yaourt : 4,2 - 4,3).

3 Qualité du produit fini (3 points).

3.1. Evolution du produit

3.1. 1. Accidents de production

- amertume : trop longue conservation, activité protéolytique trop forte, contamination.
- trop d'acidité : mauvaise conduite de la fermentation, problème de température lors de la conservation.
- manque de fermeté : ensemencement trop faible, mauvaise fermentation (temps/température) matière sèche trop faible...

3.1.2. Date limite de consommation = écart date de fabrication - date de consommation.

Produits frais stabilisé par le pH acide et la réfrigération donc DLC.

3.2 Contrôles.

- Conditionnement avant ou après fermentation suivant le type de yaourt + justification.
- Contrôles justifiés.

1. (3 points)

- Lavage: nettoyage des betteraves (élimination de la terre essentiellement)
 Rapage: préparation à l'extraction, augmentation de la surface d'échange
 Extraction : passage du sucre de la betterave au solvant d'extraction
 Carbonatation : chaulage (CaO) et barbotage (CO₂) pour faciliter la formation d'agglomérats d'impuretés
 Décantation : séparation de la suspension en deux phases : les boues et le surnageant
 Filtration (tambour) : traitement des boues : élimination des sédiments
 Filtration (filtre à plaques) : traitement des surnageants de décantation et de filtration sur tambour élimination des fins sédiments
 Désionisation : décalcification du sirop de sucre (le calcium issu de la carbonatation entartretrait les évaporateurs)
 Évaporation : concentration du sirop de sucre par élimination d'eau
 Cristallisation : transformation du sucre en cristaux qui seront essorés et lavés.

2. (7points)

2.1 : Les betteraves circulent sur un tapis métallique perforé. Une série de rampes d'arrosage déverse le solvant d'extraction (eau) de concentration décroissante en sucre, la dernière délivrant du solvant pur. Le jus ayant traversé la couche est recueilli dans une trémie et repris par une pompe pour alimenter la rampe située en amont. L'extraction est ainsi effectuée entièrement à contre-courant, le jus, ayant la concentration en sucre la plus élevée, étant recueilli à partir de la première trémie.

2.2.

2.2.1.

$$\text{Masse de sucre obtenue} = 500 \times \frac{15}{100} \times \frac{93}{100} = 69.75 \text{ tonnes}$$

$$\text{Masse de jus obtenu} = \frac{180 \times 500}{150} = 600 \text{ t}$$

$$\text{Brix} = \frac{69.75 \times 100}{600} = 11.6\%$$

2.2.2. Une diminution de la vitesse du tapis augmente le temps de séjour des betteraves sous les rampes et, si on ne modifie pas le débit d'alimentation en solvant, une augmentation du soutirage. On a un rendement d'extraction plus élevé.

2.2.3. Le NUT représente l'efficacité de l'extraction

$$k A \Delta C_m \quad k' V (C_1 - C_2)$$

$$\frac{kA}{k'V} = \frac{C_1 - C_2}{\Delta C_m} = \text{NUT}$$

Si le débit massique diminue, le débit volumique diminue donc le NUT augmente.

3. (7points)

3.1. Un évaporateur à flot tombant est un évaporateur alimenté par le haut, le liquide à évaporer s'écoulant gravitairement en formant des films contre les parois internes des tubes.

3.2. Les trois évaporateurs (E1, E2, E3) sont montés "en série" : le produit passe successivement dans les trois, le concentré issu de l'évaporateur amont étant le produit de l'évaporateur aval. La concentration maximale est obtenue en sortie du dernier évaporateur.

Le premier évaporateur (E1) est alimenté en vapeur "vive", la vapeur retirée au produit (vapeur secondaire) est utilisée comme vapeur de travail (vapeur primaire) pour le second évaporateur (E2) ; de même, la vapeur secondaire de ce second évaporateur est utilisée en tant que vapeur primaire pour le troisième (E3). Quant à la vapeur secondaire du dernier, elle est recyclée en vapeur "vive", grâce à une recompression mécanique des vapeurs, pour alimenter le premier évaporateur.

Les condensats de vapeur de travail de chaque évaporateur sont éliminés.

$$P_1 > P_2 > P_3 \text{ et } O_1 > O_2 > O_3$$

3.3. Calcul de la capacité évaporatoire

Jus débit : 22 t / h
 brix: 13 %
 débit de matières sèches : 22 x 0.13 t/h

Sirop débit: x t / h
 brix: 38 %
 débit de matières sèches : débit du sirop (x) x 0,38 t / h

Il y a conservation des matières sèches, d'où $22 \times 0,13 = x \times 0,38$ $x = 7,5 \text{ t/h}$

Débit du jus 22 t/h

Débit du sirop 7,5 t / h

Donc la quantité d'eau évaporée en une heure ou capacité évaporatoire est de 22-7,5 soit 14,5 t/h

Établissement du bilan enthalpique et calcul du rendement.

Enthalpie entrante = enthalpie de la vapeur primaire + enthalpie du jus

Enthalpie sortante = enthalpie du condensat de vapeur primaire + enthalpie du sirop + enthalpie de la vapeur retirée au jus

$$\text{Débit enthalpie entrante} = (15 \cdot 10^3 \times 2600) + (22 \cdot 10^3 \times 3,7 \times 66)$$

$$44\,372 \cdot 10^3 \text{ kJ.h}^{-1}$$

$$\text{Débit enthalpie sortante} = (15 \cdot 10^3 \times 4,18 \times 72) + (7,5 \cdot 10^3 \times 2,5 \times 69) + (14,5 \cdot 10^3 \times 2500)$$

$$42\,058 \cdot 10^3 \text{ kJ.h}^{-1}$$

$$\text{Rendement} = \frac{42058 \cdot 10^3 \times 100}{44372 \cdot 10^3} = 94,8\%$$

Calcul du coefficient global de chaleur

Quantité de chaleur échangée par unité de temps

= quantité de chaleur perdue en une heure par la vapeur de travail

= débit enthalpie vapeur de travail - débit enthalpie condensats

$$= 39\,000 \cdot 10^3 - 4\,514 \cdot 10^3 = 34\,486 \cdot 10^3 \text{ kJ.h}^{-1} = \frac{34486 \cdot 10^3}{3600} = 9\,579 \text{ kJ.s}^{-1} = 9\,579 \text{ kW}$$

$$Q = U A \Delta T_m$$

$$U = \frac{\dot{Q}}{A \Delta T_m}$$

$$\Delta T_m = \frac{(74 - 66) - (72 - 69)}{\ln \frac{(74 - 66)}{(72 - 69)}} = 5,1^\circ\text{C}$$

$$U = \frac{9579}{1100 \times 5,1} = 1,7 \text{ kW.m}^{-2}.\text{C}^{-1}$$

4. (3 points)

Pour cristalliser, il faut se placer en zone métastable, zone dans laquelle l'ajout de petits cristaux permet d'obtenir des cristaux plus gros.

Pour passer de la zone sous-saturée à la zone métastable, il faut, pour une température donnée,

augmenter le rapport $\frac{\text{sucre}}{\text{eau}}$, ce qui est obtenu en évaporant de l'eau.

Après grainage, au fur et à mesure que les cristaux grossissent, la concentration en sucre dans le reste du mélange diminue, donc le rapport $\frac{\text{sucre}}{\text{eau}}$ diminue, pour rester en zone métastable il faut donc continuer à évaporer de l'eau.

Après cristallisation, l'essorage permet de séparer les cristaux du reste de la cuite, le lavage permet d'obtenir des cristaux blancs.

Épreuve professionnelle de synthèse

PARTIE ÉCRITE : ÉTUDE DE CAS

Première partie (30 points)

Responsable qualité dans une biscuiterie en voie de certification ISO 9002, Monsieur X. veut réaliser un suivi qualité de la chaîne de fabrication des madeleines chocolatées. Pour cela il souhaite mettre en place un audit interne et une étude des réclamations concernant cette production.

1.1 En quoi ces deux actions correspondent-elles à l'objectif de Monsieur X. ? D'autres actions seraient-elles envisageables ? Si oui, lesquelles ?

1.2. L'audit interne

1.2.1. Après avoir rappelé ce qu'est un audit, situer l'audit interne dans le cadre: - de la norme ISO 9002, - des autres normes de certification des systèmes qualité.

1.2.2. Indiquer succinctement les modalités de ce type d'audit (circonstances de réalisation, auditeurs, conduite, résultats) et préciser le(s) document(s) s'y rapportant.

1.2.3. Il existe un autre type d'audit, l'audit externe, en donner des exemples.

1.3. Étude des réclamations

En ce qui concerne les madeleines chocolatées, Monsieur X. a recueilli diverses données (réclamations, non conformités) figurant en ANNEXE 1.

Réaliser une analyse des réclamations, interpréter les résultats obtenus et proposer les actions à entreprendre.

Deuxième partie (20 points)

Dans une laiterie, un nouvel atelier de fabrication étant créé, un plan de nettoyage relatif à cet atelier est à élaborer.

2.1. Donner avec précision les éléments que ce plan de nettoyage doit comporter.

2.2. Pour choisir les produits de nettoyage et de désinfection des surfaces en contact avec les denrées alimentaires, une liste de produits susceptibles d'être utilisés (Cf. ANNEXE 2) est proposée au responsable. En utilisant les données de l'ANNEXE 3, indiquer et justifier le résultat de ce choix.

2.3 Outre la nature de la substance utilisée, quels sont les facteurs qui peuvent influencer l'efficacité d'un produit de nettoyage ou de désinfection ?

Troisième partie (15 points)

Un laboratoire qui réalise des analyses pour le contrôle de produits alimentaires a entrepris, avec succès, une démarche d'accréditation.

3.1. Qu'est ce qu'une accréditation ? Par quel organisme est-elle délivrée ? Quel est l'intérêt d'une telle démarche ?

3.2. Ce laboratoire est contacté pour faire partie d'une étude portant sur la détermination de l'exactitude des résultats et méthodes de mesure conformément à la norme suivante:

NF ISO 5725-1 Déc. 1994

EXACTITUDE (justesse et fidélité)
DES RÉSULTATS ET MÉTHODES DE MESURE

3.2.1. Après avoir rappelé la signification des termes "exactitude", "justesse" et "fidélité", justifier l'intitulé de cette norme.

3.2.2. L'étude réalisée porte sur la partie 2 de la norme à savoir :

« Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée »

Le laboratoire a reçu 3 échantillons (A, B, C) sur lesquels il a réalisé le dosage demandé en appliquant la méthode normalisée. Il a effectué 3 essais par échantillon, les résultats obtenus, ainsi que ceux recueillis dans 7 autres laboratoires participant à l'étude, sont analysés et feront l'objet d'un rapport qui sera présenté à la commission d'expertise. Ce rapport comportera différents éléments parmi lesquels: l'écart type de répétabilité (sr), l'écart type de reproductibilité (sR).

Après avoir rappelé la signification des termes "répétabilité" et "reproductibilité", indiquer quels éléments seront pris en compte pour le calcul de sr et de sR (les formules et calculs ne sont pas demandés).

Quatrième partie (15 points)

Le contrôle de qualité implique la réalisation de plans d'échantillonnage. Un des paramètres du choix du plan d'échantillonnage est la courbe d'efficacité. Dans la norme ISO/TR 8550 "Guide pour la sélection d'un plan d'échantillonnage pour acceptation des lots", on trouve la courbe figurant en ANNEXE 4.

4.1. Expliquer les termes "risque du producteur" (ou "risque fournisseur") et "risque du client".

4.2. Expliquer et commenter cette courbe d'efficacité.

4.3. En supposant que cette courbe ait été obtenue avec un effectif d'échantillon de 10, quelles seraient les allures des courbes obtenues avec des effectifs de 5 et de 20.

4.4. Dans le cadre des normes ISO, on trouve des règles d'échantillonnage pour contrôle par attributs et des règles d'échantillonnage pour contrôle aux mesures. Expliquer "contrôle par attributs" et "contrôle aux mesures".

ANNEXE 1

Produit:

Madeleines nappées de chocolat, emballées individuellement, regroupées par 10 dans un sachet, distribuées par cartons de 10 sachets.

Mois de fabrication	Réclamations et non-conformités enregistrées	Nombre de cas
Mai 97	sachet avec des madeleines trop dures	7
	sachet avec des nappages blanchâtres	2
	sachet avec emballage unitaire non fermé	1
	sachet avec des madeleines cassées	2
	sachet avec madeleines ayant mauvais goût	2
Juin 97	sachet avec des madeleines trop dures	8
	sachet avec des nappages blanchâtres	1
	sachet avec des madeleines trop cuites	1
	sachet avec des madeleines cassées	1
	sachet avec une ou plusieurs madeleines moisies	1
Juillet 97	sachet avec des madeleines cassées	5
	sachet avec des madeleines trop dures	6
	sachet avec une madeleine manquante	2
	sachet avec un fragment de métal	1
	sachet avec des madeleines trop cuites	1
	sachet avec un emballage unitaire vide	3
Août 97	sachet avec une madeleine manquante	3
	sachet avec des madeleines cassées	6
	sachet avec des nappages blanchâtres	3
	sachet avec emballage unitaire non fermé	2
	sachets jetés car endommagés lors de la mise en carton	4
	sachet avec des madeleines trop dures	4
	sachet avec des nappages blanchâtres	2
Septembre 97	madeleines jetées avant conditionnement (brûlées)	50
	sachet avec des madeleines trop dures	7
	sachet avec des madeleines cassées	1
	sachet avec des madeleines trop cuites	1
Octobre 97	sachet avec des madeleines cassées	1
	sachet avec une ou plusieurs madeleines moisies	2
	sachet avec des nappages blanchâtres	2
	sachet avec madeleines ayant mauvais goût	2

ANNEXE 2

Produits pour nettoyage

Référence Substance active

N1 Agent de surface cationique: chlorure de diméthyl aryl alkyl ammonium

N2 Agent de surface cationique: chlorure de didécyl diméthyl ammonium

N3 Agent de surface non ionique: alkylglucoside

Produits pour désinfection

Référence Substance active

D1 Acide peracétique

D2 Permanganate de potassium

D3 Chlorhydrate de décyloxy 3 hydroxy 2 amino 1 propane

D4 Lauryldiéthylènetriamine

ANNEXE 3

2415 Introduction

Les produits de nettoyage et de désinfection des matériaux et objets mis au contact des denrées alimentaires sont soumis à des conditions de composition (voir 240). Les substances pouvant être utilisées sont fixées par voie d'arrêté interministériel. Les substances ainsi autorisées sont reprises ci-après.

SECTION I

Substances autorisées dans les produits de nettoyage

24110 Substances autorisées

Sont seules autorisées, pour le nettoyage du matériel pouvant se trouver au contact des denrées alimentaires, les substances énumérées ci-après (Arr. 27 oct. 1975, art. 1^{er}, al. 1^{er} modifié par Arr. 5 avr. 1991 ; Arr. 27 oct. 1975, Annexe I modifié par Arr. 21 déc. 1979, par Arr. 25 sept. 1985, par Arr. 27 oct. 1987, par Arr. 5 avr. 1991 et par Arr. 15 juin 1993).

Remarques

L'explication des renvois figurant dans les numéros suivants est située au numéro 241-80.

§ 1 Agents de surface proprement dits

24115 Agents de surface anioniques

- Les agents de surface anioniques sont les suivants :
- savons (sels alcalins des acides gras et résiniques) (1) ;
 - alkylsulfates alcalins (1) ;
 - alkylsulfonates alcalins (1) ;
 - alkylarylsulfonates alcalins (1) ;
 - dioctyl-sulfosuccinate de sodium ;
 - sels de sodium de sulfonates d'alpha-oléfines (7) ;
 - alkylaryl polyglycol éther sulfonates alcalins (32) ;
 - acides mono et dialkyl-diphényloxyde disulfoniques (56) et leurs sels alcalins (1).

24116 Agents de surface cationiques (y compris les substances utilisées pour leurs effets désinfectants)

- Les sels d'ammoniums quaternaires sont les suivants (2) (3) (4) :
- chlorures ou bromures de triméthyl alkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de diméthyl dialkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de méthyl trialkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de diméthyl aryl alkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de diméthyl alkyl éthylaryl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de méthyl aryl dialkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures d'aryl trialkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de méthyl diaryl alkyl ammonium ;
 - chlorures ou bromures de diaryl dialkyl ammonium ;

- chlorures ou bromures de diméthyl aryl alkyl phénoxy (ou crésoxy) éthoxyéthyl ammonium ;
- chlorures ou bromures d'alkyl benzyl imidazolium ;
- chlorures d'alkyl pyridinium ;
- chlorures de didécyl diméthyl ammonium (66).

24117 Agents de surface non ioniques

- Les agents de surface non ioniques sont les suivants :
- acides gras et résiniques polyéthoxylés ;
 - alcools gras polyéthoxylés et les sels alcalins (1) de leurs dérivés sulfatés (5), ainsi que les dérivés carboxylés, ou leurs sels alcalins (1), de ces alcools gras polyéthoxylés (34) ;
 - copolymères d'alkyl-éthers et d'oxydes d'éthylène et de propylène (8) ;
 - alkylphénols polyéthoxylés, y compris les nonylphénols polyéthoxylés (73), les sels alcalins (1) de leurs dérivés sulfatés et leurs éthers benzyliques (5) ;
 - alkylglucosides (70) ;
 - dérivés carboxylés d'alkylphénols polyéthoxylés (34), ou leurs sels alcalins (1) ;
 - propylèneglycols polyéthoxylés ;
 - lanoline polyéthoxylée ;
 - sucroglycéride de suif oxyéthyléné ;
 - alcanolamides d'acides gras ;
 - esters d'acides gras de saccharose et sucroglycérides :
 - mono- et di-stéarates de saccharose ;
 - mono- et di-palmitates de saccharose ;
 - mono- et di-oléates de saccharose ;
 - sucroglycérides des acides gras et des corps gras alimentaires ;
 - oxyde de dodécyl-diméthyl-amine ;
 - monolaurate de polyoxyéthylène 20 ;
 - sorbitane ou polysorbate 20 (37) ;
 - éthoxylats d'alcools gras bloqués en bout de chaîne par un radical butyle (53) ;
 - caprylil capryl glucoside (55) ;
 - esters de polyol-polyéthoxylés (61).

24118 Agents de surface amphotères (ou ampholytes)

- 1 alkyl amido 3 diméthylammonio propane 3 carboxy méthyl bétaine (47).

§ 2 Désinfectants

24120 Substances désinfectantes

- Les substances désinfectantes sont les suivantes :
- eau oxygénée ;
 - acide péracétique (31) ;
 - acide octylphosphorique (62) ;
 - hypochlorites alcalins ;
 - acides chlorocyanuriques ;
 - chlorure de chaux ;
 - dichloroglycoluril ;
 - paratoluène chlorosulfamide sodée ;
 - acide hydroxyacétique ;
 - alcool éthylique (19) ;
 - alcool isopropylique (19) ;

- butylglycol ;
- aldéhyde formique (59) ;
- glutaraldéhyde (23) ;
- les iodophores définis ci-après (6) :
 - complexe iodé du polyéthoxypolypropoxypolyéthoxyéthanol ;
 - complexe iodé du nonylphénoxyéthoxyéthanol ;
 - complexe iodé du tri-isopropanolaminopolyoxypropylène ;
- 3-5-4' tribromosalicylanilide ;
- bromure de potassium (9) ;
- permanganate de potassium (12) ;
- chlorhydrate de poly(hexaméthylènebiguanide) (10) ;
- chlorhydrate de décylxy 3 hydroxy 2 amino 1 propane (26) ;
- acide lauryldiéthylènetriaminoacétique (28) ;
- acide laurylpropylènediaminoacétique (28) ;
- lauryldiéthylènetriamine (28) ;
- laurylpropylènediamine (28) ;
- dioctyldiéthylènetriamine ;
- trioctyldiéthylènetriamine ;
- chlorure d'iode (48) ;
- acide sorbique (50).

§ 3 Substances diverses

241 25 Acides (effet désincrustant et détartrant)

Les acides sont les suivants :

- acide sulfurique (11) ;
- acide chlorhydrique ;
- acide nitrique ;
- acide orthophosphorique ;
- acide acétique ;
- acides alkylsulfoniques et alkylarylsulfoniques ;
- acide lactique ;
- acide citrique ;
- acide tartrique ;
- acide sulfamique ;
- acide adipique (45) ;
- acide succinique (46).

241 26 Bases

Les bases sont les suivantes :

- soude caustique ;
- potasse caustique ;
- chaux ;
- ammoniacque ;
- alcanolamines.

241 27 Sels minéraux solubles

Les sels minéraux solubles sont les suivants :

- carbonates alcalins (1) ;
- bicarbonates alcalins (1) ;
- percarbonates alcalins (1) ;
- perborate de sodium ;
- carbonate de magnésium ;

- phosphates alcalins (1) ;
- phosphate trisodique chloré (13) ;
- sulfate de magnésium ;
- sulfates alcalins (1) ;
- bisulfates alcalins (1) ;
- bisulfates alcalins (1) (anhydride sulfureux) (14) ;
- sulfate d'aluminium (20) ;
- silicates alcalins (1) ;
- silico-aluminate de sodium ;
- chlorures alcalins (1) ;
- chlorure d'ammonium.

241 28 Charges et adjuvants insolubles

Les charges et adjuvants insolubles sont les suivants :

- carbonate de calcium ;
- ponce ;
- silice pulvérulente, kieselghur et autres substances inertes.

241 29 Séquestrants

Les séquestrants sont les suivants :

- polyphosphates alcalins (1) ;
- gluconates alcalins (1) ;
- glucoheptonates alcalins (1) ;
- acide éthylène diaminotétracétique (EDTA) et ses sels alcalins (1) ;
- acide hydroxyéthylène diphosphonique (HEPD) ;
- acide amino-tris méthylène phosphonique (24) (54) ;
- acide phosphono-3 carboxyhexane dioïque (25) ;
- acides polyacryliques et polyacrylates de sodium (35) ;
- acide diéthylène triamine-penta (méthylène phosphonique) (54) ;
- polyacide phosphinato-carboxylique (68).

241 30 Azurants optiques (15)

Les azurants optiques sont les suivants :

- bis (phénylurée)-4-4' stilbène disulfonate-2-2' de sodium ;
- bis [(phénylamino 2) (diéthanolamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(diphénylamino 2-6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4', stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(phénylamino 2) (méthyléthanolamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(parachlorophénylamino 2) (diméthylamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(éthylamino 2) (phénylamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(méthoxy 2) (phénylamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(parasulfophénylamino 2) (diéthylamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(parasulfophénylamino 2) (dicyanoéthylamino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(anilino 2) (méthoxyéthylène amino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- bis [(phénylamino 2) (morpholino 6) triazinyl 1-3-5 amino 4] 4-4' stilbène disulfonate 2-2' de sodium ;
- (stilbyl 4" = 2) (naphto 1'-2' = 4,5) triazole 1-2-3 sulfonate 2" de sodium ;
- (diméthylamino 3-5) (méthylcarboxylamide 6) [(sulfamyl-3) phénylcarboxylamide] 2 pyrazine ;

SECTION III

Explication des renvois

241 75 Dispositions particulières à respecter ou critères de pureté particuliers

Les substances citées aux numéros 241-10 et 241-50 sont éventuellement accompagnées de renvois chiffrés qui impliquent également l'observation des dispositions et de critères de pureté particuliers (Arr. 27 oct. 1975, art. 4 et 4 bis modifié par Arr. 21 déc. 1979, par Arr. 25 sept. 1985, par Arr. 27 oct. 1987, par Arr. 5 avr. 1991 et par Arr. 15 juin 1993).

241 80 Explication des renvois

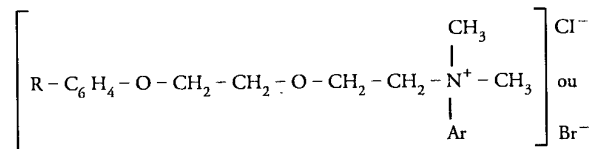
(1) On entend par sels alcalins : les sels de sodium, de potassium, d'ammonium et d'alcanolamines.

(2) L'emploi de ces sels d'ammoniums quaternaires est autorisé pour toutes les destinations, y compris les industries préparant des crèmes glacées, ou des pâtisseries, ou des confiseries, à l'exception des laiteries, ou du matériel de laiterie, et des industries de la fermentation du lait.

(3) Il est convenu que, pour ces sels d'ammoniums quaternaires, le radical « aryle » ou « Ar » correspond au groupement phényle (C₆H₅) ou au groupement benzyle (C₆H₅-CH₂) et que le radical « alkyle » ou « R » correspond à une chaîne hydrocarbonée saturée, droite ou ramifiée, comportant de 8 C compris à 18 C compris.

(4) La formule, ou la structure générale, de ces sels d'ammoniums quaternaires est, selon le cas :

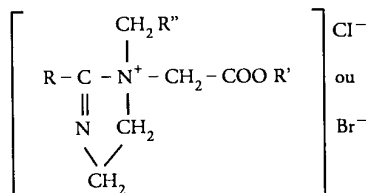
— pour les chlorures ou bromures de diméthyl aryl alkyl phénoxy (ou cresoxy) éthoxy éthyl ammonium :



Les deux radicaux R et Ar peuvent être substitués l'un à l'autre.

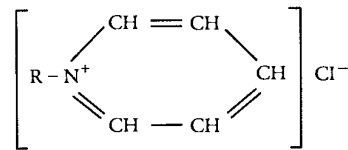
Le chlorure de benzéthonium est un cas particulier où le radical alkyle est un diisobutyle. Cette substance est également désignée comme étant un « chlorure de diisobutyl phénoxy éthoxyéthyl diméthyl benzyl ammonium » ;

— pour les chlorures ou bromures d'alkyl benzyl imidazolium :



R = alkyle.
R = H ou CH₂ - COOH.
R = COOH ou CH₂ - COOH.

M. = Na, K, NH₄ ou alcanolamines ;
— pour le chlorure d'alkyl pyridinium :

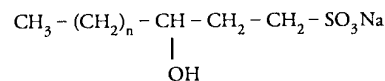


(5) Les sels alcalins de ces substances sont à ranger dans la catégorie des agents de surface anioniques. Le polyoxyéthylène glycol, de formule CH₂OH - (CH₂-O-CH₂)_n - CH₂OH, dans laquelle n correspond à environ 225, est assimilé aux alcools gras polyéthoxylés.

(6) Ces iodophores ne peuvent être employés que si la quantité d'iode actif ne dépasse pas 1 % dans la préparation mise en vente.

(7) Il s'agit de mélanges de 3-alcène sulfonate de sodium :

CH₃ - (CH₂)_n - CH = CH - CH₂ - SO₃ Na, et de 3-hydroxy-alcane sulfonate de sodium :

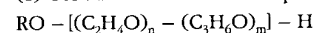


dans lesquels : n égale 10 ou 12.

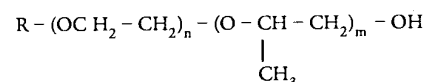
Ces substances peuvent être également désignées comme étant des alpha oléfines sulfonates de sodium.

Les substances commercialisées, comportant au moins 38 % de matières actives anioniques en solution aqueuse, ne doivent pas contenir plus de 2 % d'alpha oléfine libre, plus de 1 % de sulfate de sodium, plus de 1 % de chlorure de sodium, plus de 300 mg de sulfones totales par kg et plus de 50 mg de 1-4 sulfone par kg.

(8) Ces substances doivent répondre à la formule suivante :



ou encore :



dans laquelle : R est un radical hydrocarboné, de 8 à 18 atomes de carbone, n varie de 1,5 à 17 et m de 2 à 9.

Lesdits composants peuvent également être désignés comme étant des « copolymères d'alcools et d'oxydes d'éthylène et de propylène ».

Les substances commercialisées doivent contenir plus de 99 % de copolymères d'alkyl-éther et d'oxydes d'éthylène et de propylène autorisés. En particulier leur teneur maximale résiduelle en oxyde d'éthylène monomère ne doit pas dépasser 5 mg/kg.

(9) Cette substance ne peut être employée qu'à une dose inférieure à 3 % en poids dans la préparation mise en vente.

Le bromure de potassium peut être associé au permanganate de potassium, à condition que la quantité de permanganate de potassium ne dépasse pas 1 % de la quantité de bromure de potassium.

(10) A utiliser en solution aqueuse à 20 %.

(11) Cette substance ne peut être employée qu'à condition que sa teneur dans les préparations mises en vente soit inférieure à 50 %.

(12) Cette substance ne peut être employée que dans la proportion maximum de 1 % du produit de nettoyage tel que mis en vente. Il faut en outre que son emploi soit suivi d'un rinçage à l'eau, puis d'un traitement par une solution aqueuse d'anhydride sulfureux ou de bisulfite alcalin acidifiée à l'acide chlorhydrique et, enfin, d'un rinçage abondant.

(13) Le phosphate trisodique chloré est obtenu par cristallisation simultanée de ses constituants : phosphate trisodique et hypochlorite de sodium.

(14) L'emploi de ces sels est admis uniquement dans les industries mettant en œuvre des denrées alimentaires où la présence de ces substances est autorisée.

(15) Tous ces azurants optiques doivent présenter une pureté suffisante attestée par leur spectre et répondre aux mêmes critères de pureté que ceux qui sont exigés des pigments et colorants pour matières plastiques destinées à être mises au contact des denrées alimentaires (voir 230). Les sels de sodium de ces azurants optiques peuvent être remplacés par leurs sels de potassium.

(16) Cette dénomination recouvre un mélange de 78 % du monoester et de 22 % du diester phosphorique de l'acide stéarique. L'emploi du phosphate acide de stéaryle n'est admis qu'à la dose maximum de 15 mg/l d'eau de lavage.

(17) On peut utiliser l'urée pour faire disparaître l'excès de chlore, après traitement par les hypochlorites, susceptible de laisser une odeur ou un goût désagréables.

(18) Ce sont les enzymes déjà autorisées dans les industries alimentaires. Ces enzymes doivent satisfaire aux conditions exigées pour les enzymes utilisées dans la fabrication des denrées alimentaires et des boissons (voir 260).

(19) Ces alcools peuvent éventuellement être dénaturés par l'acétate d'amyle ou l'acétate d'éthyle additionné de méthyléthylcétone.

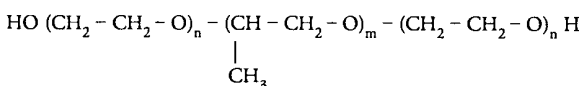
(20) Il s'agit du sulfate d'aluminium hydraté à 18 molécules d'eau. Les critères de pureté sont ceux du sulfate d'aluminium utilisé comme additif alimentaire ; en particulier, les teneurs en arsenic, plomb et mercure ne doivent pas dépasser respectivement 3, 10 et 1 mg/kg.

(21) Ce colorant ne peut être employé qu'à une dose inférieure à 0,05 g/kg dans le produit mis en vente. Il doit répondre à la dénomination chimique suivante :

- sel de sodium de l'acide 8-hydroxy-1,3,6 pyrènetrisulfonique ;
- ou encore : sel de sodium de l'acide 6-hydroxy-1,3,8 pyrènetrisulfonique.

Les substances commercialisées doivent répondre aux critères de pureté généraux des colorants alimentaires (voir 251).

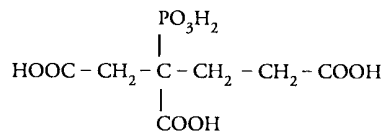
(22) Cette substance doit répondre à la formule générale :



(23) Cette substance, qui a pour formule : $\text{CHO} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{CHO}$, est utilisable dans les solutions aqueuses.

(24) Cet acide, dont la formule est : $\text{N}(\text{CH}_2 - \text{PO}_3\text{H}_2)_3$, est aussi désigné sous le terme « d'acide nitrilotriméthylène phosphonique ».

(25) Cet acide a pour formule :



(26) La formule brute de cette substance est la suivante : $\text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{OCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{NH}_2, \text{HCl}$.

Le mode d'emploi des spécialités contenant cette substance doit faire état de l'obligation de rinçage à l'eau potable ou à la vapeur d'eau du matériel traité à l'aide de ces produits.

Cette substance est obtenue à 95 % de pureté. Elle doit répondre aux critères ci-dessous :

- *décanol* : moins de 0,01 % en poids ;
- *décyloxy-3 chloro-1 propanol-2* : moins de 0,2 % en poids ;
- *décyloxy-3 propanediol 1-2* : moins de 0,2 % en poids ;
- *traces éventuelles de dérivés phthaliques* : inférieures ou égales à 50 mg/kg.

(27) Cette gomme est un hétéropolysaccharide dont le poids moléculaire est d'environ $20 \cdot 10^6$ g. Le squelette de cette chaîne macromoléculaire est formé de D-glucose, de D-mannose et d'acide D-glucuronique dans les proportions respectives de 2,8-3 et 2. Elle peut être utilisée dans des produits de nettoyage à la dose maximale de 0,5 %.

Cette substance doit être obtenue à 91 % de pureté. Elle doit répondre aux critères ci-dessous :

- *cendres* : 6,5 à 16 % en poids ;
- *acide pyruvique* : 1,5 % (en poids) au minimum ;
- *arsenic* : 3 mg/kg au maximum ;
- *plomb* : 5 mg/kg au maximum.

(28) Au radical lauryle (dodécyl) de ces substances peut être substitué un radical alkyle comportant au moins deux tiers en radical lauryle $\text{C}_{12}\text{H}_{25}$ et le reste en radical myristique $\text{C}_{14}\text{H}_{29}$.

(29) Cette substance, dont la formule est : $\text{C}_6\text{H}_5 - \text{CH}_2 - \text{OH}$, ne peut être employée dans des préparations qu'à la dose pondérale maximale de 0,5 %.

(30) Cette substance, dont la formule est : $\text{HO} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{OH}$, ne peut être employée dans des préparations qu'à la dose pondérale maximale de 1 %.

(31) L'utilisation de cet acide ($\text{CH}_3 - \text{COOOH}$) est subordonnée au respect des conditions suivantes :

- il est prescrit d'inscrire une date limite d'utilisation sur les emballages des préparations contenant ladite substance ;
- sans préjudice du respect des dispositions applicables, notamment en matière d'étiquetage de danger, les étiquettes des préparations de cet article doivent rappeler l'obligation de rinçage après usage et proposer le port d'un dispositif de protection des yeux, de préférence des lunettes enveloppantes. La présence d'un poste d'eau sur le lieu de manipulation de ces préparations doit également être conseillée de manière à pouvoir laver et rincer rapidement les projections de préparations sur la peau et les vêtements ;
- les stabilisants de ces préparations doivent être choisis dans la liste des substances des présentes dispositions.

L'acide acétique utilisé pour l'obtention d'acide peracétique doit avoir un degré de pureté supérieur à 99,5 %. Ses teneurs en chlorures, en fer et en extrait sec sont respectivement inférieures à 2 mg/kg, 0,2 mg/kg et 15 mg/kg.

Le peroxyde d'hydrogène employé pour l'obtention d'acide peracétique ne doit pas contenir plus de 30 mg de P_2O_5 provenant des phosphates et de pyrophosphates de sodium, par kg.

(32) Ces constituants correspondent au produit de la combinaison des substances suivantes :

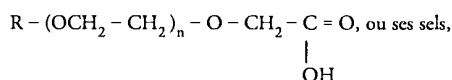
- alkylarylsulfonates alcalins (1) ;
- alcools gras polyéthoxylés et les sels alcalins (1) de leurs dérivés sulfatés (5).

(33) Cette substance, dont la formule est : $\text{CH}_2 \text{ OH} - \text{CH} (\text{OH}) - \text{CH}_3$, ne peut être employée dans des préparations qu'à la dose pondérale maximale de 5 %.

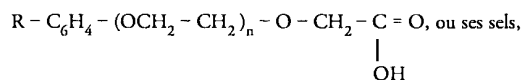
Cette substance doit répondre aux critères de pureté suivants :

- *pureté* : pas moins de 98,5 % en poids ;
- *point d'ébullition* : non inférieur à 185 °C et non supérieur à 189 °C ;
- *poids spécifique* : non inférieur à 1,035 et non supérieur à 1,037 ;
- *indice de réfraction* : non inférieur à 1,431 et non supérieur à 1,433 ;
- *cendres sulfatées* : après calcination à 800 °C (à 25 °C près), pas plus de 0,07 % ;
- *teneurs en dimères, trimères et polymères du propylène-glycol* : pas plus de 0,1 % en poids au total ;
- *chlore* : pas plus de 1 mg/kg.

(34) Ces substances, qui sont des dérivés carboxylés ou leurs sels alcalins (1), d'alcools gras polyéthoxylés ou d'alkylphénols polyéthoxylés, répondent aux formules suivantes :



ou



dans lesquelles R correspond à une chaîne linéaire dont le nombre d'atomes de carbone est compris entre 6 inclus à 12 inclus et $n \geq 2$.

(35) Ces substances sont des polymères de l'acide acrylique ou des polymères d'acrylate de sodium, de formule :



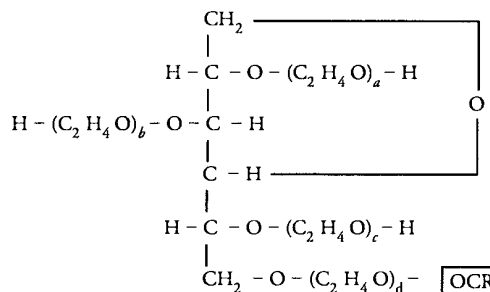
La masse molaire de ces substances est comprise entre 1 000 g et 4 500 g.

La teneur en acide acrylique monomère ou en acrylate de sodium monomère dans ces polymères ne doit pas dépasser 0,2 % en poids.

(36) Cette substance (E 420-i) doit répondre aux critères de pureté suivants : pas moins de 98 % en poids de glycitols et pas moins de 91 % en poids de D-sorbitol, cette teneur étant calculée, dans l'un et l'autre cas, sur la matière sèche. Les glycitols sont des composés dont la formule est : $\text{CH}_2 \text{ OH} - (\text{CHOH})_n - \text{CH}_2\text{OH}$, dans laquelle n représente un nombre entier. La fraction qui n'est pas du D-sorbitol est composée principalement de mannitol ainsi que de faibles quantités d'autres glycitols dans lesquelles $n \leq 4$ et de quantités minimales d'oligosaccharides hydrogénés.

Cette substance correspond à celle décrite sous le n° CEE : E 420-i (voir 251).

(37) Cette substance a pour formule :



dans laquelle OCR représente l'acide laurique et $a + b + c + d =$ environ 20.

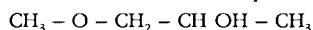
Cette substance est utilisable en mélange dans des solutions aqueuses d'eau oxygénée destinées à traiter des emballages de liquides alimentaires.

L'élimination de ces solutions après usage peut être réalisée par séchage à l'air stérile à 280 °C.

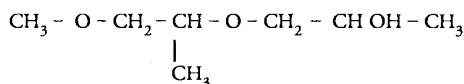
Le résidu maximal en polysorbate 20, sur la face interne de ces emballages, doit être tel qu'il ne puisse y en avoir plus de 0,12 mg/l de liquide alimentaire conditionné.

Ce constituant doit répondre aux spécifications de la Pharmacopée.

(38) Ces constituants ont pour formule :



et



Ces substances ont un taux d'impuretés inférieur ou égal à 1 %. Elles ne contiennent pas plus de 0,25 % d'eau et leurs teneurs en métaux lourds sont inférieures à 0,4 mg/kg pour le cadmium, le cuivre, le mercure et l'arsenic, et inférieures à 0,8 mg/kg pour le plomb.

(39) Cet acide et ses sels de sodium sont utilisables dans des produits désinfectants à titre d'agents effervescents. Les quantités mises en œuvre doivent être juste nécessaires pour obtenir les effets technologiques recherchés.

Cet acide, ou ses sels de sodium, doit répondre aux critères de pureté définis dans la Pharmacopée. Il a un taux de sulfates inférieur ou égal à 450 mg/kg et une teneur totale en métaux lourds inférieure ou égale à 15 mg/kg.

(40) Ce composant est un mélange de 65 % de distéarate Al $(\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2)_2$ et de 35 % de tristéarate Al $(\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2)_3$.

Ce composant a une pureté minimale de 92 %. Ses teneurs en acides gras libres, en eau et en cendres solubles sont respectivement d'environ 7 %, 2 % et 1,5 %. Son taux en arsenic est inférieur à 3 mg/kg et sa teneur en autres métaux lourds est inférieure à 10 mg/kg.

(41) Ce solvant doit être utilisé sans être mélangé à d'autres substances.

Il ne peut être présenté que pour des usages industriels ou artisanaux et à condition que les utilisateurs soient avertis qu'ils ont à s'assurer de la compatibilité des matériaux à traiter

préalablement à la mise en œuvre dudit solvant. L'élimination de ce solvant est réalisée par une simple évaporation.

Ce solvant a une pureté définie notamment par sa température de fusion de -35°C et sa température d'ébullition de $+47,6^{\circ}\text{C}$.

(42) Ces polymères sont utilisables à une teneur telle que leur concentration dans l'eau de rinçage ne dépasse pas 10 mg/l.

(43) Ces copolymères acryliques sont présentés en émulsions aqueuses. Ils sont constitués d'(éthoxy) 20 méthacrylate de cétylestéaryle, d'acide méthacrylique, d'acrylate d'éthyle et d'eau. Leur poids moléculaire est d'environ 500 000.

Les teneurs en monomères de ces composants sont respectivement inférieures à 500 mg/kg pour l'acrylate d'éthyle et à 100 mg/kg pour l'acide méthacrylique.

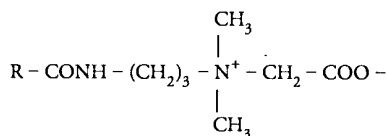
(44) Ces substances sont des homopolymères de l'acide acrylique réticulé par un poly-alcényl-polyéther. De poids moléculaire voisin de 1 500 000, ces homopolymères sont utilisables dans des préparations à la concentration pondérale maximale de 1 %.

Ces composants ont des teneurs en acide acrylique monomère et en acétate d'éthyle respectivement inférieures à 3 g/kg et à 10 g/kg.

(45) Cet acide présente les spécifications pondérales suivantes : pureté supérieure ou égale à 99,5 %, teneur en eau inférieure ou égale à 0,5 %, teneur en métaux lourds inférieure ou égale à 10 mg/kg, teneur en arsenic inférieure ou égale à 2 mg/kg, teneur en cendres inférieure ou égale à 15 mg/kg.

(46) Cet acide présente les spécifications pondérales suivantes : teneur en métaux lourds inférieure ou égale à 10 mg/kg, teneur en matières insolubles dans l'eau inférieure ou égale à 100 mg/kg, perte à l'étuve 1 % au maximum à 105°C pendant 2 heures, titre 99 à 103 % sur matière sèche (le titre pouvant dépasser 100 du fait de la présence possible d'anhydride succinique).

(47) Cette substance est également désignée sous le terme « cocamido-propylbétaine ». Elle répond à la formule suivante :



avec R = chaînes de 7 à 17 atomes de carbone.

Elle est employée dans les préparations à la concentration pondérale maximale de 2,5 %.

(48) La concentration maximale pondérale en chlorure d'iode des préparations ne doit pas excéder 1,5 %.

(49) Ces substances sont utilisables, à titre d'agents auxiliaires, dans des solutions destinées au détartrage, à la concentration maximale totale de 500 mg/l.

Les spécifications pondérales de ces substances correspondent à celles du benzoate de sodium pur au moins à 99 %, dont la teneur en métaux lourds n'exède pas 20 mg/kg et la teneur en arsenic est inférieure ou égale à 2 mg/kg.

(50) Cet acide est utilisable à la concentration maximale pondérale de 3 % dans des solutions hydroalcooliques, elles-mêmes employées par pulvérisation ou par trempage. Lorsque ces solutions sont utilisées pour des traitements autres que ceux de tuyauteries ou de systèmes clos, le rinçage prévu peut ne pas être réalisé, compte tenu de la faible quantité d'acide sorbique restant à la surface des matériaux.

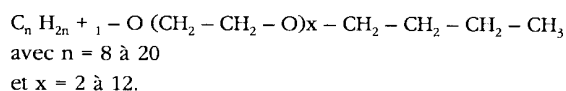
Cet acide, pur à 99 % en poids, répond aux caractéristiques de l'additif alimentaire E 200 (voir 251).

(51) Cette substance peut aussi être employée dans des solutions hydroalcooliques contenant au plus 3 % d'acide sorbique. Dans ce cas, la proportion en polyvinylpyrrolidone des dites solutions ne doit pas être plus forte que celle strictement nécessaire à l'effet recherché.

Cette substance répond aux caractéristiques pondérales suivantes : teneur en métaux lourds n'excedant pas 10 mg/kg, teneur en hydrazine inférieure à 3 mg/kg, teneur en monomères inférieure ou égale à 0,2 % et teneur en aldéhyde inférieure ou égale à 0,2 %.

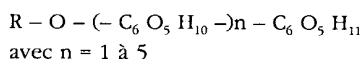
(52) Ce colorant correspond à celui répertorié par le Colour index sous le numéro 42090.

(53) Ces agents de surface répondent à la formule suivante :



(54) En raison du mode de fabrication de cette substance, son emploi peut conduire à la présence d'une teneur pondérale maximale de 3 % d'acide hydroxyméthylène phosphonique, de 6 % d'acide diéthylène-triamine-tris (méthylène phosphonique) et de 4 % d'acide phosphoreux, dans les produits de nettoyage.

(55) Ces agents de surface répondent à la formule suivante :



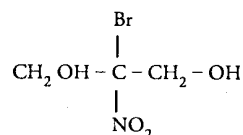
et R = chaîne hydrocarbonée de 8 à 10 atomes de carbone. Leur poids moléculaire est d'environ 700.

La concentration pondérale de ces agents de surface en alcool décyclique n'exède pas 2 %.

(56) Ces agents de surface comportent des radicaux alkyle constitués par des chaînes linéaires de 9 à 10 atomes de carbone.

Ces agents de surface ne contiennent pas d'autre solvant que le chlorure de méthylène à la teneur maximale pondérale de 1 %.

(57) Cette substance répond à la formule suivante :



Elle est utilisable, à la concentration maximale pondérale de 0,1 %, dans des préparations ne contenant pas d'amines, destinées à être employées dans les industries agro-alimentaires, à l'exception des laiteries, du matériel de laiterie et des produits de fermentation du lait.

La concentration pondérale de la substance commerciale en substance pure est au moins de 97 %.

(58) Cette substance est utilisable dans les préparations à titre de conservateur à la concentration strictement nécessaire permettant d'obtenir l'effet recherché.

La substance commerciale a une teneur pondérale minimale de 90 % en 1,2 benzisothiazoline-3-one et de 93 % en 1,2 benzisothiazoline-3-one et en 2,2' dithiobisbenzamide. Sa teneur pondérale maximale en 2,2' dithiobisbenzamide ne dépasse pas 6 % et celle en chlorobenzisothiazolone n'exède pas 1 %.

(59) Cette substance peut notamment être obtenue, sur le lieu de sa mise en œuvre, par dépolymérisation. Elle est utili-

sable en solutions aqueuses par trempage, ou sous forme gazeuse.

Sous sa forme gazeuse, le formaldéhyde ne peut être employé pour traiter des matériaux entrant en contact d'aliments, ou des locaux comportant de tels matériaux, qu'en respectant les dispositions suivantes :

- ce traitement est réalisé en l'absence d'aliments ;
- il est précédé d'un lavage et d'un rinçage destinés à éliminer les salissures des matériaux qui entrèrent au contact d'aliments ;
- il est suivi, éventuellement, par l'emploi d'une substance neutralisante autorisée, comme l'ammoniac ;
- dans tous les cas, le mélange gazeux couvrant les matériaux doit être remplacé par de l'air, de façon que la teneur résiduelle de l'air en formaldéhyde soit inférieure à 3 mg/m³ lorsque des denrées alimentaires seront mises au contact des matériaux ainsi traités.

(60) Cette substance est utilisable à titre de conservateur antifongique à la concentration pondérale maximale de 0,3 %.

(61) Ces substances comportent un radical (CH₂, CH₂O)_n dans lequel n est généralement compris entre 20 et 200. Le polyol, de ces deux esters de polyol polyéthoxylés, est une chaîne carbonée courte de l'un des types suivants : éthylène glycol, propylène glycol, glycérol et méthylglucose. Les esters de ces mêmes polyolpolyéthoxyles comportent une chaîne grasse de 6 à 22 atomes de carbone, saturée ou non.

La teneur maximale de ces substances en oxyde d'éthylène libre est de 1 mg/kg.

(62) Cette substance, dite aussi acide octane 1 phosphorique, est utilisable à la concentration maximale pondérale de 5 % dans des préparations dont l'emploi est réservé à des usages autres que domestiques.

(63) Ces substances peuvent être employées à la concentration maximale pondérale de 10 % dans les produits de rinçage de la vaisselle, tels qu'ils sont mis en vente.

(64) Cette substance, constituée par deux isomères de l'éther n-butylique du propylène glycol, contient plus de 95 % de 1-n-butoxy propanol 2.

Elle est utilisable dans les préparations à la concentration maximale pondérale de 10 %.

Cette substance contient plus de 99 % de n-butoxy-propanols, dont moins de 5 % sont constitués de 2-n-butoxy propanol 1.

(65) Cette substance, constituée par 4 isomères de l'éther n-butylique du dipropylène glycol, contient plus de 95 % de 1-(2-n-butoxy 1-méthyl-étoxy) propanol 2.

Elle est utilisable dans les préparations à la concentration maximale pondérale de 10 %.

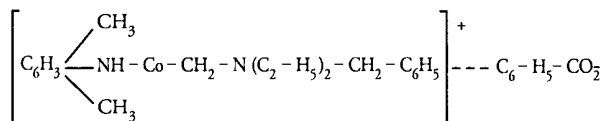
Cette substance contient plus de 98,5 % de n-butoxy-propoxypropanols, dont environ 4 % sont constitués de 1-(2-n-butoxypropoxy)-propanol 2 et dont une très faible proportion est constituée de 2-(2-n-butoxypropoxy) propanol 1 et de 2-(2-n-butoxy-1 méthyl-étoxy) propanol 1.

(66) Contrairement aux dispositions générales prévues au (2) précité, ce sel d'ammonium quaternaire est utilisable pour toute destination, y compris pour les laiteries ou le matériel de laiterie et les industries de la fermentation du lait.

Ces sels d'ammonium quaternaire correspondent à des solutions aqueuses contenant 50 à 52 % de chlorure de didécyldiméthyl ammonium, 26,5 à 30,5 % d'eau et 19,5 à 24,5 % d'isopropanol.

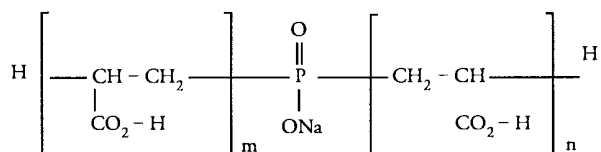
(67) Cette substance est également désignée sous le nom de benzoate de N-[2-[(2,6-diméthyl phényl)-amino]-2-oxoéthyl]-N, N-diéthyl-benzène méthammonium.

Sa formule brute C₂₈ H₃₄ N₂ O₃ correspond aussi à la représentation suivante :



Cette substance est utilisable à la concentration strictement nécessaire à l'effet répulsif recherché.

(68) Ce polyacide phosphino-carboxylique correspond à une solution aqueuse contenant 71 à 79 % de bis(poly-2-carboxy-éthyl) phosphinate de sodium dont la formule développée est la suivante :

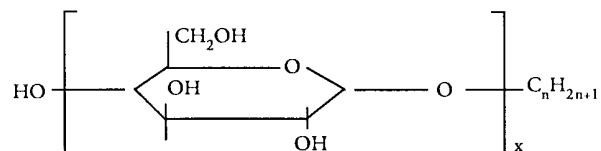


avec $m + n = 16$.

Ce polyacide contient 9 % de phosphonites, 8 % d'acide hypophosphoreux, 2 % d'acide bis-2-carboxy-éthyl-phosphonique, 1 % de phosphonates, 1 % d'acide phosphoreux et 0,01 % d'acide acrylique.

(69) Ces composants, présentés ou non en solutions aqueuses, correspondent à des condensats d'alcools oxo, de C₉ à C₁₅, avec jusqu'à 13 molécules d'oxyde d'éthylène et jusqu'à 4 molécules d'oxyde de butylène, les groupes terminaux de ces condensats étant bloqués ou non par des groupes méthyle.

(70) La structure de ce composant est schématiquement représentée ainsi :



avec $x = 1$ à 6 et $n = 10$ à 18.

(71) Ce composant contient plus de 98 % de tétra-acétyl éthylène diamine, également désignée par le nom de N,N' éthylène bis diacétamide ou TAED.

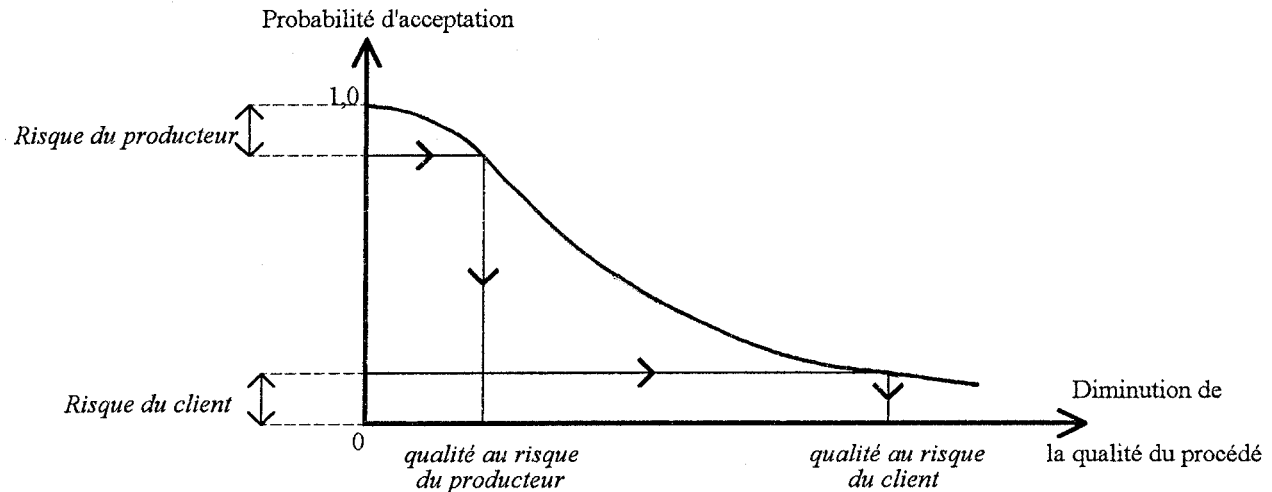
Il est utilisé en présence de peroxyde d'hydrogène, provenant de composants autorisés. Il permet d'obtenir une préparation contenant de l'acide peracétique et de la di-acétyl éthylène diamine ou DAED. La teneur en acide peracétique de cette préparation doit être inférieure à celle qui permettrait de la présenter comme ayant des propriétés désinfectantes.

Ce composant contient 0,9 % de tri-acétyl éthylène diamine et environ 0,1 % de di-acétyl éthylène diamine.

(72) Cette préparation enzymatique est obtenue à partir d'une variante alcalophile d'un bacille non pathogène et non toxigène identifié à *Bacillus lentus*. Elle contient un concentré d'enzyme, constitué lui-même d'environ 20 à 30 % de protéines dont 60 à 65 % d'entre elles possèdent une activité enzymatique.

La teneur en métaux lourds de cette préparation enzymatique est inférieure à 100 mg/kg.

(73) Les nonylphénols polyéthoxylés, les éthers benzyliques ou les dérivés sulfatés de ces nonylphénols polyéthoxylés, et les sels alcalins de ces dérivés sulfatés, ne sont autorisés que dans les produits de nettoyage destinés à des usages autres que domestiques.



Courbe d'efficacité définie par le risque du producteur et le risque du client

ÉLÉMENTS DE CORRIGÉ

PREMIERE PARTIE (30points)

1.1.

Audit interne → élément du diagnostic qualité

Étude des réclamations → indicateur qualité

Autres indicateurs qualité (chiffre de vente, tableau de bord, etc.).

1.2.

1.2.1.

Audit : examen méthodique et indépendant en vue de déterminer si les activités et résultats relatifs à la qualité satisfont aux dispositions préétablies et si ces dispositions sont mises en œuvre de façon efficace et aptes à atteindre les objectifs.

Exigence contenue dans les normes ISO 9001, ISO 9002 et, de façon moins contraignante dans la norme ISO 9003.

1.2.2.

Déclenchement : prévu, suivi systématique (audit programmé à périodicité définie) non prévu, à la suite d'incidents, de modifications d'organisation...

Auditeurs : service spécialisé dans l'entreprise ou personnes n'appartenant pas au secteur audité (formation requise)

Conduite : préparation d'un document pour le déroulement d'audit (questionnaire d'audit, guide d'entretien)

liste des éléments à vérifier

questions à poser...

Rapport d'audit : communiqué à l'autorité chargée du secteur audité ; document qui reste interne à l'entreprise

1.2.3.

Audit client-fournisseur

Audit d'habilitation (agrément, certification, homologation, etc.).

1.3.

Éliminer les défaillances internes qui ne font pas partie de l'étude des réclamations (sachets et madeleines jetés).

Nature du défaut	Nombre	%	cumulé
dures	32	40	40
cassées	16	20	60
nappage blanchâtre	10	12,5	72,5
madeleine manquante	8 (5+3)	10	82,5
mauvais goût	4	5	87,5
trop cuites	3	3,75	91,25
sachet unitaire non fermé	3	3,75	95
moisies	3	3,75	98,75
fragment de métal	1	1,25	100

- les défauts : madeleines trop dures, cassées, avec un mauvais nappage ou madeleine manquante représentent plus de 80 % des réclamations
- dures et cassées sont probablement des défauts liés
- madeleine manquante : hors législation
- des défauts peu fréquents sont des défauts critiques : moisissures, fragment de métal
- augmentation très significative des défaillances de conditionnement en Juillet et Août (vacances donc intérimaires ?)

En conséquence :

Etudier en priorité les problèmes "moisies" et "fragment de métal".

Puis vérifier le degré de cuisson (dures, trop cuites).

Augmenter la surveillance du personnel intérimaire et renforcer sa formation.

DEUXIÈME PARTIE (20 points)

2.1.

éléments à nettoyer

fréquences de nettoyage

responsabilités

mode opératoire ou renvoi à une instruction de travail

éventuellement, contrôle

2.2.

Pour le nettoyage :

N1 sel d'ammonium quaternaire interdit pour les laiteries

N2 sel d'ammonium quaternaire exceptionnellement autorisé

N3 RAS

conclusion N2 ou N3

Pour la désinfection :

D1 possible mais trop de contraintes

D2 possible mais trop de contraintes

D3 possible mais des contraintes

D4 RAS

conclusion D4

2.3.

concentration d'utilisation

date de péremption

nature (dureté) de l'eau utilisée pour la dilution, température du produit,

délai d'action

modalités de rinçage.

TROISIÈME PARTIE (15points)

3.1.

Reconnaissance officielle de compétence

Décernée par le COFRAC (comité français d'accréditation)

Reconnaissance de la qualité des analyses effectuées, parts de marché, prise en compte des résultats lors d'expertises, de litiges...

3.2.

3.2.1.

Exactitude : étroitesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée.

Justesse : étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et une valeur de référence acceptée.

Fidélité : étroitesse de l'accord entre des résultats d'essai indépendants obtenus sous des conditions stipulées.

Exactitude = justesse + fidélité

3.2.2.

- Répétabilité : fidélité sous conditions telles que les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode, sur des individus d'essai identiques, dans le même laboratoire, par le même opérateur, utilisant le même équipement et pendant un court intervalle de temps.

- Reproductibilité : fidélité sous conditions telles que les résultats d'essai indépendants sont obtenus par la même méthode, sur des individus d'essai identiques, dans différents laboratoires, avec différents opérateurs et utilisant des équipements différents.

- Écart type de répétabilité : calculé à partir de la distribution des résultats d'un même échantillon, dans un même laboratoire.

- Écart type de reproductibilité : calculé à partir de la distribution des résultats d'un même échantillon dans l'ensemble des laboratoires

QUATRIÈME PARTIE (15points)

4.1.

Risque du producteur : risque pris par le producteur de se voir refuser un lot conforme.

Risque du client : risque pris par le client d'accepter un lot non conforme

4.2.

Plus la qualité du procédé diminue, plus la probabilité d'accepter un lot est faible.

La QRP représente le degré de défaut correspondant à un risque producteur déterminé.

La QRC représente le degré de défaut correspondant à un risque client déterminé

4.3.

Décroissance moins rapide avec un effectif de 5 (efficacité plus faible)

Décroissance plus rapide avec un effectif de 20 (efficacité plus grande)

4.4.

Contrôle aux mesures : se dit d'un contrôle où on mesure une caractéristique du produit de chaque unité d'échantillon, c'est la valeur de la mesure qui sera le critère d'acceptation.

contrôle par attributs : se dit d'un contrôle où le produit est classé en défectueux ou non, c'est le nombre de non conformes qui sera le critère d'acceptation (plus rarement le nombre moyen de défauts par unité, lorsque chaque unité est susceptible de présenter plusieurs défauts).

TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION

Analyses biochimiques et microbiologiques (coef: 3)

Cette épreuve est divisée en deux parties, techniques d'analyse au laboratoire de biochimie-microbiologie et techniques de production dans les installations de génie industriel.

Pour cette dernière partie, nous ne disposons que d'un nombre limité de sujets. On se reportera aux annales des sessions 1995-1997 pour en découvrir d'autres.

1° partie : techniques d'analyse

sujet 1 PRODUCTION INDUSTRIELLE D'ANTIBIOTIQUE (QATAC A1)

PREMIER JOUR (4 heures)

1. La production industrielle de pénicilline

Il est proposé d'étudier quelques aspects de la production de la pénicilline:

- le milieu de production;
- la souche utilisée;
- le dosage de la pénicilline;

1.1. Le milieu de production (30 points)

Actuellement, la pénicilline est produite par un *Penicillium chrysogenum*, en système discontinu avec additions régulières et contrôlées de nutriments (« fed-batch »). Le pH et la quantité d'oxygène dissous sont maintenus à des valeurs dynamiques optimales.

La composition du milieu est la suivante:

Glucose	8 g.L ⁻¹
Corn steep liquor	9 g.L ⁻¹
Pharma média	5 g.L ⁻¹
Craie	0,5 g.L ⁻¹
Sulfate d'ammonium	0,5 g.L ⁻¹
KH ₂ PO ₄	0,5 g.L ⁻¹
Huile	0,5 g.L ⁻¹
Acide phénylacétique	0,5 g.L ⁻¹

Pour la plupart des micro-organismes producteurs d'antibiotiques, une source de carbone rapidement assimilable exerce une action négative sur leur biosynthèse par répression catabolique glucidique ou « effet glucose »; c'est le cas pour la production de pénicilline.

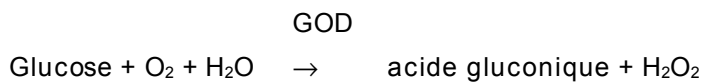
D'autre part la croissance des micro-organismes réclame des concentrations en phosphates entre 0,3 et 300 mmol.L⁻¹, mais la synthèse de métabolites secondaires est inhibée par des concentrations trop élevées. La concentration en phosphate se révèle donc comme un élément capital pour une production optimale d'antibiotique.

Deux dosages de contrôle du milieu de culture initial sont proposés: dosages du glucose et des phosphates.

1.1.1. Dosage du glucose par une méthode enzymatique

Principe

La glucose-oxydase (GOD) catalyse l'oxydation du glucose en acide gluconique selon la réaction suivante:



Le peroxyde d'hydrogène formé réagit en présence de peroxydase (POD) avec un chromogène (RH₂) pour donner un produit coloré (R).



L'intensité de la coloration obtenue est proportionnelle à la concentration en glucose.

Réactifs

- * Solution de travail, prête à l'emploi qui contient:
 - * les enzymes (GOD, POD)
 - * le tampon (phosphate, phénol)
 - * le chromogène (amino-4-antipyrine)
- * Solution étalon de glucose à 5 mmol.L⁻¹
- * Milieu de culture (à diluer si nécessaire)

Réaction colorée

Introduire dans une semi microcuve de spectrophotomètre:

étalon, ou milieu de culture (dilué)	20 µL
solution de travail	1 mL

Incuber 30 minutes au bain thermostaté à 37°C, puis lire les absorbances à 510 nm.

La coloration est stable 30 minutes.

Résultats

Déterminer la concentration en glucose du milieu.

Conclure en vous aidant de la composition du milieu de culture.

Données:

$$M_{\text{glucose}} = 180 \text{ g.mol}^{-1}$$

Limite de linéarité de la méthode 2 g.L⁻¹

C.V. = 4 %

1.1.2. Dosage des phosphates par la méthode de Briggs

Minéralisation du milieu de culture

1 mL de milieu de culture a été minéralisé en milieu sulfo-nitrique. Puis la totalité du minéralisat a été transférée dans une fiole jaugée de 100 mL et le volume a été complété avec de l'eau distillée.

Dosage

- 5 mL de minéralisat
- 2 mL de réactif molybdique
- 1 mL d'hydroquinone à 10 g.L⁻¹
- 1 mL de sulfite de sodium à 200 g.L⁻¹

Homogénéiser.

Laisser reposer 20 min. à l'obscurité.

Lire l'absorbance à 700 nm.

Établissement de la gamme d'étalonnage.

À partir d'une solution étalon mère à $3,402 \text{ g.L}^{-1}$ de KH_2PO_4 (25 mmol.L^{-1}), préparer une gamme étalon de 0 à $2,5 \text{ } \mu\text{moles}$ de P par tube. À chaque tube, ajouter les réactifs en suivant le protocole utilisé lors du dosage.

Homogénéiser.

Laisser reposer 20 minutes à l'obscurité.

Lire l'absorbance à 700 nm.

Résultats

Donner un tableau complet (dosage et étalonnage).

Tracer la courbe d'étalonnage ou réaliser une régression linéaire.

Déterminer la concentration en phosphates du milieu de culture.

Comparer le résultat obtenu à la concentration indiquée dans la composition du milieu de culture et conclure.

Donnée: C.V. = 4 %

1.2. La souche utilisée: *Penicillium chrysogenum* (6 points)

L'inoculum de base est soigneusement conservé. Cependant, il est nécessaire de vérifier si le clone correspond bien à la souche choisie.

1.2.1. Étudier la morphologie macroscopique et microscopique du champignon filamenteux présenté sur gélose Sabouraud en boîte de Pétri.

1.2.2. Réaliser un schéma légendé à partir de l'observation microscopique.

1.2.3. Conclure sur l'identité de la souche à l'aide du document 1.

1.3. Dosage de la pénicilline (16 points)

Après l'étape de production, l'extraction et la purification de la pénicilline sont nécessaires.

Elles comportent en particulier:

- la séparation du mycélium du milieu, réalisée par filtration sur filtre rotatif,
- une extraction chimique sur le filtrat et les eaux de lavage du filtre,
- une purification suivie d'une cristallisation,
- un lavage des cristaux et finalement un séchage de la masse cristalline.

Le titrage microbiologique de la pénicilline à effectuer correspond à l'étape de l'extraction chimique.

Le procédé utilisé est celui du titrage par diffusion en milieu gélosé.

La concentration de la pénicilline dans l'extrait est estimée par comparaison de l'inhibition de la croissance d'une souche test sensible, *E.coli* ATCC 10536, provoquée respectivement par des concentrations connues de l'antibiotique et de l'extrait à doser.

1.3.1. Préparation de la gamme étalon de pénicilline

A partir d'une solution mère de pénicilline à 4 g/L (notée S.M), réaliser avec de l'eau distillée stérile, trois tubes contenant 1000, 2000, 3000 $\mu\text{g/mL}$ de pénicilline sous un volume total de 1 mL.

1.3.2. Dosage

1.3.2.1. Préparation de la boîte

La souche sensible *E. coli* est en bouillon Mueller-Hinton, culture de 18 h à 37°C .

Dans un flacon de gélose Mueller-Hinton en surfusion, ramené à 48°C - 50°C , introduire 2 mL d'une dilution 10^{-3} en eau physiologique stérile de la culture d'*E. coli*.

Verser immédiatement le milieu ensemencé dans une boîte carrée de 120 mm de côté.

Laisser solidifier.

1.3.2.2. Imprégnation des disques

Les quatre concentrations de pénicilline (1000, 2000, 3000, 4000 $\mu\text{g/mL}$) ainsi que l'extrait à doser seront testés en triple.

Déposer les disques de papier absorbant stériles de 6 mm de diamètre dans une boîte carrée, vide.

Imprégner chaque disque par un volume de 15 μL de solution étalon de pénicilline ou de l'extrait à doser (noté E) avant de le poser sur la boîte.

1.3.2.3. Dépôt des disques

Placer judicieusement à l'aide d'une paire de pinces stériles au maximum 16 disques.

Ils devront être distants de 15 mm du bord de la boîte et de 30 mm de centre à centre. (Cf. document 2)

Appuyer légèrement sur le disque après l'avoir déposé pour éviter qu'il ne tombe lorsque la boîte sera retournée pendant l'incubation.

Laisser diffuser 30 minutes à température ambiante.

Incuber 18 h à 37°C.

1.4. Compte rendu

1.4.1. Réalisation de la gamme étalon de pénicilline

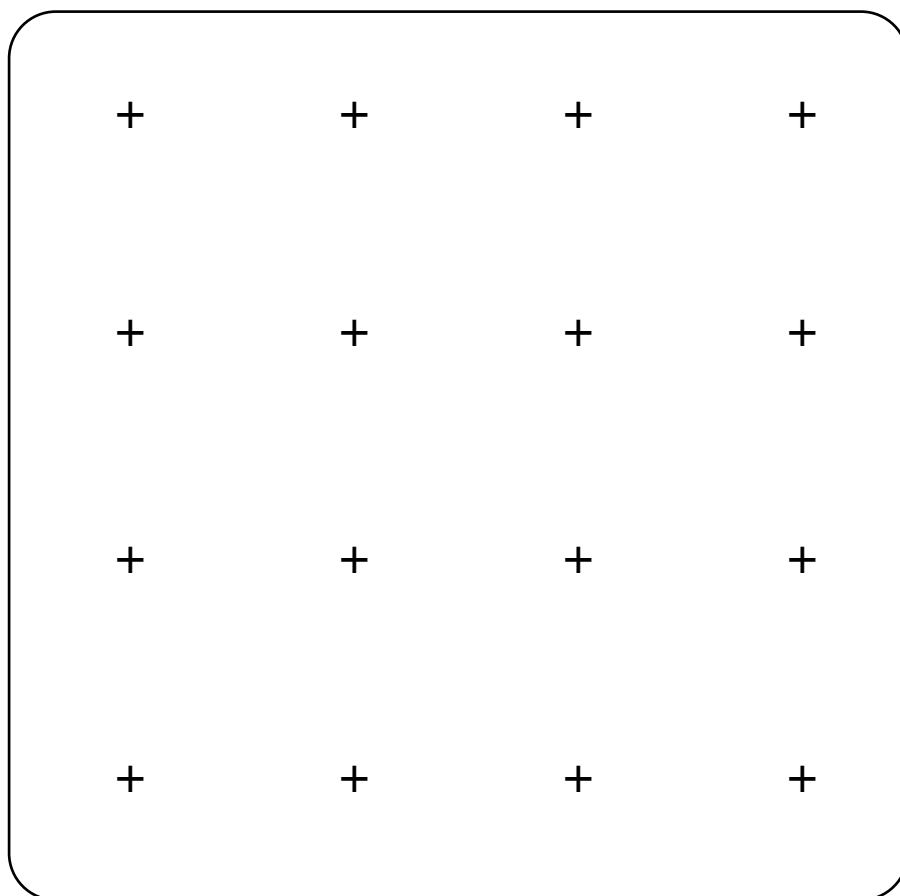
Indiquer dans un tableau, la réalisation des dilutions.

1.4.2. Dosage

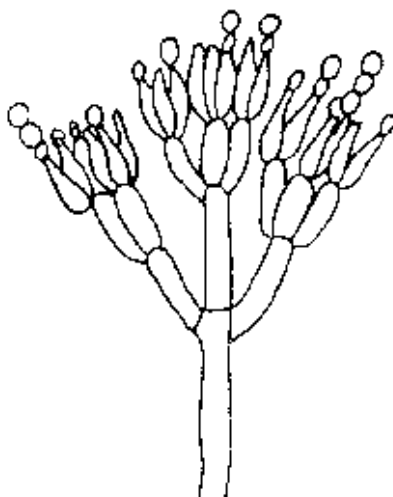
Joindre dans le compte-rendu, le diagramme des disques déposés (cf. document 2).

Sécurité asepsie: pénalité jusqu'à 5 points (sur 60 points).

DOCUMENT 1



NDLR : le document original est de la largeur de la boîte (12 cm)



Penicillium chrysogenum

DEUXIÈME JOUR (2 heures)

1. La production industrielle de pénicilline

Mesurer avec une précision de 0,5 mm, les diamètres des zones d'inhibition.

Présenter l'ensemble des résultats dans un tableau.

remarque: noter la valeur des 3 diamètres des zones d'inhibition pour chaque solution étalon ainsi que pour l'extrait puis la valeur moyenne.

Tracer sur papier millimétré, la droite d'étalonnage: diamètre moyen d'inhibition en fonction du logarithme décimal des concentrations en pénicilline.

En déduire la concentration de la pénicilline dans l'extrait E.

2. Identification du genre de deux souches productrices d'antibiotique (8 points)

La souche A est présentée sur gélose trypticase soja inclinée, et la souche B sur un milieu en boîte de Pétri qui permet la culture des Actinomycètes.

Décrire la morphologie macroscopique de chacune des cultures.

Réaliser et décrire pour les souches bactériennes A et B une coloration de Gram.

Effectuer la recherche des enzymes respiratoires pour la souche A.

Conclure sur le genre auquel appartiennent les deux souches A et B.

sujet 2 QUELQUES CONTRÔLES DANS LES INDUSTRIES LAITIÈRES QATAC C1

PREMIER JOUR (5 heures)

1. CONTRÔLE DE LA MATIÈRE PREMIÈRE (30 points)

Il apparaît que la formation d'un caillé lors de la transformation du lait en fromage dépend du rapport P/Ca (phosphore total sur calcium). En cas de déficit en phosphore suite à certaines pathologies chez la vache, ce rapport peut être modifié. Il est donc nécessaire de doser le phosphore total présent dans le lait avant sa transformation. La méthode utilisée consiste à mesurer la teneur en phosphore total après minéralisation du lait par voie sèche. Cette teneur est exprimée en pourcentage massique.

1.1. Principe

Une prise d'essai de 10 mL exactement est minéralisée par voie sèche.

Les cendres sont dissoutes dans une solution d'acide chlorhydrique; l'addition d'une solution de « molybdate de sodium - acide ascorbique » (réducteur) donne un complexe phosphosmolybdeux molybdique.

La mesure spectrophotométrique de la coloration bleue est réalisée à 820 nm.

Dans le lait le P total est voisin de 0,1 % de lait

1.2. Mode opératoire

1.2.1. Préparation du réactif molybdate - acide ascorbique

- sol (1): molybdate de sodium: solution fournie
- sol (2): solution d'acide ascorbique: dans une fiole jaugée de 20 mL, dissoudre 1 g d'acide ascorbique dans de l'eau distillée et compléter au trait de jauge .
- mélange des solutions 1 et 2 immédiatement avant utilisation: mélanger 50 mL de solution (1) et 20 mL de solution (2) dans une fiole jaugée de 200 mL et compléter au trait de jauge avec de l'eau.

1.2.2. Détermination du taux de phosphore dans l'échantillon (2 essais E1 et E2)

Dans chaque minéralisat, on a ajouté 2 à 3 mL de solution d'HCl à 1 mol.L⁻¹.

Après dissolution totale des cendres, on a transvasé dans une fiole jaugée de 100 mL et complété au trait de jauge avec de l'eau distillée . On a obtenu les solutions S₁ et S₂ mises à votre disposition

- diluer au 1/10 avec de l'eau distillée, chaque solution S dans une fiole jaugée de 100 mL.
- mettre 2 mL de la solution diluée dans une fiole jaugée de 50 mL, puis ajouter:
 - 25 mL environ d'eau distillée;
 - 20 mL exactement de la solution molybdate - acide ascorbique;
 - compléter au trait de jauge avec l'eau distillée.
- verser le contenu de la fiole jaugée dans un récipient convenable qui sera placé 15 min dans un bain d'eau bouillante.
- refroidir dans un bain d'eau froide jusqu'à température ambiante.

1.2.3. Établissement de la gamme d'étalonnage

1.2.3.1. Préparation de la solution étalon de phosphore

Préparer 250 mL de solution de KH₂PO₄ à 0,4394 g.L⁻¹ puis diluer cette solution au 1/10 avec de l'eau distillée dans une fiole jaugée de 20 mL.

1.2.3.2. Dans une série de 5 fioles jaugées de 50 mL, introduire respectivement:

- 0,1, 2, 3, 4 mL de la solution étalon .
- ajouter l'eau et le réactif « molybdate-acide ascorbique » dans les mêmes conditions que pour l'essai § 1.2.2.
- transvaser respectivement chaque solution dans un récipient convenable qui sera placé 15 min, avec les essais, dans un bain d'eau bouillante;
- refroidir dans un bain d'eau froide jusqu'à température ambiante.

Lire les absorbances contre le témoin réactif (stabilité de la coloration: maximum 1 heure)

1.3. Expression des résultats

1.3.1. Calculer la concentration de la solution étalon en μg de P par mL;

Puis établir un tableau donnant la composition des tubes de la gamme d'étalonnage et les masses de P en μg contenues dans ces tubes.

1.3.2 Construire la courbe d'étalonnage et donner la régression linéaire.

1.3.3 Donner les valeurs m_1 et m_2 , en microgrammes de phosphore :

- lues sur le graphe
- calculées à partir de l'équation de la droite de régression, dont on précisera le coefficient de corrélation et la pente de la droite de régression.

1.3.4. Exprimer la teneur en phosphore en pourcentage en masse de lait, le CV étant de 3%.

Répétabilité: la différence entre les résultats de 2 déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste utilisant le même appareillage ne doit pas dépasser 0,03 g de P pour 100 g d'échantillon.

Données .

La masse molaire de KH_2PO_4 est de $136,1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

La masse molaire de P est de $31 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

La masse volumique du lait est de $1,033 \text{ Kg}\cdot\text{dm}^{-3}$

2. VALIDATION D'UNE MÉTHODE DE CONTRÔLE DE L'ACTIVITÉ BACTÉRICIDE D'UN DÉSINFECTANT. (30 points)

En industries laitières, la qualité des produits fabriqués dépend d'une bonne hygiène, ce qui sous-entend un nettoyage soigné et efficace.

Les produits de nettoyage utilisés sont des désinfectants; leur activité bactéricide est testée au laboratoire par différentes techniques; deux sont recommandées en France et sont décrites par l'AFNOR,

- une méthode de dilution-neutralisation : Norme NFT 72150,
- une méthode de filtration sur membrane: Norme NFT 72151.

La méthode de dilution-neutralisation comporte un essai préliminaire correspondant à la recherche du neutralisant le plus efficace et un essai proprement dit où les souches bactériennes sont mises en contact pendant 5 minutes avec différentes concentrations de désinfectant.

Un produit sera déclaré bactéricide si l'on obtient une réduction de 99,999% (soit 10^5 fois) en 5 minutes des cellules provenant de cinq souches bactériennes: *Pseudomonas aeruginosa* CNCM A 22, *Escherichia coli* CNCM 54127 (ATCC 10536), *Staphylococcus aureus* souche oxford CNCM 53154 (ATCC 91144), *Enterococcus faecium* CNCM 5855 (ATCC 10541 - CIP 5855) et *Mycobacterium smegmatis* CNCM 7326.

On propose, préalablement à l'étude d'un antibactérien AB, de tester l'efficacité d'un neutralisant X sur une des souches de référence: *Escherichia coli* CNCM 54 127 (ATCC 10536).

Chaque candidat dispose:

- d'une souche bactérienne d'*E. coli* de référence, entraînée (ayant subi 3 repiquages successifs à 24 h d'intervalle) présentée sur gélose A.
- de 2 cm^3 d'antibactérien noté AB,
- de 2 tubes de 10 cm³ de tryptone sel stérile
- de 1 tube de tryptone sel de volume 8 cm^3
- de 4 tubes de tryptone-sel de volume 9 cm^3
- de 1 tube de tryptone-sel de volume $9,5 \text{ cm}^3$,
- de 2 tubes de diluant-neutralisant X de 9 cm^3 ,
- de 6 tubes de PCA en surfusion à 47°C (15 cm^3),
- de 1 tube de 5 cm^3 d'eau distillée stérile,
- d'une gélose lactosée au BCP
- et du matériel courant de microbiologie.

2.1. Vérification de la pureté de la souche d 'E coli

Réaliser une coloration de Gram

Isoler la souche sur une gélose lactosée au BCP.

2.2. Réalisation d'une suspension bactérienne d'E. coli en milieu tryptone-sel et de turbidité comprise entre 0,1 et 0,2 à 650 nm. (soit une turbidité environ égale à 0,5 Mac-Farland).

- Introduire 10 mL de tryptone-sel dans le tube de gélose A.
- Émulsionner la culture à l'aide de 5 billes de verre stériles.
- En vous aidant de l'étalon 0,5 de l'échelle de Mac-Farland, préparer dans un tube de 10 mL de tryptone-sel la suspension demandée.
- Vérifier au spectrophotomètre la turbidité de cette suspension.

Donnée: pour une turbidité comprise entre 0,1 et 0,2 à 650 nm, la suspension mère contient entre 1.10^8 et 3.10^8 cellules/mL.

2.3. Dilution de la suspension mère jusqu'à obtenir 10 cm^3 de suspension fille contenant entre $2\ 10^3$ à $6\ 10^3$ bactéries par cm^3 .

2.4. Dénombrement de la suspension fille.

Introduire $0.5\ \text{cm}^3$ de la suspension bactérienne fille dans $9.5\ \text{cm}^3$ de tryptone sel et réaliser le dénombrement sur $1\ \text{cm}^3$ (méthode en profondeur, une seule couche) Effectuer deux essais.

2.5. Test d'efficacité du neutralisant X.

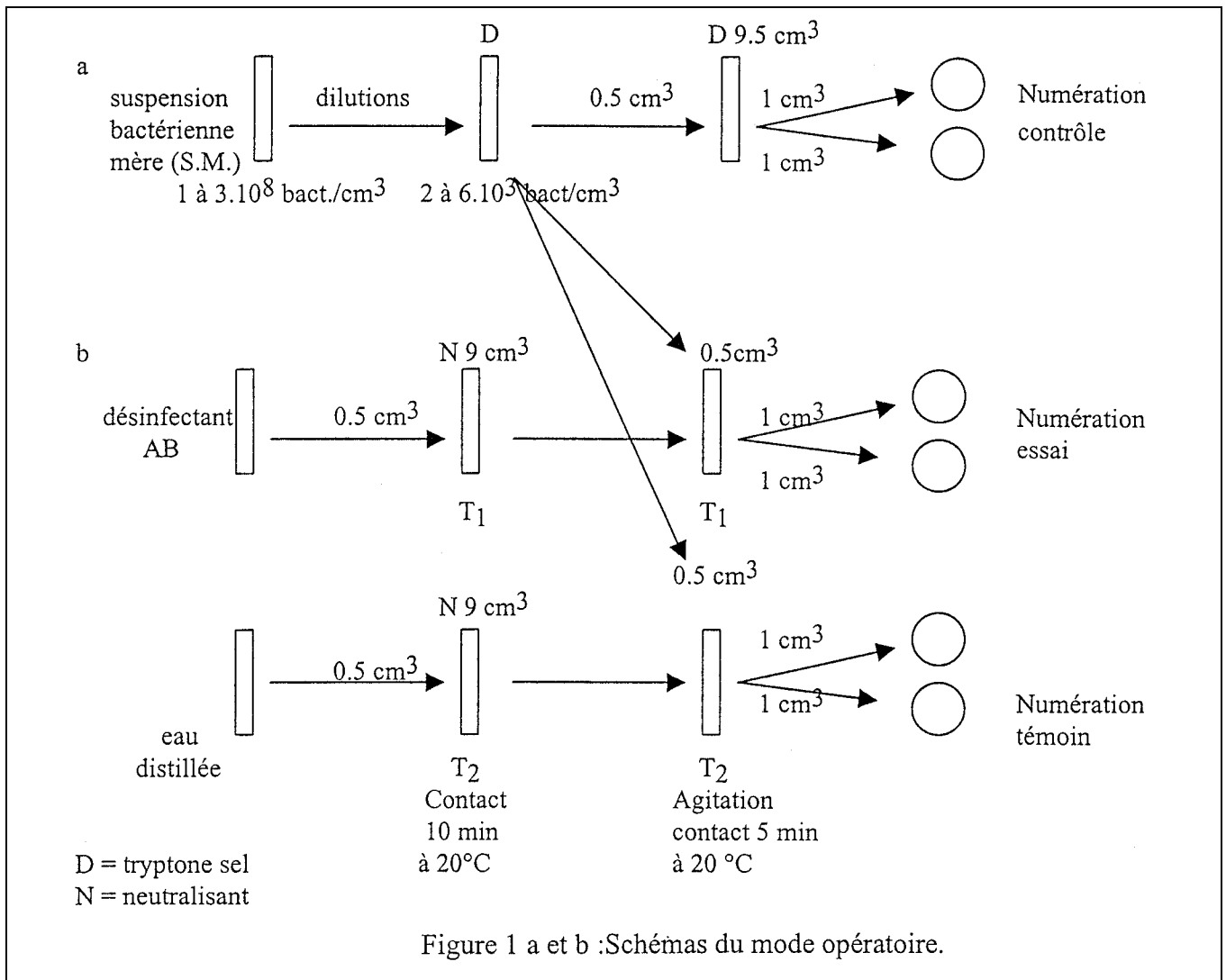
Dans 2 tubes de $9\ \text{cm}^3$ de diluant-neutralisant, introduire :

- dans l'un (T1) $0.5\ \text{cm}^3$ du désinfectant AB à tester,
- dans l'autre (T2) $0.5\ \text{cm}^3$ d'eau distillée stérile,

agiter, laisser en contact $10\ \text{min} \pm 1\ \text{min}$ à 20°C .

Après contact, introduire dans chacun des tubes, en évitant la partie supérieure des parois du tube $0,5\ \text{cm}^3$ de suspension bactérienne fille (2.10^3 à 6.10^3 bactéries./ cm^3).

- Déclencher le chronomètre dès le début de l'addition
- Agiter au vortex 3 à 5 s
- Laisser en contact pendant $5\ \text{min} \pm 1\ \text{min}$ à 20°C
- Agiter chaque tube au vortex très rapidement
- Prélever 2 fois $1\ \text{cm}^3$ dans chacun des tubes et les transférer respectivement dans des boîtes de Pétri vides stériles.
- Arrêter le chronomètre (il ne doit pas indiquer plus de 6 min)
- Incorporer $15\ \text{cm}^3$ de milieu PCA par boîte
- Incuber les boîtes 48 h à $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.



À la fin de la séance, rendre compte par écrit:

- des résultats de l'observation du Gram.
- de la technique utilisée pour obtenir la suspension bactérienne fille entre $2 \cdot 10^3$ à $6 \cdot 10^3$ ufc/cm³.

Sécurité aseptique: pénalité jusqu'à 5 points (sur 60 points).

DEUXIÈME JOUR : 1 heure

Documents non autorisés, Calculatrice autorisée.

2. EFFICACITÉ D'UN NEUTRALISANT X VIS A VIS D'UN ANTIBACTÉRIEN AB POUR E COLI.

2.1 Vérification de la pureté de la souche d 'E Coli.

2.2 Dénombrement de la suspension fille.

2.2.1 Exprimer le résultat et présenter les résultats obtenus sous forme d'un tableau.

2.2.2 Vérifier que le résultat obtenu correspond à une suspension diluée titrante de 2 à $6 \cdot 10^3$ cellules par cm³.

2.3 Test d'efficacité du neutralisant X.

2.3.1 Vérifier que 50% au moins des cellules bactériennes d'E Coli sont protégées de l'action antibactérienne de AB par le neutralisant X. Justifier.

2.3.2. Vérifier que le neutralisant X est sans effet sur la suspension bactérienne.

Justifier.

2° partie : techniques de production

SUJET 1 ÉTUDE D'UNE LYOPHILISATION

DOCUMENTS PERSONNELS NON AUTORISÉS

LES NOTICES D'UTILISATION ET DE NETTOYAGE DE L'APPAREIL SONT FOURNIES PAR LE CENTRE D'EXAMEN

La lyophilisation est une technique de déshydratation qui fait intervenir plusieurs étapes. La manipulation permettra d'étudier ces étapes et de déterminer l'efficacité de la déshydratation sur un lait fermenté.

1. Sublimation de l'eau

1.1 Préparation des échantillons.

Déposer dans un pot en plastique 50 mL d'eau distillée. Plonger un thermomètre dans l'eau du pot et le fixer.

1.2 Sublimation dans le pot en plastique.

1.2.1 Protocole expérimental

- mettre le pot dans le lyophilisateur; faire bien attention au thermomètre
- fermer le lyophilisateur }
- démarrer le lyophilisateur } suivre les procédures spécifiées dans
- démarrer la trompe à vide,} le dossier fourni par le centre.
- démarrer la lecture des paramètres
- arrêter la lecture 2 minutes après le début de la sublimation.

1.2.2. Suivi

Les paramètres à suivre en fonction du temps sont: la température et la pression.
Noter l'instant où débute la sublimation.

1.2.3. Résultats

Construire le diagramme de phase de l'eau: $\log P = f(T)$
Préciser les différents états de l'eau sur la courbe.
Interpréter les résultats obtenus.

2. Détermination de la matière sèche d'un lait fermenté (A).

Cette détermination s'effectue à l'aide d'une balance Infrarouge. La fiche technique de l'appareil est fournie avec le dossier. Le test est à effectuer sur une masse proche de 5 grammes. Donner la matière sèche du lait fermenté.

3. Lyophilisation d'un lait fermenté. Lors de la manipulation on préparera 5 échantillons.

3.1. Pesée des échantillons.

Peser précisément 5 échantillons d'environ 9 à 10 g de lait fermenté

3.2. Congélation.

Placer une sonde de T° dans un des échantillons puis congeler à – 20°C.
Attendre 30 minutes que la congélation ait lieu.

3.3. Lyophilisation.

Une fois la congélation réalisée, placer les échantillons dans le lyophilisateur.
Mettre en marche le lyophilisateur en suivant la procédure fournie.
Lyophiliser pendant une heure.

Durant la lyophilisation et l'arrêt de la pompe à vide, suivre l'évolution de la température et de la pression.

À la fin de la manipulation, arrêter le lyophilisateur et récupérer le lait fermenté. (B)

3.4. *Pesée du lait fermenté.*

Peser le lait fermenté après lyophilisation.

Déterminer la matière sèche du produit lyophilisé (B) et celui du produit de référence lyophilisé (C) qui vous sera fourni.

3.5. *Résultats.*

Tracer la courbe $\log P = f(T)$ en la superposant à celle de l'eau.

Préciser sur le tracé obtenu les différentes étapes de la lyophilisation.

Donner la durée de l'étape de sublimation.

Déterminer la perte d'eau suite à la lyophilisation, calculer le rendement de la lyophilisation.

Comparer ces résultats à ceux obtenus sur le produit de référence.

Conclure.

Sujet 12 CONCENTRATION D'UN JUS SUCRÉ PAR ÉVAPORATION

DOCUMENTS PERSONNELS NON AUTORISÉS

LES NOTICES D'UTILISATION ET DE NETTOYAGE DE L'APPAREIL SONT FOURNIES PAR LE CENTRE D'EXAMEN

Le jus sucré est concentré par évaporation sous pression réduite dans un évaporateur à couche mince.

1. *Matériel*

Évaporateur à couche mince.

Réfractomètre à main.

Chronomètres

Densimètre

Thermomètre

2. *Manipulation*

2.1. *Mise en régime stationnaire*

Respecter les consignes données en annexe

2.2 *Concentration du jus sucré*

- Mesurer la température, la densité et le Brix du jus sucré.
- Diminuer la vitesse du rotor et arrêter la pompe d'alimentation.
- Vider l'eau contenue dans le « bac produit » et le « bac concentré ».
- Mettre le jus sucré dans le « bac produit », régler le rotor et remettre la pompe d'alimentation en marche.
- Maintenir le régime stationnaire en respectant les consignes données en annexe
- Mesurer les débits de produit, de concentré, de vapeur de travail et de vapeur retirée du jus.
- Relever:
 - la température de la vapeur de travail et sa pression,
 - la température du condensat de vapeur de travail,
 - la température et la pression de la vapeur retirée du jus,
 - la température du concentré.
- Mesurer le Brix et la densité du concentré.

3. Compte rendu

Concevoir et remplir une fiche de fabrication.

Calculer le facteur de concentration obtenu. Quels seraient les paramètres à modifier pour augmenter ce facteur ? Indiquer dans quel sens il faudrait les modifier. Préciser, s'il y en a, les limites de ces paramètres et justifier votre réponse.

Établir un bilan matière et calculer le rendement.

Établir le bilan enthalpique de l'évaporateur (sans tenir compte du condenseur):

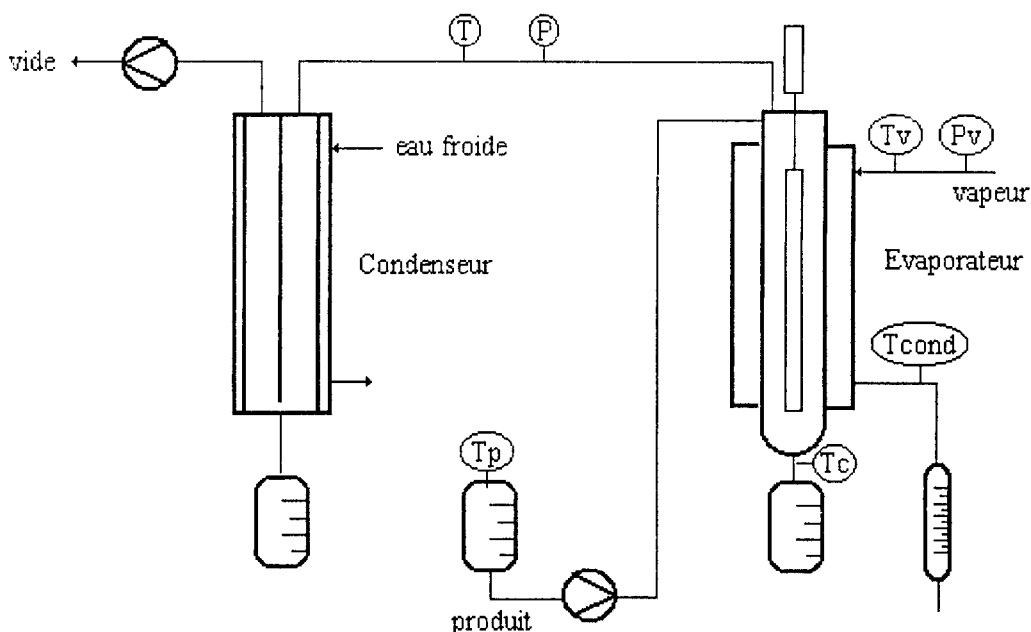
- l'enthalpie de la vapeur sera déterminée sur le « diagramme enthalpique de la vapeur »,

- la chaleur massique spécifique d'un jus sucré est donné par la formule:

$$C_p \text{ (kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}) = 4,18 - 0,025 Bx$$

- la chaleur massique spécifique de l'eau est de $4,18 \text{ kJ.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

Calculer le rendement enthalpique de l'évaporateur.



EVAPORATEUR EN COUCHE MINCE

ANNEXE

- Remplir le « bac produit » d'eau.
- Ouvrir l'eau de refroidissement (rotor et condenseur) et l'eau d'alimentation de la pompe à anneau liquide.
- Régler le débit d'eau du condenseur à 300 L/h.
- Mettre en route le rotor et régler sa vitesse*.
- Ouvrir la vapeur et régler à 1,1 Bar (+ 0,1 Bar) soit une température de 104 °C.
- Ouvrir le casse - vide, mettre la pompe à vide en marche, fermer le casse - vide et régler la pression à - 0,2 Bar.
- Régler la vitesse du rotor*
- Mettre en marche la pompe d'alimentation et régler le débit à environ 5,5 L/h (index de la pompe à 55%).
- Attendre le régime stationnaire (20 min environ)
- Réglage du rotor:
 - en absence d'alimentation: 200 t/min
 - juste avant alimentation: 1000 t/min

SUJET 16 APPERTISATION DE BOITES DE PETITS POIS

(Essai n° 3542)

DOCUMENTS PERSONNELS NON AUTORISÉS

LES NOTICES D'UTILISATION ET DE NETTOYAGE DE L'APPAREIL SONT FOURNIES PAR LE CENTRE D'EXAMEN

1. Manipulation

- Conditionner les petits pois dans trois boîtes en respectant la législation en vigueur. Le liquide de couverture contient 8% de sucre et 2% de sel.
- Donner le poids net total et le poids net égoutté.
- Placer une sonde de température dans l'une des boîtes.
- Installer les boîtes dans l'autoclave et démarrer la stérilisation en respectant la procédure fournie.

La stérilisation sera effectuée à une température de barème de 117° C pendant 10 minutes.

- Enregistrer la température à cœur et la température ambiante pendant toute la durée du traitement.
- Établir l'étiquette à apposer sur les boîtes en respectant la législation en vigueur.

2. Compte rendu

- Citer et justifier les opérations préalables que doivent subir les petits pois avant conditionnement et appertisation
- Calculer, par la méthode de Bigelow, la valeur stérilisatrice obtenue.
- Déterminer le temps de barème pour obtenir une valeur stérilisatrice de 8 minutes.
- Clostridium botulinum a une durée de réduction décimale à 121,1°C ($D^{121,1^\circ\text{C}}$ de 0,21 min. La charge en Cl. botulinum étant de 150 UFC/mL, calculer la charge résiduelle après appertisation ($F^{121,1^\circ\text{C}} = 8 \text{ min}$).

$$\text{Données: } L_T = 10^{\frac{T-T^*}{Z}}$$
$$Z = 10^\circ\text{C} \quad T^* = 121,1^\circ\text{C}$$

Annales du BTS Qualité dans les industries agroalimentaires et le bioindustries
Sessions 1998-1999

UPBM-Édition
Publications de l'UPBM

ISBN 2-91069-27-3

