A photograph of a complex industrial laboratory setup. It features a yellow metal frame supporting various stainless steel vessels, including large vertical tanks and smaller round-bottom flasks. The equipment is interconnected with a network of pipes, hoses, and valves. The background is a plain, light-colored wall.

Brevet de technicien supérieur

**QUALITÉ DANS
LES
INDUSTRIES
ALIMENTAIRES
ET LES
BIOINDUSTRIES**

**ANNALES SESSIONS
2004-2005
avec corrigés**

**UPBM Édition
Publications de l'UPBM**

Les Annales du BTS Qualité dans les Industries alimentaires et les bioindustries ont été réalisées par Gisèle RIGARD (Clermont-Ferrand) et Jean-Noël JOFFIN (Saint Denis).

Madame Françoise ARTAUD-DUMOULIN en assure la diffusion.

Tous nos remerciements à Lucie FENIES, Jean-François BRUN, Christine MAZZIA, Philippe SUCHET (Clermont-Ferrand), Gabriella MOLINA (ENCPB Paris), Bernard HUGELÉ, Annie CARÉME, Steeve COPPÉ, Benoît COURANJOU, Sandrine De MONGOLFIER, Jean-Louis ROHAUT et Christiane JOFFIN (Saint-Denis) pour le recueil des sujets et les corrigés.

La numérisation des textes a été faite sur Macintosh.

Photographie de couverture :

évaporateur sur couches minces (photo de Julien MAZAYE, étudiant à Clermont-Ferrand)

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 fabrication particulièrement élevés et nous oblige à un prix de vente en rapport.

Nous avons cette année ajouté des corrigés : ils sont réalisés bénévolement par les collègues sous leur responsabilité. Des erreurs ou des divergences d'appréciation peuvent conduire d'autres collègues ou les étudiants à ne pas être en accord avec le corrigé. Pouvez-vous adresser vos remarques à jnjoffin@ac-creteil.fr ou/et gisele.rigard@wanadoo.fr ?

Les sujets de Techniques d'atelier du génie industriel sont spécifiques des installations : ils ne figurent pas dans cette édition. Des exemples pourront être trouvés dans les annales antérieures.

Vous pourrez consulter les erratums ou les remarques transmises sur le site internet <http://www.upbm.net> à la rubrique annales.

ISBN : 2-910069-45-1



Sommaire

Sommaire.....	3
Règlement d'examen.....	4
Sujets 2004.....	8
E1- ANGLAIS 2004.....	8
E2-U21 MATHÉMATIQUES 2004.....	9
E2-U22 SCIENCES PHYSIQUES 2004.....	10
E3-U3 BIOCHIMIE - BIOLOGIE-2004.....	15
E4-U4 SCIENCES APPLIQUÉES 2004.....	19
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet A -2004.....	25
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet B 2004.....	29
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet C 2004.....	39
E6-U62 QUALITÉ APPLIQUÉE AUX INDUSTRIES ALIMENTAIRES ET AUX BI0INDUSTRIES - ÉTUDE DE CAS-2004.....	47
Sujets 2005.....	54
E1- ANGLAIS 2005.....	54
E2-U21 MATHÉMATIQUES 2005.....	55
E2-U22 SCIENCES PHYSIQUES 2005.....	57
E3-U3 BIOCHIMIE - BIOLOGIE-2005.....	62
E4-U4 SCIENCES APPLIQUÉES 2005.....	69
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet A -2005.....	77
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet B -2005.....	85
E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet C -2005.....	93
E6-U62 QUALITÉ APPLIQUÉE AUX INDUSTRIES ALIMENTAIRES ET AUX BI0INDUSTRIES - ÉTUDE DE CAS-2005.....	102
Éléments de corrigés.....	111
Corrigés sujets 2004.....	112
Mathématiques 2004.....	112
Sciences physiques 2004.....	114
Biochimie-Biologie 2004.....	117
Sciences appliquées 2004.....	120
Étude de cas 2004.....	125
Corrigés sujets 2005.....	130
Mathématiques 2005.....	130
Sciences physiques 2005.....	131
Biochimie-Biologie 2005.....	134
Sciences appliquées 2005.....	137
Étude de cas 2005.....	143

Règlement d'examen

Tableau des épreuves

Code	Épreuve	Code	sous-épreuves	Forme	Durée	Coefficient
E.1	Anglais			Écrite	2 h	2
E.2	Mathématiques et Physique Chimie	E.2.A	Mathématiques	Écrite	2 h	2
		E.2.B	Physique Chimie	Écrite	2 h	3
E.3	Biochimie-Biologie			Écrite	4 h	5
E.4	Sciences appliquées			Écrite	4 h	5
E.5	Techniques d'analyse et de production	E.5.A	Techniques d'atelier du génie industriel	Pratique	4 h	3
		E.5.B	Techniques d'analyses et de contrôles	Pratique	6 h	3
E.6	Qualité appliquée aux industries alimentaires et aux bioindustries	E.6.A.	Soutenance de projet	Orale (soutenance)	1 h	3
		E.6.B.	Étude de cas	Écrite	4 h	4
					Total	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 bioindustries 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 vendredi 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 la physique-chimie)
- Coefficient : 5 (2 pour les mathématiques, 3 pour la 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 qualité
- 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 œuvre 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 matériels.

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.

Sujets 2004

E1- ANGLAIS 2004

Durée : 2 heures Coefficient: 2

L'usage de la calculatrice est interdit. L'usage d'un dictionnaire bilingue est autorisé

SAFE TO DRINK

Sunlight and plastic bottles could save millions of lives

A PLASTIC bottle provides a cheap way to harness⁽¹⁾ the power of the Sun to disinfect emergency supplies of drinking water after natural disasters.

5 This week Oxfam discussed using solar disinfection in Assam, India, where the floods earlier this month left 5 million people homeless. The charity says that chlorination tablets for disinfecting drinking water are in short supply.

10 The idea of using plastic bottles for solar disinfection-or SODIS-has been developed by researchers at the Swiss Federal Institute for Environmental Science and Technology in Duebendorf. To disinfect water, people simply fill clear plastic bottles with water and leave them in the sun. The heat warms up the water and the combination of warm water and ultraviolet radiation kills most microorganisms.

15 "SODIS efficiently inactivates bacteria and viruses," explains project leader Martin Wegelin. He says that tests have shown that 99,9 per cent of the *Escherichia coli* in a sample of contaminated water were killed when the sun heated the water beyond 50°C. At this temperature, the process can take as little as an hour, says Wedelin. Painting half the bottle black and laying it on a corrugated metal sheet shortens the time taken to warm up the water.

20 Wegelin and his colleagues have been testing the effectiveness of SODIS in several rural parts of Asia, Africa and South America, where water-related illnesses claim 5 million victims every year. The results are encouraging. SODIS is particularly good at killing *Vibrio cholerae*, the bacterium that causes cholera. SODIS also inactivated some common human parasites such as cryptosporidium that cause severe diarrhoea.

The technology could also be a boon in the developing world's growing urban areas, where water supplies are often contaminated-as a result, sales of bottled drinks are soaring among the rich. "The target population of the soft drinks industry are well off⁽²⁾ people who buy the bottles. The target population of SODIS are the poor who are interested in empty bottles," he explains. "Bottles go from rich to poor, reducing the waste in urban areas."

30 Their idea does have its drawbacks, says Tricia Jackson of the water engineering and development centre at Loughborough University. "There may be a lack of suitable plastic containers in emergency areas," she says. Alan Read of Oxfam says that the main problem is the absence of education about hygiene. "If there is little water and people have to travel a long distance to get it, they don't tend to worry what it contains."

But Wegelin is optimistic that with proper education, people will use SODIS. Wegelin says that in a trial of SODIS, 84 per cent of people said they would continue to use it. "We are now in the process of promoting SODIS at a national level in Asia and South America."

Mark Robins

New Scientist .www.newscientist.com

26 August 2000

Footnotes (1) (λ.1) to harness : *canaliser, maîtriser*.
(2) (λ.23) well off : *riche, fortuné, aisé*.

COMPRÉHENSION (10 points)

1. Vous ferez un compte rendu du texte en langue française en mettant en évidence les idées essentielles. (environ 130 mots \pm 10 %)

Vous traduirez le texte en français à partir de «SODIS efficiently inactivates bacteria» ($\lambda 11$)jusqu'à . « says Wegelin. » ($\lambda 14$)

EXPRESSION EN LANGUE ANGLAISE (10 points)

Answer the following questions in English (total : 150-200 words)

1. What are the major problems that both the rich and the poor countries of the world have to face in terms of water ?
2. What efforts can we make as individuals to save water? Do you save water?

E2-U21 MATHÉMATIQUES 2004

Durée: 2 heures

Coefficient: 2

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.
Le formulaire de mathématiques est joint au sujet.

EXERCICE 1 (10 points)

Les deux parties de cet exercice peuvent être traitées de façon indépendante.

Partie A : Résolution d'une équation différentielle

On considère l'équation différentielle (E) : $y'' - 2y' + y = 2e^x$ où y désigne une fonction de la variable réelle x définie et deux fois dérivable sur \mathbf{R} , y' sa fonction dérivée et y'' sa fonction dérivée seconde.

1. Résoudre l'équation différentielle (E_0) : $y'' - 2y' + y = 0$.
2. Montrer que la fonction g définie sur \mathbf{R} par $g(x) = x^2 e^x$ est une solution particulière de l'équation (E).
3. En déduire la solution générale de l'équation différentielle (E).
4. Déterminer la solution f de l'équation (E) qui vérifie les conditions initiales : $f(0) = 1$ et $f'(0) = 3$.

Partie B : Étude d'une fonction

Soit f la fonction définie sur \mathbf{R} par $f(x) = (x + 1)^2 e^x$. On note \mathcal{C} la courbe représentative de f dans le plan rapporté à un repère orthogonal $(O; \vec{i}; \vec{j})$ d'unités graphiques : 1 cm en abscisse et 4 cm en ordonnée.

1. Déterminer la limite de f en $+\infty$ et la limite de f en $-\infty$.
(on rappelle que pour $\alpha > 0$, $\lim_{x \rightarrow -\infty} x^\alpha e^x = 0$).
En déduire l'existence d'une asymptote à la courbe \mathcal{C} .
2. Montrer que $f'(x) = (x + 1)(x + 3) e^x$.
3. Étudier les variations de f sur \mathbf{R} puis dresser le tableau de variation de la fonction f
4. Tracer la courbe \mathcal{C} dans le plan repéré par $(O; \vec{i}; \vec{j})$.
5. Calcul d'aire :
 - a. Vérifier que $F(x) = (x^2 + 1) e^x$ est une primitive de f sur \mathbf{R} .
 - b. En déduire l'aire exacte A , en cm^2 , de la partie du plan limitée par la courbe \mathcal{C} , l'axe (Ox) et les droites d'équations respectives $x = -1$ et $x = 0$.
 - c. Donner la valeur arrondie de A à 10^{-2} près.

Exercice 2 (10 points)

Les trois parties de cet exercice peuvent être traitées de façon indépendante.

Une entreprise fabrique en grande quantité des tiges en plastique de longueur théorique 100 mm. Les résultats numériques seront arrondis au centième le plus proche.

Partie A: loi normale

Une tige est considérée comme conforme pour la longueur lorsque sa longueur, exprimée en millimètres, est dans l'intervalle [99,64; 100,36].

On note X la variable aléatoire qui, à chaque tige prise au hasard dans la production, associe sa longueur. On suppose que X suit la loi normale de moyenne 100 et d'écart-type 0,16.

1. Calculer la probabilité qu'une tige prélevée au hasard dans la production soit conforme pour la longueur.
2. Déterminer le nombre réel a tel que $P(X < a) = 0,96$.

Partie B : Loi binomiale et loi de Poisson

Dans un lot de ce type de tiges, 2 % des tiges n'ont pas une longueur conforme. On prélève au hasard n tiges de ce lot pour vérification de longueur. Le lot est assez important pour que l'on puisse assimiler ce prélèvement à un tirage avec remise de n tiges.

On considère la variable aléatoire Y qui, à tout prélèvement de n tiges, associe le nombre de tiges de longueur non conforme.

1. Pour cette question on prend $n = 50$.
 - a. Justifier que la variable aléatoire Y suit une loi binomiale dont on donnera les paramètres.
 - b. Calculer $P(Y=3)$.
2. Pour cette question on prend $n = 100$. La variable aléatoire Y suit alors une loi binomiale que l'on décide d'approcher par une loi de Poisson.
 - a. Déterminer le paramètre λ de cette loi de Poisson.
 - b. On désigne par Z une variable aléatoire suivant la loi de Poisson de paramètre λ où λ est le paramètre obtenu à la question 2.a. À l'aide de l'approximation de Y par Z , calculer la probabilité d'avoir au plus 4 tiges de longueur non conforme.

Partie C : Test d'hypothèse

Un client reçoit un lot important de tiges de ce type. Il veut vérifier que la moyenne μ de l'ensemble des longueurs, en mm, des tiges constituant ce lot est égale à la longueur théorique. On note L la variable aléatoire qui, à chaque tige prélevée au hasard dans le lot, associe sa longueur en mm. La variable aléatoire L suit la loi normale de moyenne inconnue μ et d'écart-type 0,16.

On désigne par \bar{L} la variable aléatoire qui, à chaque échantillon aléatoire de 90 tiges prélevé dans le lot, associe la moyenne des longueurs de ces tiges (le lot est assez important pour que l'on puisse assimiler ces prélèvements à des tirages avec remise). \bar{L} suit la loi normale de moyenne μ et d'écart type $\sigma = \frac{0,16}{\sqrt{90}} \approx 0,017$.

Le client construit un test d'hypothèse :

- L'hypothèse nulle est $H_0 : \mu = 100$.
- L'hypothèse alternative est $H_1 : \mu \neq 100$.
- Le seuil de signification est fixé à 5%.

1. Sous l'hypothèse nulle H_0 déterminer le réel positif h tel que : $P(100 - h < \bar{L} < 100 + h) = 0,95$.
2. Énoncer la règle de décision permettant d'utiliser ce test.
3. Le client prélève un échantillon aléatoire de 90 tiges dans la livraison et il constate que la moyenne des longueurs de l'échantillon est de 100,04 mm. Le client estime que le fournisseur n'a pas respecté ses engagements et renvoie tout le lot. Le client a-t-il raison ? Justifier votre réponse.

E2-U22 SCIENCES PHYSIQUES 2004

Durée: 2 heures

Coefficient: 3

Calculatrice autorisée.

Le lait dans tous ses états

I. Identification de bactéries dans un yaourt : (7 points)

Un microscope optique constitué de différents objectifs x10 et x100 et d'un oculaire portant l'indication x10 est utilisé pour réaliser un contrôle qualité sur un yaourt.

1.1. Faire le schéma de principe du microscope dans le cas d'une observation à l'infini (représenter avec soin le trajet d'au moins deux rayons lumineux issus d'un point de l'objet).

1.2. Le grossissement commercial d'un microscope est donné par la relation : $G_c = \xi_1 \xi_2 \cdot G_{c2}$

1.2.1 Nommer les lettres utilisées.

1.2.2 Calculer le grossissement commercial du microscope lorsqu'on utilise l'objectif x10.

1.3. On appelle θ' l'angle sous lequel on voit l'image définitive à travers le microscope.

Sachant que la puissance intrinsèque du microscope est donnée par la relation $P_i = \theta'/AB$, montrer que l'on a $P_i = G_c / d_m$. (distance minimale de vision distincte pour un œil normal : $d_m = 25$ cm).

Calculer la valeur de la puissance intrinsèque du microscope lorsqu'on utilise l'objectif x10.

1.4 Calculer l'angle θ' , en minute, sous lequel on voit, à travers le microscope utilisant l'objectif x10, un streptocoque de $0,5 \mu\text{m}$ de diamètre. La limite de séparation angulaire de l'œil étant d'une minute, l'œil peut-il séparer les différents points constituant le streptocoque ? Justifier.

(Rappel : $1^\circ = 60$ min)

1.5

1.5.1 Calculer la limite de séparation du microscope utilisé en immersion avec de l'huile d'indice $n_d = 1,515$ avec l'objectif x100 pour lequel on a un angle d'ouverture $u = 60^\circ$ avec une lumière monochromatique jaune de longueur d'onde $\lambda = 580$ nm sachant que :

$$AB_{\min} = (0,6 \cdot \lambda) / (n \cdot \sin u).$$

Définir l'angle d'ouverture u sur un schéma.

Qu'appelle-t-on ouverture numérique ?

1.5.2 Discuter l'intérêt pour la limite de séparation et pour le pouvoir séparateur :

- de l'immersion dans l'huile plutôt que dans l'air,
- du choix de l'objectif x100 plutôt que x10, (on rappelle que $|\gamma_1| = \frac{\Delta}{f'_1}$ où Δ est l'intervalle optique du microscope et f'_1 la distance focale de l'objectif.)
- de l'utilisation d'une lumière ultraviolette plutôt que d'une lumière jaune.

II. Production d'acide lactique dans les muscles : (7 points)

Durant les exercices physiques, une enzyme, la lactate-déshydrogénase, réduit l'acide pyruvique $\text{CH}_3\text{-CO-COOH}$ dans le muscle en acide (S)-lactique $\text{CH}_3\text{-CHOH-COOH}$; le processus est inversé lorsque le muscle est au repos.

2.1. On dit que cette réduction est stéréospécifique. Pourquoi ?

2.2. Donner le couple d'oxydoréduction et écrire la demi-équation d'oxydoréduction correspondante.

2.3. Nommer l'acide lactique en nomenclature systématique.

2.4. Écrire la formule développée de l'acide lactique et noter le (ou les) carbone(s) asymétrique(s) avec un astérisque.

2.5. Donner la représentation en perspective de l'acide (S)-lactique. Justifier la représentation faite en donnant l'ordre de priorité des substituants.

On donne les numéros atomiques : $Z_{\text{O}} = 8$ $Z_{\text{C}} = 6$ $Z_{\text{H}} = 1$

2.6. On réalise les spectres infrarouges A et B de deux composés, un arène et l'acide lactique en les plaçant successivement dans des cellules dont les fenêtres sont en chlorure de sodium (voir annexe 1).

2.6.1 Pourquoi utilise-t-on du chlorure de sodium ?

L'eau est-elle un solvant adapté à la spectroscopie infrarouge ? Pourquoi ?

2.6.2 Définir les grandeurs physiques $T(\%)$ et $\sigma (\text{cm}^{-1})$ utilisées sur les axes des spectres.

III. État de conservation d'un lait : (6 points)

L'acidité d'un lait augmente par fermentation lactique en cas de mauvaise conservation. Le dosage de l'acide lactique de formule $\text{CH}_3\text{-CHOH-COOH}$ permet donc d'apprécier l'état de conservation du lait.

3.1. Écrire l'équation-bilan de la réaction du dosage de l'acide lactique par une solution d'hydroxyde de sodium.

3.2. On dose par pHmétrie $V_a = 20,0$ mL de lait que l'on dilue en ajoutant environ 200 mL d'eau, avec une solution d'hydroxyde de sodium de concentration molaire $C_b = 5,0 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$. On trace la courbe de la variation du pH en fonction du volume de solution d'hydroxyde de sodium versé (voir annexe 2).

3.2.1. Faire un schéma légendé (nom du matériel, nature des solutions) du montage utilisé.

3.2.2. Déterminer le point d'équivalence :

- placer le point d'équivalence sur l'annexe 2,
- en déduire ses coordonnées.

3.2.3. Justifier le choix d'un indicateur pour faire ce dosage parmi ceux proposés dans la liste suivante :

Indicateur coloré	Zone de virage
Hélianthine	3,1 - 4,4
Vert de bromocrésol	3,8 - 5,4
Rouge de méthyle	4,2 - 6,2
Bleu de bromothymol	6,0 - 7,6
α -naphtholphtaléine	7,5 - 8,6
Phénolphtaléine	8,2 - 10

3.2.4 Définir avec soin l'équivalence acidobasique.

3.2.5 Établir la relation permettant de déterminer la concentration molaire C_a en acide lactique du lait en fonction de la prise d'essai du lait V_a , de la concentration molaire C_b de la solution d'hydroxyde de sodium et du volume V_{be} de la solution d'hydroxyde de sodium versée à l'équivalence. Calculer la valeur de C_a .

3.2.6 La dilution du lait permet de mieux apprécier le virage de l'indicateur. Expliquer pourquoi cela ne modifie pas la valeur du volume équivalent V_{be} .

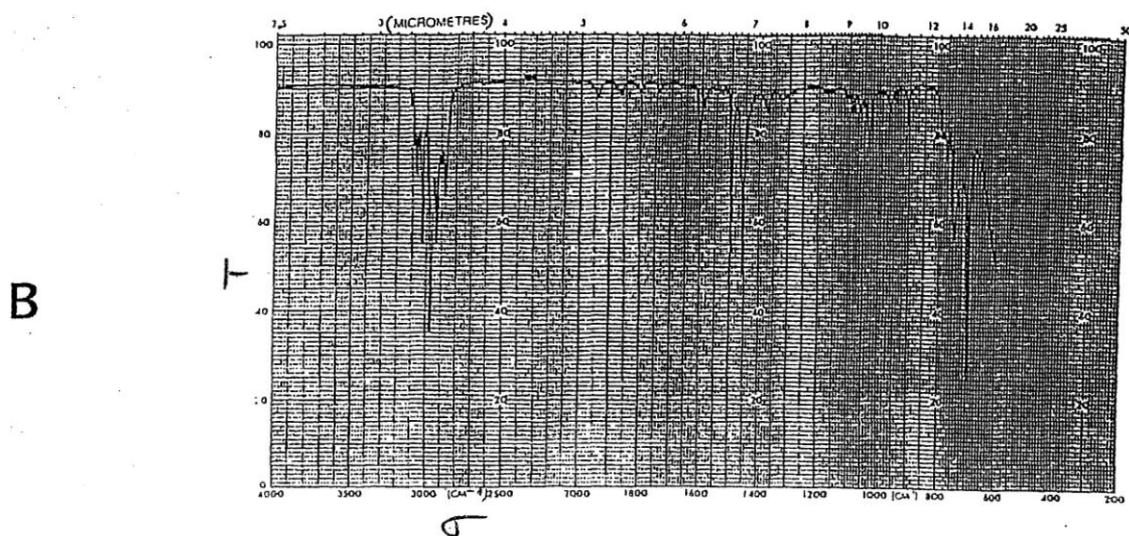
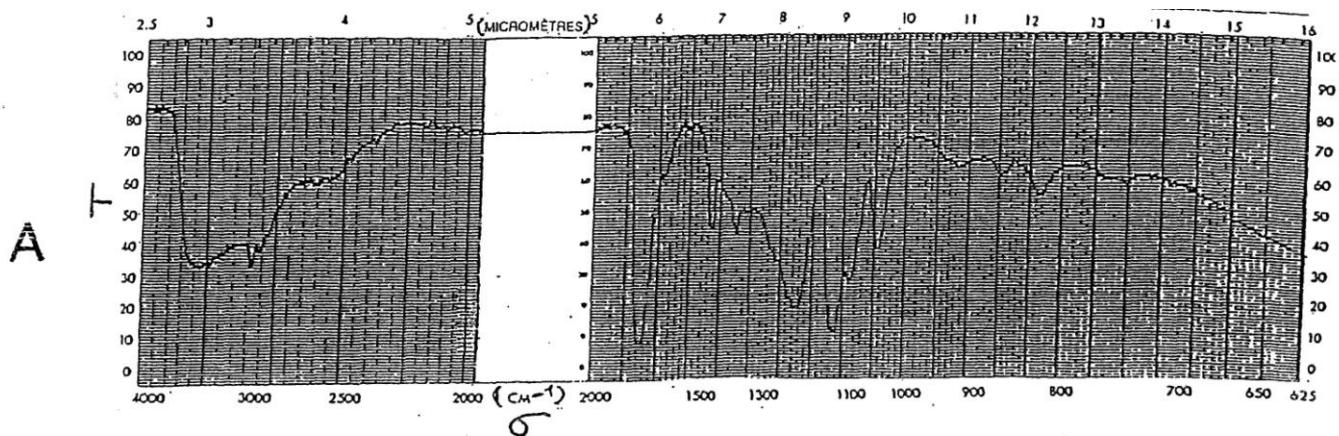
3.3 Comment détermine-t-on le pK_a de l'acide lactique ? Quelle est sa valeur ?

En déduire la détermination de la constante de la réaction de dosage. Calculer sa valeur. Discuter.

On donne : $K_e = 10^{-14}$ à 25 °C

3.4 Sachant que le lait ne doit pas contenir plus de $2,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ d'acide lactique, le lait dosé a-t-il été convenablement conservé ?

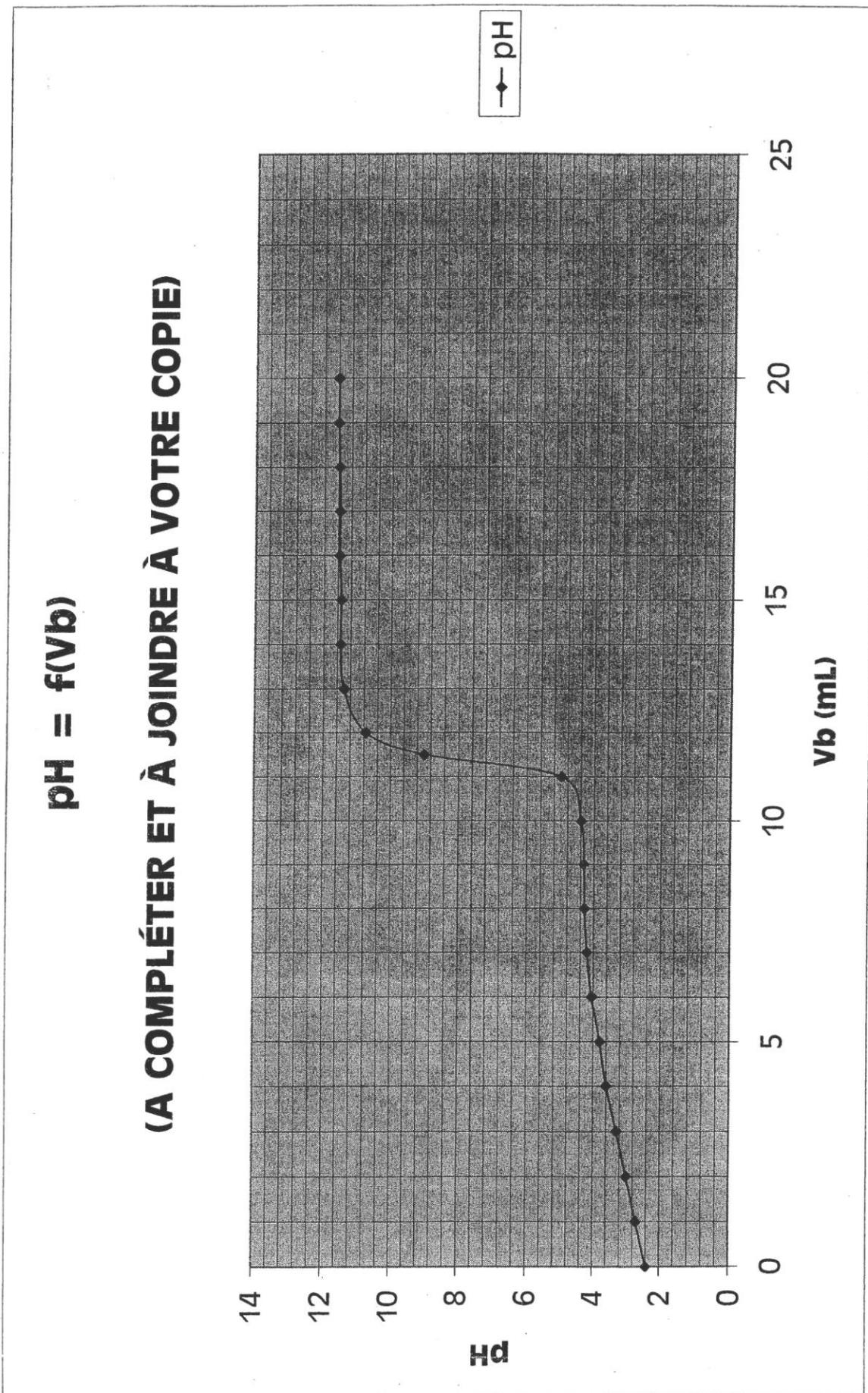
ANNEXE 1 : SPECTRES INFRAROUGES



Données infrarouges :

Liaison	Fonction	σ (cm^{-1})
C-C	Alcanes	600-1400
C=C	Alcènes	1650
C≡C	Alcynes	2200
C=C	Arènes	1450-1600
C-O	Alcools, acides, esters	1000-1300
C=O	Aldéhydes, Cétones, acides, esters	1700-1750
C-H	Alcanes, alcènes	2800-3100
C≡C-H	Alcynes vrais	3300
O-H	Alcools	3600 (ol libre) 3300 (liaison H)
	Acides	2500-3000 (large)

ANNEXE 2 :



BIOCHIMIE (50 points)

Les œufs sont très utilisés dans l'industrie agroalimentaire pour leur valeur nutritionnelle et leurs propriétés fonctionnelles. Ils servent de matière première pour l'élaboration de nombreux ovoproduits et entrent dans la composition de nombreux produits alimentaires.

Ces préparations nécessitent une bonne connaissance des caractéristiques biochimiques de leurs constituants.

1- L'ovalbumine

L'ovalbumine est la protéine la plus abondante de l'albumen (blanc d'œuf). C'est une glycoprotéine qui renferme 4 groupements -SH libres et 2 ponts disulfure.

- 1.1 Donner les noms de deux acides aminés soufrés. Écrire la formule de l'acide aminé dont le groupement R est -CH₂-SH.
- 1.2 Citer le niveau structural des protéines où interviennent les ponts disulfures. Préciser ce niveau à l'aide d'un schéma.

2- Extraction des protéines du blanc d'oeuf

Certaines protéines de l'albumen (ovotransferrine, ovomucoïde, lysozyme) possèdent des propriétés intéressantes pour les industries agroalimentaires et pharmaceutiques. Pour séparer et extraire ces protéines différents procédés ont été développés. L'un d'entre eux utilise les différences de solubilité en présence de solutions salines.

- 2.1 La courbe présentant la solubilité des protéines en fonction de la force ionique du milieu est présentée en annexe 1.
 - 2.1.1. Analyser et interpréter la courbe 1
 - 2.1.2. À l'aide des courbes 1 et 2 déduire une méthode de séparation des protéines.
- 2.2 Les procédés d'extraction ne doivent pas entraîner une dénaturation trop importante des protéines.

Présenter les modifications subies par les protéines au cours de la dénaturation et les conséquences qui en résultent.
- 2.3 Le blanc d'œuf contient une petite quantité de sucre (0,15 à 1%) qui peut être responsable d'altérations associées aux réactions de Maillard pendant le séchage et le stockage des ovoproduits. Pour supprimer ces réactions, on réalise un désucrage enzymatique. Cette technique utilise la glucose oxydase et la catalase.
 - 2.3.1. Écrire les réactions catalysées par ces enzymes ; les formules développées sont attendues.
 - 2.3.2. Citer une autre méthode de désucrage.

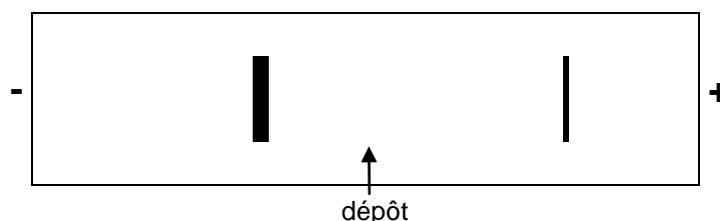
3. Contrôle de pureté et d'activité d'une protéine : le lysozyme

Le lysozyme est une protéine extraite du blanc d'œuf et utilisée pour ses propriétés antibactériennes,

- 3.1 Une méthode de contrôle de la purification consiste à réaliser une électrophorèse sur acétate de cellulose (cellogel) en tampon véronal pH = 9,2.

Le point isoélectrique (pHi) du lysozyme est égal à 10,5

L'électrophorégramme obtenu avec une fraction lysozyme en cours de purification est représentée ci-dessous:



Reproduire le schéma et localiser la bande correspondant au lysozyme. Justifier la réponse.

Conclure quant à la purification du lysozyme.

3.2 L'activité catalytique du lysozyme est mesurée par la diminution de l'absorbance à 450 nm d'une suspension de microcoques (*Micrococcus lysodeikticus*) due à la lyse des bactéries.

Une unité de lysozyme correspond à l'activité enzymatique qui provoque une variation de 0,001 absorbance par minute dans des conditions opératoires bien définies (pH = 6,4 - température 25°C).

La mesure est effectuée sur la fraction de lysozyme contenant 0,8 g/L de protéines

La variation d'absorbance observée en 2 minutes avec 0,1 ml de cette fraction est de 0,780.

Calculer sa concentration d'activité catalytique. En déduire l'activité spécifique des protéines qu'elle contient.

4. Les lipides du jaune d'œuf

Les lipides du jaune d'œuf se présentent soit sous forme associée à des protéines (lipoprotéines de type DL), soit sous forme libre.

4.1 Citer les différents types de lipoprotéines présentes dans le jaune d'œuf.

4.2 Le schéma en annexe 2 représente la structure d'une lipoprotéine de type LDL.

Identifier les constituants 1,2, 3, 4 et 5 . Justifier leur localisation.

4.3 Les lécithines sont des phosphoglycérolipides du jaune d'œuf très utilisées pour leur pouvoir émulsifiant.

Représenter la structure moléculaire d'une lécithine (phosphatidyl choline) et justifier le pouvoir émulsifiant.

Formule de la choline: $\text{HO-CH}_2\text{-CH}_2\text{-N}^+(\text{-CH}_3)_3$

5. Dosage du cholestérol

Différentes méthodes d'extraction ont été développées pour réduire la teneur en cholestérol de certains ovoproduits. Un dosage de cholestérol est effectué sur une poudre de jaune d'œuf ainsi traitée.

Équations de réaction :



La lutidine est un composé jaune qui absorbe dans le visible à 405 nm. L'intensité de la coloration mesurée à 405 nm est proportionnelle à la concentration en cholestérol.

Les réactions sont catalysées par une cholestérol-oxydase et par une catalase.

Mode opératoire :

Introduire dans les tubes	Témoin	Essai
Mélange réactionnel (tampon, catalase, acétylacétone)	2,5 mL	2,5 mL
Essai (poudre diluée)	0,2 mL	0,2 mL
Solution de cholestérol-oxydase	-	0,02 mL

Bien mélanger. Incuber 60 minutes au bain marie à 37°C. Laisser refroidir.

Lire l'absorbance de l'essai contre le témoin : A

Coefficient d'absorbance molaire de la lutidine à 405 nm : $\epsilon = 740 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$

Cuve de 10^{-2} m d'épaisseur

Calcul

La solution à doser a été préparée à partir de 1 g de poudre d'œuf diluée dans 50 mL d'un mélange méthanol-isobutanol.

La différence d'absorbance entre l'essai et le témoin $A = 0,185$.

5.1 Établir la relation littérale donnant la concentration molaire volumique de la solution à doser.

5.2 Calculer la concentration massique volumique en cholestérol dans la solution à doser (masse molaire du cholestérol = $386,6 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$).

5.3 En déduire la quantité de cholestérol en pourcentage pondéral contenue dans la poudre de jaune d'œuf

MICROBIOLOGIE (43 POINTS)

L'œuf possède de bonnes facultés de conservation naturelle, mais dès qu'il est cassé pour la préparation d'ovoproduits, il devient une denrée périssable. Il peut aussi contenir des micro-organismes pathogènes. Les ovoproduits devront donc subir des traitements assainissants et des contrôles rigoureux.

1. La microflore de l'œuf

- 1.1 Localiser cette microflore. Expliquer son origine.
Citer les facteurs pouvant favoriser la pénétration des bactéries dans l'œuf.
- 1.2 Lors du cassage, la coule obtenue est le plus souvent contaminée par des bacilles Gram négatif. Ceci s'explique en partie par la présence d'une protéine du blanc d'œuf, le lysozyme, qui s'oppose à la prolifération des bactéries Gram positif
 - 1.2.1 Citer le principal constituant de la paroi des bactéries Gram positif. Schématiser sa structure.
 - 1.2.2 Le lysozyme agit sur ce constituant. Indiquer sur le schéma précédent son site d'action. Préciser les conséquences de son action sur la cellule.

2. La lutte contre les biocontaminations

Le produit issu du cassage des œufs, appelé coule d'œuf par les industriels, est très sensible aux contaminations du milieu ambiant. Il doit donc subir une pasteurisation avant transformation ou utilisation comme ingrédient. Pour fixer le barème de pasteurisation on étudie la cinétique de destruction de la flore totale dans la coule par pasteurisation à 60°C.

- 2.1 Les résultats expérimentaux sont donnés dans le tableau présenté en annexe 3.
 - 2.1.1. Tracer la courbe $\log N = f(t)$
 - 2.1.2. Définir le temps de réduction décimale et le déterminer graphiquement.
 - 2.1.3. La charge bactérienne initiale de la coule d'œuf étant de 10^3 cellules/g, discuter du choix d'un temps de pasteurisation de 30 s. à 60°C. La charge résiduelle doit être inférieure à 10^2 cellules/g. Proposer éventuellement une solution adéquate, en respectant si possible les propriétés organoleptiques du produit.
- 2.2 Certaines bactéries sont particulièrement résistantes à la chaleur car elles sont capables de sporuler
 - 2.2.1 Citer deux exemples de bactéries sporulées.
 - 2.2.2 Présenter (éventuellement à l'aide d'un schéma) les éléments de la spore qui lui confèrent sa thermorésistance.
- 2.3 La propreté des surfaces est un élément important de la maîtrise de la sécurité des produits fabriqués. Le nettoyage qui permet d'éliminer les souillures des surfaces de travail est généralement complété par une désinfection.

Donner deux exemples de molécules actives de désinfectants en précisant leurs modes d'action sur les micro-organismes

Citer une technique de contrôle de l'efficacité de la désinfection.

3. Les Salmonella

Les œufs sont souvent à l'origine de toxi-infections alimentaires à *Salmonella*.

- 3.1 Expliquer la présence de Salmonella dans les œufs.
- 3.2 Préciser les symptômes causés par ce type de contamination.
- 3.3 Décrire les mécanismes physiopathologiques de ce germe.
- 3.4 L'identification précise d'une Salmonella nécessite, après le contrôle des caractères biochimiques, une étude antigénique. Les antigènes recherchés sont les antigènes Vi, O, H.
 - 3.4.1. Associer les structures bactériennes correspondant à ces antigènes.
 - 3.4.2. Les antigènes O font partie du lipopolysaccharide (LPS).
Indiquer les différentes parties du LPS en notant celle qui porte cette spécificité
Préciser ses caractéristiques physico-chimiques et physiopathologiques.

TOXICOLOGIE (7 points)

1. Le blanc d'œuf contient une protéine, l'ovomucoïde, dont une propriété est mise en évidence par l'expérience suivante :

Trypsine + gélatine (gélifiée)	—————>	liquéfaction de la gélatine
Trypsine + gélatine (gélifiée) + blanc d'œuf	—————>	pas de liquéfaction de la gélatine

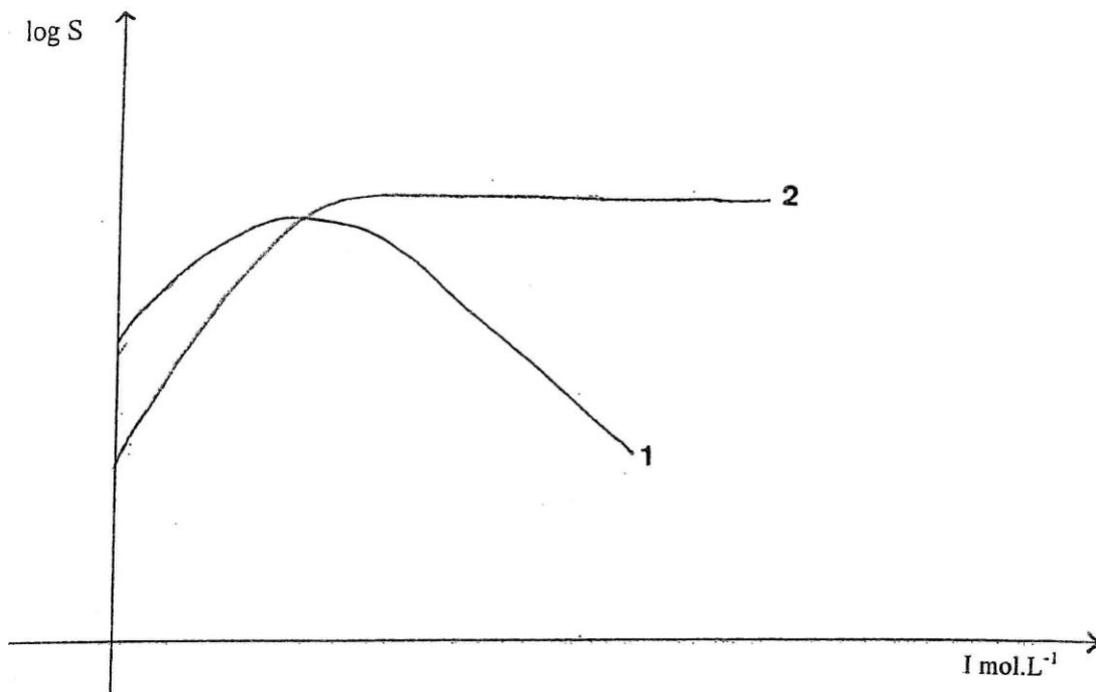
- 1.1 Interpréter ces résultats.
- 1.2 Préciser pourquoi l'ovomucoïde est considéré comme un toxique. Donner la catégorie à laquelle on le rattache.
- 1.3 Citer deux exemples de substances analogues à l'ovomucoïde.

2. Suite à une contamination d'un élevage par des *Salmonella*, une antibiothérapie massive a été déclenchée.

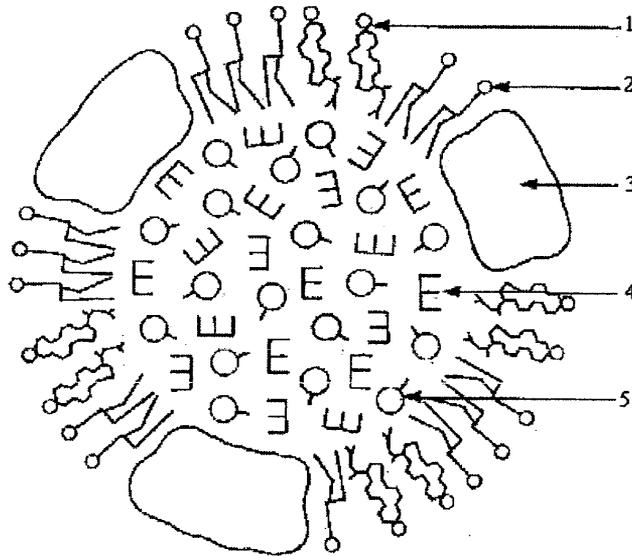
À l'analyse des œufs, les vétérinaires trouvent des antibiotiques à des concentrations supérieures au seuil de détection de leur méthode et inférieure à la limite maximale en résidu (LMR)

- 2.1 Définir la LMR.
- 2.2 Conclure quant à la possibilité de commercialisation des œufs.

ANNEXE 1 : Solubilité de deux protéines en fonction de la force ionique $\log S = f(I)$



ANNEXE 2 : Structure schématique d'une lipoprotéine



ANNEXE 3 : Cinétique de destruction bactérienne : Résultats expérimentaux (à rendre et à agraffer avec la copie)

Temps (minutes)	N (germes/g)
0	$6,5 \cdot 10^4$
1	$3,1 \cdot 10^4$
2	$1,4 \cdot 10^4$
3	$6,9 \cdot 10^3$
4	$3,3 \cdot 10^3$
5	$1,5 \cdot 10^3$

E4-U4 SCIENCES APPLIQUÉES 2004

Durée: 4 heures Coefficient : 5

Calculatrice autorisée

Étude d'une boisson aux jus de fruits et au lait, aromatisée, à teneur garantie en vitamine C

De nouvelles boissons au jus de fruit et au lait sont commercialisées depuis quelques années.

Ces boissons pasteurisées et réfrigérées sont fabriquées à partir de lait écrémé et de concentrés de jus de fruits.

La composition d'un de ces produits figure sur l'annexe 1.

Un extrait du procédé de fabrication est présenté sur l'annexe 2.

PREMIÈRE PARTIE : SCIENCES DES ALIMENTS(50 points)

1. Étude de quelques ingrédients (36 points)

1.1 Les jus de fruits à base de jus concentrés.

1.1.1 Les jus de fruits utilisés ici ne sont pas des « purs jus ». Définir un « pur jus de fruit ». Expliquer la préférence du fabricant pour les jus concentrés.

1.1.2 La qualité d'un jus de fruit dépend des variétés de fruits choisies, des conditions de culture, de l'état de maturité, des méthodes de culture, de transport et de conservation.

1.1.2.1 Expliquer l'influence de l'état de maturité des fruits sur la qualité organoleptique d'un jus de fruit.

- 1.1.2.2 Des chocs physiques sur les fruits peuvent être responsables de brunissement enzymatique. Rappeler les réactions qui en sont à l'origine et préciser pourquoi un choc peut le favoriser.
- 1.1.3 Le procédé de fabrication du jus de pomme concentré comporte différentes opérations unitaires.
- 1.1.3.1 Les pommes sont des fruits que l'on peut conserver des mois dans de bonnes conditions, ce qui permet d'étaler la production de jus de pommes, concentré ou non, pendant toute l'année.
Citer et justifier les facteurs favorisant la conservation des pommes dans les entrepôts.
- 1.1.3.2 Citer les substances importantes à conserver jusqu'à l'obtention du jus final.
- 1.1.3.3 Le jus de pomme est extrait à froid alors que le jus de raisin est parfois extrait à chaud. Donner les avantages et les inconvénients de l'extraction à chaud.
- 1.1.3.4 Le jus de pomme passe par concentration de 10 Brix à 65 Brix. Cette concentration se fait dans des évaporateurs sous vide partiel. Montrer l'intérêt de ce vide partiel.
- 1.1.3.5 Le procédé de fabrication passe par une étape de dégradation de la pectine qui est un hydrocolloïde.
Rappeler ce qu'est un hydrocolloïde.
Expliquer pourquoi les pectines sont en grande partie responsables du trouble des jus de fruits.
Les pectines peuvent être éliminées en traitant le jus de fruit avec des auxiliaires de fabrication de type « pectinases » ; rappeler la définition d'un auxiliaire de fabrication.
- 1.1.4 Les jus de fruit à base de concentrés sont obtenus, entre autres, par restitution de la proportion d'eau extraite du jus lors de la concentration. L'eau employée doit être une eau « destinée à la consommation humaine ».
- 1.1.4.1 Citer deux types d'eau répondant à la dénomination « eaux destinées à la consommation humaine ».
- 1.1.4.2 Nommer les eaux embouteillées qui ne peuvent pas être utilisées systématiquement dans cette fabrication et justifier.

1.2 Le lait

- 1.2.1 Le lait est une suspension colloïdale de particules dans une phase aqueuse dispersante. Schématiser les différentes phases constituant le lait, citer deux composants de chacune de celles-ci.
Schématiser la structure des « particules » en suspension.
- 1.2.2 Le lait incorporé dans la boisson étudiée est un lait écrémé. Indiquer à quoi correspond cette appellation réglementaire.
- 1.2.3 Si l'on ajoute un jus de fruit pur dans un verre de lait (écrémé ou non) la formation d'un précipité est observée.
Donner la nature biochimique de ce précipité. Décrire le mécanisme conduisant à sa formation.
- 1.2.4 Justifier la première place de l'eau dans la liste d'ingrédients de l'annexe 1.
- 1.2.5 Expliquer l'absence du phénomène décrit en 1.2.3., lors de la fabrication de la boisson aux jus de fruits et au lait, prise comme exemple.

2. Procédé de fabrication et qualité du produit (14 points)

- 2.1 Le mélange des différentes matières premières est stabilisé par de la pectine.
- 2.1.1 Indiquer deux sources industrielles de pectines.
- 2.1.2 Préciser le rôle de la pectine pour ce type de boisson. Citer un additif qui pourrait jouer le même rôle.
- 2.1.3 Citer un autre produit alimentaire à base de fruit où la pectine est nécessaire. Expliquer le rôle de la pectine dans l'aliment choisi.

- 2.2 Cette boisson est conditionnée en boîtes cartonnées multicouches.
Donner l'intérêt de ce type d'emballage par rapport à la stabilité du produit.
- 2.3 L'étiquetage nutritionnel n'est pas obligatoire sauf si une allégation nutritionnelle figure sur l'emballage.
- 2.3.1 Définir les termes étiquetage nutritionnel, l'allégation nutritionnelle.
- 2.3.2 La boisson aux jus de fruits et au lait a une teneur garantie en vitamine C. Donner les contraintes imposées de ce fait au niveau de l'emballage.
- 2.4 Préciser les contraintes de production imposées par la teneur garantie en vitamine C du produit final.

DEUXIÈME PARTIE : GÉNIE INDUSTRIEL(50 points)

1. Extraction par pression de différents jus (8 points)

On utilise différentes sortes de presseoirs selon les fruits à presser.

- 1.1 Pour extraire le jus du raisin on utilise souvent des presses à vis. Rendre un schéma annoté d'une presse à vis. Préciser le(s) rôle(s) de la vis. Donner un autre exemple de presseoir.
- 1.2 Les pommes après lavage et triage sont broyées avant d'être pressées. On souhaite obtenir 5 m^3 de jus de pommes.

Calculer la masse de pommes lavées et triées à broyer sachant que les pertes massiques au broyage sont de 5 %, que le rendement massique en jus au pressage est de 80 % et que la masse volumique du jus est de $1050 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$.

Donner la masse de marc de pommes obtenue.

2. Filtration (20 points)

La filtration permet d'obtenir un jus limpide après enzymation et collage. Elle doit être associée à une pasteurisation.

On filtre un jus de fruit sur un filtre presse. La filtration est réalisée avec formation d'un gâteau en utilisant un adjuvant de filtration.

- 2.1. Expliquer le rôle d'un adjuvant de filtration. Indiquer les modalités de son utilisation lors d'une filtration. Enfin, donner un exemple d'adjuvant.
- 2.2. Indiquer les trois principales étapes d'un cycle d'utilisation d'un filtre presse.
- 2.3. Pour choisir la surface filtrante appropriée pour un filtre presse de taille industrielle, on réalise une filtration à perte de charge constante de 1 bar sur un filtre presse pilote, la surface filtrante étant de 1 m^2 .

On mesure en fonction du temps le volume cumulé de filtrat (tableau ci-dessous).

t en min	1	2	3	4	5	10
V de filtrat en L	10,9	15,5	19,0	21,9	24,5	34,6

Déterminer graphiquement le coefficient de filtrabilité F_k en $\text{s} \cdot \text{m}^{-2}$ lors de cette étude. Joindre le graphe avec la copie.

On utilisera le modèle mathématique donné ci-dessous.

En filtration à pression constante et par alluvionnement on peut appliquer la relation suivante :

$$\frac{t}{V} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\beta C}{A^2(1 - \varepsilon)\Delta P} \cdot V \quad \text{avec} \quad F_k = \frac{\beta C}{(1 - \varepsilon)\Delta P}$$

t : durée de filtration

V : volume cumulé de filtrat

A : surface filtrante

β : résistance spécifique du gâteau

ΔP : perte de charge

C : % de sédiments (V/V)

ε : porosité en %

2.4. En prenant $F_k = 1 \cdot 10^6 \text{ s.m}^{-2}$, calculer la surface filtrante totale nécessaire pour filtrer 1000 L en 15 min, avec le filtre presse de taille industrielle.

Sachant que chaque toile filtrante est constituée d'un rectangle de 125 cm par 160 cm, indiquer le nombre de toiles filtrantes à placer dans les cadres.

3. Préchauffage d'un jus avant clarification (14 points)

Un jus de pommes est préchauffé de 25 à 50°C dans un échangeur à plaques avant l'étape de clarification. L'eau chaude circule à contre-courant. La température d'entrée de l'eau est de 60°C, elle ressort à 40°C.

- 3.1. Rappeler l'intérêt principal d'un fonctionnement à contre-courant par rapport à un fonctionnement à co-courant.
- 3.2. Calculer la puissance de l'échangeur en kW.
- 3.3. Déterminer le débit d'eau chaude nécessaire en L.h^{-1} .
- 3.4. Calculer la surface totale de l'échangeur.

Données:

- Masse volumique du jus $\rho = 1050 \text{ kg.m}^{-3}$
- Débit volumique de jus $J = 5000 \text{ L.h}^{-1}$
- Chaleur massique spécifique du jus $C_{p \text{ jus}} = 3,9 \text{ kJ.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Chaleur massique spécifique de l'eau $C_{p \text{ eau}} = 4,18 \text{ kJ.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- Coefficient global de transfert de chaleur $U = 2500 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- A = Surface de l'échangeur
- Puissance de l'échangeur $Q = U \cdot A \cdot \Delta T_m$
- $Q = C_p \cdot M \cdot (T_{\text{sortie}} - T_{\text{entrée}})$
- ΔT_m est la différence moyenne logarithmique de température.
- M = débit massique

4. Techniques membranaires (8 points)

L'utilisation de techniques membranaires comme la microfiltration tangentielle, l'ultrafiltration ou encore l'osmose inverse tend à se développer.

4.1. Construire un tableau concernant les trois techniques membranaires citées ci-dessus. Préciser dans ce tableau:

- le type de séparation;
- les molécules ou particules concernées;
- la porosité des membranes;
- la pression;
- un exemple d'application.

4.2. On souhaite concentrer 1200 L d'un jus de fruits à 15 % de matières sèches par osmose inverse. On suppose que seul le solvant passe à travers la membrane. On souhaite obtenir un jus concentré à 45 % de matières sèches.

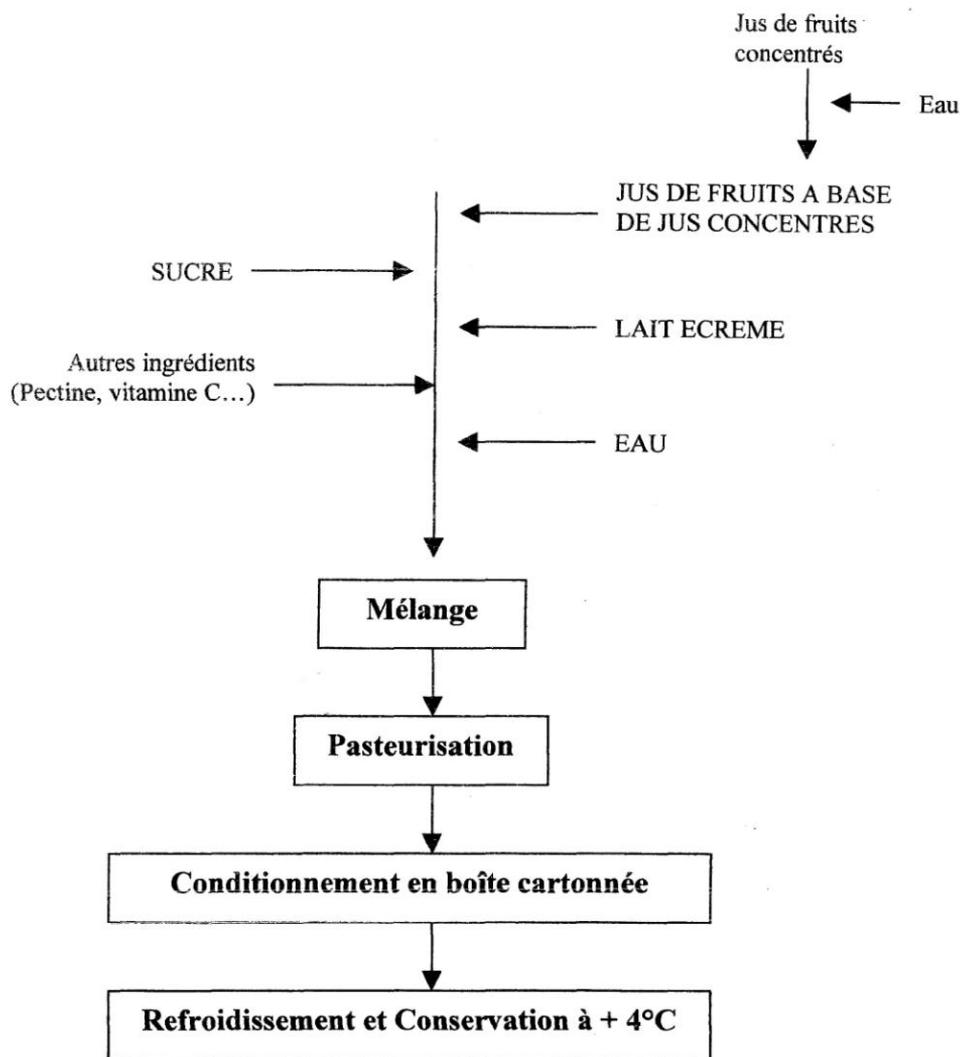
Calculer le volume final du jus concentré à obtenir.

On considèrera que les masses volumiques du jus et du retentât sont identiques et égales à 1032 kg. m^{-3} .

ANNEXE 1 : boisson aux jus de fruits et au lait, aromatisée, à teneur garantie en vitamine C. (dénomination portée sur l'emballage).

INGRÉDIENTS : eau, jus de fruits à base de jus concentrés 30 % (pomme, raisin, fruit de la passion, ananas, abricot, banane, mangue, citron), lait écrémé 20 %, sucre, stabilisant : pectine, vitamine C, colorant : β -carotène, arôme.

ANNEXE 2 : extrait du diagramme de fabrication d'une boisson aux fruits et au lait.



Durée : 6 heures Coefficient : 3

Sujet A : la BIÈRE

Premier jour : 5 h

La plupart des bières sont fabriquées à partir d'orge. Lors du maltage, les grains d'orge sont mis à germer, il y a synthèse d'enzymes. L'orge germé est ensuite brassé dans de l'eau à 67°C pendant plusieurs heures. Les enzymes synthétisées lors du maltage catalysent l'hydrolyse de l'amidon et de protéines. La partie aqueuse, appelée moût, est séparée des restes des grains et additionnée de houblon. Le moût est alors stérilisé puisensemencé avec la souche de *Saccharomyces*, qui effectue la fermentation alcoolique. Après fermentation puis maturation, la bière est filtrée, pasteurisée et conditionnée.

MICROBIOLOGIE (30 points)

1. contrôle de la viabilité et dénombrement du levain avant inoculation du moût

Pour la fermentation alcoolique, le volume d'inoculum de la préculture doit être compris entre 5 et 10 % du volume total du moût et le nombre de levures viables doit être, en début de fermentation, de l'ordre de $1,5 \cdot 10^6$ cellules.mL⁻¹.

Le contrôle de viabilité et le dénombrement sont réalisés à partir d'une préculture Px de *Saccharomyces* en cellules de Malassez.

1.1. Effectuer la dilution 10^{-1} de la préculture Px.

1.2. Dans un tube à hémolyse stérile, introduire 0,5 mL de la dilution précédente et 0,5 mL de bleu de méthylène tamponné de Funk.

Monter la préparation en cellule de Malassez.

Montrer la préparation à un examinateur de cette mise en cellule.

1.3. Dénombrement du levain.

Effectuer la numération : la numération d'un rectangle sera montrée à l'examinateur

Déterminer le pourcentage de viabilité ainsi que le nombre de levures viables par mL de préculture.

Expliciter le calcul et en déduire le volume de préculture à introduire pour 1 litre de moût.

Remarques :

- Le bleu de méthylène tamponné de Funk colore en bleu foncé les cellules mortes. Les cellules vivantes sont peu ou pas colorées.
- 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.
- Le pourcentage de viabilité de la préculture doit être supérieur ou égal à 80.

2. Dénombrement des microorganismes du moût de fermentation

Un moût M a été inoculé avec la préculture précédente. Le nombre de cellules viables du moût attendu est de $1,5 \cdot 10^6$ Cellules .mL⁻¹.

2.1. - Vérifier la concentration des levures dans le moût M en réalisant une numération en surface sur gélose sélective YGC, ou gélose équivalente.

- Tester trois dilutions successives. Effectuer deux essais par dilution. Montrer la réalisation d'une dilution à 1 examinateur.

2.2. Justifier par écrit les dilutions testées. Préciser le temps et la température d'incubation choisis.

3. Identification d'un contaminant isolé d'un moût en fermentation

La souche de *Saccharomyces* utilisée étant généralement recyclée plusieurs fois, une contamination de la souche est possible.

Lors d'une précédente fermentation, un contaminant bactérien C a été isolé.

Une colonie de ce contaminant a été ensemencée sur gélose nutritive notée « Cx ».

3.1. Réaliser le(s) examens macroscopique et microscopique(s). Montrer un champ microscopique caractéristique à un examinateur.

3.2. Réaliser le ou les test(s) enzymatiques nécessaire(s) à l'orientation.

Proposer sur l'annexe une orientation du diagnostic. Cette annexe est à rendre 30 min avant la fin de l'épreuve.

3.3. Poursuivre l'identification jusqu'au stade de l'espèce en ensemencant les milieux et la galerie distribués.

Cette distribution se fera après la remise de l'annexe.

BIOCHIMIE (30 points)

Les analyses biochimiques qualitatives et quantitatives de plusieurs constituants de la bière permettent d'en apprécier la qualité.

1. Dosage du fer dans la bière

Lorsque la bière présente une mousse grisâtre et une mauvaise stabilité colloïdale, on suspecte une pollution par le fer en cours de fabrication. La bière ne doit pas contenir plus de 0,1 mg de fer par litre.

Le dosage du fer (II) est réalisé par la méthode colorimétrique à l'orthophénanthroline.

1.1. Réactifs

- Solution étalon mère de fer à $0,100 \text{ g.L}^{-1}$;
- Échantillon de bière dégazée étiqueté B ;
- Solution d'hydroquinone (T, R : 45-20/22, S : 53-24/25-39-45)
- Réactif à l'orthophénanthroline (S : 22-24/25)

1.2. Réalisation de la gamme d'étalonnage et des dosages

1.2.1. Gamme d'étalonnage

À partir de la solution mère de fer à $0,100 \text{ g.L}^{-1}$, préparer par dilution une solution étalon fille à $10 \text{ } \mu\text{g.mL}^{-1}$. Avec cette solution fille, réaliser une gamme d'étalonnage contenant de 0 à 50 μg de fer par tube.

1.2.2. Dosage sur la bière dégazée (2 essais)

Les essais seront réalisés sur des prises d'essais de 5 mL de la bière B. Pour éliminer l'absorbance due à la couleur de la bière, il est nécessaire de réaliser, dans les mêmes conditions, un « témoin bière ».

1.2.3. Mode opératoire de la colorimétrie

Dans chaque tube, introduire :

- X mL de la solution contenant le fer ;
- Eau distillée qsp 5 mL ;
- 1 mL de solution d'hydroquinone. Agiter et laisser reposer 10 minutes.
- 2 mL de réactif à l'orthophénanthroline. Agiter le laisser reposer 20 minutes.

Lire toutes les absorbances à 490 nm contre le témoin réactif de la gamme.

1.3. Compte rendu et résultats

1.3.1. Expliquer la préparation de la solution fille.

1.3.2. Rassembler dans un tableau les indications relatives à la préparation des tubes de la gamme, des essais et du témoin.

1.3.3. Compléter la feuille de relevé des valeurs expérimentales (annexe 2).

1.3.4. Exploitation des résultats. Donner l'équation de la droite de régression et le coefficient de corrélation.

1.3.5. Déterminer la concentration massique en fer dans la bière B analysée, en mg.L^{-1} . Conclure en sachant que le CV de la méthode est de 3 %.

2. Identification des glucides et estimation de la teneur en glucides dans la bière

La bière « sans alcool » est une bière dans laquelle le processus de fermentation est réalisé par des levures issues du génie génétique et produisant peu d'alcool. La nature des glucides et la teneur en glucides de ces bières

sont donc différentes des bières traditionnelles. L'analyse comparative des glucides de ces deux types de bière sera réalisée par chromatographie sur couche mince. L'estimation de la quantité de glucides dans les deux types de bière sera réalisé par réfractométrie.

2.1. Matériels et réactifs

- Plaque recouverte d'une couche mince de gel de silice (10 cm x 10 cm).
- Cuve à chromatographie :
(F, C, T, R : 10-11-23/24/25-35-36-66-67, S : 7-9-16-26-36/37/39-45-66-67)
 - o Méthyléthylcétone : 3 vol. (butanone)
 - o Acide acétique : 1 vol.
 - o Méthanol : 1 vol.
- Solutions témoins de glucides à 2 g.L⁻¹ : glucose, maltose, saccharose, fructose, maltotriose.
- Révélateur : mélange extemporané d'aniline et de diphénylamine en milieu éthanol et acide phosphorique fourni prêt à l'emploi. (C, F, T, R : 11-20/21/22-23/24/25-33-34-40-48-50/53, S : 7-16-26-28-36/37-45-60-61).
- Réfractomètre.
- Échantillons de bières à analyser préalablement dégazées : « traditionnelle » étiquetée B et « sans alcool » étiquetée BS.

2.2. Mode opératoire pour l'identification des glucides

- Introduire le solvant dans la cuve et la laisser se saturer en vapeurs de solvant pendant 15 minutes (manipuler sous hotte).
- Réactiver la chromatoplaque par passage à l'étuve à 120°C pendant 5 minutes.
- À l'aide de capillaires ou de cônes, réaliser 1 dépôt de chaque solution, en séchant.
- Placer la plaque dans la cuve.
- À l'issue de la migration, noter le front du solvant. Puis, sécher rapidement la plaque.
- Révéler à l'aide du matériel à disposition.
- Mettre à l'étuve à 120°C pendant 3 minutes.

2.3. Mode opératoire pour l'estimation de la teneur en glucides

Après avoir vérifié le zéro de l'appareil avec de l'eau distillée, réaliser la détermination rapide de la teneur en glucides (Brix) de la bière « traditionnelle », notée B et la bière « sans alcool » notée BS (1 essai par bière). Montrer les mesures à l'examineur.

La notice de l'appareil est à disposition à côté du réfractomètre.

2.4. Compte rendu et résultats

2.4.1. Compléter la feuille de relevé de valeurs expérimentales sur l'annexe 2.

2.4.2. Analyser le chromatogramme obtenu et compléter l'annexe 2.

2.4.3. Comparer la composition en glucides des deux bières analysées. Conclure.

Le chromatogramme sera laissé au poste de travail

2.4.4. Comparer les teneurs en glucides des deux bières analysées. Conclure.

ANNEXE 1 :

N° de la souche:
Observation macroscopique :
Observations microscopiques :
Résultat du ou des test(s):
Orientation proposée :

ANNEXE 2 :

1. Dosage du fer dans la bière

	Étalons	Témoin	Essais
N° des tubes			
Masse de fer par tube en µg			
Absorbance ($\lambda = 490$ nm)			

2. Identification des glucides et estimation de la teneur en glucides dans la bière

2.1. Identification des glucides de la bière

	Glucose	Maltose	Saccharose	Fructose	Maltotriose	B	BS
Rf							
Couleur des spots							

2.2. Estimation de la teneur en glucides dans la bière

	B	BS
Brix		

Deuxième jour : 1 heure

MICROBIOLOGIE

1. Dénombrement des microorganismes du moût de fermentation

Déterminer le nombre de microorganismes par mL de moût. Exprimer le résultat en se référant aux données de l'annexe 1.

Discuter le résultat obtenu.

2. Identification d'un contaminant isolé d'un moût en fermentation

Procéder à l'identification du contaminant.

RAPPEL : le nombre de cellules viables, en début de fermentation, doit être de l'ordre de $1,5 \cdot 10^6$ Cellules.mL⁻¹.

Durée : 6 heures Coefficient : 3

L'élaboration des produits de charcuterie fait intervenir des viandes d'origine diverse, des additifs comme les nitrates et les nitrites, de l'acide ascorbique...

Des contrôles biochimiques, immunologiques et microbiologiques permettent de vérifier le respect des bonnes pratiques de fabrication d'un jambon.

PREMIER JOUR : 4 h 30

1. CONTRÔLES BIOCHIMIQUES (20 points)

Les nitrites sont introduits dans les produits de charcuterie, sous forme de sels nitrités (E250) en association avec la salaison. L'emploi de l'acide ascorbique (E300) ainsi que des sels alcalins de cet acide (E301 et 302) sont admis comme adjuvant de salaison.

Les normes européennes pour la charcuterie stipulent :

- Taux de nitrites < 150 mg de nitrite de sodium par kg de jambon,
- Acide ascorbique < 300 mg/kg de jambon.

1.1. Dosage des nitrites

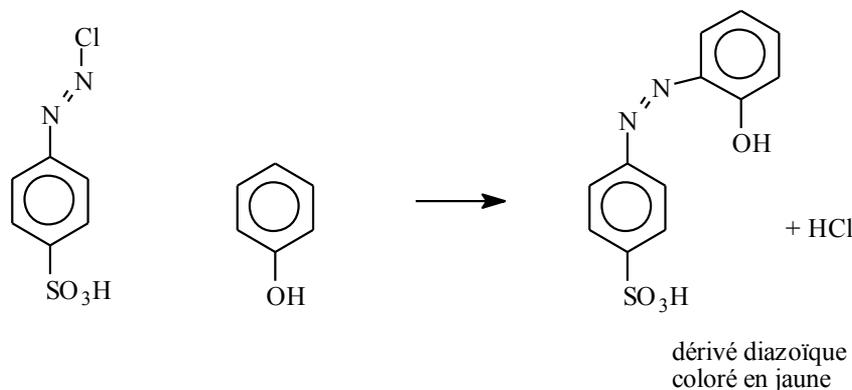
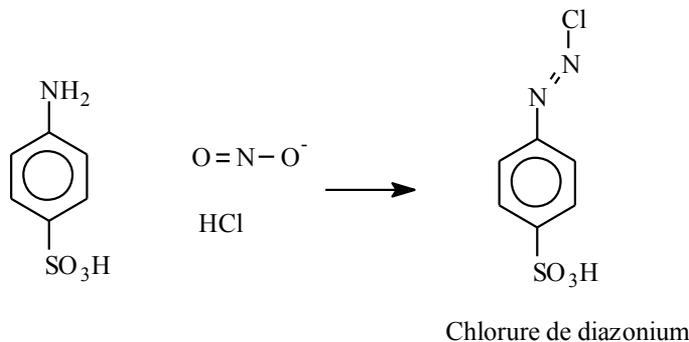
L'extraction des ions nitrites du jambon a été réalisée selon le protocole suivant :

- Peser exactement 25 g de jambon haché dans un ballon de 100 mL ;
- Ajouter 5 mL d'une solution de borax saturée, 50 mL d'eau distillée ;
- Chauffer au bain-marie bouillant, à reflux, sous agitation 15 minutes ;
- Laisser refroidir ;
- Transvaser le contenu du ballon dans une fiole jaugée de 200 mL ;
- Défécation : ajouter 2 mL de solution d'hexacyanoferrate de potassium et 2 mL d'éthanoate de zinc puis 50 mL d'eau distillée ;
- Agiter fortement ;
- Laisser reposer 30 minutes ;
- Compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée ;
- Filtrer, la solution obtenue est appelée « Jn ».

Le dosage des nitrites sur le filtrat « Jn » s'effectue par diazotation de l'acide sulfanilique, suivi d'une réaction avec le phénol. Le produit final est un composé diazoïque de couleur jaune photométrable à 435 nm. Le schéma réactionnel est indiqué ci-après.

1.1.1. Réactifs

- Réactif phénol-sulfanilique,
- Ammoniaque,
- Solution étalon de nitrite de sodium à 3 mg/L,
- Filtrat de jambon « Jn » fourni déjà dilué au 1/10.



1.1.2. Étalonnage du spectrophotomètre

À partir de la solution étalon de nitrites à 3 mg/L, préparer une gamme de 0 à 10 µg de nitrites par tube. Les tubes de la gamme seront traités comme les essais (voir tableau de résultats = annexe 1).

Données : $\text{NO}_2 = 46 \text{ g/mol}$; $\text{NaNO}_2 = 69 \text{ g/mol}$

1.1.3. Dosage des nitrites sur le filtrat de jambon « Jn »

Réaliser deux essais comme indiqué ci-dessous :

	Essai 1	Essai 2
Filtrat de jambon « Jn » au 1/10 (mL)	2	5
Eau distillée (mL)	3	0
Réactif phénol-sulfanilique (mL)	1	1
Agiter et attendre 10 minutes.		
Ammoniaque (mL)	1	1
Agiter, attendre 10 minutes.		
Lire l'absorbance à 435 nm		

1.1.4. Résultats :

Compléter la feuille de résultats fournie en annexe 1. Conclure.

1.2. Dosage de l'acide ascorbique

Ce dosage est effectué sur un deuxième filtrat noté « Jac » obtenu par filtration de 200 g d'un broyat de jambon dans 50 mL exactement d'acide métaphosphorique.

Le principe du dosage est basé sur les propriétés réductrices de l'acide ascorbique. L'oxydant utilisé est le 2,6-dichlorophénol-indophérol (DCPIP) ; 1 mole de DCPIP oxyde 1 mole d'acide ascorbique.

1.2.1 Réactifs

- Solution de 2,6-dichlorophénol-indophérol à C voisine de $1,80 \text{ mmol.L}^{-1}$
- Solution étalon d'acide ascorbique à exactement 0,5 g/L.
- Eau distillée bouillie et refroidie.
- Filtrat de jambon « Jac ».

1.2.2. Étalonnage de la solution de 2,6-dichlorophénol-indophérol

Dans un erlenmeyer introduire :

- E = 5 mL de solution étalon d'acide ascorbique,
- 15 mL d'eau distillée bouillie et refroidie.

Verser la solution de 2,6-dichlorophénol-indophénol jusqu'à l'apparition d'une couleur rose pâle persistant pendant 30 secondes.

Faire deux essais.

1.2.3. Dosage de l'acide ascorbique dans le filtrat « Jac »

Préparer 50 mL de filtrat dilué au 1/2 dans l'acide métaphosphorique.

Dans un erlenmeyer introduire :

- E = 5 mL de filtrat dilué,
- 15 mL d'eau distillée bouillie et refroidie.

Verser la solution de 2,6-dichlorophénol-indophénol jusqu'à l'apparition d'une couleur rose pâle persistant pendant 30 secondes.

Faire deux essais.

1.2.4. Résultats :

Compléter la feuille de résultats fournie en annexe 2. Conclure.

2. CONTRÔLES IMMUNOLOGIQUES (14 points)

La technique d'Ouchterlony est utilisée pour identifier dans des produits de charcuterie :

- ◆ L'origine des espèces animales (porc, boeuf, mouton, cheval, volaille).
- ◆ Les protéines étrangères à la viande (soja, oeufs, caséines, protéines de lactosérum, gluten...).

Le premier objectif est de vérifier la spécificité de l'immunsérum anti-porc.

Le second objectif est de tester un extrait de jambon de porc pour vérifier sa composition en viande. Pour cela, on dispose d'immunsérums anti-poulet, anti-dinde et anti-boeuf. La spécificité des immunsérums anti-poulet, anti-dinde et anti-boeuf est avérée.

2.1 Réactifs et matériel

- ◆ 2 tubes de 5 mL d'agarose à 1 % en tampon PBS, maintenu en surfusion au bain d'eau à 55°C.
- ◆ Immunsérums : anti-porc, anti-poulet, anti-boeuf, anti-dinde.
- ◆ Extrait de jambon à tester (dilué en eau physiologique) noté E.
- ◆ Extrait de viande de porc.
- ◆ Extrait de viande de poulet.
- ◆ Extrait de viande de dinde.
- ◆ 2 boîtes de Pétri (diamètre 5,5 cm).
- ◆ Emporte-pièce : cloche de Durham ou équivalent.
- ◆ 1 tube d'eau physiologique.

2.2. Mode opératoire

2.2.1. Préparation des boîtes

Se référer à l'annexe 3 : contrôles immunologiques.

2.2.2. Remplissage des puits

- ♦ une boîte est utilisée pour tester la spécificité de l'immunsérum anti porc dont on dépose 20 µL dans le puits central = Boîte A.
- ♦ L'autre boîte est utilisée pour tester l'extrait de Jambon (E) dont on dépose 20 µL dans le puits central = Boîte B.
- ♦ Définir les réactifs à introduire dans les puits 1 à 4 de chaque boîte afin d'atteindre les objectifs respectifs. Sur l'annexe 3, présenter les plans de dépôts en annotant les schémas des boîtes.
- ♦ Introduire 20 µL de réactif par puits.

2.2.3. Incubation

Placer les boîtes en chambre humide à température ambiante pendant 24 à 48 heures.

3. CONTRÔLES MICROBIOLOGIQUES (26 points)

Du fait de sa richesse en protéines, la viande offre de bonnes conditions à la prolifération de germes. D'autre part, les manipulations préalables à l'obtention du produit de charcuterie constituent une source de contamination non négligeable.

Les contrôles microbiologiques sont nécessaires pour vérifier la qualité sanitaire et commerciale du produit. Les critères microbiologiques concernant le jambon cuit sont indiqués ci après :

Flore aérobie mésophile	10 ⁴ /g
Coliformes.....	10/g
Coliformes fécaux.....	absence dans 1 g
Staphylococcus aureus	absence dans 1 g
Anaérobies sulfitoréducteurs	absence dans 1 g
Salmonella	absence dans 1 g

3.1. Dénombrement de la flore aérobie mésophile

Il s'effectue sur une suspension mère de jambon préparée en pesant 10 g de jambon, introduits dans un sachet stérile auquel on rajoute 90 mL d'eau peptonée ; le broyage est effectué dans un appareil homogénéisateur type Stomacher et est présenté en erlenmeyer ou flacon stérile, et noté « Bx ».

3.1.1. Matériel

- ♦ Flacon ou erlenmeyer stérile contenant le broyat Bx
- ♦ 6 tubes de 16 mL de PCA en surfusion : les demander à l'examineur.
- ♦ 6 tubes de 4 mL de PCA en surfusion : les demander à l'examineur.
- ♦ 8 pipettes pailles ou pipettes à usage unique de 1 mL.
- ♦ 6 boîtes de Pétri vides stériles.
- ♦ 4 tubes de diluant de 9 mL stérile : tryptone-sel.
- ♦ 1 agitateur mécanique.

3.1.2. Protocole

- ♦ À partir du broyat « Bx » fourni, procéder à un dénombrement dans la masse en double couche en milieu PCA.
- ♦ Ensemencer 3 dilutions successives en double exemplaire.
- ♦ Les dilutions à tester sont à déterminer.
- ♦ Montrer une de ces dilutions à un examinateur.

DONNÉE : le nombre de germes est évalué à environ 10⁵/g de jambon

3.1.3. Compte rendu

- ◆ Justifier le choix des dilutions.
- ◆ Préciser les conditions d'incubation.
- ◆ Discuter l'intérêt de cette recherche.

3.2. Recherche et identification de germes responsables de surrissement

Les streptocoques, les microcoques, les Pseudomonas et les lactobacilles sont responsables de l'altération du jambon, en particulier lorsqu'il est emballé sous vide.

Un prélèvement du liquide exudé, dans le paquet contenant le jambon étudié au 3.1., est proposé pour étude. Il est présenté en tube noté « Lx ».

3.2.1. Recherche de germes responsables de surrissement

- ◆ Procéder à l'examen microscopique du produit noté « Lx ».
- ◆ Faire le compte rendu de vos observations.
- ◆ Montrer un champ caractéristique à un examinateur.
- ◆ Isoler sur gélose Trypticase-soja et sur gélose Man Rogosa Sharp.
- ◆ Justifier le choix de ces milieux.

3.2.2. Identification de germes responsables de surrissement

Une souche isolée du liquide prélevé est présentée sur gélose nutritive inclinée notée « Sx ».

- ◆ Réaliser le ou les tests microscopiques adéquats.
- ◆ Réaliser le ou les tests enzymatiques utiles à l'orientation du germe.
- ◆ Procéder à l'identification du germe. Justifier la composition de la galerie d'identification miniaturisée choisie.
- ◆ L'ensemencement de la galerie d'identification sera réalisé après remise du compte rendu 30 minutes avant la fin des épreuves.
- ◆ Ensemencer la galerie fournie par le centre.

ANNEXE 1 : Feuille de résultats : CONTRÔLES BIOCHIMIQUES

DOSAGE DES NITRITES

1. Étalonnage du spectrophotomètre

Calculer la concentration en nitrites de la solution étalon.

2. Établissement de la gamme d'étalonnage et des essais

Compléter le tableau

Tubes	Témoin	1	2	3	4	5	E1	E2
Solution étalon en mL								
Filtrat de jambon « Jn » en mL							2	5
Eau distillée en mL							3	0
Réactif phénol-sulfanilique en mL							1	1
Agiter, attendre 10 minutes.								
Ammoniaque en mL							1	1
Agiter, attendre 10 minutes et lire l'absorbance à 435 nm.								
Quantité en µg de nitrites par tube								
Absorbance à 435 nm								

Calcul de la concentration en NITRITE

Donner la droite de régression et le coefficient de corrélation.

Calculer la concentration en nitrite dans le filtrat « Jn » (CV = 3 %).

Formule littérale :

Calculs

	ESSAI 1	ESSAI 2
Concentration en NO ₂ en mg.L ⁻¹		
% d'imprécision		
Validation : (C1-C2)/(C1+C2) < 2CV ou C1-Cm /Cm < 2CV		
Concentration retenue en mg.L ⁻¹		
Concentration en nitrite dans le jambon = formule littérale		
Concentration en nitrite en mg.kg ⁻¹ jambon = valeur		

DOSAGE DE L'ACIDE ASCORBIQUE

1. Étalonnage du DCPIP

Calcul de la concentration molaire du DCPIP en mmol/L.

Formule littérale :

Données : M ac. ascorbique = 176 g/mol

Calculs (CV = 1 %)

	ESSAI 1	ESSAI 2
Concentration du DCPIP en mmol.L ⁻¹		
% d'imprécision		
Validation : (C1-C2)/(C1+C2) < 2CV ou C1-Cm /Cm < 2CV		
Concentration retenue en mmol.L ⁻¹		

Calcul de la concentration en acide ascorbique

Calcul de la concentration de l'acide ascorbique en mg/L dans le filtrat de jambon « Jac ».

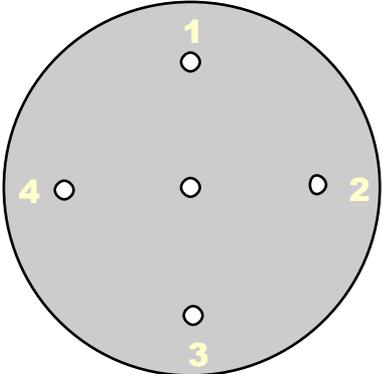
Formule littérale :

Calculs : (CV=1%)

	ESSAI 1	ESSAI 2
Concentration de l'acide ascorbique en mg.L ⁻¹		
% d'imprécision		
Validation : (C1-C2)/(C1+C2) < 2CV ou C1-Cm /Cm < 2CV		
Concentration retenue en mg.L ⁻¹		
Concentration en acide ascorbique dans le jambon : formule littérale		
Concentration en acide ascorbique en mg.kg ⁻¹ jambon : valeur		

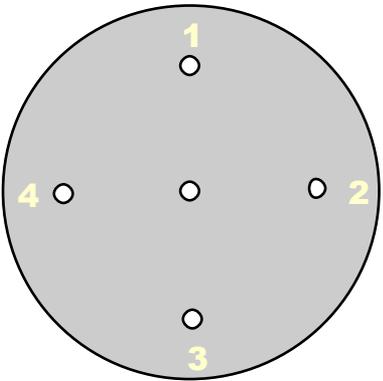
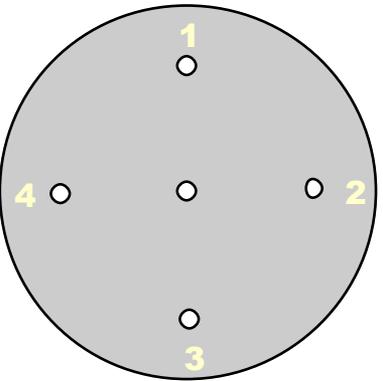
ANNEXE 3 : PROTOCOLE ET FEUILLE DE RÉSULTATS : CONTRÔLES IMMUNOLOGIQUES

(À RENDRE AVEC LA COPIE)

<ul style="list-style-type: none"> - Poser les boîtes de Pétri sur un support horizontal. - Répartir l'agarose dans les deux boîtes de Pétri ; laisser prendre en masse à température ambiante. Mettre 15 min au réfrigérateur. - En suivant le schéma ci-contre, creuser délicatement dans chaque boîte, 5 puits à l'emporte-pièce. - Les puits doivent avoir une forme cylindrique parfaite. 	
--	---

1. Préciser la composition et le rôle du témoin de la boîte A.

2. Faire un schéma du plan de dépôt.

Boîte A : test : spécificité de l'immunsérum anti-porc	Boîte B : test : extrait de jambon
 <p>1 :</p> <p>2 :</p> <p>3 :</p> <p>4 :</p>	 <p>1 :</p> <p>2 :</p> <p>3 :</p> <p>4 :</p>

3. Proposer un autre plan de dépôt pour la boîte B

ANNEXE 4 : Gélose MRS : Man, Rogosa, Sharpe

Usage : Culture des bactéries lactiques.

Composition :

Composant	Quantité
Peptone	10,0 g
Extrait de viande	4,0 g
Extrait de levure	8,0 g
Glucose	20,0 g
Acétate de sodium trihydraté	5,0 g
Citrate d'ammonium	2,0 g
Tween 80	1,0 cm ³
Hydrogénophosphate de potassium	2,0 g
Sulfate de magnésium heptahydraté	0,2 g
Sulfate de magnésium tétrahydraté	0,05 g
Agar	10,0 g
PH 6,2	10,0 g

Préparation : 62 g par litre. Stériliser à l'autoclave.

Lecture : Milieu permettant une bonne culture des Lactobacillus. Il existe un bouillon équivalent.

ANNEXE 5 : feuille de demande de milieux

N° candidat :

A remplir avant :

Observations microscopiques :

Tests biochimiques :

Orientation :

Galerie d'identification demandée : (justifier)

DEUXIÈME JOUR : 1 heure 30

1. CONTRÔLES IMMUNOLOGIQUES

Reporter sur l'annexe 4 un schéma de l'observation des boîtes.
Analyser les résultats et conclure sur l'annexe 4.

2. CONTRÔLES MICROBIOLOGIQUES

2.1. Dénombrement de la flore aérobie mésophile

Effectuer la lecture des boîtes de dénombrement.

Présenter les résultats sous forme de tableaux.

Exprimer le résultat du dénombrement des germes aérobies mésophiles, en se référant aux données de l'annexe 5.

Conclure.

2.2. Recherche et identification de germes responsables de surrissement

2.2.1. Recherche de germes responsables de surrissement

Effectuer les lectures des isoléments. Aucun test ou examen complémentaire sera réalisé.

Discuter les résultats obtenus.

2.2.2. Identification de germes responsables de surrissement

Procéder à la lecture de la galerie d'identification.

Identifier le germe.

2.2.3. Conclure et commenter l'ensemble des résultats.

Données : Critères microbiologiques concernant le jambon cuit.

Flore aérobie mésophile 10^4 /g

Coliformes.....10/g

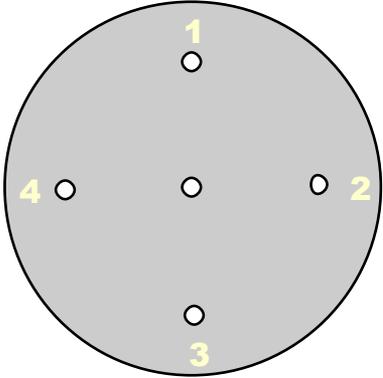
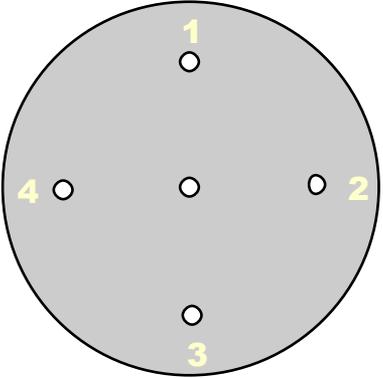
Coliformes fécauxabsence dans 1 g

Staphylococcus aureus.....absence dans 1 g

Anaérobies sulfito-réducteursabsence dans 1 g

Salmonellaabsence dans 1 g

ANNEXE 6 : CONTRÔLES IMMUNOLOGIQUES

Boîte A : test : spécificité de l'immunsérum anti-porc	Boîte B : test : extrait de jambon
	
Analyse et conclusion.	

Durée : 6 heures Coefficient : 3

Analyses de produits à base de viande

PREMIER JOUR : 4 heures 30

MICROBIOLOGIE (30 points)

Le laboratoire d'analyses microbiologiques d'une salaison souhaite mettre en place de nouvelles méthodes de suivi de ces produits et procède donc à une série de tests pour sélectionner les techniques les plus efficaces et maîtriser la réalisation de ces analyses.

1. Comparaison de méthodes de dénombrement

Le laboratoire désire tester et comparer deux techniques de dénombrement de coliformes totaux dans les viandes : la première en milieu solide et la deuxième en milieu liquide.

L'échantillon a déjà été préparé : 10 g de viande ont été pesés, déposés dans un sac stérile, 90 mL de tryptone-sel leur ont été rajoutés. L'ensemble a été broyé. Vous disposez d'une fraction de ce broyat afin de tester les deux méthodes de dénombrement.

1.1. Matériel à disposition

- Un tube contenant le broyat de viande : « Bx »
- 5 tubes de 9 mL de tryptone-sel
- 15 tubes de milieu BLBVB
- 10 tubes ou flacons de gélose au désoxycholate 0,1 % en surfusion
- pipettes stériles de 1 mL ou équivalent.

1.2. Réalisation des dilutions décimales

Réaliser 5 dilutions décimales du broyat de viande.

Montrer à un examinateur la réalisation d'une dilution.

1.3. Dénombrement en milieu liquide

Ensemencer trois tubes de milieu BLBVB pour chacune des dilutions réalisées (Volume d'inoculum = 1 mL) ; Incuber à 30°C durant 24 h.

1.4. Dénombrement en milieu solide dans la masse en simple couche

Ensemencer deux boîtes de gélose au désoxycholate 0,1 % pour le broyat Bx pur et les dilutions jusqu'à 10^{-4} inclus.

Incuber à 30°C durant 24 h.

2. Test de milieux d'isolement

Le laboratoire désire tester différents milieux sélectifs afin de réaliser des isolements à partir de produits alimentaires qu'il souhaite analyser.

Un mélange bactérien vous est proposé : « Mx »

2.1. Examens microscopiques

Réaliser un état-frais et une coloration de Gram du mélange.

Montrer les examens microscopiques à un examinateur.

2.2. Isolement

Réaliser un isolement du mélange sur gélose nutritive et sur deux milieux sélectifs M1 et M2.

BIOCHIMIE (20 points)

La détection et le dosage des nitrites dans les aliments et en particulier dans les produits de charcuterie se justifie par le fait qu'ils conduisent à des nitrosamines cancérigènes.

En France, la législation limite la teneur en nitrite dans les produits de charcuterie à 150 mg/kg exprimés en NaNO_2 .

La teneur en sel habituellement observée pour ce type de charcuterie est de 1,8 %.

Les chlorures et les nitrites sont dosés dans un échantillon J issu d'un jambon cuit.

1. Préparation de l'échantillon J fourni

1.1. Principe

Les chlorures et les nitrites NO_2^- sont extraits du jambon après hachage et passage à l'eau bouillante. Ensuite, une défécation est effectuée à l'aide d'hexacyanoferrate de potassium et d'éthanoate de zinc.

1.2. Protocole

Mise en solution des chlorures et des ions nitrites du jambon.

25 g de jambon haché ont été pesés précisément dans un ballon de 100 mL. Après ajout de 5 mL de solution de borax saturée et 50 mL d'eau distillée (température $> 70^\circ\text{C}$), le mélange a été chauffé au bain-marie bouillant.

Après refroidissement, le contenu du ballon a été transvasé dans une fiole jaugée de 200 mL.

Puis, 2 mL d'hexacyanoferrate de potassium, 2 mL d'éthanoate de zinc et 50 mL d'eau distillée ont été ajoutés.

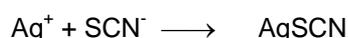
Après agitation et repos, la fiole jaugée a été complétée au trait de jauge avec de l'eau distillée.

Le mélange a été filtré et la solution obtenue est appelée J.

2. Dosages

2.1. Dosage des chlorures

Les équations mises en œuvre dans ce dosage sont les suivantes :



2.1.1. Étalonnage d'une solution de nitrate d'argent

Dans un erlenmeyer introduire :

- Une masse m , voisine de 0,1 g de chlorure de sodium pur et anhydre,
- 100 mL d'eau distillée,
- 2 mL d'une solution saturée de chromate de potassium.

Verser la solution de nitrate d'argent jusqu'au virage de l'indicateur au rouge orangé.

Noter le volume de solution de nitrate d'argent nécessaire.

Réaliser deux essais.

Données : Na : $23 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$; Cl : $35,5 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

2.1.2. Dosage des chlorures dans l'échantillon

Introduire dans un erlenmeyer :

- 20 mL de J
- 5 mL d'acide nitrique
- 1 mL de l'indicateur (sulfate double d'ammonium et de fer)

Introduire ensuite précisément :

- 20 mL de la solution de nitrate d'argent à environ $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$.
- 3 mL de nitrobenzène (SI NÉCESSAIRE selon les consignes du centre) et bien mélanger.

Agiter vigoureusement afin de coaguler le précipité.

Titrer l'excès de nitrate d'argent avec la solution de thiocyanate de potassium à $0,1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ jusqu'à coloration rose orangé persistante.

Noter le volume de solution de thiocyanate de potassium nécessaire.

Réaliser deux essais.

2.2. Dosage des ions nitrites

2.2.1. Fabrication d'une gamme étalon

A partir d'une solution M à 1 g de nitrite de sodium par litre, préparer 5 solutions filles de volume final 1 mL.

Solution fille	[NaNO ₂] en mg/L
1	2
2	4
3	6
4	8
5	10

Préparer un tube avec 1 mL d'eau distillée pour le blanc.

2.2.2. Dosage

Préparer 2 essais avec 1 mL de la solution J.

Ajouter 10 mL de réactif R dans tous les tubes.

Après homogénéisation, transférer en cuve et mesurer l'absorbance à 526 nm après 10 minutes.

Compléter le tableau de l'annexe 2.

3. Résultats

Compléter les feuilles de résultats en annexes 1 et 2.

Répondre aux questions figurant sur ces annexes.

ANNEXE 1 : Feuille de résultats : CONTRÔLES BIOCHIMIQUES

1. Dosage des chlorures

1.1. Étalonnage de la solution de nitrate d'argent

- Masses de chlorure de sodium :

- Volumes de solution de nitrate d'argent

- Calculer la concentration de la solution de nitrate d'argent (CV = 0,5 %)

1.2. Dosage des chlorures dans l'échantillon

- Volumes de solution de thiocyanate de potassium

- Calculer la concentration en chlorures dans la solution J, en mol.L⁻¹ (CV = 1 %)

- Calculer la teneur en chlorure de l'échantillon, exprimée en % de chlorure de sodium dans le jambon et conclure :

ANNEXE 2 : Feuille de résultats : CONTRÔLES BIOCHIMIQUES

2. Dosage des nitrites

2.1. Préparation de la gamme étalon et des essais, résultats

2.1.1. Compléter le tableau ci-dessous.

2.1.2. Donner la concentration de la solution étalon utilisée

2.2.3. Justifier les volumes choisis de la solution étalon.

Tubes							E1	E2
Solution étalon en mL								
Solution J en mL							1	1
Eau distillée en mL								
Réactif R en mL	10	10	10	10	10	10	10	10
Mélanger, transférer en cuve et mesurer l'absorbance à 526 nm après 10 minutes.								
Concentration en NaNO ₂ en mg.L ⁻¹								
Absorbance à 526 nm								

2.2. Exploitation des résultats

2.2.1. Donner la droite de régression et le coefficient de corrélation.

2.2.2 Déterminer la concentration en nitrite de sodium dans la solution J (CV = 3 %)

2.2.3. Calculer le taux de nitrite dans le jambon testé en mg de nitrite de sodium par kg de jambon et conclure.

DEUXIÈME JOUR : 1 heure 30

Rappel du premier jour :

L'échantillon a déjà été préparé : 10 g de viande ont été pesés, déposés dans un sac stérile, 90 mL de tryptone-sel leur ont été rajoutés. L'ensemble a été broyé. Vous disposez d'une fraction de ce broyat afin de tester les deux méthodes de dénombrement.

1. Comparaison des méthodes de dénombrement

1.1. Dénombrement en milieu liquide

À l'aide de la table de Mac Grady, estimer la concentration en coliformes totaux dans la viande.

Encadrer le résultat à l'aide des limites de confiance à 95 % de fiabilité.

1.2. Dénombrement en milieu solide

Dénombrer les colonies et déterminer le nombre d'UFC de coliforme par g de viande.

Exprimer le résultat en se référant aux données de l'annexe 1.

1.3. Conclusion

Comparer les résultats des deux méthodes.

2. Tests de milieux d'isolement

Le mélange proposé le premier jour était en fait un mélange de Staphylococcus et d'Escherichia coli.

2.1. Lecture de l'isolement sur GN

Vérifier la pousse des deux souches bactériennes.

2.2. Analyse du milieu M1

2.2.1. Analyse du milieu M1

Ce milieu est normalement sélectif des Staphylococcus.

À l'aide des documents fournis, des examens macroscopique et microscopique, vérifier cette donnée et conclure sur la sélectivité du milieu M1.

2.2.2. Identification des colonies présentes sur le milieu M1

Le milieu M1 peut apporter des renseignements sur l'espèce de Staphylococcus ayant été isolé.

En justifiant votre réponse, indiquez l'espèce de Staphylococcus présumée présente sur M1. Vérifiez cette présomption par un test sur lame rapide (résultats en moins de 30 secondes) fournir par le centre. Montrer la réalisation à un examinateur. Conclure.

2.3. Analyse du milieu M2

Analyser votre isolement à l'aide des documents fournis et conclure sur la sélectivité du milieu M2.

ANNEXE 3 : Table pour la détermination du coefficient NPP

Le NPP est déterminé en fonction du nombre de tubes positifs selon la procédure suivante :

- Grouper en nombre de 3 chiffres la suite obtenue en comptant les tubes positifs. Commencer par les tubes les moins dilués.
- Choisir le nombre le plus élevé si possible < 330 , nombre qualifié de nombre caractéristique.
- Déterminer dans la table le NPP
- Déterminer N, nombre de microorganismes par mL, en utilisant la formule ci-après :

$$N_{\text{produit pur}} = \frac{\text{NPP} \cdot F_d}{V}$$

Avec :

- NPP, lu dans la table
- V = volume d'inoculum en mL
- Fd = facteur de dilution du 1^{er} tube correspondant au 1^{er} chiffre du nombre caractéristique.

Nombre de tubes positifs au niveau des trois dilutions successives retenues			Coefficient NPP	Catégories (*) lorsque le nombre d'échantillons par lot examinés en parallèle est de :				Limites de confiance	
				2	3	5	10	95 %	99 %
1*	2*	3*							
0	0	0	< 0,3						
0	0	1	0,3	2	2	2	1	< 0,1	1,7
0	1	0	0,3	1	1	1	1	< 0,1	1,7
0	2	0	0,6	2	2	2	1	< 0,2	2,2
1	0	0	0,4	1	1	1	1	< 0,1	2,1
1	0	1	0,7	2	1	1	1	0,2	2,7
1	1	0	0,7	1	1	1	1	0,2	2,8
1	1	1	1,1	0	2	2	2	0,4	3,4
1	2	0	1,1	2	1	1	1	0,4	3,5
1	2	1	1,5	0	0	0	2	0,6	4,1
1	3	0	1,6	0	0	0	2	0,6	4,2
2	0	0	0,9	1	1	1	1	0,2	3,8
2	0	1	1,4	1	1	1	1	0,5	4,8
2	1	0	1,5	1	1	1	1	0,5	5,0
2	1	1	2,0	2	1	1	1	0,7	6,0
2	2	0	2,1	1	1	1	1	0,8	6,2
2	2	1	2,8	2	2	2	1	1,1	7,4
2	3	0	2,9	2	2	2	1	1,1	7,7
3	0	0	2	1	1	1	1	< 1	13
3	0	1	4	1	1	1	1	1	18
3	0	2	6	0	2	2	2	2	23
3	1	0	4	1	1	1	1	1	21
3	1	1	7	1	1	1	1	2	28
3	1	2	12	2	2	2	2	4	35
3	2	0	9	1	1	1	1	3	38
3	2	1	15	1	1	1	1	5	50
3	2	2	21	1	1	1	1	8	64
3	2	3	29	0	0	2	2	11	79
3	3	0	20	1	1	1	1	<10	140
3	3	1	50	1	1	1	1	10	240
3	3	2	110	1	1	1	1	30	480
3	3	3	>110	1	1	1	1		

ANNEXE 4 : Composition des milieux 1 et 2

MILIEU M1

COMPOSITION

Formule théorique en g/L d'eau purifiée. Ce milieu peut être ajusté et/ ou supplémenté en fonction des critères de performance imposés.

Milieu déshydraté (milieu de base) :	Milieu prêt à l'emploi :
bio-Trypcase10	bio-Trypcase10
Extrait de viande de bœuf5	Extrait de viande de boeuf5
Extrait de Levure1	Extrait de levure1
Glycine12	Glycine12
Chlorure de lithium5	Chlorure de lithium5
Pyruvate de sodium10	Pyruvate de sodium10
Agar17	Tellurite de potassium0,1
pH 7	Émulsion de jaune d'oeuf10 mL
	Agar17
	pH 7,0

PRINCIPE

Le milieu M1 est le milieu recommandé pour le dénombrement de *Staphylococcus aureus* dans les aliments (norme AFNOR V 08 014-ISO 6888, V 08- 57-1, V 59-1 05).

Ce milieu correspond au milieu 0 de la pharmacopée française, il est conforme aux recommandations de l'USP XXII et de l'European Pharmacopeia II.

Il renferme une base nutritive riche comprenant trois peptones, de la glycine ainsi que du pyruvate de sodium qui a pour rôle de stimuler la croissance des souches ayant subi des altérations durant l'élaboration des produits alimentaires.

La sélectivité vis-à-vis des espèces autres que *Staphylococcus aureus* est apportée par le chlorure de lithium ainsi que par le tellurite de potassium. La réduction du tellurite en tellure entraîne le virage au noir des colonies.

Le jaune d'œuf joue le rôle d'élément nutritif et de révélateur enzymatique. La présence d'une lipoprotéinase est révélée par la présence d'un halo transparent autour de la colonie visible au bout de 24h. La présence d'une lécithinase se traduit au bout de 48h par l'apparition de ronds opaques se développant à l'intérieur des halos clairs.

PRÉPARATION

Milieu déshydraté

Mettre en suspension 60 g de poudre dans un litre d'eau purifiée. Chauffer en agitant fréquemment, porter à ébullition 1 à 2 minutes. Répartir et stériliser à l'autoclave, à 120° C, pendant 15 minutes. Laisser refroidir à 45-50° C, puis ajouter 10 mL de solution stérile à 1 % de tellurite de potassium et 50 ml d'émulsion stérile de jaune d'œuf. Mélanger soigneusement et couler en boîtes de Pétri. Le milieu de base, coulé en tube ou en flacon bouché hermétiquement, se conserve parfaitement à 2-8°C.

Préparation de l'émulsion de jaune d'œuf - diluer 15 ml de jaune d'œuf prélevé aseptiquement dans 35 mL d'eau physiologique. Agiter fortement pour obtenir une émulsion homogène. Vérifier la stérilité de l'émulsion en l'ensemencant sur un bouillon nutritif, qui sera observé pendant 3 jours au moins.

UTILISATION

Transférer 0,1 mL de l'échantillon, de la suspension-mère ou des dilutions décimales à la surface de la gélose. Étaler soigneusement l'inoculum le plus rapidement possible à l'aide d'un étaleur. Laisser sécher les boîtes avec leur couvercle durant environ 15 minutes à température ambiante et les incuber à 36± 1°C pendant 24 à 48 heures.

LECTURE - INTERPRÉTATION

Les colonies de *Staphylococcus aureus* sur le milieu M1 peuvent prendre deux aspects:

- *aspect caractéristique* : colonies noires, brillantes, convexes, entourées d'un halo d'éclaircissement et parfois d'un liseré opaque à la périphérie de la colonie.
- *aspect non caractéristique* : identique en apparence mais dépourvu du halo d'éclaircissement. Cet aspect non caractéristique est souvent observé pour des souches de *Staphylococcus aureus* contaminant les produits laitiers

Le diamètre des colonies est compris entre 0,5-1 mm à 24 heures et 1-2 mm à 48 heures.

CONFIRMATION

Un test de confirmation doit être pratiqué sur au moins 5 colonies caractéristiques et 5 colonies non caractéristiques selon le cas par une technique de recherche de la coagulase libre (Plasma de lapin, réf. 55 181) ou d'agglutination sur lame (Slidex Staph Kit, réf. 73 112)

Milieu M2

COMPOSITION

Formule théorique en g./L d'eau distillée ajustée et/ou supplémentée en fonction des critères de performances imposées :

Peptone de gélatine	7
Extrait de levure	3
Sels biliaires.....	1,5
Chlorure de sodium	5
Lactose	10
Rouge neutre	0,03
Cristal violet	0,002
Agar	15
pH	7,4

PRINCIPE

Le milieu M 2 est recommandée par les « Standard Methods » pour la numération des coliformes dans l'eau et les produits laitiers.

Cette gélose est conforme aux. normes NF V 08-015 (ISO 4832),. NF V 08-01 71, NF V 08-050 et NF V 08-060.

La fermentation du lactose entraîne, au niveau de la colonie, un virage du rouge neutre et l'apparition d'un précipité des sels biliaires.

La présence de sels biliaires et de cristal violet produit une inhibition massive de la plupart des bactéries Gram positif. Toutefois, on peut noter surtout après 48 heures d'incubation l'apparition de petites colonies d'entérocoques.

PREPARATION

1. Mettre en suspension 41,5 g de poudre dans un litre d'eau distillée.
2. Bien mélanger.
3. Chauffer doucement en agitant.
4. Porter à ébullition une minute. Ne pas autoclaver.
5. Laisser refroidir à 45-50° C et couler en boîtes de Petri.

UTILISATION

1. Transférer 1 mL d'inoculum dans 2 boîtes de Petri stériles.
2. Couler environ 15 ml de milieu.
3. Mélanger soigneusement.
4. Laisser solidifier.
5. Ajouter environ 4 ml du même milieu pour former une 2 ème couche.
6. Laisser solidifier.
7. Incuber à la température choisie (30°C, 44°C ou 44,5°C) pendant 24 heures.

LECTURE - INTERPRETATION

Bactéries lactose – positives : colonies rose-rouge, diamètre 0,5 mm, halo rougeâtre de précipité.

Bactéries lactose – négatives : colonies incolores

ANNEXE 1 : EXTRAIT DE LA NORME NF ISO 7218/A1 DE DÉCEMBRE 2001

MODE DE CALCUL : CAS GÉNÉRAL (comptage des colonies en totalité ou des colonies caractéristiques)

Pour qu'un résultat soit valable, on estime en général qu'il est nécessaire de compter les colonies sur au moins 1 boîte contenant au minimum 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation).

Calculer le nombre N de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai, en tant que moyenne pondérée à partir de deux dilutions successives, à l'aide de l'équation suivante :

$$N = \frac{\Sigma C}{V(n_1 + 0,1 n_2)d}$$

où

ΣC est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues de deux dilutions successives dont au moins une contient au minimum 15 colonies.

n_1 est nombre de boîtes retenues à la 1^{ère} dilution (la plus petite).

n_2 est nombre de boîtes retenues à la 2^{ème} dilution (la plus grande).

d est taux de dilution correspondant à la première dilution retenue (d = 1 dans le cas où l'échantillon pour essai (produits liquides)ensemencé directement est retenu).

V = volume d'inoculum appliqué à chaque boîte, en mL.

Arrondir le résultats calculé à deux chiffres significatifs. Pour cela, si le troisième chiffre est inférieur à 5, le chiffre précédent n'est pas modifié ; si le troisième chiffre est supérieur ou égal à 5, le chiffre précédent est augmenté d'une unité.

Retenir comme résultat un nombre compris de préférence entre 1,0 et 9,9 multiplié par la puissance appropriée de 10, ou un nombre entier avec 2 chiffres significatifs.

Exprimer le résultat comme suit – nombre N de microorganismes par millilitre (produits liquides) ou par gramme (autres produits).

Cas de deux boîtes (échantillon pour essai ou suspension mère ou première dilution) contenant moins de 15 colonies.

Si les deux boîtes, au niveau de l'échantillon pour essai (produits liquides) ou de la suspension mère (autres produits) ou de la première dilutionensemencée ou retenue, contiennent moins de 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation), calculer le nombre estimé N_E de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai en tant que moyenne arithmétique des colonies comptées sur les deux boîtes à l'aide de l'équation suivante :

$$N_E = \frac{\Sigma C}{V.n.d}$$

où

ΣC est la somme des colonies comptées sur les deux boîtes.

n est nombre de boîtes retenues.

d est taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

V = volume d'inoculum appliqué à chaque boîte, en mL.

ANNEXE 5 : Technique d'identification sur lame de *Staphylococcus aureus*

(non reproduite : le centre fournit le document correspondant au test choisi en fonction du fabricant)

E6-U62 QUALITÉ APPLIQUÉE AUX INDUSTRIES ALIMENTAIRES ET AUX BIINDUSTRIES - ÉTUDE DE CAS-2004

Durée : 4 heures Coefficient : 4

Calculatrice interdite

La société « S » est une entreprise de 52 personnes qui fabrique divers produits dont des saucisses à cuire et des lardons. Elle avait entamé une démarche de certification ISO 9002 version 1994 qui n'a pas abouti.

1. Fabrication des saucisses (36 points)

Le responsable qualité souhaite connaître le schéma de vie du produit et établir quels sont les risques possibles (microbiologiques, chimiques et physiques) à chaque étape.

1.1. Process de fabrication

Les saucisses sont conçues à partir de viande de porc ou d'autres espèces (boeuf, mouton, veau, volaille, lapin) et d'une enveloppe (boyau naturel ou collagénique). Les autres ingrédients sont le sel et, selon les recettes, des sucres, aromates, épices, vins, alcools, liqueurs, condiments, arômes, ferments. Les seuls additifs éventuellement utilisés sont les nitrates, sel nitrité, acides organiques et leurs sels. Les matières premières carnées surgelées sont réceptionnées et stockées au froid négatif. Au fur et à mesure des besoins, leur décongélation est assurée. Elles sont pesées pour préparer la mêlée. Le cutterage est alors effectué en même temps que sont ajoutés les divers ingrédients préparés préalablement (dès leur réception, ils sont stockés dans un local approprié). L'embossage se fait dans des boyaux qui, après leur réception, sont stockés et préparés pour leur emploi. Les saucisses ainsi préparées sont conditionnées en barquettes qui sont étiquetées avant d'être mises en cartons. Elles sont stockées immédiatement à +4°C, puis expédiées. Réaliser le diagramme de fabrication des saucisses.

1.2. Réception des matières premières carnées surgelées

Les matières premières carnées proviennent soit de France, soit d'Italie. Elles sont réceptionnées dans une salle spéciale où les produits reçus sont déconditionnés, puis stockés en bac inox dans une chambre froide négative. Afin de maîtriser la sécurité du produit fini, le responsable qualité cherche toutes les causes d'une contamination microbiologique de ces matières premières carnées jusqu'à leur utilisation en production. Il réalise donc un diagramme d'Ishikawa utilisant la règle des 5 M.

1.2.1. Donner la signification des "5M" et construire le diagramme d'Ishikawa.

Le responsable qualité demande que soit rédigée une nouvelle instruction de travail pour la réception de ces matières premières en distinguant ce que doit effectuer le réceptionniste avant déchargement du camion et après déchargement.

1.2.2. À l'aide des données précédentes et en utilisant l'extrait du Lamy Dehove fourni en annexe 1, rédiger cette nouvelle instruction.

1.2.3. Concevoir la fiche d'enregistrement qui doit accompagner cette instruction.

1.2.4. En cas de non-conformités détectées par le réceptionniste, celui-ci doit remplir une fiche d'anomalies à réception. Indiquer les principales rubriques qui doivent figurer sur cette fiche d'anomalies.

2. Certification ISO 9001 (20 points)

Cette entreprise, qui n'avait pas mené à bien son projet de certification ISO 9002 version 1994, vise maintenant la certification ISO 9001 version 2000 : norme de système de management de la qualité.

2.1. La version 2000 présente un concept nouveau : l'approche processus. Un processus se décrit par des processus d'entrée, des processus de sortie, des ressources, des documents, des indicateurs. Replacer tous ces éléments pour le processus de fabrication des saucisses en complétant chacune des rubriques.

2.2. Citer les autres nouveaux concepts contenus dans la version 2000.

2.3. La norme ISO 9001, version 2000 indique que le système de management de la qualité doit comprendre des procédures documentées. Définir le terme « procédure » et citer les procédures exigées par cette norme.

3. Suivi de la qualité (24 points)

Divers indicateurs qualité sont suivis régulièrement par le responsable qualité.

3.1. Définir le terme « indicateur qualité » et indiquer les critères de choix d'un indicateur.

3.2.- Dans l'entreprise sont affichés les résultats de la satisfaction client et du coût non-qualité. Les graphiques correspondants sont présentés en annexe 2. Analyser ces deux courbes, et proposer une explication de l'évolution des deux indicateurs sur la période 2002-2003.

3.3. Le responsable qualité s'interroge sur l'origine des coûts de la non-qualité en 2003 et en effectue le bilan présenté en annexe 3.

3.3.1. Citer les deux catégories de coûts auxquels appartiennent ces dépenses. Les définir et classer les dépenses indiquées.

3.3.2. Tracer le diagramme de Pareto (20-80) correspondant. L'analyser. Indiquer quelles sont les décisions que doit prendre l'entreprise pour l'année à venir.

ANNEXE 1 : Extrait du Lamy Dehove

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.

Remarques : Ces dispositions s'appliquent également aux denrées animales ou d'origine animale surgelées.

302-155 Établissement soumis à la déclaration préalable

Sous réserve des obligations particulières concernant la déclaration des Établissements de surgélation 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, an 4 modifié par Arr. 7 janvier. 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'États 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° SS-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, an. 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. S).

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 les 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 placés 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, an. 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. II).

§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 302161: Arr. 26 juin 1974, art. 14, al. 1^{er}).

302-176 Vente en compartiments séparés

À 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

À 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}).

§ 4 Étiquetage des denrées congelées

302-190 Indication obligatoire de la date de congélation

Les denrées congelées sont identifiées par l'apposition sur les denrées elles-mêmes, sur leurs emballages ou sur les documents les accompagnant de marques ou estampilles sur lesquelles figure notamment la date de congélation.

La date de première congélation est suivie de la lettre C.

Pour toute autre opération effectuée postérieurement sur le produit en vue de la vente au détail à l'état congelé, la lettre C est remplacée par la lettre T.

L'apposition de ces lettres n'est pas obligatoire pour les denrées surgelées (Arr. 26 juin 1974, art 13).

Toute détention à quelque stade de commercialisation que ce soit de denrées animales ou d'origine animale congelées sur lesquelles ne seraient pas apposées les marques prévues, est interdite. Des dérogations pourront être accordées (Arr. 26 juin 1974, art. 21).

302-191 Suppression de la date de congélation lors de la découpe ou de la transformation ou lors de la décongélation

Avant l'utilisation pour le découpage ou la transformation et lors de la décongélation des denrées congelées, ces marques doivent être enlevées (Arr. 26 juin 1974, an. 16 et 19).

302-192 Report de la date de congélation initiale sur les denrées transformées

Si le produit découpé ou transformé en vue de la vente au détail est lui-même soumis à congélation, celle-ci est attestée par l'apposition sur les denrées elles-mêmes ou sur leurs emballages des marques prévues (voir 302-190) pour les denrées préparées en vue de la vente au consommateur.

La date reportée est celle de la congélation initiale de la denrée et, au cas où plusieurs denrées animales ou d'origine animale congelées sont utilisées, celle de la plus ancienne (Arr. 26 juin 1974, art. 18).

302-195 Application jurisprudentielle

La détention en vue de la vente de 64 caisses de viandes sur lesquelles avait été apposée une fausse date de congélation a été sanctionnée par 64 amendes de 150 F chacune pour contravention à la législation sur la détention en vue de la vente de produits altérables (Cass. crim., 11 déc. 1985, n° 84 94.977).

L'étiquetage de 36 caisses de viandes ne résulte pas d'une action coupable unique mais d'une intervention personnelle ayant consisté pour chaque caisse à enlever le conditionnement sous-vide pour réemballer la viande et la conditionner pour être ensuite étiquetée en vue d'une mise en congélation. Les manipulations effectuées sur chaque caisse ont constitué autant de fautes distinctes punissables séparément. Le prévenu a été condamné à 36 amendes de 500 F chacune pour infraction à la législation sur la congélation des denrées animales (Cass. crim., 3 sept. 19x6, n° 85-93.224).

Mise à jour : mars 1998

SECTION I

Importation -

323-80 Champ d'application

Du fait de la modification de la décision CE n° 94/984 du 20 décembre 1994 et de la publication de la décision CE n° 96/712 du 28 novembre 1996, la remarque est remplacée comme suit :

Remarques :

La décision CE n° 94/984) du 20 décembre 1994 établit les conditions de police sanitaire et la certification vétérinaire requises à l'importation de viandes fraîches de volailles en provenance de certains pays tiers.

Elle a été modifiée par la décision CE n° 95/302 du 13 juillet 1995, la décision CE n° 96/298 du 23 février 1996, JOCE 8 mai 1996 n° L 114. p 33-34 et la décision CE n° 96/456 du 22 juillet 1996 JOCE 27 juillet 1.996 n° L 188 p 52-53.

La décision CE n°96/712 du 28 novembre 1996, JOCE 17 décembre 1996, n° L 326, p.67-69, établit les modèles concernant l'attestation de salubrité et la marque de salubrité pour l'importation des viandes fraîches de volaille en provenance des pays tiers.

Du fait de ces dispositions communautaires, les dispositions de l'arrêté du 20 mars 1979 sont conservées dans l'ouvrage à titre transitoire dans l'attente d'une abrogation formelle.

302-86 Marquage de salubrité

Du fait de la publication de la décision CE n° 96/712 du 28 novembre 1996, le numéro est complété comme suit.

Les viandes fraîches de volaille destinées à être expédiées vers la Communauté et remplissant les exigences des présentes dispositions et celles prévues par les décisions communautaires (voir 323-80) doivent être marquées à

l'aide d'une marque de salubrité répondant aux critères énoncés à l'annexe II (Déc. CE n° 96/712, 28 nov. 1996, art.2).

Remarques : L'annexe II de la décision CE n° 96/712 précitée a été publiée au JOCE du 17 décembre 1996, n° L 326 p. 67-69..

323-95 Certificat de salubrité obligatoire

Du fait de la publication de la décision CE n° 96/712 du 28 novembre 1996, le numéro est complété comme suit .

Les États membres veillent à ce que le certificat de police sanitaire d'accompagnement prévu par la décision communautaire (voir 323-80) soit complété par une attestation de salubrité dûment remplie et signée, conformément au modèle de l'annexe I.

L'attestation susmentionnée est établie dans au moins une des langues officielles des États membres d'introduction dans la Communauté (Déc. CE n° 96/712, 28 nov. 1996, art. 1^{er}).

Remarques : L'annexe I de la décision CE n° 96/712 précitée a été publiée au JOCE du 17 décembre 1996, n° L 326 p. 67-69..

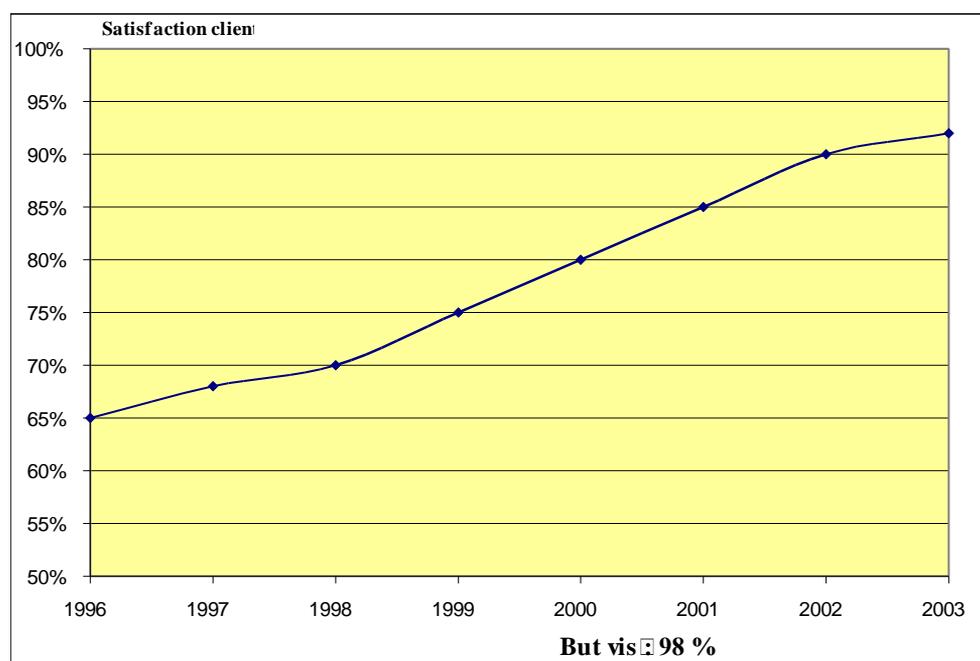
323-97 Conditions d'importation - Certificat de salubrité - Attestation sanitaire complémentaire

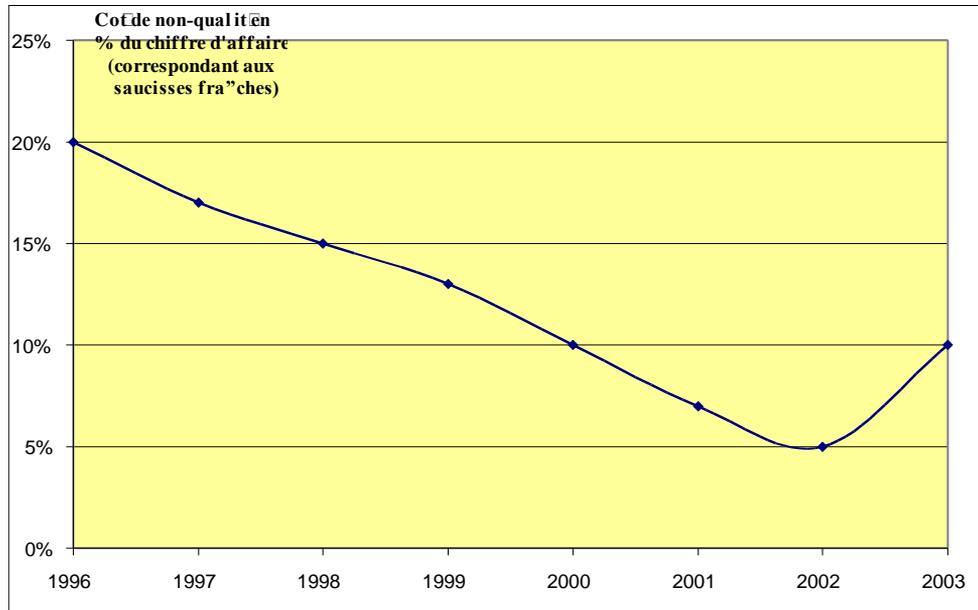
L'introduction en France de volailles vivantes et de produits avicoles destinés à l'alimentation humaine, originaires ou en provenance de pays tiers, et mis en libre pratique dans un autre État membre, est autorisée sous respect des conditions suivantes:

Les volailles vivantes et les produits avicoles devront être accompagnés jusqu'au premier lieu de destination en France d'une copie du certificat sanitaire prévu (voir 305-111) et d'une attestation sanitaire complémentaire délivrée par les autorités compétentes du pays d'origine ou de provenance , authentifiée par le vétérinaire officiel du poste d'inspection frontalier ayant effectué les contrôles à l'importation (Arr. 1^{er} déc. 1997, art. 2).

Remarques : Le modèle de l'attestation sanitaire complémentaire a été publié au Journal officiel du 5 décembre 1997.

ANNEXE 2





ANNEXE 3 : Bilan des coûts de la non qualité en 2003

	Dépenses (€)
Retard de production (livraison non conforme de boyaux)	200
Retard de livraison	200
Réétiquetage avant expédition	500
Destruction de saucisses non conformes	4000
Destruction de matières premières carnées	500
Retours clients (produits non conformes)	400
Dédommagement de clients non satisfaits	200
Reprise d'opérations de fabrication après erreurs d'embossage	8000
Reprise de fabrication après erreurs de pesée	5000
Facturation due à l'enlèvement supplémentaire de déchets	1000

Sujets 2005

E1- ANGLAIS 2005

Durée : 2 heures Coefficient: 2

L'usage de la calculatrice est interdit. L'usage d'un dictionnaire bilingue est autorisé

Spy in the bin may lead war on household waste

Householders could have their rubbish weighed or measured and be charged on how much they produce, under plans by the Environment Agency.

The government body wants to encourage more recycling - and penalise those who fail to do so.

- 5 The move follows European legislation that demands Britain cut the huge volumes of waste it produces and reuse more rather than bury it in landfill.

Under one idea, household dustbins would be fitted with electronic tags that could be read by a machine attached to a dustcart¹. The machine would identify the bin, weigh it and add a charge to the owner's bill.

- 10 The idea is one of several being examined by advisers in Tony Blair's strategy unit who are to publish a research paper warning that Britain - which has one of the worst recycling records in Europe - must revolutionise the way it treats waste.

At the heart of the proposals is the notion that householders are paying far too little for disposal and that if people are made to pay more then they will consider recycling instead.

- 15 Current charges average less than £1 a week per household.

This week Sir John Harman, chairman of the Environment Agency, will tell its annual conference that Britain should adopt a target of "zero waste production". This would mean recycling all waste, either as raw materials or to be burnt for energy.

- 20 Critics say such a target is over-optimistic for a country that produces 29m tons of household waste, 78m tons of commercial waste and 293m tons of construction waste annually. Most of this goes to landfill, with volumes doubling every twenty years.

But Steve Lee, the agency's head of waste policy, said the UK had enjoyed "bargain basement" waste management prices. "We have got to get used to paying the proper cost. That will focus attention and lead to environmentally friendly consumerism," he said.

- 25 Michael Meacher, the environment minister, is pressing for the return of a deposit system on bottles. A similar system could also be applied to metal cans; Britain uses 5 billion aluminium and 13 billion steel cans each year.

- 30 Plastic supermarket bags are also a major target. They face a charge to encourage consumers to shop using their own. The bags take hundreds of years to decay - but Britain uses 500m a week.

Adapted from Jonathan Leake, The Sunday Times October 20, 2002

Dustcart¹ : camion des éboueurs

QUESTIONS

PREMIÈRE PARTIE : compréhension (10 points)

- 1) Vous ferez un compte rendu du texte en langue française en faisant ressortir les idées principales. (160 mots \pm 10%)
- 2) Vous traduirez en français les trois premiers paragraphes, de « Householders could have their rubbish weighed » (ligne 1) jusqu'à « rather than bury it in landfill. » (ligne 6)

DEUXIÈME PARTIE : Expression en langue anglaise (10 points)

Answer the following questions in English.

- 1) Do you agree with the idea that the more waste householders produce the more they should pay? (70 words \pm 10%)
- 2) Do you consider yourself to be an « environment friendly » citizen? (130 words \pm 10%)

E2-U21 MATHÉMATIQUES 2005

Durée: 2 heures

Coefficient: 2

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. Le formulaire de mathématiques est joint au sujet.

Deux feuilles de papier millimétré par candidat.

Exercice 1 (12 points)

Les trois parties de cet exercice sont indépendantes.

Un laboratoire pharmaceutique fabrique, en très grande quantité, un certain type de comprimés dont la masse est exprimée en milligrammes.

Dans cet exercice, les résultats approchés sont à arrondir à 10^{-2}

A. Loi normale

Un comprimé de ce type est considéré comme acceptable pour la masse lorsque celle-ci appartient à l'intervalle $[580 ; 620]$.

On note X la variable aléatoire qui, à chaque comprimé prélevé au hasard dans la production, associe sa masse.

On suppose que X suit la loi normale de moyenne 600 et d'écart type 9.

- 1° Calculer la probabilité qu'un comprimé prélevé au hasard dans la production soit acceptable pour la masse.
- 2° Déterminer le nombre réel positif a tel que : $P(600-a \leq X \leq 600+a) = 0,90$.

B. Loi binomiale et approximation d'une loi binomiale

On admet que 3 % des comprimés d'un lot important ne sont pas acceptables pour la masse. On prélève au hasard N comprimés de ce lot pour vérification de la masse. Le lot est suffisamment important pour que l'on puisse assimiler ce prélèvement à un tirage avec remise de N comprimés. On considère la variable aléatoire Y qui, à tout prélèvement de N comprimés, associe le nombre de comprimés non acceptables pour la masse.

- 1° Justifier que la variable aléatoire Y suit une loi binomiale dont on déterminera les paramètres.
- 2° Dans cette question, on prend $N = 10$.
 - a) Calculer la probabilité que, dans un tel prélèvement de 10 comprimés, un comprimé exactement, ne soit pas acceptable pour la masse.
 - b) Calculer la probabilité que, dans un tel prélèvement de 10 comprimés, un comprimé au moins, ne soit pas acceptable pour la masse.
- 3° Dans cette question, on prend $N = 50$.

- a) On considère que la loi suivie par Y peut être approchée par une loi de Poisson. Déterminer le paramètre λ de cette loi de Poisson.
- b) On désigne par Z_1 une variable aléatoire suivant la loi de Poisson de paramètre λ , où λ a la valeur obtenue au a). En utilisant cette loi de Poisson, calculer la probabilité que, dans un tel prélèvement de 50 comprimés, au plus 2 comprimés ne soient pas acceptables pour la masse.

4° Dans cette question, on prend $N = 1000$.

On décide d'approcher la loi de la variable aléatoire Y par la loi normale de moyenne 30 et d'écart type 5,39. On note Z_2 une variable aléatoire suivant la loi normale de moyenne 30 et d'écart type 5,39.

- a) Justifier les paramètres de cette loi normale.
- b) Calculer la probabilité que, dans un tel prélèvement de 1000 comprimés, au plus 25 comprimés ne soient pas acceptables pour la masse, c'est à dire calculer $P(Z_2 \leq 25,5)$.

C. Intervalle de confiance

Dans cette partie, on s'intéresse à la masse d'un stock important de comprimés.

On prélève au hasard et avec remise un échantillon de 100 comprimés dans le stock.

Soit \bar{M} la variable aléatoire qui, à tout échantillon de 100 comprimés prélevés au hasard et avec remise dans le stock, associe la moyenne des masses des comprimés de cet échantillon.

On suppose que \bar{M} suit la loi normale de moyenne inconnue μ et d'écart type $\frac{\sigma}{\sqrt{100}}$ avec $\sigma = 9$.

Pour l'échantillon prélevé, la moyenne obtenue est $\bar{x} = 602$.

Déterminer un intervalle de confiance centré sur \bar{x} de la moyenne inconnue μ des masses des comprimés du stock considéré, avec le coefficient de confiance 95 %.

EXERCICE 2 (8 points)

On décide de mesurer en fonction du temps la quantité de principe actif d'un médicament présent dans le sang d'un groupe de patients en traitement dans un hôpital.

À l'instant t, exprimé en minutes, on note q(t) la quantité exprimée en milligrammes de ce principe actif; contenue dans le sang d'un patient.

Les deux parties de cet exercice peuvent être traitées de façon indépendante.

A. Résolution d'une équation différentielle

On admet que la fonction q est solution de l'équation différentielle (E):

$$4y' + y = -0,002t + 2,992$$

où y est une fonction de la variable réelle t définie et dérivable sur $[0; 1440]$ et y' sa fonction dérivée.

- 1° Déterminer les solutions de l'équation différentielle (E₀) : $4y' + y = 0$.
- 2° Déterminer deux nombres réels a et b tels que la fonction g définie sur $[0; 1440]$ par $g(t) = at + b$ soit une solution particulière de l'équation différentielle (E).
- 3° En déduire l'ensemble des solutions de l'équation différentielle (E).
- 4° Déterminer la solution q de l'équation différentielle (E) qui vérifie la condition initiale $q(0) = 0$.

B. Étude d'une fonction et calcul intégral

On admet dans cette partie que, pour tout t de $[0; 1440]$, $q(t) = 3 - 0,002 t - 3 e^{-\frac{t}{4}}$.
On rappelle que le temps t est exprimé en minutes.

- 1°
 - a) Calculer q'(t) pour tout t de $[0; 1440]$.
 - b) Résoudre dans $[0; 1440]$ l'inéquation $q'(t) \geq 0$.
 - c) En déduire le sens de variation de q sur $[0; 1440]$.

La fonction q admet un maximum pour $t = t_0$. Donner la valeur approchée arrondie à 10^{-2} de t_0 et $q(t_0)$.

2° Calculer la quantité de principe actif restant dans le sang d'un patient 24 heures après l'injection du médicament. On arrondira le résultat à 10^{-2} près.

3° Démontrer que la valeur moyenne V_m de la fonction q sur $[0; 1440]$ est :

$$V_m = \frac{1}{1440} (2234,4 + 12 e^{-360})$$

E2-U22 SCIENCES PHYSIQUES 2005

Durée: 2 heures

Coefficient: 3

Les calculatrices de poche sont autorisées conformément à la circulaire n° 99-186 du 16 novembre 1999. La clarté du raisonnement et la qualité de la rédaction interviennent pour une part importante dans l'appréciation des copies.

Dans une sucrerie.

I. Production de la chaux (7 points)

Industriellement, on obtient l'oxyde de calcium (la chaux vive) par calcination du calcaire, dans des fours verticaux (jusqu'à 30 m de haut, 7 m de diamètre), entre 900 et 1250 C, ou des fours rotatifs, vers 1100 à 1300°C. Les fours sont toujours situés près des carrières d'extraction du calcaire. Une partie importante de la production est effectuée directement par les industries utilisatrices telles que les sucreries les papeteries, quelques usines sidérurgiques.

L'équation correspondant à cette transformation chimique est la suivante:



1. Calculer la variation d'enthalpie standard molaire ($\Delta_R H^\circ_{298}$) accompagnant cette réaction à 298 K. La réaction est-elle exothermique ou endothermique?
2. Calculer la variation d'entropie standard molaire ($\Delta_R S^\circ_{298}$) accompagnant cette réaction à 298 K. Cette valeur est supérieure à zéro, était-ce prévisible? Expliquer.
3. Calculer la variation d'enthalpie libre standard molaire ($\Delta_R G^\circ_{298}$) accompagnant cette réaction à 298 K. La réaction est-elle spontanée à 298 K?
4. À l'aide de la courbe fournie en annexe et qui se rapporte à la réaction étudiée, déterminer la température à partir de laquelle cette réaction devient spontanée. Est-ce compatible avec les informations données en introduction ?
5. À 1400 K, la constante d'équilibre de cette réaction vaut: $K = 44,3$.

En déduire la valeur de la variation d'enthalpie libre standard molaire G°_{1400} accompagnant cette réaction à 1400 K.

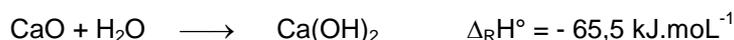
Données :

- Tableau de valeurs numériques

En $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$	$\Delta_R H^\circ_{298}$ en $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$	S°_{298} en $\text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$
CaO (s)	-635,1	39,7
CO ₂ (g)	- 393,5	213,6
CaCO ₃ (s)	- 1206,9	92,9

- Constante des gaz parfaits: $R = 8,314 \text{ En } \text{J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$

6. « L'hydroxyde de calcium (chaux éteinte) est obtenu par addition d'eau à la chaux vive dans des hydrateurs au rythme de 8 à 20 t/h. La quantité d'eau ajoutée est ajustée de façon à obtenir la chaux éteinte sous forme d'une poudre sèche. Il faut 0,3 m³ d'eau par tonne de CaO pour l'hydratation ; un volume de 0,3 à 0,4 m³ est évacué en vapeur. La température atteinte est de 110°C. »



- 6.1 Calculer la quantité de chaleur Q dégagée par cette réaction, lorsqu'une tonne de chaux vive est consommée.
- 6.2 Exprimer la masse d'eau vaporisable, m_{eau} en fonction de Q et de la chaleur latente de vaporisation de l'eau L_v .
On néglige la quantité de chaleur nécessaire à l'élévation de température de l'eau.
- 6.3 En utilisant la définition de la masse volumique, en déduire le volume d'eau vaporisable noté V. Le résultat est-il compatible avec le texte précédent?

Données :

Masses molaires: $M_{\text{Ca}} = 40,1 \text{ g.mol}^{-1}$ $M_{\text{H}} = 1,0 \text{ g.mol}^{-1}$ $M_{\text{O}} = 16,0 \text{ g.mol}^{-1}$

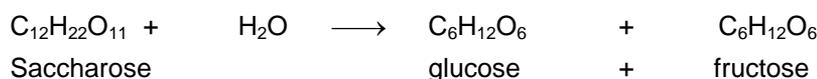
Chaleur latente de vaporisation de l'eau : $L_v = 44 \text{ kJ.mol}^{-1}$

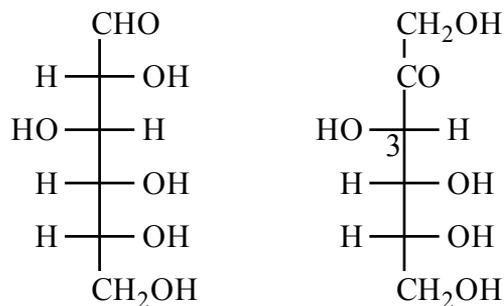
Masse volumique de l'eau : $\rho = 1 \text{ kg.L}^{-1}$

II. Inversion du saccharose (13 points)

C'est l'épuration calco-carbonique dite de «double carbonatation» qui permet d'éliminer le maximum d'impuretés présentes, avec le sucre, dans le jus de betterave et d'obtenir un sucre de qualité avec (e meilleur rendement d'extraction possible. Sans cette épuration on ne peut obtenir de cristaux dont (a solution dans l'eau soit incolore et limpide. De plus (e jus de betterave obtenu est acide et risque d'inversion du saccharose.

On souhaite étudier la cinétique de L'inversion du saccharose, c'est-à-dire son hydrolyse en D-glucose et D-fructose:





A. Glucose, fructose et chiralité (5 points)

Le saccharose est dextrogyre, le glucose et le fructose sont lévogyres.

1. Donner la signification des termes dextrogyre et lévogyre.
2. Recopier (es représentations de Fischer du glucose et du fructose ci-dessus en entourant les fonctions présentes et en les nommant.
3. Repérer sur ces mêmes représentations les carbones asymétriques par un astérisque.
4. Donner la configuration absolue (R ou S) du carbone 3 du fructose en la justifiant et en énonçant les règles utilisées.

B. Monochromateur (3 points)

On décide d'étudier l'évolution de la réaction d'inversion par polarimétrie et le polarimètre dont on dispose est muni d'une source de lumière blanche à laquelle est, par conséquent, associé un monochromateur. La pièce maîtresse de ce monochromateur est un réseau par transmission ayant $n = 500$ traits/mm. Afin d'avoir un faisceau de rayons parallèles arrivant sur le réseau, le monochromateur est également muni d'une lentille mince.

Comment cette lentille doit-elle être placée par rapport à la source lumineuse pour obtenir ce faisceau de rayons parallèles?

Ces rayons incidents font un angle i avec la normale au réseau, et l'on souhaite que les radiations de longueur d'onde $\lambda_D = 589$ nm correspondant à l'ordre 1 celles-là même que l'on souhaite utiliser pour la polarimétrie, sortent normalement au réseau ($i' = 0$).

Faire un schéma mettant en évidence le cheminement de la lumière de la source jusqu'à la sortie du réseau.

3. Calculer l'angle d'incidence i .

Donnée

on rappelle la formule $a(\sin i' - \sin i) = k\lambda$ (a étant le pas du réseau et k un entier relatif)

C. Justification du terme « inversion. » (5 points)

La réaction d'inversion du saccharose est lente et catalysée par les ions hydrogène (H^+).

Masses molaires des sucres mis en jeu : $M_{\text{saccharose}} = 342 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ $M_{\text{glucose}} = M_{\text{fructose}} = 180 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

$[\alpha]_{20}$	$[\alpha]_{20}(\text{saccharose}) = [\alpha]_S$	$[\alpha]_{20}(\text{glucose}) = [\alpha]_G$	$[\alpha]_{20}(\text{fructose}) [\alpha]_F$
En $^\circ\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{m}^2$	+0,227	+0,180	- 0,315

On rappelle que la loi de Biot est additive et qu'elle s'écrit: $\alpha = [\alpha]_{20}\cdot C\cdot l$

1. Donner la signification de chacun des termes de cette relation et préciser leur unité.

D'une part, on prépare une solution S1 en dissolvant 20 g de saccharose dans 100 mL d'eau distillée et d'autre part, on dispose d'une solution S2 d'acide chlorhydrique à 3 mol.L⁻¹. À l'instant $t = 0$, on mélange 25 mL de S1 et 25 mL de S2, puis on remplit rapidement le tube du polarimètre, de longueur 20 cm avec cette nouvelle solution S. Enfin on relèvera régulièrement les valeurs prises par α au cours du temps.

2. En supposant qu'à l'instant initial $t = 0$ aucune molécule de saccharose ne s'est encore hydrolysée,

2.1 Calculer la concentration C_0 de S en saccharose à l'instant $t = 0$ en mol.m⁻³.

2.2 Calculer l'angle $\alpha_0 = \alpha(t = 0)$.

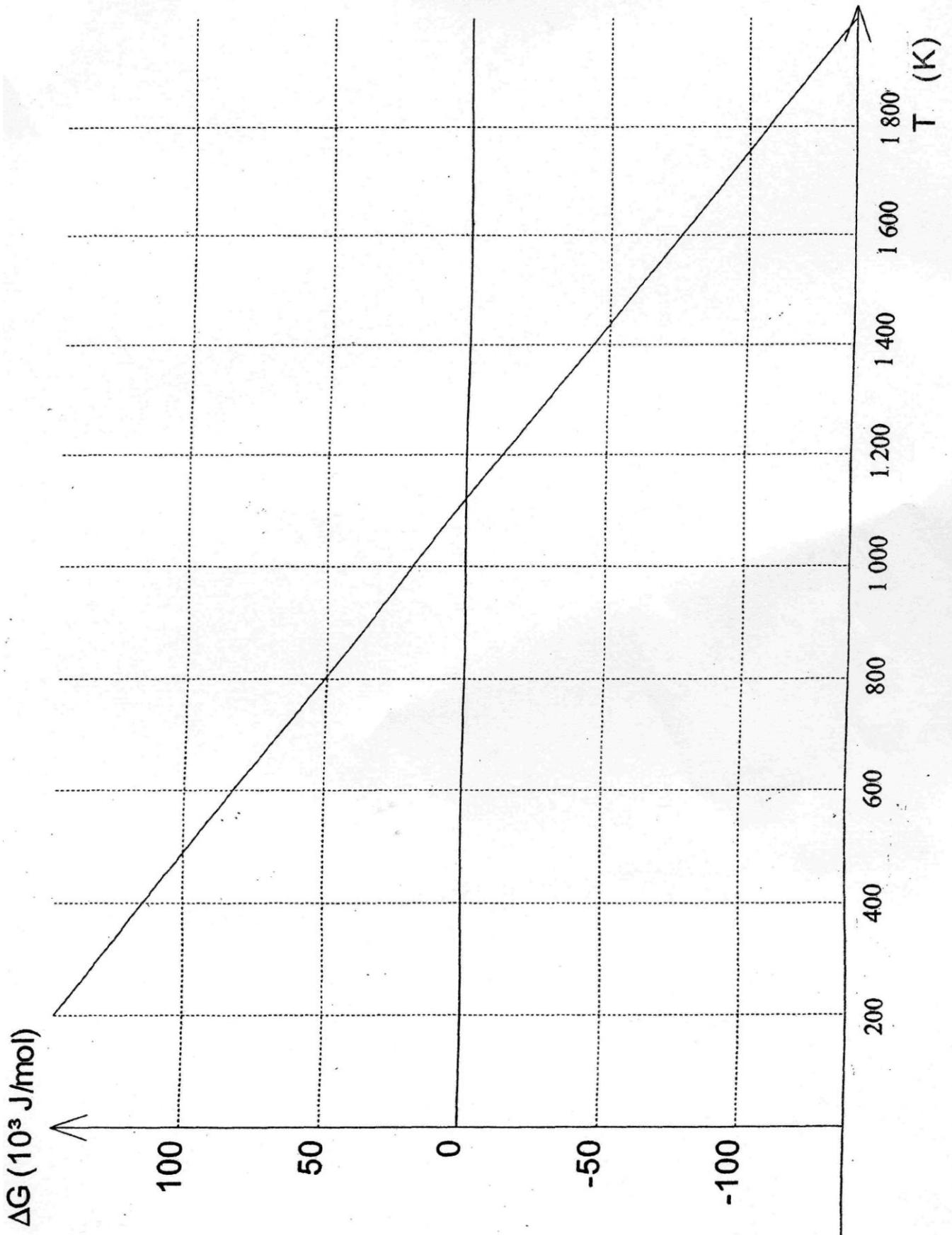
C'est parce que l'angle α , d'abord positif, change de signe au cours de la réaction que l'on parle d'inversion.

3. Calcul des concentrations en glucose C_g , fructose C_f et saccharose C_s du mélange réactionnel lorsque $\alpha = 0$.
- 3.1 Sachant que la grandeur α est additive, exprimer α de la solution S en fonction des concentrations, des $[\alpha]$ des espèces présentes et de 1.
- 3.2 À partir de l'équation-bilan écrire la relation entre C_f et C_g .
- 3.3 Utiliser l'équation de conservation de la matière ($C_0 = C_g + C_s$) pour montrer la relation :

$$C_f = \frac{[\alpha]_s \cdot C_0}{[\alpha]_s - [\alpha]_f - [\alpha]_g}$$

- 3.4 Calculer C_f .
- 3.5 En déduire la valeur de C_s .
4. Rappeler la définition d'un catalyseur. Quel est le type de catalyse utilisé au cours de cette réaction?
5. Citer deux autres paramètres permettant d'augmenter la vitesse de cette réaction.

ANNEXE



Courbe représentative de l'évolution de $\Delta_R G^0$ en fonction de la température

Contrôles dans une laiterie

Après avoir procédé à la collecte du lait dans les fermes, les laiteries doivent procéder à un certain nombre de contrôles de qualité avant sa transformation.

1. Biochimie (7,5 points)

Le lait est un milieu particulièrement propice à la prolifération microbienne et il est le plus souvent utilisé sous forme pasteurisée. Le contrôle de pasteurisation passe par l'étude de l'inactivation d'une enzyme ubiquitaire, la phosphatase alcaline ou PAL (EC 3.1.3.1).

1.1. Détermination de la masse molaire de la phosphatase alcaline

Pour déterminer la masse molaire de la phosphatase alcaline, une électrophorèse sur gel de polyacrylamide en présence de sodium dodécylsulfate (SDS) est réalisée. Le SDS est un agent dénaturant des protéines capable de les charger négativement de manière équivalente. Le gel de polyacrylamide permet une séparation selon la masse.

Dans ce type d'électrophorèse, la distance de migration (d) d'une protéine dépend uniquement de sa taille et donc de sa masse molaire (M), la relation est de type $y = ax + b$ avec $y = \ln M$ et $x = d$.

Un mélange de protéines de masse molaire connue est déposé sur le gel en même temps que les fractions d'élutions contenant la phosphatase alcaline. Les données et les résultats obtenus sont consignés en annexe 1.

- 1.1.1. Rappeler la définition d'un agent dénaturant, son effet sur une protéine possédant une structure quaternaire.
- 1.1.2. En utilisant la droite de régression donnée en annexe 1, calculer la masse molaire obtenue.
La détermination de la masse molaire par chromatographie a donné une valeur de 78,8 kg/mol.
- 1.1.3. Expliquer ce que l'on peut en déduire pour la structure de la phosphatase alcaline.
- 1.1.4. En admettant que la masse molaire moyenne d'un acide aminé est de 110 g/mol, calculer le nombre d'acides aminés de la protéine.

1.2. Détermination de l'activité de la PAL sur un lait cru

- 1.2.1. Indiquer en la justifiant la classe d'enzymes de la phosphatase alcaline.
Pour déterminer son activité, la méthode de référence utilise le protocole proposé en annexe 2.
- 1.2.2. Écrire l'équation catalysée par la PAL.
- 1.2.3. Justifier l'utilisation d'un tampon à pH 10,6, pour le milieu réactionnel.
- 1.2.4. Justifier la phrase « Incuber exactement 30 minutes à 37°C . »
- 1.2.5. Expliquer pourquoi il faut ensuite porter le milieu à ébullition.
- 1.2.6. Justifier l'addition d'un agent déféquant et la filtration.
- 1.2.7. Utiliser les données proposées en annexe 3 pour déterminer le nombre de μg de phénol dans le tube essai.
En déduire le nombre de μg de phénol libéré par heure et par mL de lait.
- 1.2.8. Sachant que la masse molaire du phénol est de 94,11 g/mol, exprimer le résultat en $\mu\text{mol}\cdot\text{s}^{-1}\cdot\text{L}^{-1}$.

2. Toxicologie (5 points)

Certaines moisissures produisent des substances préjudiciables à la santé humaine, les mycotoxines. L'aflatoxine B1 représente, pour les sociétés occidentales, la plus dangereuse d'entre elles. Elle provient d'*Aspergillus flavus* que l'on peut trouver principalement dans les arachides et les céréales. Les bovins étant nourris à partir de tourteaux de graines oléagineuses et de sous-produits céréaliers, la détection des mycotoxines dans le lait est indispensable.

2.1 .Manifestations de toxicité

L'aflatoxine B1 n'est pas en fait la molécule toxique ; il s'agit plutôt de l'aflatoxine B1 époxyde.

- 2.1.1. Indiquer le nom donné à ce phénomène. Préciser où et comment s'est effectuée cette transformation.
Dans certains pays tropicaux où les arachides sont entreposées à l'extérieur (donc dans une ambiance chaude et humide) avant d'être consommées, on constate une fréquence de cancers du foie beaucoup plus élevée que dans le reste du monde.

- 2.1.2. Définir les processus de mutagenèse et cancérogenèse. Expliquer pourquoi on peut suspecter l'aflatoxine B1 époxyde.
Ces résultats épidémiologiques incitent à réaliser une étude de toxicité chronique.
- 2.1.3. Définir la toxicité chronique et justifier ce choix dans le cas présenté.
L'étude expérimentale a montré un nombre anormalement élevé d'avortements et de malformations congénitales.
- 2.1.4. Donner le nom et la définition du processus ainsi mis en évidence.
Une autre étude réalisée conjointement chez le chimpanzé et le porc vise à déterminer le NOAEL (DSE) chez ces deux espèces. Les études sont poursuivies sur deux années.
- 2.1.5. Définir le NOAEL ou la DSE.
Les résultats obtenus sont proposés dans le tableau proposé en annexe 4.
- 2.1.6. Définir la DJT ou DJA et la calculer à partir des résultats proposés en annexe 4.
Au sein de la Communauté européenne, l'exposition moyenne se situe à 1,6 ng/kg/j.
- 2.1.7. Préciser le risque encouru par
- un enfant de 10 kg.
 - un adulte de 60 kg.

2.2. Étude de la toxicité aiguë

Une étude statistique montre qu'une dose de 7 µg d'aflatoxine B1 par gramme de rat provoque le décès de la moitié des animaux testés.

- 2.2.1. Définir puis indiquer la valeur de la DL 50 chez le rat.
L'évolution de la concentration plasmatique en aflatoxine B1, chez un rat survivant, est présentée en annexe 5.
- 2.2.2. Indiquer les phénomènes physiologiques expliquant cette disparition progressive.
- 2.2.3. En utilisant la droite de régression du graphe de l'annexe 5, déterminer la concentration plasmatique ayant engendré des effets toxiques (en µg/g) et la valeur de la constante d'excrétion K_e .

3. Microbiologie (7,5 points)

En 2004, la plupart des laits destinés à la transformation fromagère avait une charge microbienne inférieure à 10 000 germes totaux par millilitre, principalement des coques et des bacilles Gram + ainsi que des bacilles Gram -.

- 3.1 Donner le principe de la coloration de Gram et expliquer le résultat obtenu pour une bactérie Gram-.
- 3.2 Dans les cas de listériose observés, suite à la consommation de fromages au lait cru, *Listeria monocytogenes* (bacille Gram +) est souvent incriminé.
- 3.2.1. Lors de l'étude de la croissance de cette bactérie à diverses températures, la détermination des temps de génération donne les valeurs suivantes
- 1,5 jour à 4°C,
 - 3 heures à 11°C,
 - 35 minutes à 35°C.
- 3-2-1-1. Définir le terme « temps de génération » et calculer la vitesse de croissance spécifique de cette bactérie à chacune de ces trois températures.
- 3-2-1-2. Analyser les résultats ci-dessus et conclure quant au risque induit posé par la présence de cette bactérie dans les aliments.
- 3-2-2. Le pouvoir pathogène de *Listeria monocytogenes* est dû à sa virulence et à la production de toxines.
Définir le terme toxine et présenter les principales toxines microbiennes impliquées en alimentaire.
- 3-3 Lorsque le lait est utilisé pour fabriquer les fromages à pâte pressée, il faut:
- inactiver les spores de *Clostridium tyrobutyricum*,
 - ne pas inactiver les bactéries lactiques,
 - ne pas inhiber la fermentation propionique.

Pour inhiber la croissance des *Clostridium tyrobutyricum* il est possible d'utiliser un antibiotique : la nisine.

- 3-3-1. Définir le terme « antibiotique ».
- 3-3-2. Pour être actif sur les bactéries, cet antibiotique doit être utilisé à une concentration finale supérieure ou égale à la CMI.
La concentration mère de la solution de nisine utilisée à cet effet peut être dosée par une méthode microbiologique selon la technique décrite ci-dessous.

Un milieu de Mueller Hinton est ensemencé dans la masse avec une souche test. Après solidification, six puits sont creusés dans celle-ci, à l'intérieur desquels on dépose 40 µL de solution étalon ou de solution-mère à doser. Après 30 minutes à température ambiante, les boîtes sont incubées 18 heures à 37°C et le diamètre d'inhibition est mesuré.

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau en annexe 6.

3-3-2-1 Indiquer la caractéristique que doit présenter la souche-test utilisée.

3-3-2-2 Présenter le principe de ce dosage.

3-3-2-3 Tracer la droite d'étalonnage: diamètre d'inhibition en fonction du logarithme décimal de la concentration en nisine.

Prendre comme échelle.

- sur l'axe des abscisses: 1 cm pour 0,1 unité log
- sur l'axe des ordonnées: 1 cm pour 2 mm.

3-3-2-4 En déduire la concentration de la solution mère disponible.

3-3-3- Au cours de la fabrication de ces fromages à pâte pressée les bactéries lactiques : *Lactococcus thermophilus* et *Lactobacillus helveticus* ne doivent pas être inhibées car elles jouent un rôle majeur dans la technologie de ces fromages. Leur multiplication, minime au cours du travail en cuve, est maximale au cours du pressage.

Ont été suivies au cours du passage sous presse du fromage: l'évolution de la température au centre et à la périphérie du fromage, la concentration en *Lactobacillus helveticus* et en *Lactococcus thermophilus* au centre et à la périphérie du fromage.

Les résultats sont représentés en annexe 7 (figures 1 et 2).

3-3.3.1 Commenter l'évolution de la température.

3-3.3.2 Commenter l'évolution de la concentration bactérienne.

3-3.3.3 En déduire l'influence de la température sur les bactéries étudiées. Les qualifier par rapport à ce facteur.

3-3.4 *Lactococcus thermophilus* et *Lactobacillus helveticus* sont des bactéries homolactiques qui fermentent le glucose provenant de l'hydrolyse du lactose du lait.

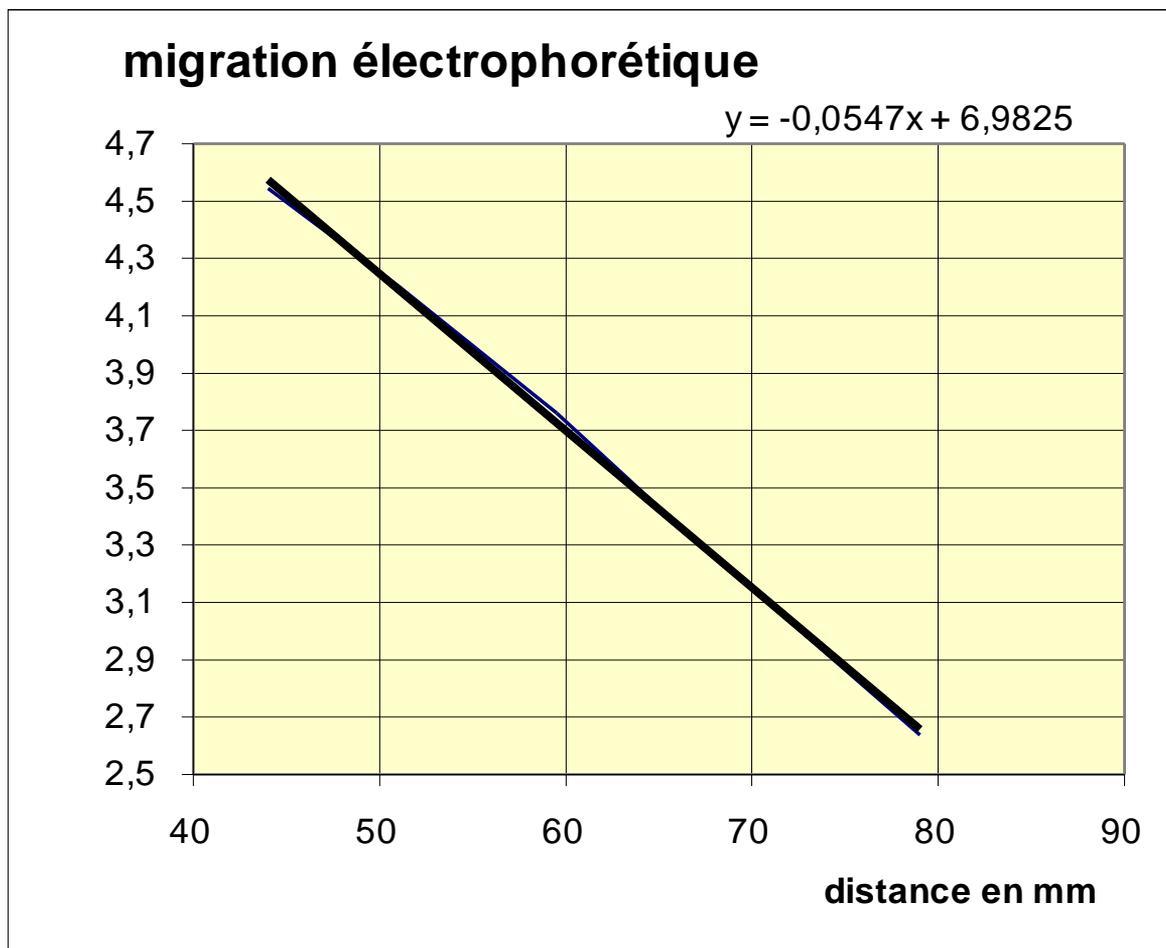
3-3.4.1 L'hydrolyse du lactose implique l'activité d'une enzyme inductible la β-galactosidase.

Définir le terme enzyme inductible et décrire un test réalisé au laboratoire pour mettre en évidence la présence de cette enzyme.

3-3.4.2 Définir le terme fermentation et expliquer l'intérêt de la fermentation lactique pour la bactérie.

Annexe 1

Masse molaire de la protéine en kg/mol	Distance de migration en mm
Phosphorylase B (94 kg/mol)	44
Albumine (67 kg/mol)	51
Ovalbumine (43 kg/mol)	59,5
Anhydrase carbonique (30 kg/mol)	65,5
Lactalbumine (14 kg/mol)	79
Phosphatase alcaline (?)	60,5



Annexe 2

1. Préparation des essais

	Tube essai	Tube témoin
Lai cru en mL	0, 1	0,1
Placer le tube T au bain-marie bouillant pendant 2 minutes. Ajouter :		
Substrat tamponné pH 10,6 en mL	10	10
Incuber exactement 30 minutes à 37°C puis ébouillanter pendant 2 min		
Agent déféquant en mL	1	1
Agiter énergiquement, laisser reposer puis filtrer.		

2. Développement de la coloration

Réaliser directement en cuve pour spectrophotomètre :

	Cuve F ₁	Cuve F ₂	Cuve F _T
filtrat (mL)	1	1	1
solution tampon pH 9,8 (mL)	2	2	2
réactif de Gibbs (μL)	50	50	50

Mélanger puis laisser la coloration se développer 15 minutes à température ambiante.

3. Établissement de la gamme d'étalonnage et lectures

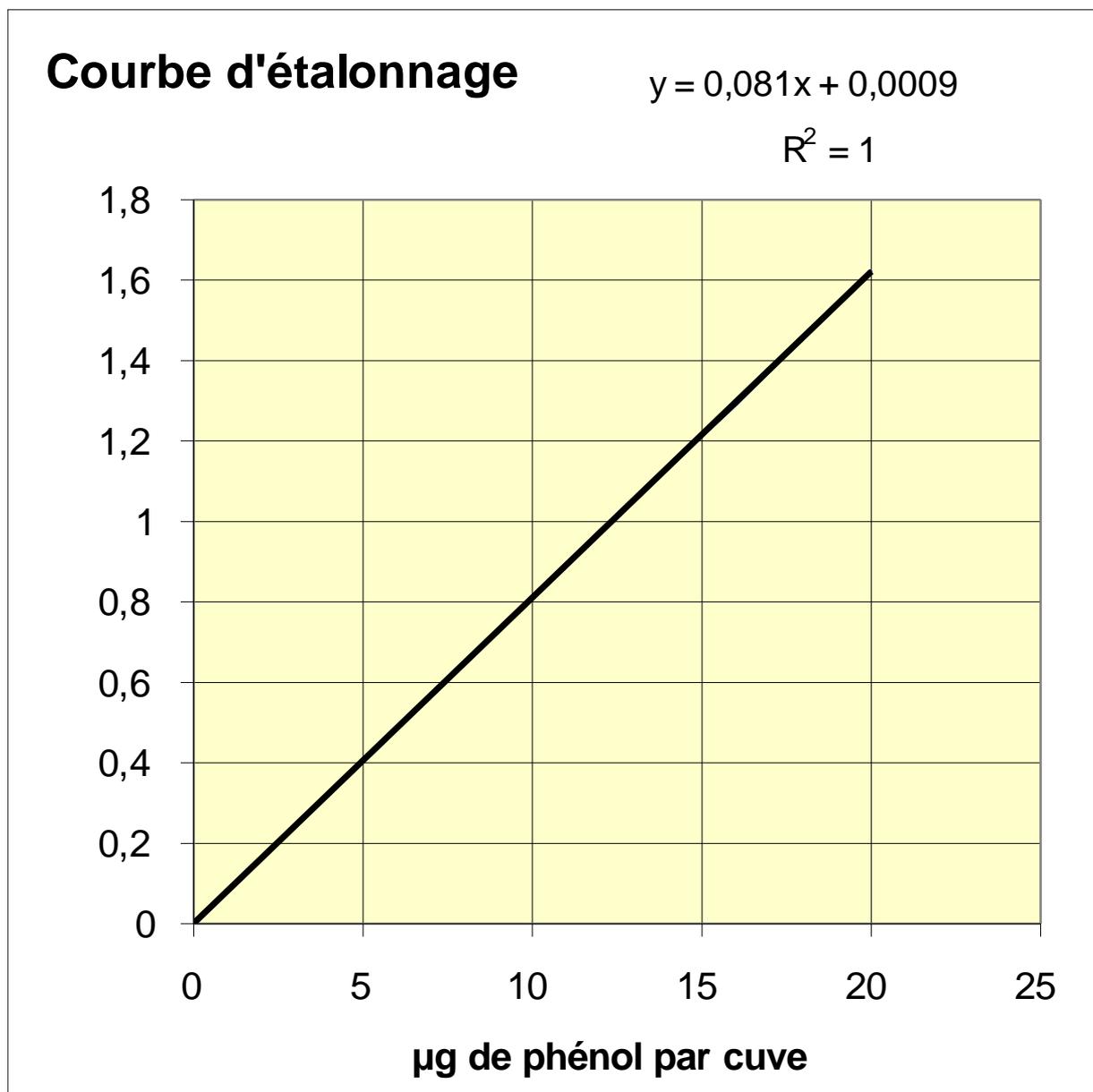
La gamme suivante a été réalisée à partir d'une solution de phénol à 40 mg/L :

cuves	0	1	2	3	4	5
Solution de phénol (μL)	0	100	200	300	400	500
eau distillée q.s.p 500 (μL)	500	400	300	200	100	0
solution de CuSO ₄ (μL)	500	500	500	500	500	500
sol tampon pH 9,8 (mL)	2	2	2	2	2	2
réactif de Gibbs (μL)	50	50	50	50	50	50

Après développement de la coloration, la lecture à 610 nm a donné les résultats suivants :

Cuve n°	0	1	2	3	4	5	Témoin n	Essai
μg de phénol/cuve	0	4	8	12	16	20		?
A ₆₁₀	0	0,327	0,648	0,977	1,291	1,625	0,026	0,751

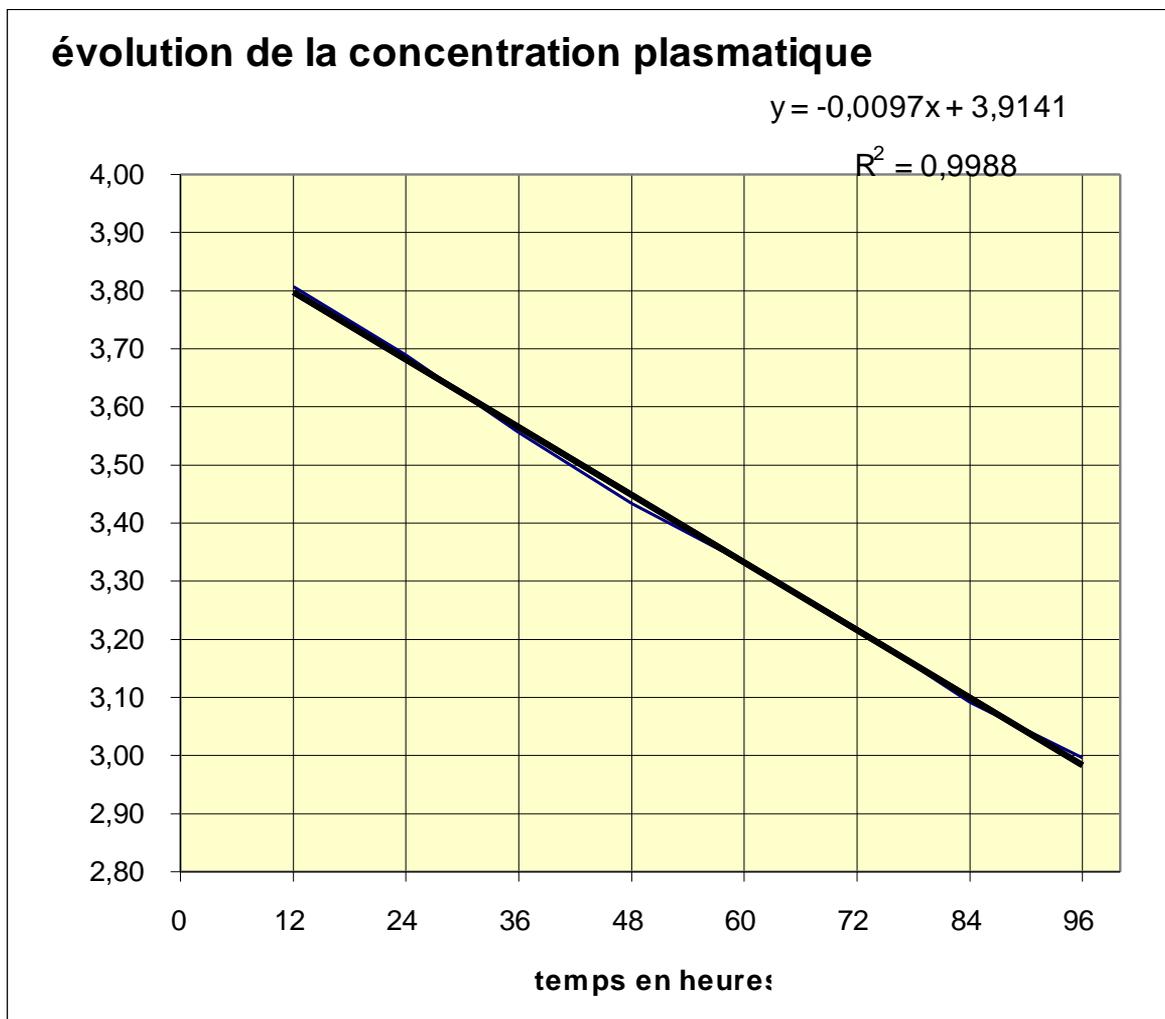
Annexe 3



Annexe 4

Doses administrées	Hépatomes chez le chimpanzé	Hépatomes chez le porc
15 ng/kg/j	0,00 %	0,00 %
30 ng/kg/j	0,01 %	0,00 %
45 ng/kg/j	0,04 %	0,02 %
100 ng/kg/j	0,7 %	0,1 %
150 ng/kg/j	3 %	2,0 %
250 ng/kg/j	10 %	10,0 %

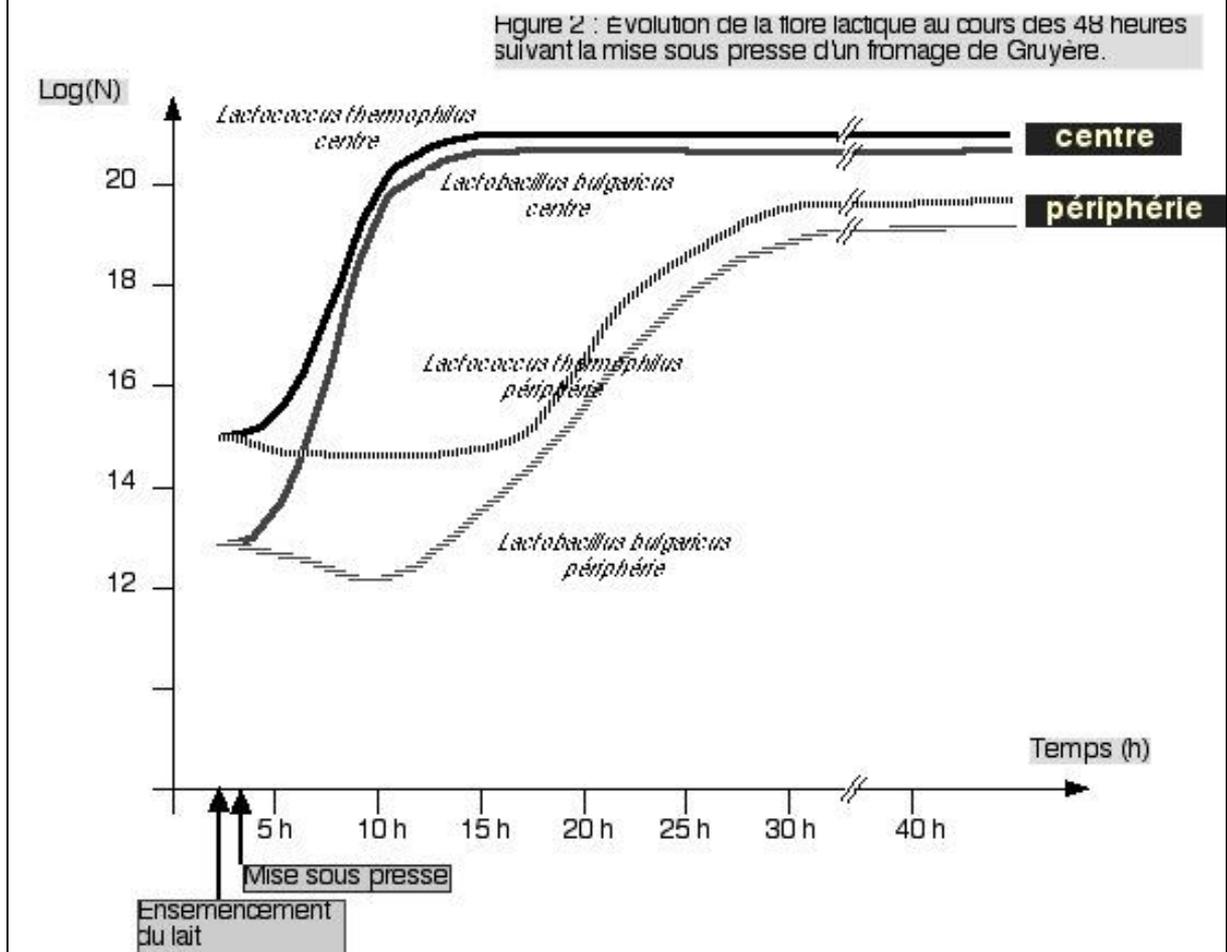
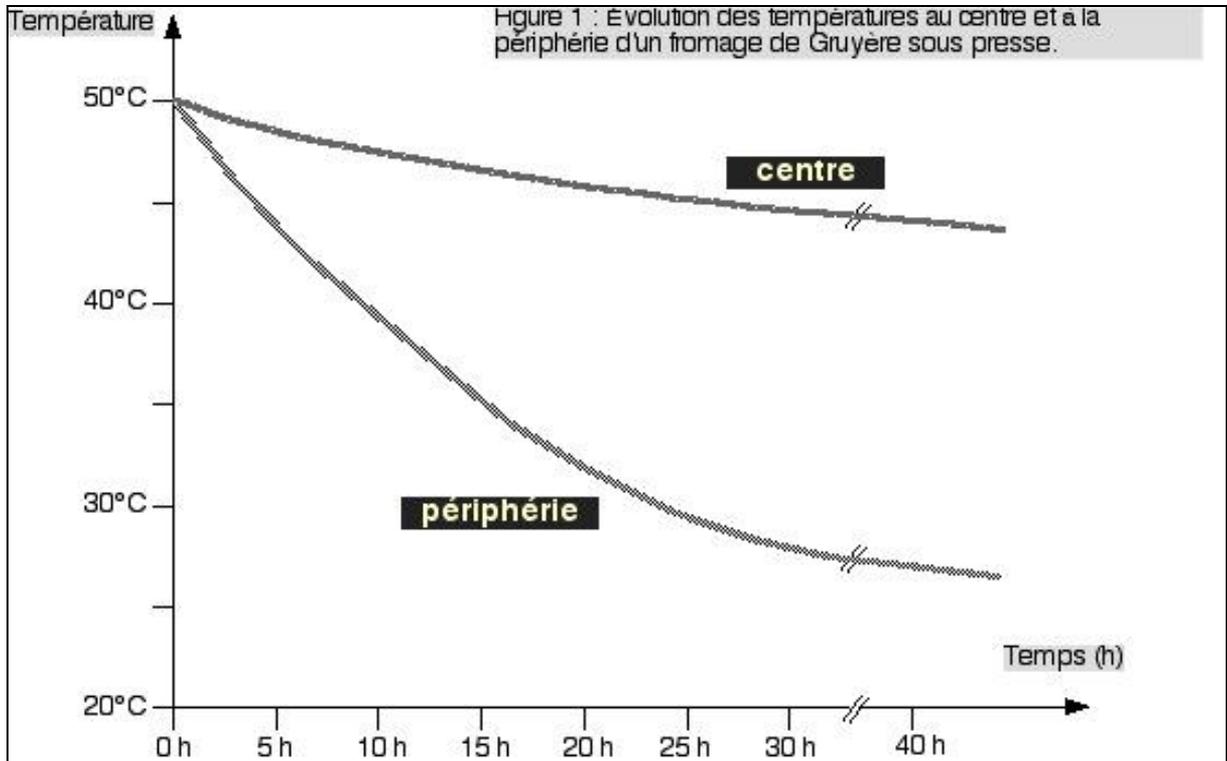
Annexe 5



Annexe 6 : résultat du dosage microbiologique de la nisine

Solution introduite	Solution étalon 1	Solution étalon 2	Solution étalon 3	Solution étalon 4	Solution à doser diluée au 1/1000 Essai 1	Solution à doser diluée au 1/1000 Essai 2
Concentration $\mu\text{g/mL}$	10	50	100	125	?	?
Diamètre d'inhibition (mm)	5	19	25	27	13	13,2

Annexe 7



« SNACKING »

Le « snacking » désigne généralement tout produit qui ne nécessite pas de consommation à table. Le marché du sandwich ne s'est jamais porté aussi bien ces dernières années: 930 millions de sandwiches consommés par an en France en 2002, 1,1 milliards en 2003.

Si la traditionnelle baguette représente 70 % des volumes, notamment dans le secteur artisanal, 74 % des sandwiches industriels sont fabriqués avec du pain de mie, lequel commence à offrir de nouvelles saveurs (aux herbes, aux flocons d'avoine...).

Côté garniture, le jambon reste le favori des Français. Les professionnels s'intéressent néanmoins au blanc de dinde, au saumon, au thon et à des garnitures mixtes ou exotiques. Les recettes ont tendance à s'affiner et se font de plus en plus gourmandes. La mayonnaise tend à diminuer voire à disparaître.

Le café termine souvent ce «repas ».

Ce sujet propose l'étude

- de la fabrication de la baguette
- d'un jambon;
- d'un café.

PREMIÈRE PARTIE: SCIENCES DES ALIMENTS (50 POINTS)

1. Étude de la baguette (16 points)

1.1. Matières premières

1.1.1. Donner le nom des principales protéines de la farine. Indiquer leurs rôles technologiques respectifs dans la pâte boulangère.

1.1.2. Pour améliorer la qualité du pain, les farines sont souvent complémentées. Les mono et diglycérides ainsi que les α -amylases fongiques sont introduits comme ingrédients technologiques. Justifier leur emploi. Discuter le classement éventuel de ces deux ingrédients dans les additifs.

1.2. Fabrication

1.2.1. L'annexe 1 donne un diagramme simplifié de la panification. Justifier l'(es) intérêt(s) de chacune des opérations encadrées.

1.2.2. Au cours de la cuisson, le boulanger envoie un «coup de buée ». Préciser l'utilité de ce geste.

1.3. Rassisement du pain

Expliquer, à l'aide éventuellement d'un schéma, les modifications physicochimiques à l'origine du rassisement.

2. Étude du jambon (19 points)

2.1. Abattage de l'animal (porc)

2.1.1. La viande est particulièrement sensible aux conditions d'abattage de l'animal. Après la mort de l'animal, la rigor mortis ou rigidité cadavérique s'installe. Donner chronologiquement les différents événements de cette installation en montrant les modifications du tissu musculaire.

2.1.2. La réglementation impose une réfrigération rapide des carcasses de porc. Justifier la réglementation. Envisager une conséquence négative de ce type de traitement.

2.2 Fabrication du jambon

L'annexe 2 présente la fabrication du jambon.

2.2.1. Le jambon est un produit de charcuterie classé dans la catégorie «produits à intégrité anatomique ». Donner un exemple de produit charcutier à hachage grossier et un exemple de pâte fine.

2.2.2. Le sel employé traditionnellement dans la préparation du jambon est un mélange de chlorure de sodium et de nitrate de potassium (Salpêtre). Expliquer le rôle de chacun de ces constituants. Montrer les avantages et inconvénients du remplacement du salpêtre par le sel nitré.

2.2.3. À partir de l'annexe 2, préciser la (les) étape(s) assurant la cohésion du jambon cuit. Justifier la réponse.

2.2.4. Les jambons artisanaux peuvent poser un problème sanitaire majeur. Expliquer.

2.2.5. Le jambon est souvent conditionné en sacs plastiques « sous vide ». Justifier ce choix.

3 Fabrication du café (15 points)

L'annexe 3 présente un diagramme simplifié du traitement du café

3.1. Fruit du caféier

Indiquer son nom. Schématiser sa structure.

3.2. Différents types de café

3.2.1. Nommer les deux grands types de grains de café.

3.2.2. Comparer les boissons obtenues à partir des deux types de café.

3.3. Déparchage

Expliquer en quoi consiste cette opération.

3.4. Torréfaction

La torréfaction est une étape importante dans la fabrication. Expliquer. Donner les qualités physiques, chimiques et organoleptiques acquises par le café.

3.5. Décaféination

Donner l'intérêt de ce traitement. Citer deux inconvénients éventuels pour le produit final, résultant de cette opération effectuée selon une méthode classique.

DEUXIÈME PARTIE: GÉNIE INDUSTRIEL (50 points)

1 Décaféination du café (32 points)

La caféine est peu soluble dans l'eau et très soluble dans le dichlorométhane. Elle est extraite du café vert, après mouillage, par le dichlorométhane dans un extracteur à vis. Après rinçage à l'eau, le café est séché dans un courant d'air chaud.

1.1 Préciser le type d'extraction mise en oeuvre dans l'extracteur.

1.2. Tracer l'aspect des courbes de la concentration de la caféine dans le café et dans l'extrait en fonction de la position dans l'extracteur.

1.3. Montrer d'après ces courbes l'intérêt de l'extraction à contre-courant.

1.4. La teneur en eau du café vert humidifié est de 60 %. Le débit d'alimentation en café de l'extracteur est de 2 t/h. La teneur en caféine du café traité est de 2 % de la matière sèche. Le débit de dichlorométhane est de 1 m³/h et l'extrait obtenu contient 15,6 g.L⁻¹ de caféine.

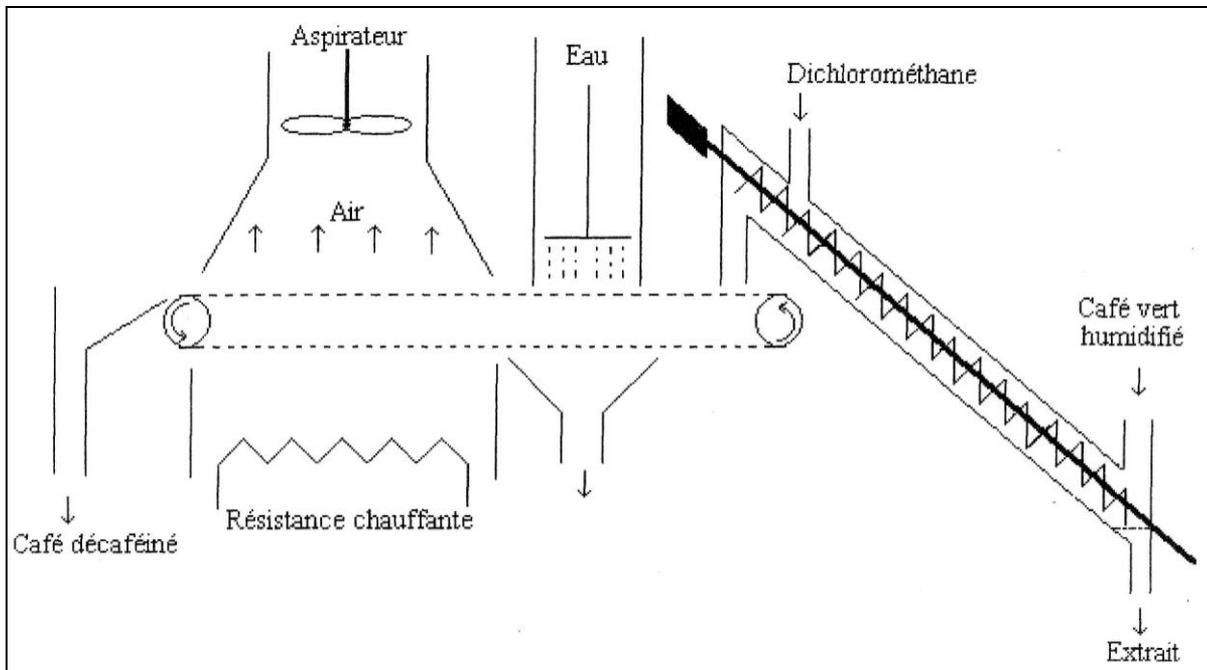
Calculer la teneur résiduelle du café en caféine exprimé en pourcentage de matière sèche.

On considère que le débit de l'extrait est le même que celui du solvant à l'entrée et que l'extraction ne concerne que la caféine.

1.5. justifier le rinçage à l'eau du café après extraction et son séchage.

1.6. Après rinçage le débit du produit est de 2 t/h et sa teneur en eau de 60 %. La teneur en eau du produit fini après séchage est de 15 %.

Calculer le débit du produit fini en kg/h.



- 1.7. Calculer la capacité évaporatoire du séchoir exprimé en kg d'eau évaporée par heure.
- 1.8. Calculer le débit d'air de ce séchoir en t/h, sachant que
- l'air ambiant a une température sèche de 25°C et une température humide de 20°C;
 - l'air est chauffé à 130°C
 - l'air sort à une température de 55°C, avec une température humide de 35°C.

Faire figurer sur le diagramme de Mollier, annexe 5 : à rendre avec la copie, les points correspondant à l'air ambiant, à l'air chaud entrant et à l'air sortant.

- 1.9. Justifier le caractère non adiabatique de ce séchage.

2 Le jambon (18 points)

Les jambons sont salés par immersion, à 4°C, dans une saumure à 18 % de sel nitraté et 2,5 % de sucre, additionnée d'un reste d'une ancienne saumure. Après saumurage ils sont rincés, brossés et étuvés 24 heures à 30°C. Ils sont ensuite désossés et moulés, la température à cœur est alors de 10°C. La cuisson est réalisée à l'étuve à 80°C pendant 7 heures et 30 minutes, la température à cœur est enregistrée pendant la cuisson.

temps (h)	Température à coeur (°C)
0	10,0
0,5	12
1	15
1,5	19
2	24
2,5	32,5
3	39
3,5	44,5
4	49,5
4,5	53,5
5	57,2
5,5	60,5
6	63
6,5	65,5
7	67,5
7,5	69

Donnée :

En mode conductif la relation entre la température et le temps, après un temps de latence, est donnée par la relation suivante :

$$\log \frac{T_{\infty} - T_0}{T_{\infty} - T} = at - b$$

T_{∞} température de l'étuve

T_0 température à coeur initiale

T température à coeur

t temps

a et b constantes

- 2.1. Déterminer les constantes a et b à partir des données ci-dessus. L'étuve a été réglée par erreur à 75°C au lieu de 80°C. On considère que les transferts thermiques dans le jambon sont de type conductif.
- 2.2. Calculer le temps de cuisson à respecter pour atteindre la même température à coeur.
- 2.3. Lors d'une cuisson il est possible de calculer la valeur cuisatrice (VC). La VC se calcule comme la valeur stérilisatrice ou pasteurisatrice soit

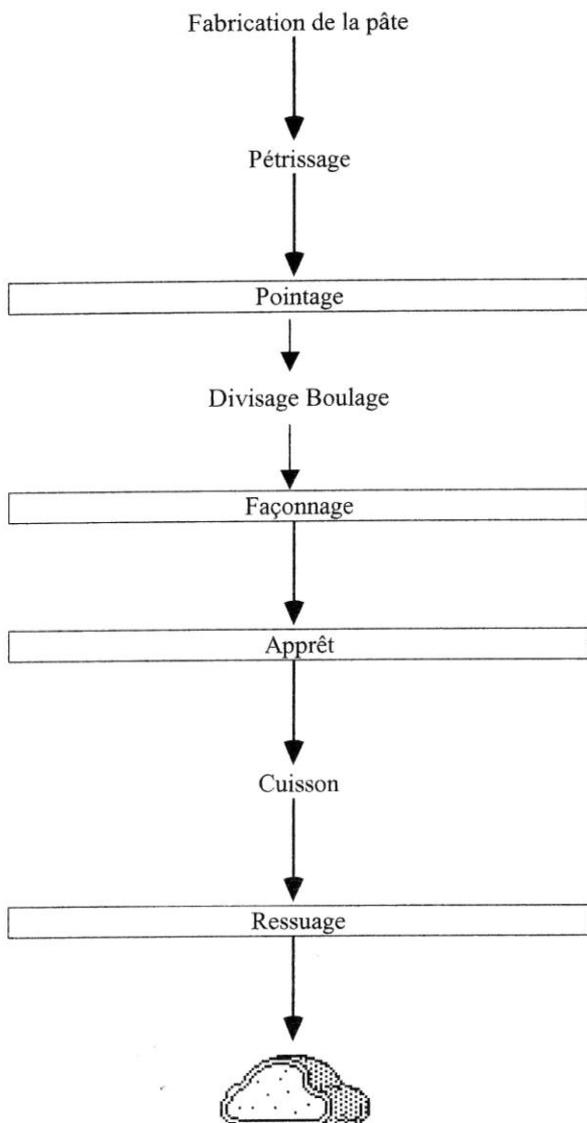
$$VC = \sum_0^t \Delta t \cdot 10^{\frac{T - T^*}{z}}$$

avec $T^* = 100^{\circ}\text{C}$ et $z = 26^{\circ}\text{C}$

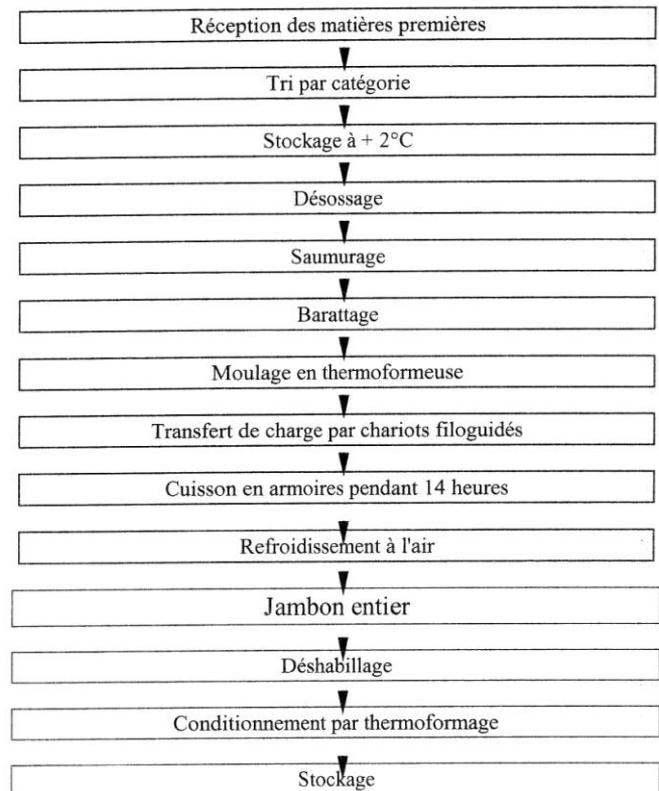
Calculer la valeur cuisatrice en minutes atteinte lors de la cuisson à 80°C.

- 2.4. Lors de la cuisson à 75°C la courbe de la VC en fonction du temps a été tracée (annexe 4). Donner le temps de cuisson à respecter pour obtenir la même valeur cuisatrice que lors de la cuisson à 80°C.

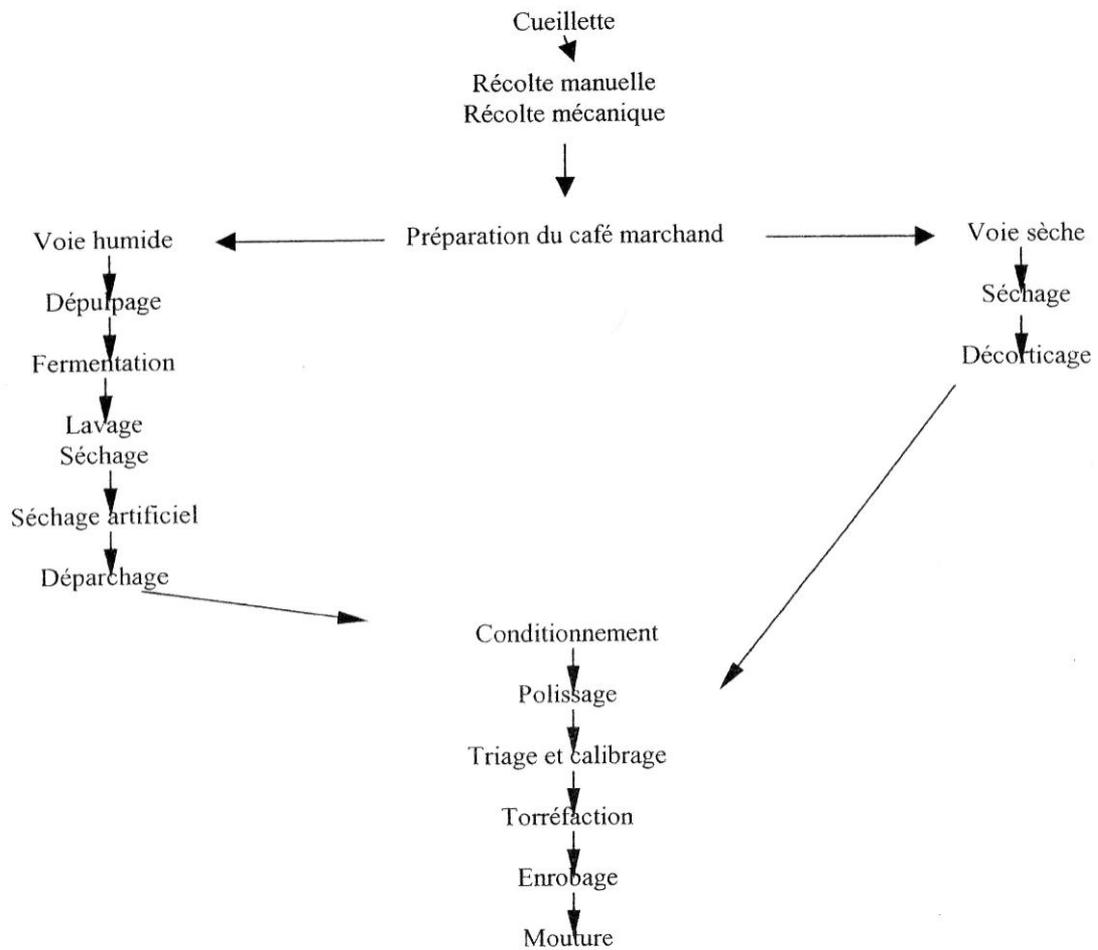
Annexe 1 : la panification



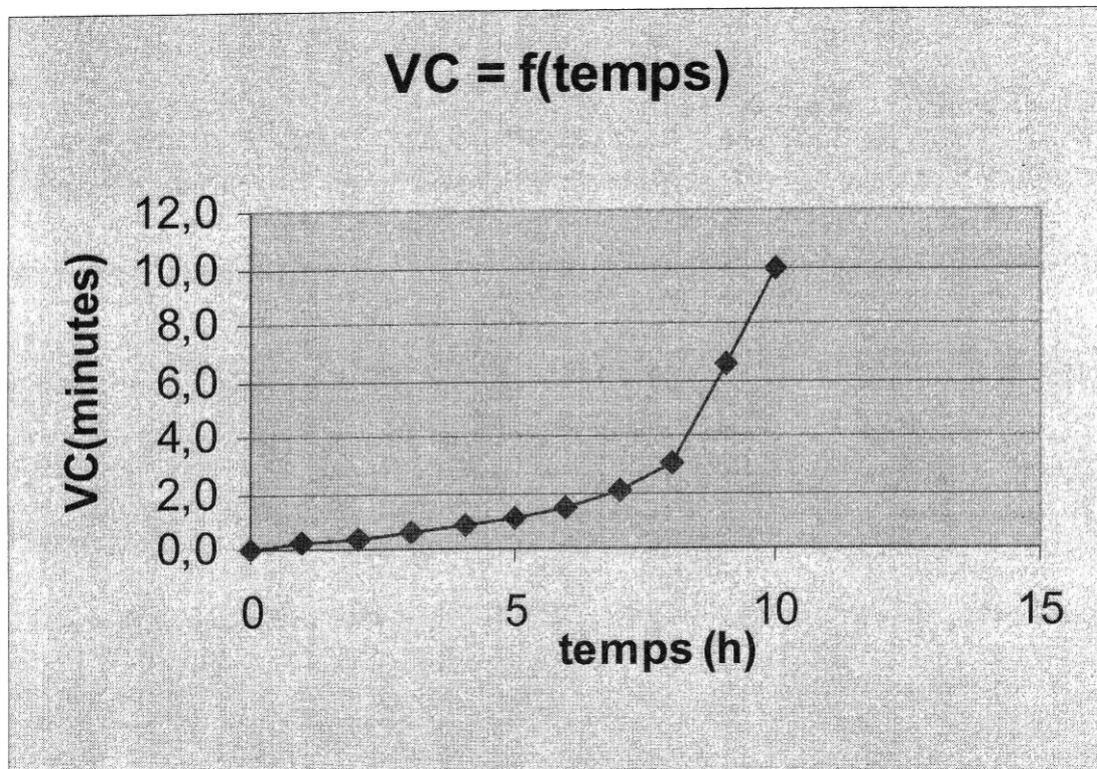
Annexe 2 : fabrication du jambon



Annexe 3 : fabrication du café

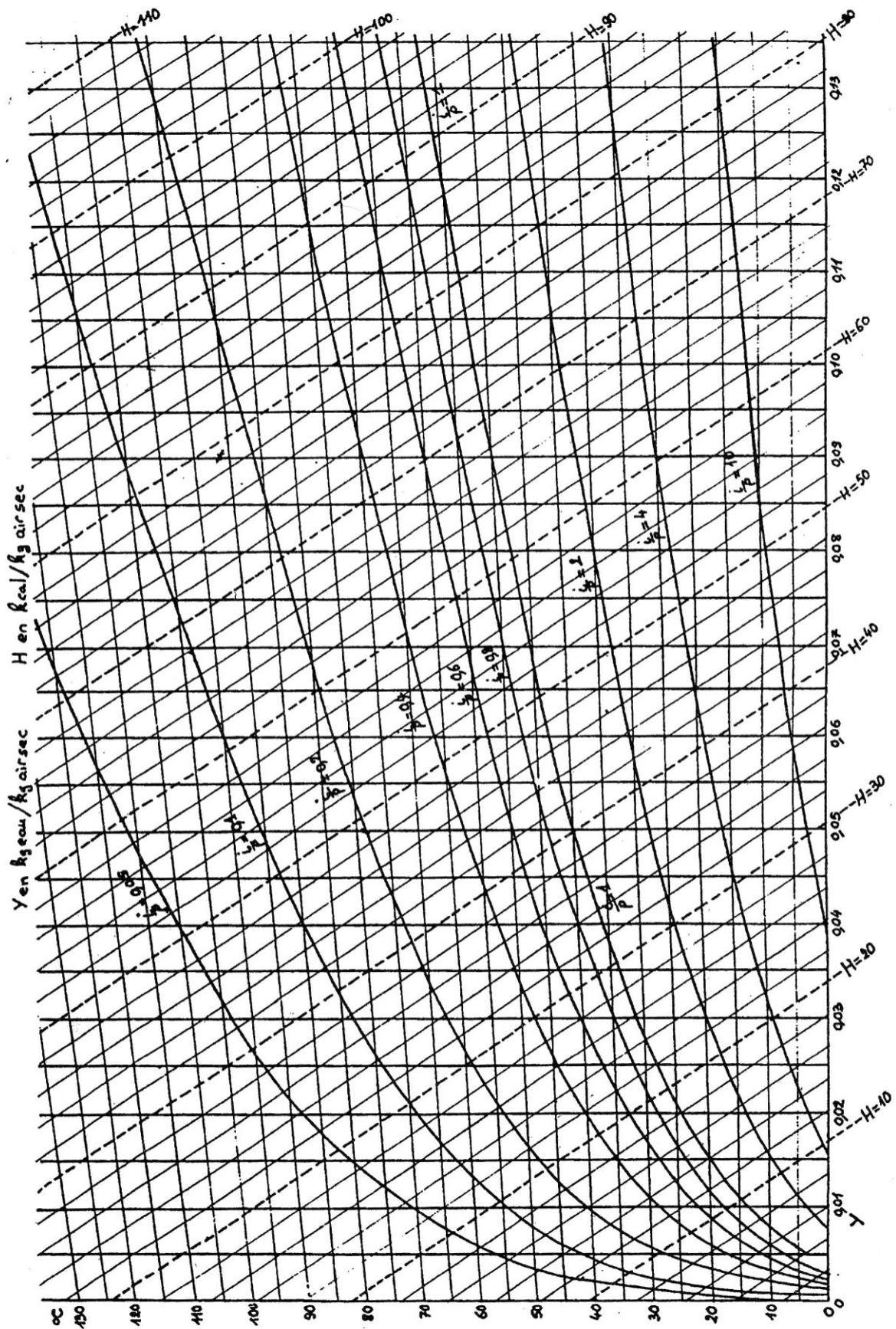


Annexe 4 : courbe de la valeur cuisatrice en fonction du temps



Annexe 5 : diagramme enthalpique de l'air humide (Mollier)

(à rendre avec la copie)



CONTRÔLES DANS UNE INDUSTRIE LAITIÈRE

PREMIER JOUR (5 h 00)

MICROBIOLOGIE

Le yaourt est un produit laitier fermenté dont la fermentation met en jeu deux bactéries :

- *Lactobacillus delbrueckii subs p.bulgaricus* (dénommé LB par la suite) et
- *Streptococcus salivarius, subsp. thermophilus*.

Ces deux bactéries homofermentaires effectuent une fermentation du lactose en acide lactique, ce qui abaisse le pH du lait favorisant la formation par la caséine d'un gel ou coagulum. Outre le goût acidulé qu'ils donnent au gel, ces ferments lactiques lui assurent une saveur caractéristique due à la production de composés aromatiques.

On se propose de réaliser un certain nombre des contrôles effectués dans une entreprise de production de yaourt :

- d'une part sur la qualité du lait initial,
- d'autre part sur la qualité des souches utilisées
- enfin sur la qualité du produit final.

1. Recherche d'inhibiteurs présents dans le lait

Afin que la croissance des souches microbiennes soit envisageable, il faut que le lait utilisé ne possède pas d'inhibiteur. La pénicilline, antibiotique dont on se sert pour traiter des vaches malades est un inhibiteur de croissance pouvant être retrouvé dans le lait.

À partir d'un échantillon de lait à tester, d'un lait témoin sans inhibiteur et d'une solution de pénicilline, réaliser la manipulation suivante :

- Introduire 3 mL de la culture de *Micrococcus* au fond de la boîte de Pétri et couler par-dessus 15 mL de milieu Muller Hinton. Homogénéiser soigneusement et laisser solidifier.
- Pour chaque produit à tester, imprégner délicatement 1 disque à la surface du liquide en tenant avec une pince et attendre que tout le disque soit imprégné. L'égoutter puis le déposer délicatement à la surface de la gélose. Laisser diffuser 30 min sur la paillasse avant d'incuber 24h à 37°C. Réaliser chaque test en double.

2. Analyse de la qualité des souches utilisées pour l'ensemencement

La souche de *Lactobacillus delbrueckii subsp.bulgaricus* a été mise en cause dans le mauvais déroulement de la production du dernier batch (croissance en milieu non renouvelé) de yaourt. Il a été décidé de vérifier sa pureté, de s'assurer que la réalisation de la préculture permet l'obtention de la concentration en microorganismes nécessaire à l'étape d'ensemencement du lait pour sa transformation en yaourt.

- Un isolement de cette souche présentée sur gélose inclinée MRS est noté LB.
- La préculture de cette même souche en bouillon MRS est notée également LB. La composition du milieu MRS est donnée en annexe 1.

2.1. Étude la souche

Réaliser les tests nécessaires pour vérifier la pureté et les caractères d'orientation de la souche. Les montrer à l'examineur. Compléter la fiche de résultats (annexe 2) à joindre à la copie.

2.2. Détermination de la concentration bactérienne de la préculture

2.2.1. À partir de la préculture LB, réaliser les dilutions successives au dixième jusqu'à 10^{-6} en microplaque sous un volume de 100 μ L ou 200 μ L (10 μ L dans 90 μ L d'eau physiologique stérile ou 20 μ L dans 180 μ L d'eau physiologique).

2.2.2. Le dénombrement sera réalisé selon la technique en goutte qui permet de compter jusqu'à environ 70 colonies par goutte de 10 μ L déposée sur gélose en boîte de Pétri.

Les dilutions 10^{-4} , 10^{-5} et 10^{-6} sont testées en double et les dépôts sont réalisés selon le schéma fourni en annexe 3.

Chaque pipetage de 10 μL est pratiqué en pipetage inverse (méthode rappelée en annexe 4).

Laisser sécher après dépôt puis incuber les boîtes à 42°C pendant 48 h à l'envers dans un système fourni par le centre pour assurer l'anaérobiose.

Une dilution en microplaque et la réalisation d'un dépôt seront montrées à un examinateur.

3. Recherche de l'origine de la contamination d'un produit fini

Des réclamations clients concernant des yaourts gonflés ont conduit à une recherche de contaminants qui a montré la présence de levures gazogènes. Afin de rechercher l'origine de cette contamination, il a été décidé de réaliser la recherche de levures dans les emballages des yaourts et dans l'air ambiant. La levure incriminée est fournie sur gélose Sabouraud notée "SL".

Réaliser les observations macroscopique et microscopique nécessaires à partir du milieu d'isolement fourni.

Montrer à l'examinateur l'observation microscopique.

Compléter l'annexe 2.

Conclure.

BIOCHIMIE

La teneur en lactate du yaourt est réglementée et ne doit pas être inférieure à 0,8 %. De plus, la plupart des produits sont commercialisés avec une information nutritionnelle où figurent les teneurs en protéines et en calcium. On se propose de vérifier la conformité de leur affichage.

1. Dosage des protéines

1.1. Préparation des essais

- Peser exactement une masse approchée à 1 gramme de yaourt et l'introduire quantitativement dans une fiole jaugée de 10 mL.
- Ajuster au moyen d'eau physiologique. Bien homogénéiser. Préparer 2 essais de la façon suivante: Introduire :
 - 1 mL de yaourt dilué.
 - 5 mL de solution d'acide éthanoïque à 10 %.
- Mélanger ; attendre quelques minutes et centrifuger à vitesse maximale pendant 5 min.
- Égoutter le précipité, ajouter 3 mL d'éthanol à 95 %, remettre en suspension puis centrifuger à nouveau à vitesse maximale pendant 5 min.
- Égoutter puis ajouter :
 - 0,5 mL d'eau physiologique.
 - 2 mL de réactif de Gornall.
- Mélanger, laisser 30 min à température ambiante.
- Transvaser en cuve et lire l'absorbance à 540 nm en même temps que la gamme d'étalonnage.

1.2. Réalisation de la gamme d'étalonnage

À l'aide de la solution étalon de caséine à 12 g/L réaliser directement en cuves, la gamme proposée ci-dessous après avoir calculé le volume d'eau nécessaire.

n° cuve	0	1	2	3	4
caséine en μL	0	125	250	375	500
eau Φ q.s.p 500 μL					
Réactif de Gornall en mL	2	2	2	2	2

- Mesurer les absorbances dans les mêmes conditions que le dosage.

1.3 Expression des résultats

- Compléter la feuille de résultats fournie en annexe 5 (à rendre avec la copie).
- Déterminer les paramètres de régression (coefficient de corrélation, pente et ordonnée à l'origine)
- Vérifier la concordance des essais (CV = 2%)
- Donner la valeur moyenne correctement arrondie de la teneur moyenne en caséine du yaourt.

2. Dosage du calcium par complexométrie

2.1 Minéralisation du yaourt

50,0 g de yaourt ont été calcinés et les cendres obtenues solubilisées au moyen d'un minimum d'acide chlorhydrique à 1 mol/L. La solution obtenue a été transvasée quantitativement dans une fiole jaugée de 50 mL que l'on a ensuite ajustée. On obtient ainsi la solution S qui est fournie toute prête.

2.2 Dosage

- Dans un erlen, introduire :
 - 20 mL de solution S.
 - environ 10 mL de solution de soude à 10 %
 - une pointe de spatule d'indicateur de Patton et Reader
- Doser au moyen de la solution d'EDTA à 50,0 mmol/L placée dans la burette jusqu'à apparition d'une coloration bleu franc.
- Compléter la feuille de résultat (annexe 5) à rendre avec la copie. Calculer la concentration molaire en calcium de chaque essai.
- Vérifier la concordance des essais (CV = 1%)
- Calculer le pourcentage massique en calcium du yaourt à partir de la moyenne correctement arrondie.
 $M_{(Ca)} = 40,08 \text{ g/mol}$.

3. Dosage du L-lactate

L'acide lactique présent dans le yaourt provient essentiellement de la fermentation lactique. Son dosage est important pour déterminer si celle-ci s'est produite de façon satisfaisante.

3.1. Dilution du yaourt

Dans une capsule de pesée, peser exactement une masse approchée à 1 gramme de yaourt. La transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 mL.

3.2. Dosage du L-lactate de la suspension

3.2.1. Composition du coffret

- Solution 1 : flacon contenant 30 mL de solution composée de :
 - Tampon glycyglycine - pH 10,0
 - Acide L-glutamique
 - 440 mg Stabilisateurs
- Solution 2 : flacon contenant environ 210 mg de NAD lyophilisé
- Solution 3 : flacon contenant 0,7 mL de suspension d'alanine amino-transférase 1100 U.
- Solution 4 : flacon contenant 0,7 mL de L-LDH environ 3800 U

3.2.2. Procédure

Longueur d'onde 340 nm ($\epsilon_{340\text{nm}} = 630 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$). Si les valeurs d'absorbance sont trop élevées, utiliser la longueur d'onde de 365 nm ($\epsilon_{365\text{nm}} = 341 \text{ m}^2 \cdot \text{mol}^{-1}$).

Cuves de plastique de 1 cm d'épaisseur.

Température comprise entre 20 et 25°C.

Lire les essais contre le témoin.

Lecture possible entre 2 et 35 μg d'acide L-lactique dans la cuve.

3.2.3. Mode opératoire

Produits en μL	Témoin	Essai 1	Essai 2
solution 1	1000	1000	1000
solution 2	200	200	200
solution 3	20	20	20
suspension		100	100
eau distillée	1000	900	900
Mélanger. Après 5 min lire les absorbances A1 contre le témoin. Démarrer la réaction en ajoutant:			
Solution 4	20	20	20
Mélanger. Après 20 min, lire les absorbances A2 contre le témoin.			

3.3. Expression des résultats

- Compléter la feuille de résultats en annexe 5.
- Déterminer pour chaque essai la concentration molaire en acide L-lactique de la suspension correspondante.
- Valider les résultats sachant que le CV est de 1 % puis donner la concentration molaire moyenne en mmol/L de suspension à ± 2 CV.
- Calculer à partir de cette valeur moyenne la teneur en lactate en g pour 100 g de yaourt.

$$M_{(\text{lactate})} = 90,09 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}.$$

Annexe 1 : Composition du milieu MRS (1 L)

- Peptones..... 10 g
- Extrait de viande 8 g
- Extrait de levure 4 g
- Glucose..... 20 g
- Acétate de sodium trihydraté 5 g
- Citrate d'ammonium..... 2 g
- Tween 80 1 cm³
- hydrogénophosphate de potassium..... 2 g
- Sulfate de magnésium heptahydraté 0,2 g
- Sulfate de magnésium tétrahydraté..... 0,05 g
- Agar 10 g

Annexe 2 : Microbiologie À rendre avec la copie

N° de poste :

Nom et prénom du candidat :

2- Analyse de la qualité des souches utilisées pour l'ensemencement

Observation macroscopique :

Observation microscopique :

Réalisation du (ou des) test(s) :

Conclusion :

3- Recherche de l'origine de la contamination d'un produit fini

Observation macroscopique:

Observation microscopique:

Conclusion:

Annexe 3 : Schémas des dépôts

Schéma de dépôt des disques

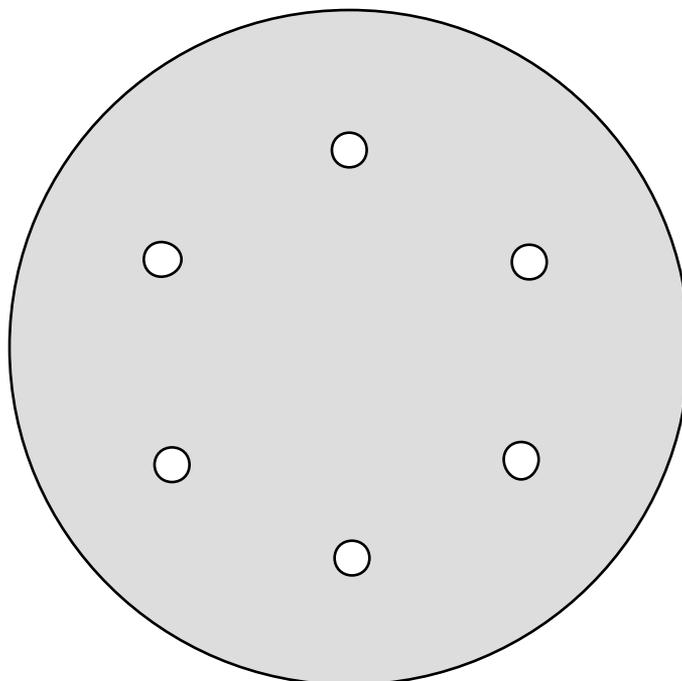
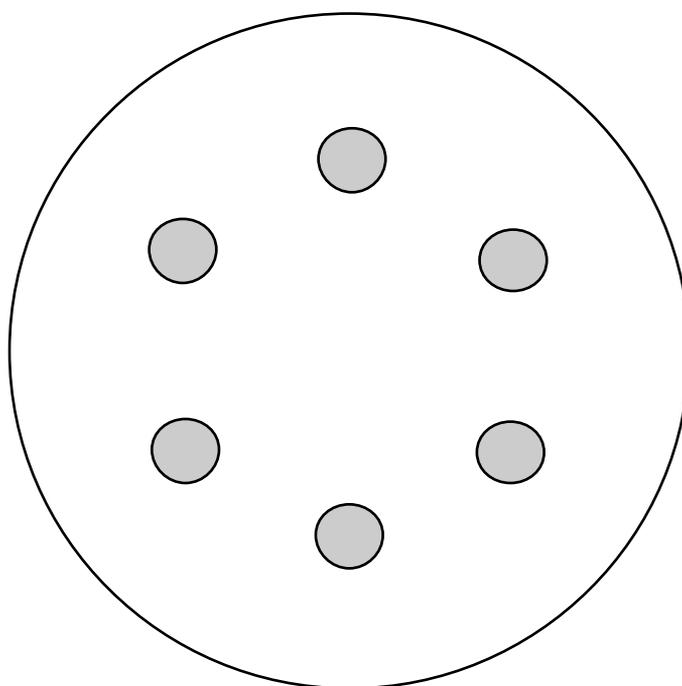


Schéma des 6 dépôts des dénombrements « en goutte »



Annexe 4 : Pipetage en mode inverse

- enfoncer le piston de la pipette jusqu'à la deuxième butée,
- aspirer,
- distribuer le volume désiré en enfonçant le piston jusqu'à la première butée. Le volume excédentaire reste dans la pipette

N° de poste

Nom et prénom du candidat

1. Dosage des protéines

1.3. Tableau des résultats

Cuves	0	1	2	3	4	Essai 1	Essai 2
Absorbance							
Masse caséine par cuve							

Paramètres de la régression linéaire :

Coefficient de régression	
Équation de la droite	

- Concordance des essais :
- Teneur en caséine du yaourt

2. Dosage du calcium par complexométrie

- Valeurs expérimentales

V1	V2

- Concordance des essais.
- Concentration en calcium de la solution S.
- Pourcentage massique en calcium du yaourt.

3. Dosage du L-lactate

Résultats expérimentaux

	Témoin	Essai 1	Essai 2
AA1 =			
AA2 =			

 $DA_{E1} =$ $DA_{E2} =$

- Concentration en L lactate de la suspension déterminée pour chaque essai.
- Concordance
- Concentration moyenne en L lactate de la suspension
- Teneur en L lactate du yaourt.

Deuxième jour : 1 h

Recherche d'inhibiteurs présents dans le lait

- 1.1. Observer la gélose. Interpréter les résultats obtenus.
- 1.2. Conclure quant à la présence ou l'absence d'inhibiteur dans le lait testé.

Analyse de la qualité des souches utilisées pour l'ensemencement

- 2.1. Observer le milieu. Dénombrer les colonies au niveau de chaque dépôt.
- 2.2. Calculer la concentration de la souche initiale
- 2.3. Conclure sachant que la préculture doit contenir environ 10^8 bactéries/mL pour être utilisable.

CONTRÔLES DANS L'INDUSTRIE COSMÉTIQUE

Il est proposé de mettre en oeuvre quelques-uns des contrôles réalisés par les laboratoires de biochimie et de microbiologie aux différentes étapes de la production de produits cosmétiques.

PREMIER JOUR : 4 h 30

MICROBIOLOGIE (30 points)

Les produits cosmétiques ne sont généralement pas stériles, néanmoins ils contiennent le plus souvent des conservateurs qui exercent une activité antiseptique sur la flore microbienne (bactéries et champignons microscopiques)

Avant de rechercher et de dénombrer les microorganismes dans un tel produit, il faut au préalable neutraliser les conservateurs et ainsi lever leur pouvoir inhibiteur sur la flore.

Le produit analysé est une crème antirides.

1. Mise en évidence du pouvoir inhibiteur intrinsèque d'un produit cosmétique

1.1. On étudie la présence d'une éventuelle activité antibactérienne dans la crème

Ensemencer une gélose Mueller Hinton en nappe à l'aide d'un coton-tige stérile imprégné d'une souche bactérienne sensible : *Micrococcus luteus* notée M.

Laisser sécher 10 min puis déposer stérilement à la surface de la gélose :

- un disque stérile imprégné de crème;
- un disque servant de témoin négatif;
- un disque imprégné de Pénicilline G servant de témoin positif

Incuber 22 heures à 37°C

Appeler un examinateur pour montrer le dépôt d'un disque sur une boîte.

1.2. On étudie la présence d'une éventuelle activité antifongique dans la crème

Ensemencer une gélose Sabouraud en nappe à l'aide d'un coton-tige imprégné d'une souche levuriforme sensible: *Saccharomyces cerevisiae* notée S.

Laisser sécher 10 min puis déposer stérilement à la surface de la gélose:

- un disque stérile imprégné de crème,
- un disque servant de témoin négatif,
- un disque imprégné d'Amphotéricine B servant de témoin positif.

Incuber 22 heures à 37°C.

2. Recherche et dénombrement des germes aérobies mésophiles

On a prélevé stérilement 2 g de crème puis effectué une dilution au 1/10 dans l'eau peptonée + Tween 80 qui neutralise l'activité du conservateur de la crème. Elle est conservée dans la glace.

Vous disposez d'un échantillon de 3 mL de cette dilution noté D, conservée à 4°C.

- Réaliser les dilutions 10^{-1} à 10^{-3} en eau peptonée de la suspension D.
- Montrer à un examinateur la réalisation d'une dilution.
- Étaler 100 μ L de chaque dilution à la surface d'un milieu PCA (2 essais par dilution).
- Incuber les boîtes 22 heures à 30°C.

Montrer une dilution.

3. Étude d'un contaminant

Lors d'un précédent contrôle microbiologique d'un lot de crème, un contaminant a été isolé; il est présenté sur gélose nutritive ordinaire notée C.

- À partir de cette souche, réaliser une coloration de Gram. Montrer à l'examineur le résultat obtenu.
- Réaliser devant un examineur le ou le(s) test(s) enzymatique(s) utile(s) à l'orientation du germe.
- Proposer par écrit une orientation du germe à identifier (compléter le document réponse de l'annexe 1).
- Proposer par écrit les milieux nécessaires et la galerie miniaturisée nécessaire à l'identification de germe. Justifier chaque choix. L'annexe 1 est à rendre avec la copie à l'heure indiquée par le centre.
- Ensemencer les milieux fournis par le centre. La distribution des milieux sera réalisée après la remise du document réponse.

BIOCHIMIE (30 points)

Les analyses à effectuer porteront sur deux matières premières utilisées pour la fabrication de divers produits, et sur un produit fini.

1. Détermination de l'indice de saponification d'une huile d'amande douce

1.1. Mode opératoire

1.1.1 Réalisation de l'essai

Prendre 1 ballon à saponification.

Peser avec précision une masse m voisine de 0,5 g d'huile d'amande douce.

- Introduire ensuite dans le ballon:
 - o 10 mL de solvant éthanol-isobutanol
 - o 20 mL de solution de potasse alcoolique à environ $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$.
 - o 2 billes de verre.
- Adapter sur le ballon un réfrigérant à air, monté par bouchon de caoutchouc ou par rodage (pas de graisse sur le rodage).
- Chauffer au bain-marie bouillant pendant 30 minutes, en agitant fréquemment.
- Laisser refroidir.
- Ajouter 2 gouttes de phénolphaléine.
- Doser par une solution d'acide chlorhydrique à environ $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$.

1.1.2 Témoins

Les valeurs obtenues pour les témoins seront communiquées par le centre.

1.2. Résultats

- Calculer l'indice de saponification de l'huile analysée.
- Vérifier la concordance entre les 2 essais. Donner alors la valeur moyenne correctement arrondie.
- Conclure, sachant que l'indice de saponification de l'huile d'amande douce doit être compris entre 190 et 196.
- Compléter la feuille de résultats fournie (annexe 2).

Données :

- Rappel : indice de saponification d'un corps gras : quantité d'hydroxyde de potassium, exprimée en mg, nécessaire pour neutraliser les acides gras libres et saponifier les esters présents dans 1 g de corps gras.
- La concentration exacte de la solution d'acide chlorhydrique sera donnée au début de l'épreuve.
- $M_{\text{KOH}} = 56,1 \text{ g.mol}^{-1}$.
- CV = 1%

2. Dosage d'un colorant en solution

Il s'agit d'un colorant hydrosoluble destiné à la fabrication de divers produits (notamment : savons de toilette, shampoings, sels de bain et bains moussants) ; ce colorant est livré à la société sous forme d'une solution (concentration donnée par le fabricant : 1 mmol.L^{-1}). Un contrôle est effectué en amont de la fabrication pour vérifier la concentration de cette solution (solution notée: « C »).

Le colorant, dont le spectre d'absorption montre un pic vers $\lambda = 430 \text{ nm}$, peut être dosé par spectrophotométrie directe dans le visible ; on procédera à un étalonnage préalable du spectrophotomètre à l'aide d'une gamme d'étalonnage.

2.1. Mode opératoire

À partir d'une solution étalon du colorant, de concentration égale à $50,0 \text{ mg.L}^{-1}$, préparer directement en cuves de spectrophotométrie, sous un volume final de 2,5 mL, par dilution avec de l'eau distillée, une gamme d'étalonnage en 5 points (zéro non compris), avec des concentrations comprises entre 0 et $50,0 \text{ mg.L}^{-1}$.

- Réaliser 2 essais, dans les mêmes conditions sur la solution C à doser.
- Mesurer, à $\lambda = 430 \text{ nm}$, l'absorbance des étalons et des essais.

2.2. Résultats

- Compléter la feuille de résultats (annexe 2)
- Déterminer, par méthode graphique ou par régression linéaire, la concentration en colorant de la solution C pour chacun des essais. Vérifier la concordance entre les essais.
- Donner alors la valeur moyenne correctement arrondie.
- Conclure.

Données :

- Masse molaire du colorant : $534,4 \text{ g.mol}^{-1}$
- CV = 1,5%

3. Contrôle de la teneur en glycérine d'une crème pour les mains

Cette crème de soin pour mains à peau sèche est enrichie en glycérine, agent hydratant; sa formule centésimale fait état d'une concentration en glycérine de 10%.

La glycérine (ou glycérol) sera dosée par une méthode enzymatique UV, dans une solution fournie, notée GLY, qui a été obtenue selon le protocole d'extraction décrit ci-dessous.

3.1. Obtention de la solution GLY

Une masse $m = 2 \text{ g}$ de crème a été pesée puis additionnée d'environ 150 mL d'eau distillée ; le mélange obtenu a été porté à une température de l'ordre de $60 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant environ 15 minutes, sous agitation régulière. Après avoir laissé refroidir à température ambiante, on a transféré quantitativement dans une fiole jaugée de 200 mL ; la fiole a été ensuite placée 20 minutes au réfrigérateur de façon à obtenir une séparation de la phase grasse puis on a filtré ; enfin, dans une fiole jaugée de 50 mL, on a introduit 10 mL de filtrat, puis complété au trait de jauge avec de l'eau distillée et homogénéisé : la solution ainsi obtenue constitue la solution GLY.

3.2. Principe du dosage du glycérol, réactifs et mode opératoire : cf. Annexe 3.

- Réaliser le dosage selon le mode opératoire présenté en annexe (1 témoin et 2 essais).

3.3. Résultats

Calculer les variations d'absorbance: $\Delta A = A_1 - A_2$ pour chaque cuve, puis la variation l'absorbance nette de chaque essai, soit : $\Delta A_E = \Delta A_{\text{essai}} - \Delta A_{\text{témoin}}$.

- Vérifier la concordance entre les deux essais.
- Établir la relation littérale donnant la concentration molaire du glycérol dans la solution GLY.
- Calculer la concentration molaire puis la concentration massique du glycérol dans la solution GLY.
- En déduire la teneur en glycérine de la crème analysée, en g de glycérine pour 100 g de crème.
- Conclure.
- Compléter la feuille de résultats fournie en annexe 2.

Données:

- ϵ_{NADH} , dans les conditions opératoires citées = $630 \text{ m}^2.\text{mol}^{-1}$
- Masse molaire du glycérol = $92,1 \text{ g.mol}^{-1}$
- CV de la méthode: 2,5%.

N° de poste:

Nom et prénom du candidat

Étude d'un contaminant

Observation microscopique :

Résultat du (ou des) test(s) :

Orientation proposée:

Milieux et galerie miniaturisée proposés:

ANNEXE 2 BIOCHIMIE : Feuille de résultats (à compléter et à joindre à la copie)

N° de poste :

2. Détermination de l'indice de saponification

	Essai
V HCl (mL)	

Indice de saponification de l'huile d'amande douce :

Conclusion :

3. Dosage d'une solution de colorant

Préparation de l'échantillon pour essai :

Tableau de composition des cuves et de résultats :

Cuve n°	0	1	2	3	4	5	E1	E2
S colorant en mg.L ⁻¹								
A à 430 nm								

- Concordance des essais :

- Concentration de la solution C (g.L⁻¹)

4. Dosage du glycérol

Absorbance à 340 nm	Témoin	Essai 1	Essai 2
A ₁			
A ₂			

$\Delta A E_1 =$

$\Delta A E_2 =$

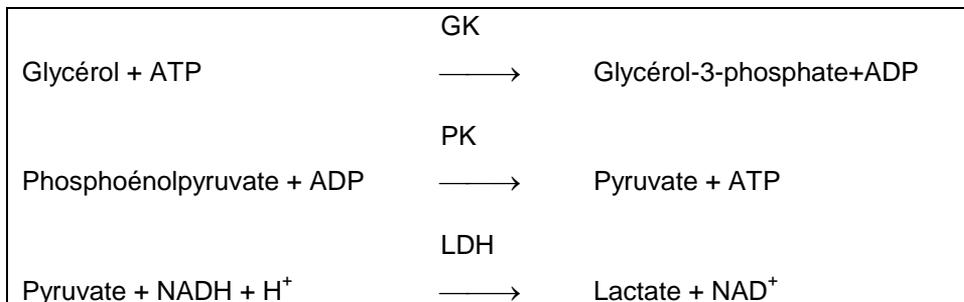
Relation littérale: C glycérol dans la solution GLY (mol.L⁻¹) =

Concentration en glycérol dans la solution GLY (g.L⁻¹) :

Teneur en glycérol dans la crème (g/100g) :

ANNEXE 3 : DOSAGE ENZYMATIQUE DU GLYCÉROL (d'après Boehringer)

Principe



Le glycérol est phosphorylé à partir d'ATP en présence de l'enzyme glycérol-kinase (GK).

L'ADP formé réagit ensuite avec le phosphoénolpyruvate en présence de l'enzyme pyruvate-kinase (PK)

Le pyruvate est alors réduit par NADH lors d'une troisième réaction catalysée par la lactate déshydrogénase (LDH). C'est le NADH présent qui est mesuré spectrophotométriquement.

Réactifs

Solution 1 : tampon glycine à pH 7, 4; NADH; ATP; PEP; sulfate de magnésium; stabilisateurs.

Suspension 2 : pyruvate kinase; lactate déshydrogénase.

Suspension 3 : glycérokinase. Solution GLY.

Mode opératoire:

Conditions de mesure:

- Longueur d'onde : $\lambda = 340 \text{ nm}$
- Trajet optique : $l = 1 \text{ cm}$.
- Température : 20-25°C.
- Lire contre l'air ou l'eau distillée.

Réalisation des tests:

Réaliser, directement dans les cuves de mesure, un témoin et deux essais, selon les indications suivantes :

Introduire dans les cuves	Témoin	Essais
Solution 1	1,000 mL	1,000 mL
Essai (solution GLY)	-	0,100 mL
Eau distillée	2,000 mL	1,900 mL
Suspension 2	0,010 mL	0,010 mL
Mélanger		
Attendre 5 à 7 minutes et lire les absorbances des solutions (A1).		
Déclencher la réaction principale par addition de :		
Suspension 3	0,010 mL	0,010 mL
Mélanger.		
Attendre environ 10 minutes et lire les absorbances de solutions (A2)		

DEUXIÈME JOUR: 1 h 30

1. Recherche du pouvoir inhibiteur intrinsèque : étude de la présence d'une éventuelle activité antimicrobienne dans la crème.

Observation de la gélose Mueller-Hinton, interprétation et conclusion.

Observation de la gélose Sabouraud, interprétation et conclusion.

2. Dénombrement.

- Dénombrer les colonies.
- Construire un tableau de résultats.
- En utilisant l'annexe jointe, calculer le nombre d'UFC/g de crème.

Donnée : l'échantillon D de travail correspondait à une dilution au 1/10 de la crème.

- Conclure sur la qualité de la crème analysée.

Les normes (NDLR : critères) d'acceptabilité d'un produit cosmétique sont généralement :

- < 1000 germes par gramme ou millilitre de produit,
- < 100 germes par gramme ou millilitre de produit pour les produits en contact avec les muqueuses.

3. Identification d'un contaminant

- Lire les milieux de culture et la microgalerie.
- Identifier l'espèce bactérienne isolée à l'aide des tableaux fournis, du code API ou du logiciel.

ANNEXE : EXTRAIT DE LA NORME NF ISO 7213/A1 DE DÉCEMBRE 2001

Mode de calcul : Cas général (comptage des colonies en totalité ou des colonies caractéristiques)

Pour qu'un résultat soit valable, on estime en général qu'il est nécessaire de compter les colonies sur au moins 1 boîte contenant au minimum 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation).

Calculer le nombre N de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai, en tant que moyenne pondérée à partir de deux dilutions successives, à l'aide de l'équation suivante :

$$N = \frac{\sum C}{Vx(n_1 + 0,1x n_2)xd}$$

- $\sum C$ est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues de deux dilutions successives dont au moins une contient au minimum 15 colonies ;
- V est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitres ;
- n_1 est le nombre des boîtes retenues à la première dilution ;
- n_2 est le nombre des boîtes retenues à la deuxième dilution ;
- d est le taux de dilution correspondant à la première dilution retenue [d = 1 dans le cas où l'échantillon pour essai (produits liquides) ensemencé directement est retenu].

Arrondir le résultat calculé à deux chiffres significatifs. Pour cela, si le troisième chiffre est inférieur à 5 le chiffre précédent n'est pas modifié ; si le troisième chiffre est supérieur ou égal à 5 le chiffre précédent est augmenté d'une unité.

Retenir comme résultat un nombre compris de préférence entre 1,0 et 9,9 multiplié par la puissance appropriée de 10, ou un nombre entier avec 2 chiffres significatifs.

Exprimer le résultat comme suit :

- nombre N de microorganismes par millilitre (produits liquides) ou par gramme (autres produits).

Cas de deux boîtes (échantillon pour essai ou suspension mère ou première dilution) contenant moins de 15 colonies

Si les deux boîtes, au niveau de l'échantillon pour essai (produits liquides) ou de la suspension mère (autres produits) ou de la première dilution ensemencée ou retenue, contiennent moins de 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation), calculer le nombre estimé N_E de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai en tant que moyenne arithmétique des colonies comptées sur les deux boîtes à l'aide de l'équation suivante :

$$= \frac{\sum C}{Vxnd}$$

- $\sum C$ est la somme des colonies comptées sur les 2 boîtes,
- V est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitres.
- n nombre de boîtes retenues
- d taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

E5-U52 TECHNIQUES D'ANALYSE ET DE PRODUCTION - TECHNIQUES D'ANALYSES ET DE CONTRÔLES Sujet C -2005

Durée : 6 heures Coefficient : 3

TECHNIQUES D'ANALYSE POUR LA VÉRIFICATION D'UNE EAU DE SOURCE

Une usine d'embouteillage d'eau de source souhaite augmenter sa capacité de production. Le captage actuel ne le permettant pas, l'usine décide d'exploiter un nouveau griffon (ouverture par où jaillit la source). Différents tests microbiologiques et biochimiques sont alors effectués.

PREMIER JOUR : 5 heures

I. CONTRÔLES MICROBIOLOGIQUES (30 POINTS)

I.1. Dénombrement de la flore revivifiable à 37°C sur l'eau du griffon

Ce dénombrement reflète le niveau général de contamination de l'eau par des bactéries d'origine humaine ou animale.

À partir de l'échantillon A, réaliser le dénombrement de la flore revivifiable à 37°C.

I.1.1. Matériel à disposition

- 1 flacon contenant l'eau prélevée sur le griffon (flacon A + n° d'échantillon)
- 2 tubes de 9 mL diluant stérile
- 6 tubes en surfusion de gélose PCA en surfusion (ou flacon), à demander à l'examineur,
- 6 boîtes de Pétri vides stériles
- Pipettes stériles de 1 ml ou équivalent

I.1.2. Réalisation des dilutions.

- Réaliser 2 dilutions décimales.
- Montrer à un examinateur la réalisation d'une dilution

I.1.3. Dénombrement en milieu solide dans la masse simple couche

- Ensemencer en double les dilutions réalisées et l'eau non diluée.
- Incuber à 37°C pendant 24 heures.

I.2. Recherche d'un témoin de contamination fécale

La plupart des microorganismes pathogènes aquatiques proviennent de contaminations fécales animales ou humaines. La mise en évidence de bactéries intestinales est donc la preuve d'un contact anormal entre matières fécales et eau. Parmi ces indicateurs de contamination fécale on trouve les streptocoques fécaux comprenant les entérocoques et quelques streptocoques. Pour une eau de boisson, on doit observer l'absence de streptocoques fécaux.

Les entérocoques sont recherchés en filtrant 100 mL d'eau à analyser sur une membrane de porosité 0,45 µm.

La membrane est ensuite déposée sur le milieu de Slanetz et Bartley (composition annexe 1) incubé 44 h ± 4h à 37°C.

On confirme l'appartenance des colonies suspectes en déposant la membrane sur gélose BEA (composition annexe 1 suite).

- À partir de la gélose de Slanetz et Bartley fournie, compter les colonies caractéristiques
- Transférer sans la retourner, la membrane sur gélose BEA préincubée à 44°C.
- Incuber la gélose BEA à 44°C 2 heures.
- Dénombrer les entérocoques au bout de 1 à 2 heures d'incubation à 44°C
- Compléter la feuille de résultats (annexe 2 à rendre avec la copie).

I.3. Identification d'un autre germe de l'eau

Ce germe a été isolé à partir du griffon étudié. Cette souche est présentée en culture sur gélose inclinée (GTS) incubée 48 heures à 30°C (échantillon noté GTS + n° échantillon).

- À partir de cette souche, réaliser une coloration de Gram. Montrer à l'examineur le résultat obtenu.

- Réaliser devant un examinateur le ou le(s) test(s) enzymatique(s) utile(s) à l'orientation du germe.
- Proposer par écrit une orientation du germe à identifier (compléter le document réponse de l'annexe 3).
- Proposer par écrit les milieux nécessaires et la galerie miniaturisée nécessaire à l'identification du germe. Justifier chaque choix. L'annexe est à rendre avec la copie à l'heure indiquée par le centre.
- Ensemencer les milieux fournis par le centre. La distribution des milieux sera réalisée après la remise du document réponse.

II. CONTRÔLES BIOCHIMIQUES (30 POINTS)

II.1. Dosage du phosphore du nouveau griffon par colorimétrie

Le phosphore est présent sous différentes formes chimiques dans les eaux de rejets. Dans les eaux de surface, (lacs, rivières), il contribue aux phénomènes d'eutrophisation. Les engrais apportent beaucoup de phosphates dans le sol mais, les phosphates étant peu solubles dans l'eau, ils sont peu entraînés vers les nappes phréatiques. Le but de cette étude est de vérifier la teneur en phosphates du nouveau griffon en vue de le commercialiser.

Le phosphore peut se présenter dans l'eau

- sous forme libre, ionique, stable : ions orthophosphates PO_4^{3-} , HPO_4^{2-} , H_2PO_4^-
- sous forme liée aux molécules organiques: "phosphate organique".

Les ions orthophosphates peuvent être dosés directement.

Par contre, le phosphore lié doit, au préalable, subir une minéralisation en milieu acide et oxydant pour être libéré et dosable.

La réaction de dosage repose sur la combinaison spécifique des ions orthophosphates (PO_4^{3-}) aux ions molybdates (du réactif) pour former un complexe qui est alors réduit par l'acide ascorbique en un complexe phosphomolybdeux - molybdique ou bleu de molybdène qui peut être dosé par colorimétrie à 700 nm.

Le dosage sera donc effectué sur:

- l'eau de source notée « eau à tester B »,
- l'eau de source minéralisée notée « minéralisat ».

II.1.1. Minéralisation (étape déjà réalisée)

- Dans un tube vissé non serré, introduire :
 - 10 mL d'échantillon de l'eau de source à tester
 - 0,30 mL d'acide sulfurique concentré
 - 0,30 mL de solution de persulfate de sodium
- Autoclaver 1 heure à 120°C sous pression de 1 bar.
- Laisser refroidir.
- Verser le contenu du tube dans un bécher en rinçant le tube avec de l'eau déminéralisée et en récupérant les eaux de rinçage. Ajuster le pH entre 1,5 et 2,5 avec une solution de NaOH.
- Transvaser dans une fiole jaugée de 20 mL et ajuster au trait de jauge avec de l'eau déminéralisée.

II.1.2. Réalisation de la gamme d'étalonnage

a. Préparation de la solution étalon fille

À partir de la solution étalon mère fournie de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) à 100 mg de phosphore par litre, préparer 100 mL d'une solution à 1 mg de P par litre.

b. Gamme d'étalonnage

- Réaliser une gamme dans des macrocuvettes pour spectrophotomètre avec :
 - 0 à 2 µg de phosphore par tube
 - 0,15 mL d'acide ascorbique
 - 0,5 mL de réactif molybdique
- eau distillée qsp 2,65 mL
- Attendre 30 minutes le développement de la coloration.
- Lire l'absorbance à 700 nm contre le témoin réactif.

II.1.3. Dosage du phosphore libre et lié

- Réaliser deux essais pour chacun des dosages, en même temps et dans les mêmes conditions que la gamme d'étalonnage.
- 1^{er} essai avec 1 mL d'"eau à tester B + n^o échantillon"
- 2^{er} essai avec 2 mL de "minéralisat"

II.1.4. Exploitation des résultats

- Compléter le tableau de résultats fourni en annexe 4 (à rendre avec la copie)
- Donner les paramètres de la régression linéaire de la droite d'étalonnage :
Abs à 700 mn = f(quantité de P par tube)
- En déduire la quantité de phosphore dans chacun des tubes essai.
- Vérifier la concordance entre les 2 essais.
- Calculer alors la concentration massique en phosphore libre, en phosphore total et en phosphore lié dans l'eau analysée.
- Conclure

Donnée : CV de la méthode colorimétrique = 3 %

II.2. Dosage du calcium de ce griffon par complexométrie

Avant sa mise en bouteille, on désire doser le taux de calcium dans l'eau de source pour sa commercialisation. Ce dosage s'effectue par formation d'un complexe stable entre les ions Ca^{2+} et l'acide éthylène diamine tétraacétique (EDTA ou complexon III). On utilise l'indicateur de Patton et Reader qui se combine aux ions Ca^{2+} pour donner une coloration violette. L'ajout de complexon III en quantité supérieure à celle du Ca^{2+} libère l'indicateur qui vire au bleu franc.

II.2.1. Étalonnage de la solution de complexon III à environ 0,01 mol/L

(Xn ; R:22-36/37/38 ; S:26-36)

a- Préparation de 100 mL d'une solution étalon de calcium

Préparer cette solution par :

- pesée d'une masse m de carbonate de calcium pur et anhydre.
- 10 mL de cette solution devrait réagir avec un volume V1 de complexon III d'environ 10 mL;
- dissoudre la pesée avec un volume minimal nécessaire d'HCl à environ 1 mol/L
- transvaser quantitativement dans la fiole jaugée;
- ajuster avec de l'eau bidistillée et bouillie.

b- Étalonnage de la solution de complexon III (réaliser 2 essais)

- Dans une fiole d'erlenmeyer, introduire:
 - Eet = 10 mL de solution étalon de calcium
 - 40 à 50 mL d'eau bidistillée et bouillie
 - 10 mL de NaOH à 2%
- une pointe de spatule de Patton et Reader jusqu'à coloration violette.
- Verser la solution de complexon III contenue dans la burette jusqu'au virage de l'indicateur au bleu franc. Soit V1 et V1' les chutes de burettes des deux essais.

II.2.2. Dosage du calcium de l'eau de source (réaliser 2 essais)

- Dans une fiole d'erlenmeyer, introduire:
 - 50 mL d'eau à doser ("eau à tester B + n° échantillon")
 - 10 mL de solution de NaOH à 10%
 - une pointe de spatule de Patton et Reader
- Verser la solution de complexon III contenue dans la burette jusqu'au virage de l'indicateur au bleu franc. Soit V2 et V2' les chutes de burettes des deux essais.

Résultats

Compléter l'annexe 5 (à rendre avec la copie)

- Calculer la masse de carbonate de calcium à peser.
- Calculer la concentration molaire de la solution de complexon III.
- Vérifier la concordance entre les 2 essais.
- Donner alors la valeur moyenne correctement arrondie.
- Calculer la concentration massique de l'eau en g de calcium par litre d'eau.
- Vérifier la concordance entre les 2 essais.

- g) Donner alors la valeur moyenne correctement arrondie.
h) Exprimer la dureté calcique de l'eau en degré hydrotimétrique.

Données :

$M(\text{CaCO}_3) = 100 \text{ g/mol}$; $M(\text{Ca}) 40 \text{ g/mol}$

1 degré hydrotimétrique = 1°f, correspond à 10 mg de CaCO_3 par litre d'eau.

ANNEXE 1 : composition des milieux

GÉLOSE DE SLANETZ ET BARTLEY

Domaine d'utilisation

La gélose de Slanetz et Bartley est un milieu sélectif utilisé pour le dénombrement des entérocoques dans les eaux d'alimentation, les boissons, les eaux usées et divers produits biologiques aussi bien par la technique de filtration sur membranes que par la technique classique de numération en boîtes de Petri.

Principes

- L'azide de sodium permet d'inhiber la croissance des microorganismes gram négatifs.
- Le T.T.C. est un indicateur de la croissance bactérienne. Il est réduit en un formazan insoluble à l'intérieur de la cellule. Cette réaction se manifeste par l'apparition de colonies de couleur rouge à marron.

Préparation

- Mettre en suspension 41,4 g de milieu déshydraté dans 1 litre d'eau distillée ou déminéralisée.
- Porter à ébullition lentement, en agitant jusqu'à dissolution complète.
- Éviter tout chauffage excessif.
- Ne pas autoclaver.
- Répartir à raison de 100 mL par flacon de 150 mL.

Mode d'emploi

- Refroidir et maintenir le milieu à 48°C.
- Ajouter stérilement 1 mL de supplément T.T.C reconstitué SM 027 par flacon.
- Homogénéiser parfaitement.
- Couler en boîtes de Petri stériles (l'épaisseur de gélose doit être égale à 5 mm).
- Laisser solidifier sur une surface froide.
- Filtrer stérilement sur membrane un volume déterminé de l'échantillon à tester.
- Déposer la membrane à la surface de la gélose, en veillant à ce que le contact soit parfait. Incuber à 37°C pendant 48 heures.

Lecture

- Retenir les membranes dont le nombre de colonies est inférieur à 100.
- Les colonies présentant une coloration rouge, marron ou rose doivent être considérées comme caractéristiques.
- Procéder à la confirmation des colonies typiques en utilisant une gélose biliée à l'esculine ou un bouillon de Litsky (BK 061).

Formule - type

(pouvant être ajustée de façon à obtenir des performances optimales).

- Tryptone 20,0 g/L
- Extrait autolytique de levure 5,0 g/L
- Glucose 2,0 g/L
- Phosphate dipotassique 4,0 g/L
- Azide de sodium 0,4 g /L

- Agar agar bactériologique 10,0 g
- pH du milieu prêt à l'emploi à 25°C : 7,2 ± 0,2

500 g de poudre permettent de préparer 12,0 litres de milieu.

Contrôle qualité

- Milieu déshydraté : poudre blanc-crème, fluide et homogène.
- Milieu préparé complet : gélose rosée, légèrement opalescente.
- Réponse culturale typique après 24-48 heures d'incubation à 37°C.

Microorganismes	Croissance	Caractéristiques
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	bonne à excellente	colonies roses à rouge-brun
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 33186	bonne à excellente	colonies roses à rouge-brun
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	inhibée	
<i>Staphylococcus aureus</i> ATCC 25923	inhibée	

GÉLOSE À LA BILE, À L'ESCULINE ET À L'AZIDE DE SODIUM

Domaine d'utilisation

La gélose à la bile, à l'esculine et à l'azide de sodium, est un milieu sélectif utilisé pour l'isolement et le dénombrement des entérocoques.

Principes

- L'azide inhibe la croissance des bactéries contaminantes gram-négatives.
- La bile de boeuf empêche la croissance des bactéries gram-positives.
- Les streptocoques fécaux hydrolysent l'esculine en esculetine et en glucose. L'esculetine produite forme un complexe noir en présence des ions ferriques apportés par le citrate de fer.

Préparation

- Mettre en suspension 56,2 g de milieu déshydraté dans un litre d'eau distillée ou déminéralisée.
- Porter à ébullition lentement, en agitant jusqu'à dissolution complète.
- Répartir en tubes ou en flacons. Stériliser à l'autoclave à 120°C pendant 15 minutes.

Mode d'emploi

- Refroidir et maintenir le milieu à 48°C.
- Couler en boîtes de Petri stériles.
- Laisser solidifier sur une surface froide.
- Faire sécher à l'étuve, couvercle entrouvert.
- Ensemencer l'inoculum à la surface du milieu.
- Incuber à 37°C pendant 24 à 72 heures.

Les entérocoques se présentent sous la forme de petites colonies translucides entourées d'un halo noir. Les staphylocoques et les levures peuvent donner des colonies opaques sans halo noir. Il est indispensable d'identifier ces microorganismes suspects, notamment pour écarter toute confusion avec *Listeria* qui peuvent donner des colonies semblables à celles des entérocoques.

Formule - type

(pouvant être ajustée de façon à obtenir des performances optimales).

- Tryptone 17 g/L
- Peptone pepsique de viande.....3 g/L
- Extrait autolytique de levure5 g/L
- Bile de bœuf 10 g/L
- Chlorure de sodium.....5 g/L
- Citrate de sodium 1 g / L
- Esculine..... 1 g/L
- Citrate de fer ammoniacal.....0,5 g/L
- Azide de sodium.....0,25 g/L
- Agar agar bactériologique13,5 g/L
- pH du milieu prêt à l'emploi à 25°C : 7,1 ± 0,2

500 g de poudre permettent de préparer 8,9 litres de milieu

Contrôle qualité

- Milieu déshydraté: poudre crème, fluide et homogène.
- Milieu préparé complet : gélose ambrée, légèrement opalescente, à reflet bleuâtre.
- Réponse culturale typique après 24-48 heures d'incubation à 37°C :

Microorganismes	Croissance	Caractéristiques
<i>Enterococcus faecalis</i> ATCC 29212	bonne	positif
<i>Streptococcus pyogenes</i> ATCC 19615	faible à nulle	Négatif
<i>Escherichia coli</i> ATCC 25922	inhibée	

ANNEXE 2 : A rendre avec la copie
Feuille de résultats: contrôles microbiologiques

NOM et Prénom du candidat

N° de poste

2. Recherche d'un témoin de contamination fécale ; échantillon :.....

	Dénombrement des Streptocoques fécaux	Confirmation des Streptocoques fécaux
Milieu :		
Aspect des colonies caractéristiques		
Nombre de colonies caractéristiques par boîte		

Nombre de streptocoques fécaux / 100 mL d'eau :

Conclusion :

ANNEXE 3 : DOCUMENT RÉPONSE

Nom et prénom du candidat :

3. Identification d'un autre germe échantillon :

Observation microscopique:

Résultats du ou des test(s)

Orientation proposée:

Milieux et galerie miniaturisée proposés

ANNEXE 4 : à rendre avec la copie
Feuille de résultats : contrôles biochimiques

NOM et Prénom du candidat:

N° de poste

1. Dosage des phosphates de l'eau de source par colorimétrie

a) Tableau de composition des cuves, et de résultats:

Cuves:	0	1	2	3	4	E1 eau	E2 eau	E3 minéralisat	E4 minéralisat
Solution étalon fille (mL)									
Eau de source à tester (mL)									
Minéralisat (mL)									
Acide ascorbique (mL)									
Réactif molybdique (mL)									
Eau distillée (mL)									
Masse de P en g/tube									
Absorbance à 700 nm									

b) Paramètres de la régression linéaire :

Coefficient de corrélation :	
Équation de la droite de régression Abs f (quantité de P en µg tube)	

c) Quantité de phosphore dans chacun des tubes essai :

Masse de P en µg/tube	E1 eau	E2 eau	E3 minéralisat	E4 minéralisat

d) concordance des essais

e) Calcul des concentrations massiques en phosphore libre, en phosphore total et en phosphore lié dans l'eau analysée.

ANNEXE 5 : À RENDRE AVEC LA COPIE

2. Dosage du calcium de l'eau de source par complexométrie

a)- Masse de CaCO_3 à peser pour préparer 100 mL de solution étalon en calcium :

b)- Étalonnage de la solution de complexon III

Pesée (g)	V1 (mL)	V1 (mL)

Calculer la concentration molaire en complexon III de la solution fournie.

CV= 0,5%

c)- Dosage du calcium de l'eau de source

V2 (mL)	V2' (mL)

Calcul de la concentration massique de l'eau en g de calcium par litre d'eau.

CV = 1%

Calcul de la dureté calcique de l'eau en degré hydrotimétrique :

DEUXIÈME JOUR : 1 heure

CONTRÔLES MICROBIOLOGIQUES

1. Dénombrement de la flore revivifiable à 37°C sur l'eau du griffon

1.1. En utilisant l'annexe, dénombrer les colonies et déterminer le nombre d'UFC par mL d'eau.

Présenter les résultats sous forme de tableau.

1.2. Conclure.

2. Identification d'un contaminant

2.1. Procéder à la lecture des milieux ensemencés et de la galerie miniaturisée.

2.2. Procéder à l'identification du germe à l'aide des tableaux, du code API ou du logiciel.

2.3. Conclure.

Donnée :

Flore revivifiable à 37°C : inférieur à 20 germes / mL

Annexe: EXTRAIT DE LA NORME NF ISO 7213/A1 DE DÉCEMBRE 2001

Mode de calcul: Cas général (comptage des colonies en totalité ou des colonies caractéristiques).

Pour qu'un résultat soit valable, on estime en général qu'il est nécessaire de compter les colonies sur au moins 1 boîte contenant au minimum 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation).

Calculer le nombre N de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai, en tant que moyenne pondérée à partir de deux dilutions successives, à l'aide de l'équation suivante :

$$= \frac{\sum C}{Vx(n_1 + 0,1x n_2)xd}$$

- $\sum C$ est la somme des colonies comptées sur toutes les boîtes retenues de deux dilutions successives dont au moins une contient au minimum 15 colonies;
- V est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitres;
- n_1 est le nombre des boîtes retenues à la première dilution;
- n_2 est le nombre des boîtes retenues à la deuxième dilution;
- d est le taux de dilution correspondant à la première dilution retenue [d = 1 dans le cas où l'échantillon pour essai (produits liquides) ensemencé directement est retenu].

Arrondir le résultat calculé à deux chiffres significatifs. Pour cela, si le troisième chiffre est inférieur à 5 le chiffre précédent n'est pas modifié ; si le troisième chiffre est supérieur ou égal à 5 le chiffre précédent est augmenté d'une unité.

Retenir comme résultat un nombre compris de préférence entre 1,0 et 9,9 multiplié par la puissance appropriée de 10, ou un nombre entier avec 2 chiffres significatifs.

Exprimer le résultat comme suit :

- nombre N de microorganismes par millilitre (produits liquides) ou par gramme (autres produits).

Cas de deux boîtes (échantillon pour essai ou suspension mère ou première dilution) contenant moins de 15 colonies

Si les deux boîtes, au niveau de l'échantillon pour essai (produits liquides) ou de la suspension mère (autres produits) ou de la première dilution ensemencée ou retenue, contiennent moins de 15 colonies (colonies en totalité, colonies caractéristiques ou colonies répondant aux critères d'identification ou de confirmation), calculer le nombre estimé N_E de microorganismes présents dans l'échantillon pour essai en tant que moyenne arithmétique des colonies comptées sur les deux boîtes à l'aide de l'équation suivante :

$$= \frac{\sum C}{Vxnd}$$

- $\sum C$ est la somme des colonies comptées sur les 2 boîtes,
- V est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en millilitres.
- n nombre de boîtes retenues
- d taux de dilution correspondant à la première dilution retenue.

E6-U62 QUALITÉ APPLIQUÉE AUX INDUSTRIES ALIMENTAIRES ET AUX BI INDUSTRIES - ÉTUDE DE CAS-2005

Durée : 4 heures Coefficient : 4 Calculatrice non autorisée

Les différents aspects de la qualité dans les industries laitières

L'entreprise FROLAIT appartient à la filière agroalimentaire. Elle commercialise différents types de laits et fabrique des fromages. Elle a mis en place une démarche qualité qui lui a valu d'être certifiée ISO 9002. Depuis, elle est en cours de certification ISO 9001 version 2000.

Première partie: mise en conformité avec les exigences de la norme ISO 9001 (4 points sur 20)

1. L'approche processus

Encouragée par la norme ISO 9001, l'approche processus permet d'identifier et de gérer des activités corrélées. Chacune de ces activités peut être déclinée selon le schéma représenté en Annexe 1.

- 1.1. Sur ce modèle, représenter le processus de fabrication en précisant les éléments d'entrée et de sortie ainsi que les ressources et les documents de pilotage.
- 1.2. Montrer que ce processus est corrélé aux processus d'amélioration, d'achat et de vente.

2. Les procédures

- 2.1. Définir et expliquer le terme procédure.
- 2.2. Une procédure doit être établie pour assurer la maîtrise des documents. Citer les dispositions qu'elle doit préciser.
- 2.3. Indiquer les procédures exigées par la norme ISO 9001.

Deuxième partie : la qualité en fabrication (8 points sur 20)

L'entreprise FROLAIT produit du lait stérilisé UHT. Elle envisage de commercialiser un nouveau produit : un lait pasteurisé. La réglementation relative à ce produit est donnée en ANNEXE 2.

1. Dans cette optique, elle souhaite renforcer la sélection des fournisseurs de lait, à savoir les étables chez lesquelles elle s'approvisionne.
 - 1.1. Justifier cette attitude.
 - 1.2. Elle se prépare à auditer plusieurs étables. Préciser le type d'audit dont il s'agit, en citer les différentes étapes.
 - 1.3. À l'aide des connaissances personnelles et des données de l'ANNEXE 2, rappeler la préparation du questionnaire d'audit et proposer une liste des éléments qu'il devra comporter.
2. Le procédé de pasteurisation utilise des enregistreurs de température qui doivent répondre à diverses exigences (ANNEXE 2).
 - 2.1. Schématiser le diagramme obtenu à partir d'un enregistreur répondant aux exigences requises (le procédé retenu est une pasteurisation de 30 minutes à 63°C).
 - 2.2. Si, au cours de la pasteurisation, on passe de 70°C à 65°C, indiquer la température qui devra être lue sur le diagramme, 30 secondes après le début de la baisse de température.
 - 2.3. Les enregistreurs de température doivent être contrôlés. Préciser les contrôles exigés et les résultats attendus. Indiquer les documents associés à ces contrôles et les situer dans la pyramide des documents qualité.
3. À l'occasion de la mise en place de ce nouveau procédé, le plan de «nettoyage - désinfection» de l'atelier est vérifié.
 - 3.1. Préciser les éléments contenus dans un plan de «nettoyage-désinfection ».
 - 3.2. Indiquer les paramètres qui conditionnent l'efficacité de l'opération de « nettoyage désinfection ».

Troisième partie: signes de qualité des produits (3 points sur 20)

L'entreprise FROLAIT produit de l'Emmental de montagne au lait cru. Cet Emmental «Français Est-Central Grand Cru » bénéficie du Label Rouge et de l'IGP.

1. Définir et comparer les deux appellations «Label Rouge» et «IGP ». Préciser, si la totalité du nom «Emmental Français Est-Central Grand Cru » correspond au Label Rouge. Même question pour l'IGP. Justifier.
2. Donner les différentes étapes qui ont permis d'aboutir à la création du Label Rouge pour ce fromage. Remarque: la question ne porte pas sur l'obtention du label par cette entreprise.
3. Le comté, autre fromage produit dans la même entreprise, a obtenu l'AOP. Après avoir défini l'AOP, expliquer la différence de signe de qualité entre l'Emmental Français Est-Central Grand Cru et le Comté.

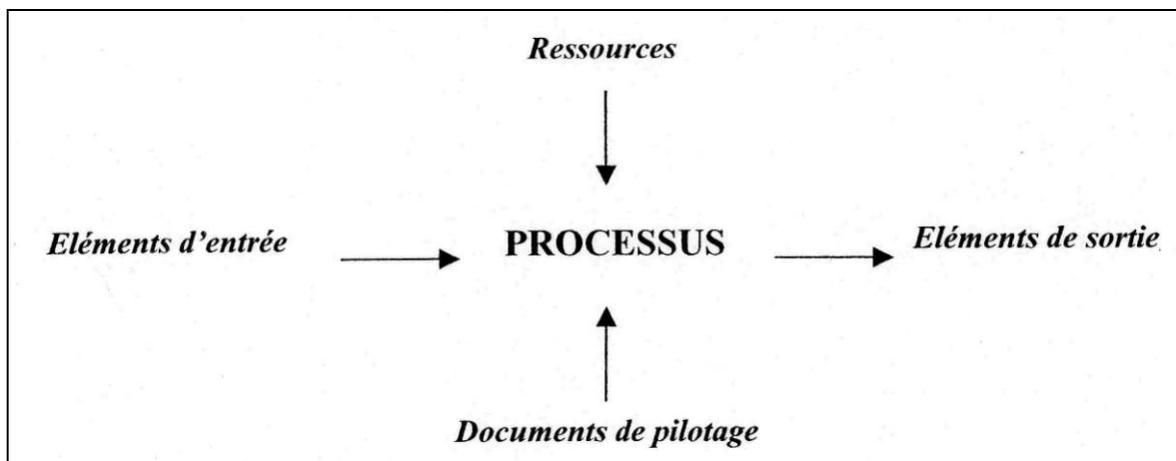
Quatrième partie : Contrôle de la qualité des produits (5 pts sur 20)

L'entreprise FROLAIT produit du fromage de Comté en meules. Cette production fait l'objet d'un plan de contrôle.

1. À l'aide des données de l'ANNEXE 3, indiquer les spécifications attendues pour le produit fini.
2. Un contrôle de teneur en NaCl est réalisé systématiquement sur chaque lot produit. Les résultats obtenus figurent en ANNEXE 4. Commenter ces résultats.
3. Le pourcentage de produits non-conformes identifiés lors du contrôle produit fini est reporté toutes les semaines sur un graphique affiché au «Point Qualité» à l'entrée de l'atelier de production.
 - 3.1. Justifier cet affichage.

3.2. Cette donnée est considérée comme un indicateur qualité. Rappeler les caractéristiques d'un indicateur qualité et en donner au moins deux autres exemples.

ANNEXE 1 :



ANNEXE 2 (Extrait du LAMYDEHOVE)

Sous-Section 2 Laits pasteurisés

§ I Pasteurisation

355-150. Obligation de pasteurisation ou de procédé approuvé

il est interdit de détenir, sans motifs légitimes, d'exposer, de mettre en vente ou de vendre sous la dénomination «Lait pasteurisé », du lait qui n'a pas été débarrassé de tous microbes pathogènes par un procédé ayant reçu l'approbation du Conseil supérieur d'hygiène publique de France (D. 25 mars 1924, art. 3 modifié par D. 23 sept. 1934 et par D. n°77-1026, 7 sept. 1977).

Tous les laits autres que :

- ceux provenant d'étables officiellement contrôlées (voir n° 352-28);
- ceux qui peuvent être vendus à l'état cru (voir n° 355-100),

ne peuvent être vendus en nature en vue de la consommation humaine que s'ils ont été soumis à un traitement de pasteurisation ou à tout autre traitement possédant une efficacité au moins égale au point de vue de l'hygiène (L. 2 juill. 1935, art. 6, al. 1er).

355-155. Traitement thermique ou procédé approuvé

Qu'il s'agisse de la pasteurisation ou de tout autre procédé, le traitement du lait a pour but de permettre de livrer à la consommation humaine des laits répondant aux caractéristiques exigées.

La pasteurisation consiste en un chauffage du lait pratiqué dans un appareil ou un groupe d'appareils appropriés et correctement utilisés selon un principe approuvé par le Conseil supérieur d'hygiène publique de France.

Dès maintenant, sont considérés comme approuvés, les traitements pratiqués dans les limites suivantes :

- chauffage à 63°C pendant au moins 30 min ;
- chauffage instantané à 95°C.

Pour les températures intermédiaires, la durée de chauffage pourra être fixée.

Pendant toute la durée de la pasteurisation, la température ne devra pas s'abaisser en quelque point que ce soit de la masse du lait au-dessous du minimum requis pour le procédé adopté.

Tout traitement du lait autre que ceux définis ci-dessus doit être reconnu d'une efficacité au moins égale au point de vue de l'hygiène et être approuvé. Quel que soit le traitement approuvé auquel il a été soumis, le lait considéré est dit «pasteurisé» (D. n°55-771, 21 mai 1955, art. 6, al. 1^e à 5 et s.).

Remarques : Les appareils de traitement du lait qui ne mettent en oeuvre que l'action thermique des lampes à radiation infrarouges peuvent être admis puisqu'ils ne réalisent qu'un procédé de pasteurisation.

355-156. Conditions du refroidissement

Immédiatement après la pasteurisation, le lait doit être refroidi, en tous ses points et en moins d'une heure, à une température inférieure à 6°C, ou par autorisation spéciale et pour une durée limitée, à une température comprise entre 6°C et 13°C.

Ces autorisations ne peuvent être accordées aux ateliers livrant du lait pasteurisé conditionné (voir 355-200 D. n° 55-771, 21 mai 1955, art. 6, al. 8 et 9).

355-160. Obligation d'enregistreurs de températures

En vue du contrôle de leur fonctionnement, les appareils de pasteurisation doivent être munis d'enregistreurs de température.

Les graphiques doivent être datés et classés dans l'ordre chronologique; ils doivent être conservés pendant 6 mois et présentés pendant cette période à toute réquisition des agents habilités pour le contrôle (D. n° 55771, 21 mai 1955, art. 6, al. 6 et 7).

355-161 Exigences relatives aux enregistreurs de température

Les enregistreurs de température devant munir les appareils de pasteurisation du lait doivent répondre aux conditions suivantes:

- caractéristiques d'utilisation et de fonctionnement:
 - o température à contrôler : les températures à contrôler sont la température de pasteurisation du lait et la température du lait à la sortie du pasteurisateur;
 - o plage d'enregistrement : la plage d'enregistrement des températures doit s'étendre au minimum à $\pm 10^{\circ}\text{C}$ de chaque température à contrôler;
 - o résistance aux températures : les appareils enregistreurs doivent pouvoir subir sans détérioration une température d'au moins 110°C ;
 - o métal en contact avec le lait : toutes les surfaces en contact avec le lait ou avec les solutions de nettoyage doivent être parfaitement lisses; elles doivent être constituées par de l'acier inoxydable 18/8 ou par un matériau présentant les mêmes garanties de résistance à la corrosion (voir n° 225)
 - o durée de fonctionnement : les températures doivent pouvoir être enregistrées sur un seul diagramme, même si les opérations de pasteurisation ont une durée supérieure à 12 h;
 - o vitesse de défilement : la longueur de la ligne représentant l'intervalle horaire du diagramme, à la température à contrôler, doit être au minimum de 30 mm, cette distance pouvant être toutefois réduite à 20 mm pour les appareils actuellement en service;
 - o graduation : pour tous les appareils, les diagrammes sont gradués en degrés Celsius (ou centigrades). Dans la plage de $\pm 10^{\circ}\text{C}$ de la température à contrôler, la distance représentant 1°C doit être au minimum d'1 mm;
 - o précision : à la température à contrôler, la précision doit être de $+ 1^{\circ}\text{C}$;
 - o inertie thermique : dans la plage de $\pm 10^{\circ}\text{C}$ de la température à contrôler, les sept dixièmes d'une variation de température d'une amplitude de 5°C à 10°C doivent être enregistrés dans le délai maximum de 30 s, aussi bien en cas d'élévation qu'en cas de diminution de la température;
- conditions dans lesquelles sont relevés les résultats enregistrés: les diagrammes doivent être datés et classés dans l'ordre chronologique. Ils doivent être conservés pendant 6 mois et présentés pendant cette période à toute réquisition des agents habilités pour le contrôle;
- modalités de contrôle: le contrôle de la précision est effectué à l'aide d'un thermomètre de comparaison préalablement étalonné. Le contrôle de l'inertie thermique est effectué en utilisant 2 bacs placés l'un contre l'autre et remplis chacun d'environ 10 L d'eau ou d'huile. Les 2 masses liquides sont maintenues à une température voisine de celle à contrôler, avec entre elles une différence de température comprise entre 5°C et 10°C . On immerge successivement la sonde de l'appareil enregistreur dans l'un et l'autre bac et on détermine le temps nécessaire pour l'enregistrement de la variation de température, dans les conditions fixées à l'alinéa «inertie thermique » ci-dessus (le temps de passage de la sonde d'un bac à l'autre est considéré comme négligeable) (Arr. 2 avr. 1962)

Sous-Section 1 Étables et matériel de stockage du lait

§ I Étables

352-25. Catégories des étables officiellement indemnes de tuberculose

Les étables officiellement indemnes de tuberculose sont classées en trois catégories

- étables dont les animaux ont été reconnus indemnes de tuberculose dans les conditions fixées (voir n° 35226) :
- étables titulaires d'une patente dite patente sanitaire (voir n° 352-27);
- étables titulaires d'une patente dite patente vétérinaire et médicale (voir 352-28; D. no 63-301, 19 mars 1963, art. 9).

352-26 Étables officiellement indemnes de tuberculose

Rentrent dans les étables de la 1^e catégorie les étables dont les animaux sont reconnus non tuberculeux à la suite d'opérations collectives de prophylaxie entreprises avec l'aide de l'État, ou au cours d'opérations de contrôle entreprises, à titre individuel, à la demande et à la charge de leurs propriétaires, sous l'autorité du Directeur départemental des Services vétérinaires (D. n°63-301, 19 mars 1963, art. 10).

Une étable est déclarée officiellement indemne de tuberculose lorsque aucun bovin n'a été reconnu tuberculeux au cours de deux visites espacées de 6 mois minimum, ni dans l'intervalle de ces deux visites (Arr. 14 août 1963, art. 21 modifié par Arr. 1^{er} juill. 1964).

Pour toute étable répondant aux conditions fixées ci-dessus, un certificat d'étable « officiellement indemne de tuberculose » peut être obtenu par le propriétaire sur demande adressée au Directeur des Services vétérinaires du département où est située l'étable (Arr. 14 août 1963, art. 23 modifié par Arr. 15 juin 1978).

352-27 Étables titulaires d'une patente sanitaire

Seules peuvent prétendre à la patente sanitaire les étables dont les animaux ont été reconnus non tuberculeux conformément aux dispositions fixées (voir n° 352-26), lorsque les locaux destinés aux animaux et le matériel destiné à la traite, au transport et à la conservation du lait sont hygiéniquement aménagés, utilisés et entretenus et que l'exploitant dispose d'eau potable (voir n° 540), notamment pour la traite et l'entretien de la vaisselle laitière.

La patente sanitaire ne pourra être attribuée ou maintenue qu'aux étables qui, satisfaisant aux exigences définies à l'alinéa précédent, auront, en outre, été reconnues indemnes de brucellose; le lait sortant de ces étables devra provenir de vaches en parfait état sanitaire soumises à une surveillance particulière, notamment en ce qui concerne les modifications ou altérations susceptibles d'être apportées aux caractères normaux du lait (D. no 63-301, 19 mars 1963, art. il).

Seuls peuvent prétendre à la patente sanitaire les cheptels qui à la fois

- sont reconnus officiellement indemnes de tuberculose (voir n°352-26);
- sont reconnus officiellement indemnes ou indemnes de brucellose;
- satisfont aux conditions d'hygiène des locaux, des animaux et de la production du lait qui sont fixées (Arr. 3 août 1984, art. 1er).

Une exploitation, c'est-à-dire un établissement dans lequel des animaux des espèces bovine, ovine et caprine sont détenus ou élevés de façon habituelle, est reconnue indemne de brucellose lorsque les cheptels bovin, ovin et caprin qui y sont entretenus sont reconnus:

- officiellement indemnes;
- indemnes;
- ou présumés indemnes de cette maladie (Arr. 11 juin 1979, art. 12 à 16).

Un cheptel ovin ou caprin est considéré comme indemne de brucellose lorsque, à la fois:

- aucun symptôme de brucellose n'a été constaté sur ce cheptel depuis 6 mois au moins;
- chez les animaux âgés de plus de 6 mois, deux épreuves pratiquées à intervalle de 6 mois au moins et 1 an au plus se sont révélées négatives (Arr. 30 mai 1979, art. 9).

La patente sanitaire doit être demandée au Préfet du département dans lequel se trouve l'étable concernée (Direction départementale des Services vétérinaires). Elle est délivrée par un certificat conforme au modèle fixé. Elle est temporaire et sa validité ne peut excéder une année. Elle est renouvelée à la suite de la constatation du respect des conditions fixées (Arr. 3 août 1984, art. 4, al. 1^{er}).

352-28 Étables titulaires d'une patente vétérinaire et médicale - Étables officiellement contrôlées

La patente vétérinaire et médicale est attribuée aux étables soumises, après déclaration, à un contrôle vétérinaire et médical dans les conditions établies, aux étables patentées, c'est-à-dire titulaires de la patente sanitaire, aux étables possédant un cheptel reconnu indemne de tuberculose par les services sanitaires, désignées comme « officiellement contrôlées » (L. 2 juill. 1935, art. 4 ; D. n°55-771, 21 mai 1955, art. 2 et D. n°63-301, 19 mars 1963, art. 12).

La possession de la patente vétérinaire et médicale autorise le propriétaire d'un cheptel bovin à se prévaloir, pour la vente de ses produits, du titre « étable à patente vétérinaire et médicale ».

Seules peuvent prétendre à la patente vétérinaire et médicale, les étables qui remplissent les conditions suivantes

- elles doivent être titulaires de la patente sanitaire (voir n° 352-27);
- le personnel chargé régulièrement de l'entretien des animaux, de la traite ou de la manipulation du lait doit avoir subi favorablement un contrôle médical dont les conditions sont fixées.

La patente vétérinaire et médicale est accordée sur demande de l'intéressé, par arrêté préfectoral pris sur la proposition du Directeur départemental des Services vétérinaires et après avis favorable du Médecin inspecteur de la santé.

Sa validité ne peut excéder une année.

Elle est renouvelée à la suite de la constatation du respect des conditions fixées pour son attribution (D. 12févr. 1965).

§ 2 Nettoyage et désinfection des étables

352-30 Produits interdits

L'emploi de l'hexachlorocyclohexane (HCH), du dichlorodiphényl-trichloroéthane (DDT), de l'hexachloroépoxy-octahydro-diendométhylène-naphtalène (HEOD) et de l'hexachloro-hexahydro-diendométhylènenaphtalène (HHDN) est interdit pour la désinsectisation des étables et de tous locaux servant au logement des animaux domestiques (Arr. 15 oct. 1969, art. 1er).

§ 3 Matériel de laiterie à la ferme - Refroidisseurs de lait

352-35 Conformité obligatoire aux normes

Sous réserve des dérogations prévues (voir n° 352-36), les normes françaises dont la liste figure en annexe (cf. ci-après) sont rendues d'application obligatoire pour la fabrication en vue du marché intérieur, l'importation, l'offre, la vente, la location ou la distribution à titre gratuit des produits ou appareils qui font l'objet de ces normes (Arr. 24 oct. 1984, art. 1er modifié par Arr. 1er déc. 1987).

Norme française homologuée: NF U 36-101 (oct. 1980). Refroidisseurs de lait en vrac, à l'exclusion du paragraphe 3-4 relatif à la sécurité de l'équipement électrique (Arr. 24 oct. 1984, Annexe modifié par Arr. 1er déc. 1987).

352-36 Dérogations possibles

La fabrication, l'importation, la mise en vente, la vente ou l'installation de refroidisseurs de lait bénéficiant d'une homologation prononcée par le ministère de l'Agriculture en application de l'arrêté du 27 septembre 1972 et de l'arrêté du 26 mars 1976 sont autorisées jusqu'à extinction de cette homologation.

Toutefois, le maintien de cette homologation est subordonné aux résultats de contrôles effectués par les services compétents. Ce maintien est constaté par la délivrance, par le Ministre chargé de l'Agriculture, d'une attestation d'agrément valable 1 an (Arr. 1er déc. 1987, art. 2).

352-37 Justification de la conformité aux normes

La preuve de la conformité aux normes pertinentes des listes incombe au fabricant ou à l'importateur (Arr. 24 oct. 1984, art. 3).

Est considérée comme une présomption de preuve de la conformité aux normes françaises de l'annexe (voir n° 352-35) la présence sur le produit ou appareil de la marque nationale NF de conformité aux normes, apposée dans les conditions fixées par le règlement particulier correspondant, et la présentation de la décision d'admission à la marque NF, délivrée par l'AFNOR ou, à défaut, la présentation d'une attestation d'agrément en cours de validité délivrée par le Ministre responsable de la ressource, après avis du Directeur général de l'AFNOR et après un contrôle technique réalisé selon les modalités prévues (voir 352-38 ; Arr. 24 oct. 1984, art. 4 modifié par Arr. 10 janv. 1985).

L'attestation d'agrément prévue ci-dessus est délivrée par le Ministre chargé de l'Agriculture (Arr. 1er déc. 1987, art. 1er, al. 2).

352-38 Contrôle technique

Le contrôle technique est réalisé sous le contrôle de l'AFNOR qui en fait rapport à l'administration compétente. A l'occasion de ce contrôle, l'AFNOR peut demander des essais en laboratoires, effectuer ou faire effectuer des visites sur les lieux de fabrication, de vente ou d'entrepôts, prélever ou faire prélever des appareils à l'occasion de ces visites, opérer toutes vérifications et se faire remettre tous rapports qu'elle jugera utile à l'instruction. Les frais de contrôles techniques sont facturés sur la base des coûts réels tels qu'ils sont constatés dans les barèmes déposés auprès du Ministre chargé de l'Industrie (Arr. 24 oct. 1984, art. 5).

ANNEXE 3

1 Caractéristiques exigées

373-335 Fromage de Comté

Le fromage bénéficiant de l'appellation d'origine contrôlée « Comté » est un fromage fabriqué exclusivement avec du lait de vache, mis en oeuvre à l'état cru, emprésuré, à pâte cuite pressée et salée en surface ou en saumure, de couleur ivoire à jaune, présentant généralement une « ouverture » susceptible d'atteindre la dimension d'une petite cerise.

Le fromage doit contenir au minimum 45 g de matière grasse pour 100 g de fromage après complète dessiccation et présenter une teneur en matière sèche qui ne doit pas être inférieure à 62 g pour 100 g de fromage. La teneur en sel ne doit pas être inférieure à 0,6 g de chlorure de sodium pour 100 g de fromage.

Le fromage se présente sous forme de meule d'un poids de 30 à 55 kg, d'un diamètre de 50 à 70 cm et ayant un talon droit ou légèrement convexe d'une hauteur de 8 à 13 cm, à croûte frottée, solide et grenée, de couleur jaune doré à brun. L'épaisseur au centre de la meule ne doit pas dépasser la hauteur en talon affectée du coefficient 1,4 (D. 29 déc. 1986, art. 2-1 modifié par D. 18 nov. 1994).

373-340 Préemballage - Fromage râpé

Lorsque le fromage est vendu après préemballage, les morceaux doivent obligatoirement présenter une partie croûtée et grenée, caractéristique de l'appellation; toutefois, cette croûte peut être débarrassée de la morge.

Lorsque le fromage est commercialisé après avoir été râpé, toute mention relative à l'appellation Comté est interdite.

La plaque de caséine teintée en vert, qui assure l'identification du fromage, doit être apposée sur le talon de chaque meule et ne doit subir aucune altération; le jour et le mois de fabrication sont indiqués par des chiffres ou

des lettres de caséine portés respectivement à gauche et à droite de la plaque de caséine (D. 29 déc. 1986, art. 2-6 modifié par D. 18 nov. 1994).

373-345 Critères qualitatifs

Ils comprennent notamment les éléments d'appréciation portant sur la forme et la tenue, sur la texture de la pâte et sur le goût. Le barème de cotation ainsi que les modalités de prélèvement et de contrôle sont définis par le règlement intérieur du Comité Interprofessionnel du Gruyère de Comté sur avis conforme du Comité National des Appellations d'Origine des Fromages (actuellement Comité National des Produits Laitiers de l'INAO) (D. 29 déc. 1986, art. 4).

§ 2 Étiquetage et marquage

373-350 Étiquetage

Les fromages vendus sous l'appellation d'origine contrôlée Comté doivent porter les marques d'identification telles que définies par le règlement intérieur du Comité Interprofessionnel du Gruyère de Comté approuvé par le Comité National des Produits Laitiers. Ces marques sont apposées sur les meules avant la sortie de la cave d'affinage (D. 29 déc. 1986, art. 7, al. 4 modifié par D. 18 nov. 1994).

373-355 Marquage

Le Comté est soumis aux règles de marquage prévues (voir n° 370-176).

§ I Marquage des fromages à pâte pressée

A- Lieu de fabrication, teneur en matière grasse et identification atelier

370-175 Obligation du marquage

Sans préjudice de la réglementation applicable aux fromages bénéficiant d'une appellation d'origine (voir n° 373), les fromages à pâte pressée fabriqués en France, d'un poids au moins égal à 5 kg, ne peuvent être détenus ou transportés en vue de la vente, mis en vente ou vendus que si le lieu de fabrication, la teneur en matière grasse, le numéro d'identification de l'atelier de fabrication sont inscrits sur une marque visible et indélébile incorporée au fromage pendant sa fabrication (D. n°82-257, 18 mars 1982, art. 1^{er}, al. 1^{er}).

370-176 Fromages soumis au marquage

Sont soumis au marquage les fromages suivants:

- emmental, comté et beaufort;
- cantal, salers et laguiole;
- autres fromages à pâte pressée pesant plus de 5 kg (An. 8 sept. 1983, art. 1^{er}).

Les fromages mentionnés ci-dessus doivent porter une marque indélébile apposée sur le talon au cours du pressage dans les conditions définies ci-après (Arr. 8 sept. 1983, art. 2, al. 1^{er}).

S'agissant d'une croûte adhérente au fromage, afin de prévenir le comportement de certains consommateurs qui ne jugeraient pas utile de la retirer, il y aura lieu de la considérer comme consommable.

Dès lors les plaques de caséine devront être exclusivement constituées d'ingrédients et d'additifs de nature alimentaire.

370-179 Comté

La marque est constituée par une plaque de caséine teintée en vert, de forme elliptique, ayant pour grand diamètre 100 mm, pour petit diamètre 55 mm et portant imprimées en noir les inscriptions suivantes

- au-dessus du grand diamètre, en caractères de 8 mm de haut, le mot «France»;
- - sur le grand diamètre, en caractères de 12 mm de haut, le mot «Comté»;
- au-dessous du grand diamètre, en caractères de 8 mm de haut, le numéro d'identification de l'atelier de fabrication (Arr. 8 sept. 1983, art. 2, al. 3).

B- Date de fabrication

370-185 Fromages soumis au marquage

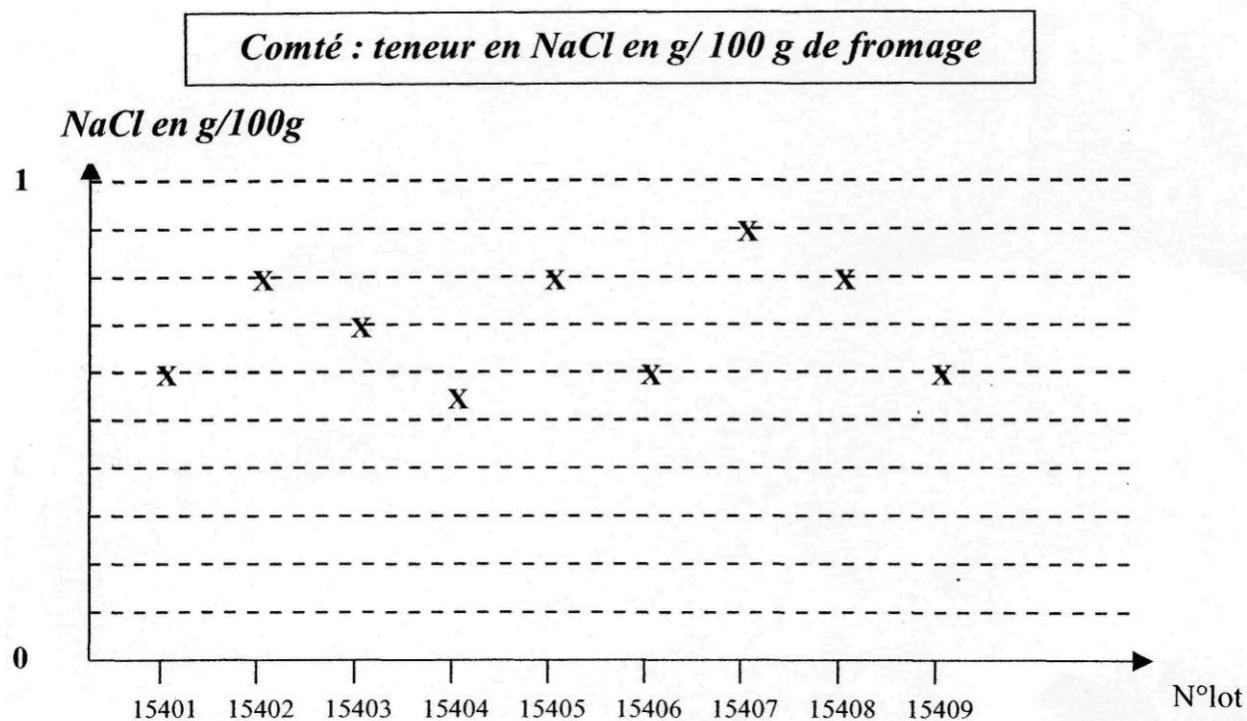
Doivent porter l'indication de leur date de fabrication les fromages pour lesquels le marquage est prévu (voir n°370-176) et figurant sur une liste ci-après (D. no 82-257, 18 mars 1982, art. 1^{er}, al. 2).

Les fromages pour lesquels le marquage est prévu (voir n° 370-176), à l'exclusion de la catégorie «autres fromages à pâte pressée pesant plus de 5 kg », doivent porter une date de fabrication apposée lors de celle-ci, dans les conditions définies par les présentes dispositions (Arr. 8 sept. 1983, art. 3, al. 1^{er}).

370-187 Comté - Beaufort

Le jour et le mois de fabrication sont indiqués par des chiffres noirs de 25 mm de haut portés respectivement à gauche et à droite de la plaque de caséine au moyen de chiffres de caséine. Toutefois, pour le Beaufort, cette indication peut être réalisée à l'aide d'un tampon encreur (Arr. 8 sept. 1983, art. 3, al. 2).

ANNEXE 4



Éléments de corrigés

Les corrigés figurant dans les pages suivantes ont été rédigés à partir des corrigés « officiels » par des professeurs volontaires et bénévoles. Point n'est besoin de faire beaucoup de probabilités pour deviner que des erreurs se sont fort probablement glissées dans leur rédaction. De plus, des interprétations divergentes des questions sont possibles.

Les contraintes de l'imprimerie ne permettent pas de corriger des erreurs ou oublis après l'impression... mais, par contre, Internet nous offre un moyen simple d'obtenir des rectificatifs. Nous vous proposons :

- de signaler les erreurs rencontrées aux adresses email suivantes :

jnjoffin@voila.fr et/ou gisele.rigard@wanadoo.fr

- de lire les éventuels erratums sur le site UBPM :

<http://www.upbm.net> (rubrique annales)

Corrigés sujets 2004

Mathématiques 2004

Exercice 1 (10 pts)

Partie A :

1.

$$y'' - 2y' + y = 0 \quad x^2 - 2x + 1 = 0 \quad (x-1)^2 = 0 \quad \text{et } x' = 1$$

les solutions sont donc $y = (\lambda x + \mu)e^x$

2.

$$g(x) = x^2 e^x$$

$$g'(x) = (2x + x^2)e^x$$

$$g''(x) = (2 + 4x + x^2)e^x$$

$$g''(x) - 2g'(x) + g(x) = 2e^x : g(x) \text{ est une solution particulière de (E)}$$

3. $f(x) = (\lambda x + \mu)e^x + x^2 e^x$ 4. $f(0) = 1$

$$\mu = 1$$

$$f(x) = (1 + \lambda x)e^x + x^2 e^x$$

$$f'(x) = (\lambda + 1 + \lambda x)e^x + (2x + x^2)e^x$$

$$f'(0) = 3$$

$$\lambda + 1 = 3 \quad \lambda = 2$$

$$f(x) = (2x + 1 + x^2)e^x = (x + 1)^2 e^x$$

Partie B :

$$f(x) = (x + 1)^2 e^x$$

1.

$$\lim_{x \rightarrow -\infty} (x + 1)^2 = +\infty \quad \lim_{x \rightarrow -\infty} e^x = 0 \quad \text{FI}$$

$$f(x) = x^2 e^x + 2x e^x + e^x$$

$$\lim_{x \rightarrow -\infty} x^2 e^x = 0 \quad \lim_{x \rightarrow -\infty} x e^x = 0 \quad \lim_{x \rightarrow -\infty} e^x = 0$$

$$\lim_{x \rightarrow -\infty} f(x) = 0$$

La droite d'équation $y = 0$ est asymptote à la courbe.

$$\lim_{x \rightarrow +\infty} (x + 1)^2 = +\infty \quad \lim_{x \rightarrow +\infty} e^x = +\infty$$

$$\lim_{x \rightarrow +\infty} f(x) = +\infty$$

2.

$$f(x) = (2x+2)e^x + (x+1)^2 e^x = (x^2 + 4x + 3)e^x$$

$$x^2 + 4x + 3 = 0$$

$$\Delta = 16 - 12 = 4$$

$$x' = -1 \quad x'' = -3$$

$$f(x) = (x+1)(x+3)e^x \quad e^x > 0 \text{ quelque soit } x$$

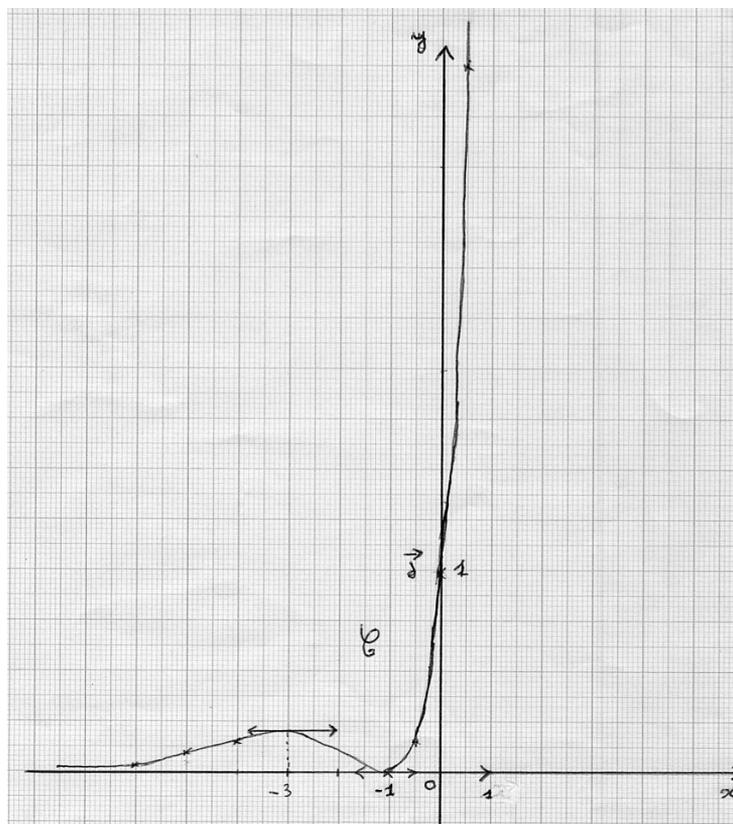
3.

$x^2 + 4x + 3$ du signe de $a = 1$ à l'extérieur de l'intervalle des racines.

x	$-\infty$	-3	-1	$+\infty$			
$f'(x)$		+	0	-	0	+	
$f(x)$	0	\rightarrow	$4e^{-3}$	\rightarrow	0	\rightarrow	$+\infty$

4.

La courbe



5.

$$F(x) = (x^2 + 1)e^x$$

$$F'(x) = 2xe^x + (x^2 + 1)e^x$$

$$= (x^2 + 2x + 1)e^x = (x+1)^2 e^x = f(x)$$

$$A = \int_{-1}^0 f(x) dx = \left[(x^2 + 1)e^x \right]_{-1}^0 = 1 - 2e^{-1} \quad \text{U.A.}$$

$$= (1 - 2e^{-1}) \cdot 4 \quad \text{cm}^2$$

$$\approx 1,06 \quad \text{cm}^2$$

Exercice 2 : (10 points)

Partie A :

1.

X suit $N(100 ; 0,16)$ soit $T = \frac{X-100}{0,16}$ T suit la loi normale $N(0,1)$

$$P(99,64 \leq X \leq 100,36) = P(-2,25 \leq T \leq 2,25) = 2P(T \leq 2,25) - 1 = 0,9756 \text{ H } 0,98$$

2.

$$P(X < a) = 0,96$$

$$P\left(T < \frac{a-100}{0,16}\right) = 0,96 \quad \frac{a-100}{0,16} \approx 1,76 \quad a \text{ H } 100,2816 \quad a \text{ H } 100,28$$

Partie B :

1.

a) On fait 50 prélèvements identiques, de façon indépendante et à deux issues: la tige est non conforme et la tige est conforme avec une probabilité $p = 0,02$ qu'elle soit non conforme.

Y suit la loi binomiale de paramètres $n = 50$ et $p = 0,02$.

$$b) P(Y = 3) = \binom{50}{3} 0,02^3 (1-0,02)^{47} \approx 0,06$$

2.

$$n=100 \quad p = 0,02$$

$$\lambda = np = 2$$

$$P(Z \leq 4) = P(Z = 0) + P(Z = 1) + P(Z = 2) + P(Z = 3) + P(Z = 4) \approx 0,95$$

Partie C :

1.

$$\bar{T}' = \frac{\bar{T} - 100}{0,017}$$

$$P(100-h < T < 100+h) = P\left(\frac{-h}{0,017} < \bar{T}' < \frac{h}{0,017}\right) = 2P\left(\bar{T}' < \frac{h}{0,017}\right) - 1 = 0,95$$

$$1 - \alpha = 0,95 \quad \alpha = 0,05 \quad \text{et } t = 1,96$$

$$\text{donc } h = t \frac{\alpha}{\sqrt{n}} = 1,96 \frac{0,16}{\sqrt{90}} \approx 0,03$$

2.

Si le seuil de risque est fixé à 5%, la moyenne des longueurs des tiges doit appartenir à l'intervalle $[100-0,03 ; 100+0,03] = [99,97 ; 100,03] = I$

Si $I \in [99,97 ; 100,03]$ on accepte H_0 .

3.

$100,04 \notin I$, le client a raison.

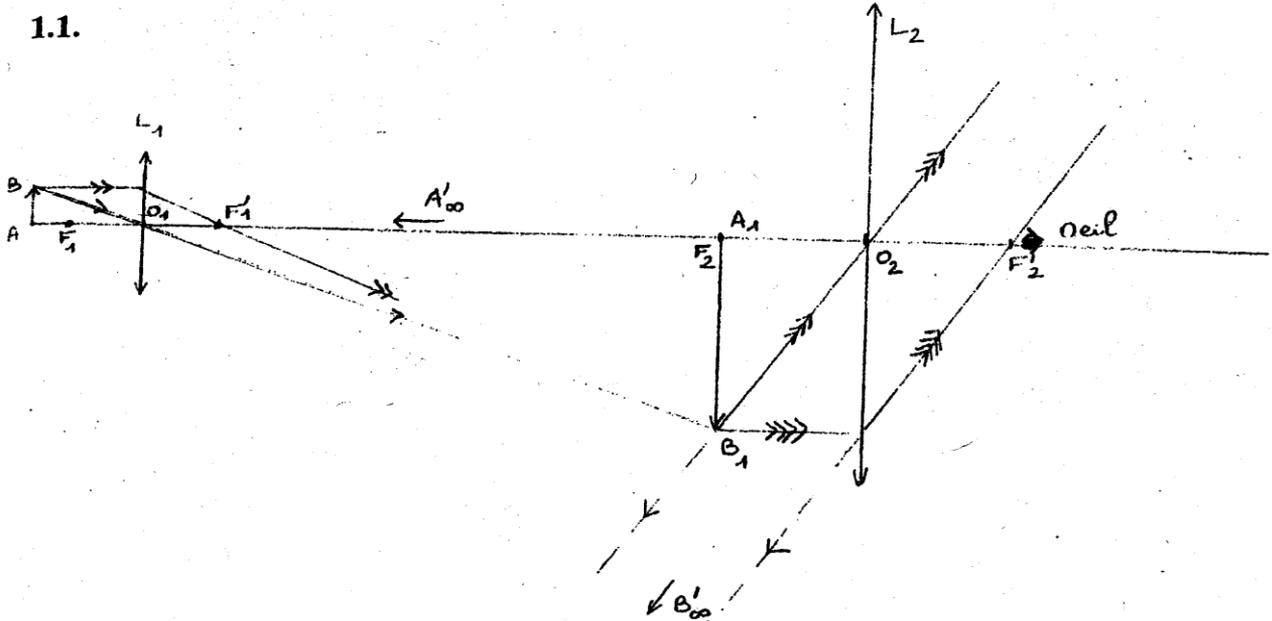
Au seuil de 5% on considère que les 90 tiges n'ont pas une masse moyenne de 100g et on peut refuser la livraison .

Sciences physiques 2004

1. Identification de bactéries dans un yaourt (7points)

1.1

1.1.



1.2

1.2.1. $\gamma_1 = \overline{A_1B_1} / \overline{AB}$ grandissement de l'objectif

$G_{c2} = d_m / f_2$ grossissement de l'oculaire

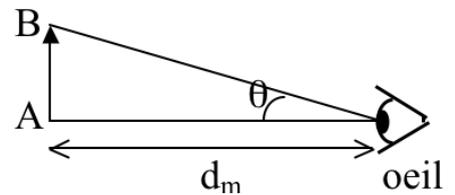
1.2.2. $G_c = |\gamma_1| \cdot G_{c2} = 10 \times 10 = 100$

1.3

$P_i = \sphericalangle / AB$

$\sphericalangle \approx \tan \sphericalangle = AB / d_m$ d'où $AB = \sphericalangle \cdot d_m$

$P_i = \sphericalangle / (\sphericalangle \cdot d_m) = G_c / d_m = 100 / 0,25 = 400 \text{ }^\circ\text{m}$



1.4.

$\sphericalangle = P_i \cdot AB = 400 \times 0,5 \cdot 10^{-6} = 2 \cdot 10^{-4} \text{ rad} = 2 \cdot 10^{-4} \times 180 \times 60 / \square = 0,69' < 1'$

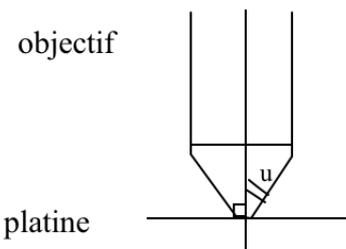
L'œil ne peut donc pas séparer les points constituant le streptocoque.

1.5

1.5.1 $AB_{\min} = (0,6 \cdot \lambda) / (n \cdot \sin u) = (0,6 \times 580 \cdot 10^{-9}) / (1,515 \times \sin 60) = 2,7 \cdot 10^{-7} \text{ m}$

L'angle d'ouverture est l'angle maximum entre la normale à la platine et la monture de l'objectif.

Ouverture numérique = $n \cdot \sin u$



1.5.2.- immersion dans l'huile plutôt qu'à sec : n grand \Rightarrow AB petit , LS petite , PS grand

- choix de l'objectif $\times 100$ plutôt que $\times 10$: $\gamma_1 = \otimes / f_1$ grand \Rightarrow f_1 petit

\Rightarrow on rapproche l'objectif de l'objet.

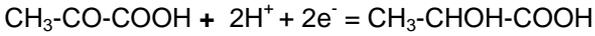
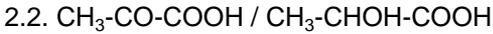
\Rightarrow u grand \Rightarrow AB petit , LS petite , PS grand

- une lumière ultraviolette plutôt qu'une lumière jaune de longueur d'onde 580 nm:

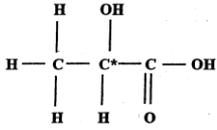
$\lambda_{uv} < 400 \text{ nm}$: λ petit \Rightarrow AB petit , LS petit , PS grand

2. Production d'acide lactique dans les muscles (7 points)

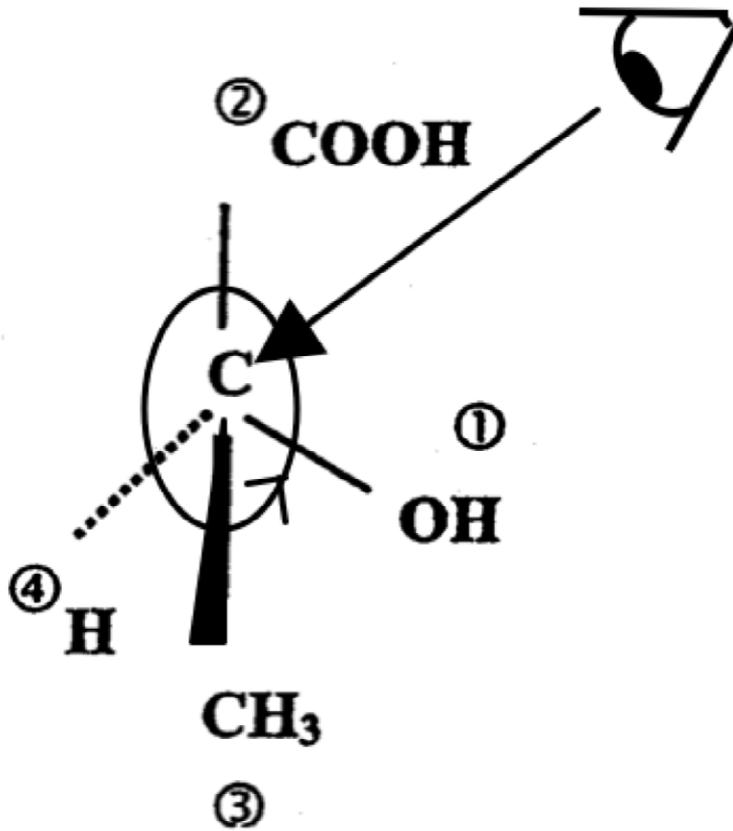
2.1. La réduction est stéréospécifique car la réduction de l'acide pyruvique donne uniquement l'énantiomère S de l'acide lactique.



2.3. acide lactique : acide 2-hydroxypropanoïque



2.5.



Règles CIP: Classement des substituants par Z décroissant :

-OH	-COOH	-CH ₃	-H
①	②	③	④

On regarde dans le sens C → N° ④

Ordre N° ①, ② et ③ = sens inverse des aiguilles d'une montre : S

2.6.

2.6.1. On utilise des fenêtres en NaCl car il n'absorbe pas dans l'IR.

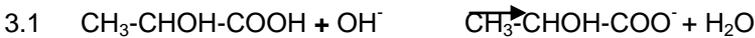
L'eau n'est pas un solvant adapté car elle absorbe dans l'IR.

2.6.2. $T (\%) = \text{transmittance}$ $T = I / I_0$
 $\hat{\nu} (\text{cm}^{-1}) = \text{nombre d'onde}$ $\hat{\nu} = 1 / \lambda$

spectre A = acide lactique

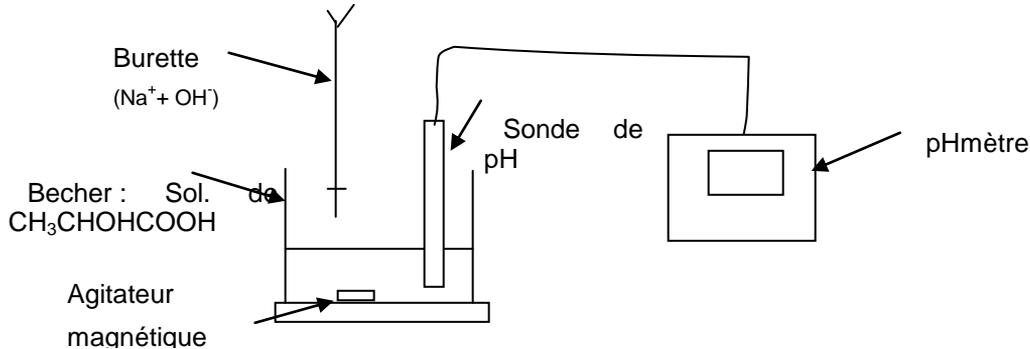
Fonction acide: C-O: 1100 cm⁻¹
 C=O: 1750 cm⁻¹
 Fonction alcool: O-H : 3600 cm⁻¹

3. État de conservation d'un lait (6 points)



3.2

3.2.1 Schéma du montage utilisé pour doser l'acidité du lait:



3.2.2. Sur l'annexe 2 au point d'équivalence on lit les coordonnées du point équivalent :

$\text{pH} = 7,8 \pm 0,2$ et $V_{\text{be}} = 11,3\text{mL} \pm 0,1 \text{ mL}$

3.2.3. α -naphtholphtaléine dont la zone de virage comprend le point équivalent.

3.2.4 L'équivalence acidobasique est le moment du dosage où les réactifs sont mélangés dans les proportions stœchiométriques.

3.2.5. À l'équivalence, la réaction étant totale:

$C_a = C_b \cdot V_{\text{be}} / V_a = 5 \cdot 10^{-2} \times 11,3 \cdot 10^{-3} / 20 \cdot 10^{-3} = 2,8 \cdot 10^{-2} \text{ mol/L}$

3.2.6 La dilution du lait permet de mieux apprécier le virage de l'indicateur; cela ne modifie pas la valeur du volume équivalent V_{be} car la dilution ne fait pas varier les quantités de matière.

3.3. On détermine le pK_a à la demi équivalence $V_{\text{be}}/2$: $\text{pH} = \text{pK}_a = 4,0$

$K = [\text{CH}_3\text{-CHOH-COO}^-] / ([\text{CH}_3\text{-CHOH-COOH}] \cdot [\text{OH}^-]) = K_a / ([\text{H}_3\text{O}^+] \cdot [\text{OH}^-]) = K_a / K_e$

$K = 10^{-4} / 10^{-14} = 10^{+10}$ la réaction de dosage est totale

3.4 $C_a > 2,4 \cdot 10^{-2} \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ d'acide lactique, le lait dosé a été mal conservé.

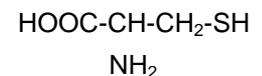
Biochimie-Biologie 2004

BIOCHIMIE (50 pts)

1. L'ovalbumine (6 pts)

1.1. Cystéine, méthionine.

Formule de la cystéine :



1.2. Stabilisation des structures spatiales, tertiaire et quaternaire (association de monomères)

2. Extraction des protéines du blanc d'œuf (12 pts)

2.1. Analyse des courbes : solubilisation (salting in) et relargage (salting out) en fonction de la force ionique. Il est possible de récupérer la protéine 1 dans le précipité, à force ionique élevée : fractionnement par précipitation différentielle.

2.2. Dénaturation : désorganisation de la structure spatiale, par rupture des liaisons faibles (liaisons hydrogène, ioniques...) et des ponts disulfure.

Conséquences : perte des activités biologiques (enzymatiques, antigéniques, toxiques...), modification des propriétés physiques (solubilité...), chimiques (masquage ou démasquage de certains groupements...)

2.3. Réactions catalysées :

Glucose oxydase : glucose + O₂ + H₂O → acide gluconique + H₂O₂

Catalase : H₂O₂ → H₂O + 1/2 O₂

(donner les formules linéaires ou cycliques du glucose et de l'acide gluconique)

Autre méthode de désucrage : fermentation par des microorganismes.

3. Contrôle de pureté et d'activité d'une protéine (12 pts)

3.1. Localisation du lysozyme sur le schéma : bande localisée à gauche du dépôt.

Justification : à pH 9,2, le lysozyme (pHi = 10,5) est chargé positivement : il migre donc vers la cathode (borne négative).

La purification est incomplète puisqu'il apparaît une deuxième bande (deuxième protéine) de pHi différent.

3.2. $\Delta A = 0,780$ en 2 minutes

$\Delta A/\Delta t$ en unités d'absorbance par minute

$\Delta A/(0,001 \times \Delta t)$ en unités de lysozyme

Ve = volume d'extrait

$\Delta A/(0,001 \times \Delta t \times Ve)$ en unités de lysozyme par mL d'extrait

Cat C = $0,780 \times 1000 / (0,001 \times 2 \times 0,1) = 3,9 \cdot 10^6$ U/L

Activité spécifique : Cat C / concentration massique volumique

AS = $3,9 \cdot 10^6 / 0,8 = 4,87 \cdot 10^6$ U/g

4. Les lipides du jaune d'œuf (11 points)

4.1. VLDL, LDL, HDL ou bien lipovittéline et lipovittéline

4.2.

1 : cholestérol libre

2 : phospholipides

3 : protéines

4 : triglycérides

5 : cholestérol estérifié

Pour 1,2,3 groupements hydrophiles tournés vers l'extérieur, hydrophobes vers l'intérieur.

Pour 4 et 5, molécules fortement hydrophobes.

4.3. Formule d'une lécithine :

- Glycérol – acide gras
- acide gras (liaisons ester)
- acide phosphorique - choline

Pouvoir émulsifiant : dû à l'amphiphilie de la molécule (chaînes d'acides gras fortement hydrophobes, choline et acide phosphorique hydrophiles) qui permet de stabiliser l'interface huile/eau.

5. Dosage du cholestérol (9 pts)

5.1. Relation littérale : dans la cuve $C_{\text{lutidine}} = \Delta A / \epsilon \cdot l \cdot C_{\text{cholestérol}}$

dans la solution $C_{\text{cholestérol}} = (\Delta A \times Vr) / (\epsilon \cdot l \times Ve)$

$C_{\text{cholestérol}}$ = concentration molaire volumique , Vr = volume réactionnel,
Ve = volume de solution à doser

5.2. Calcul de la concentration massique volumique $C_{\text{cholestérol}}$:

$C_{\text{cholestérol}} = (0,185 \times 2,72 \times 386,6) / (7400 \times 1 \times 0,2) = 0,131$ g/L

5.3. Quantité de cholestérol dans la poudre de jaune d'œuf :

$C_{\text{cholestérol}} \times U$ avec U le volume total de solution soit $0,131 \times 50 \cdot 10^{-3} = 6,6 \cdot 10^{-3}$ g

En pourcentage pondéral : $(6,6 \cdot 10^{-3} \text{ g de cholestérol} / 1 \text{ g de poudre}) \times 100 = 0,65 \%$

MICROBIOLOGIE (43 points)

1 La microflore de l'œuf (11 pts)

1.1. Localisation à la surface de la coquille par contamination au passage du cloaque de l'animal et par contact avec l'environnement de l'œuf après la ponte (origine fécale et environnementale).

Parfois localisation interne lorsque l'animal est malade ou porteur sain.

La pénétration des bactéries dans l'œuf est favorisée par l'humidité et par la présence de fêlures de la coquille.

1.2.1 Le constituant principal de la paroi d'une bactérie Gram + est le peptidoglycane .

Le schéma de la structure du peptidoglycane doit montrer l'aspect de filet obtenu par d'une part les chaînes glucidiques faites de l'enchaînement répété de N acétylglucosamine (AG) et d'acide N acétylmuramique (AM) et d'autre part par les tétrapeptides fixés sur AM ainsi que les liaisons intertétrapeptides.

1.2.2 Sur le schéma précédent le site d'hydrolyse du lysozyme est indiqué sur une chaîne glucidique entre AM et AG. L'hydrolyse des liaisons du peptidoglycane entraîne la rupture de la paroi chez les Gram +, les bactéries sans paroi sont alors très fragiles car très sensibles aux chocs osmotiques.

2 La lutte contre les biocontaminations (16 pts)

2.1 Résultats expérimentaux annexe 3

2.1.1. Tracé de la courbe. Après avoir calculé les valeurs de Log de N, les avoir indiquées dans un tableau avec les temps correspondant et avoir choisi une échelle judicieuse, la courbe est tracée en indiquant précisément titre et coordonnées.

2.1.2. Le temps (durée) de réduction décimale : c'est le temps de traitement à une température donnée (ici 60°C) qui permet de diminuer le nombre de microorganismes vivants d'une puissance de 10.

La détermination graphique mesure un $D_{60^\circ\text{C}}$ égal à 3 minutes.

2.1.3 La réduction de 10^3 cellules/g à 10^2 cellules/g (soit une réduction décimale) nécessite le temps (durée) $D_{60^\circ\text{C}}$, il faut donc 3 minutes de traitement à 60°C pour obtenir ce résultat et non pas 30 s à 60°C ; la durée du traitement est insuffisante. La solution serait d'augmenter la température ou d'augmenter la durée du traitement dans des limites compatibles avec la thermosensibilité du produit.

2.2 Bactéries sporulées

2.2.1. Bactéries parmi les genres *Bacillus* et *Clostridium*

2.2.2. La forte thermorésistance de la spore est liée à son état très déshydraté et à la présence du cortex (enveloppe sporale) riche en dipicolinate de calcium.

2.3 Exemples de désinfectants et leur mode d'action:

- dérivés chlorés (hypochlorite de sodium) actifs par oxydation,
- ammoniums quaternaires actifs par altération des membranes plasmiques,
- alcools à 70% actifs par dénaturation des protéines.

L'efficacité de la désinfection peut-être contrôlée par gélose contact (mesure de la quantité de microorganismes capables de se développer sur un milieu de culture) ou par ATPmétrie (mesure de la quantité d'ATP présent ce qui reflète la quantité de microorganismes vivants).

3 Les Salmonella (16 pts)

3.1. Les *Salmonella* peuvent être retrouvées dans les œufs lorsque l'animal est contaminé (présence de la bactérie au niveau des ovules) et par souillure fécale (pénétration par les pores de la coquille).

3.2. Une ingestion d'œufs contaminés par des *Salmonella* entraîne des troubles digestifs se traduisant par des diarrhées et des vomissements.

3.3. La bactérie résiste à l'acidité gastrique et passe la barrière stomacale. Au niveau de l'intestin, elle adhère à la muqueuse intestinale et se multiplie; sa forte multiplication et la libération de son endotoxine lors de sa lyse entraîne les troubles observés.

3.4.1. L'antigène Vi se situe au niveau de l'enveloppe (microcapsule) ; l'antigène O au niveau de la paroi (membrane externe) et l'antigène H au niveau des flagelles.

3.4.2. Le LPS est composé du lipide A et du polysaccharide (polyoside). Ce sont les chaînes du polysaccharide qui portent la spécificité antigénique.

Les caractéristiques physico-chimiques du LPS sont la résistance à la chaleur (thermostable) et à l'alcool. Les caractéristiques physiopathologiques sont :

- pyrogène (donne de la fièvre),

- toxique (toxicité identique d'un LPS à l'autre), c'est-à-dire responsable du choc « endotoxinique » (trouble de la coagulation, chute de la pression artérielle),
- faible pouvoir antigénique.

TOXICOLOGIE (7 pts)

1. Ovomucoïde

1.1. Dans la première partie de l'expérience, la gélatine est liquéfiée par la trypsine. La trypsine est donc une enzyme protéolytique capable de catalyser l'hydrolyse de la gélatine qui est une protéine. Dans la 2^{ème} partie de l'expérience, la gélatine n'est pas hydrolysée par la trypsine en présence de blanc d'œuf cru, ce résultat met en évidence la présence, dans le blanc d'œuf cru, d'une activité antitrypsique : celle-ci est associée à une protéine du blanc d'œuf : l'ovomucoïde.

1.2. Par son activité antitrypsine, l'ovomucoïde diminue la digestibilité des protéines, on le qualifie d'antinutriments.

1.3. Exemples : anti-vitamines (avidine = antibiotine), antiminéralisants (acide oxalique)

2. Antibiothérapie

2.1 La LMR est la concentration maximale d'un résidu autorisée légalement dans ou sur un produit alimentaire (masse/masse).

2.2 Le résultat de l'analyse étant supérieur au seuil de détection de la méthode l'analyse est validée ; le résultat étant inférieur à la limite maximale en résidu les œufs sont commercialisables.

Sciences appliquées 2004

PREMIÈRE PARTIE : SCIENCES DES ALIMENTS

1. Étude de quelques ingrédients (36 points)

1.1.1. jus de fruits = Jus obtenus par des procédés mécaniques à partir de fruits fermentescibles mais non fermentés. Les jus possèdent la couleur, l'arôme et le goût caractéristiques des jus de fruits dont ils proviennent.

Emploi du qualificatif "pur" : Il est réservé aux jus de fruits ou purée de fruits qui n'ont été obtenus ni avec concentration, ni à partir de matières premières concentrées et qui n'ont subi aucune adjonction pas même de sucre.

Ils peuvent être surgelés, pasteurisés ou frais (dans ce dernier cas leur DLC est très limitée)

Avantages des produits concentrés

- Meilleure conservation
- Encombrement réduit à la fois pour le transport et le stockage
- Coût plus faible car les produits sont achetés au moment où les prix sont les plus bas.

1.1.2.1. La maturation des fruits entraîne :

- Une augmentation de la teneur en sucres
- Une diminution de la quantité d'acides
- L'apparition de substances aromatiques (esters, alcools, aldéhydes, terpènes, cétones...)
- Une modification de la couleur par apparition de pigments caroténoïdes et anthocyaniques
- Un attendrissement de la texture grâce aux pectinases
- Une synthèse de vitamine C.

1.1.2.2. On appelle "brunissement enzymatique" la transformation, enzymatique dans ses premières étapes, de composés phénoliques en polymères colorés, le plus souvent bruns ou noirs. Les étapes de cette transformation sont les suivantes :

phénols incolores -----> o-diphénols incolores -----> o-quinones rouges -----> polymères colorés
hydroxylation enzymatique oxydation enzymatique oxydation non enzymatique

Il n'y a pratiquement pas de réactions de brunissement tant que le tissu reste sain et intact car les enzymes et les substrats sont localisés dans des compartiments cellulaires différents. Une manutention brutale entraîne l'écrasement de portions du tissu végétal et la mise en contact des enzymes et de leurs substrats favorisant ainsi le brunissement enzymatique.

1.1.3.1. La pomme présente un accroissement temporaire de l'activité respiratoire appelé "pic climactérique" qui coïncide avec les principales modifications de couleur, de texture et de saveurs caractérisant la maturation. Il apparaît soit sur la plante, soit lors de la maturation après récolte; il ne dépend pas des conditions ambiantes mais est dû à des réactions endogènes encore mal connues. Le pic climactérique et donc la présence d'O₂ est indispensable pour que la maturation se produise. Les fruits qui présentent le plus nettement le pic climactérique sont ceux que l'on récolte le plus souvent avant maturité.

Il est possible de les garder longtemps en empêchant l'initiation du phénomène climactérique. Il faut pour cela les conserver à basse température (0 à 4°C), pour ralentir l'activité enzymatique, sous basse pression de dioxygène (3%) et en présence de dioxyde de carbone (5%) agent inhibiteur des moisissures

1.1.3.2. Les composés que l'on souhaite garder et protéger contre les altérations sont en général les suivants:

- substances aromatiques (esters, aldéhydes, éthanols)
- sucres
- pigments (caroténoïdes, flavonoïdes)
- vitamines (hydrosolubles et β carotène)
- pectines dans le cas de jus trouble

1.1.3.3. Le pressage à chaud présente divers avantages :

- augmentation du rendement (par dégradation des parois cellulaires),
- réduction de la charge microbienne,
- coagulation de substances protéiques qui autrement précipiteraient lors de la pasteurisation.
- Extraction des pigments contenus dans la peau.

Ses inconvénients sont :

- le risque d'extraction des tanins (molécules astringentes)
- l'apparition d'un goût de « cuit »,
- pertes de vitamines et de molécules aromatiques.

1.1.3.4. L'utilisation d'un vide partiel permet d'utiliser une température plus basse (< à 100°C) ce qui réduit les risques d'altérer les molécules thermolabiles et l'absence de dioxygène permet de réduire le risque d'oxydation.

1.1.3.5. Un hydrocolloïde est une substance capable de réaliser de nombreuses interactions avec les molécules d'eau environnantes. Elles transforment ainsi une partie de l'eau libre en eau liée (baisse de l'Aw) et le milieu acquiert une certaine viscosité.

Les pectines par leurs propriétés viscosantes permettent le maintien des particules en suspension, le jus reste trouble.

Auxiliaire technologique : il se distingue de l'additif car il s'agit de "toute substance non consommée comme ingrédient alimentaire en soi, volontairement utilisée dans la transformation des matières premières, de denrées alimentaires ou de leurs ingrédients, pour répondre à un certain objectif technologique pendant le traitement ou la transformation. Il peut avoir pour résultat la présence non intentionnelle de résidus techniquement inévitables de cette substance ou de ses dérivées dans le produit fini, à condition que ces résidus ne présentent pas de risque sanitaire et n'aient pas d'effets technologiques sur le produit fini".

1.1.4.1

- eau d'adduction publique (eau fournie au robinet)
- eau utilisée dans les industries alimentaires
- glace alimentaire d'origine hydrique
- eau potable préemballée (avec adjonction de CO₂ ou non)
- eau de source préemballée

1.1.4.2. eaux minérales naturelles. Ces eaux possèdent un intérêt médical et ne sont pas forcément propres à la consommation de tous les individus. De plus elles peuvent être trop minéralisées ce qui peut entraîner une gêne pour la fabrication du produit

1.2.1. Le lait est une émulsion constituée d'une phase aqueuse dispersante, le lactosérum (protéines solubles, lactose, calcium...) et d'une phase particulaire dispersée faite de micelles de caséine et de globules gras.

Les micelles de caséine sont formées de l'association de sous-micelles ; une sous micelle est un assemblage de protéines : caséines α, β, κ ; ces molécules de caséine se disposent de manière à créer deux aires distinctes à la surface de la sous-micelle : une aire rassemblant des caséines κ très hydrophiles, une aire exposant les groupements phosphoséryls des caséines α et β . Pour former la micelle, les sous-micelles s'agglomèrent de façon à n'exposer au contact du lactosérum que les aires de caséine κ .

1.2.2. Un lait écrémé doit contenir une quantité de lipides $< 0,1 \%$.

1.2.3. Précipité de caséines : Un jus de fruit est très acide ($\text{pH} < 4$). Lorsqu'on ajoute le jus de fruit au lait, on amène le pH à la valeur du pH_i des caséines (4,6), les micelles de caséine ne se repoussent plus, elles s'agglomèrent et précipitent.

1.2.4. La liste pondérale est la liste exhaustive de tous les ingrédients par ordre de pourcentage décroissant. L'eau est donc l'ingrédient principal.

1.2.5. On remarque que le pH a été maintenu à 5,8 et donc à une valeur très supérieure au pH_i des caséines ; de plus l'emploi de pectines, agent stabilisant, permet d'éviter la précipitation (en augmentant la viscosité du milieu, elles diminuent la probabilité de rencontre des caséines).

2. Procédé de fabrication et qualité du produit (14 points)

2.1.1. La pectine est industriellement extraite à partir de l'écorce d'agrumes ou du marc de jus de pommes.

2.1.2. La pectine permet de réaliser un jus épais (rôle d'épaississant) en maintenant la pulpe en suspension. D'autres hydrocolloïdes comme les amidons modifiés, les carraghénanes, la graine de caroube ou de guar pourraient jouer le même rôle.

2.1.3. Le gel des confitures est réalisé par un mélange équilibré de pectines, d'acides et de sucre. A pH acide et en présence de sucre les chaînes pectiques se rapprochent les unes des autres, se lient par des liaisons hydrogène jusqu'à former un réseau tridimensionnel qui piège la phase aqueuse du produit et entraîne sa gélification.

2.2. Emballage opaque (pas de risque de photosensibilisation), étanche, imperméable aux gaz (pas d'oxydation par l'oxygène de l'air).

2.3.1. Étiquetage nutritionnel : informations concernant l'apport énergétique et la teneur en macronutriments et, ici en vitamine C, pour 100 g ou 100 mL de produit.

Allégation nutritionnelle : mention inscrite sur l'emballage affirmant qu'un produit possède des caractéristiques particulières liées à son origine, sa composition, ses propriétés nutritionnelles ou sa fabrication.

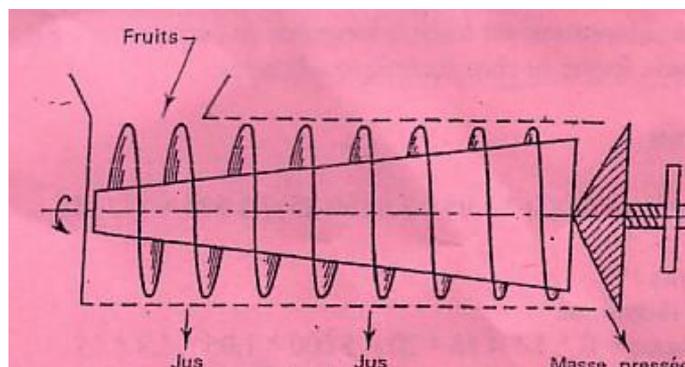
2.3.2. La dénomination du produit étudié affirme que la teneur en vitamine C est garantie : ceci est une allégation nutritionnelle, l'étiquetage est donc obligatoire.

2.4. Dosage de la vitamine C naturellement présente puis ajout correctif (à préciser sur l'étiquette).

DEUXIÈME PARTIE : GÉNIE INDUSTRIEL

1.Extraction par pression de différents jus (8 points).

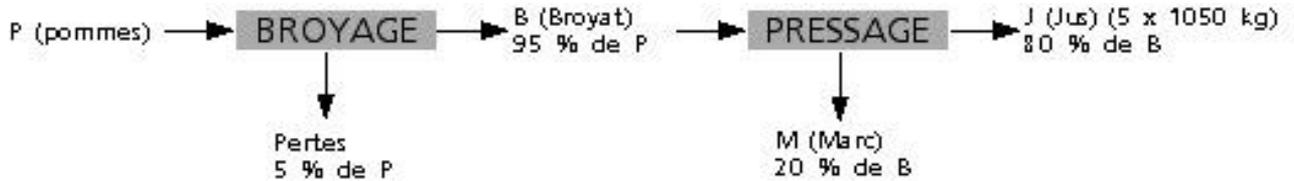
1.1. Schéma d'une presse continue à vis



La vis sert à pousser les fruits, à les broyer et à exercer une pression

Autre exemple : la presse à plateaux

1.2. Bilans



$B = J/0.8$ soit $B = 5 \cdot 1050 / 0.8 = 6562.5 \text{ kg}$
 $P = B/0.95$ soit $P = 6562.5 / 0.95 = 6907.9 \text{ kg}$
 $M = B - J$ soit $M = 6562.5 - 5250 = 1312.5 \text{ kg}$

Ou

$J = P \cdot 0.95 \cdot 0.80$ donc $P = (5000 \cdot 1.05) / (0.95 \cdot 0.8) = 6908 \text{ Kg}$ de pommes triées et lavées.
 La masse de marc = $0.2 \cdot (0.95 \cdot P) = 0.2 \cdot (0.95 \cdot 6908) = 1312 \text{ Kg}$

2. Filtration (20 points)

2.1. L'adjuvant de filtration est une poudre poreuse permettant d'éviter un colmatage précoce. On le mélange à la solution à filtrer.

Modalités d'utilisation : 1) ajout dans la solution à traiter, 2) création du gâteau médium, 3) filtration, 4) rinçage.

Le Kieselguhr (carapace de diatomées) est un adjuvant de filtration couramment employé

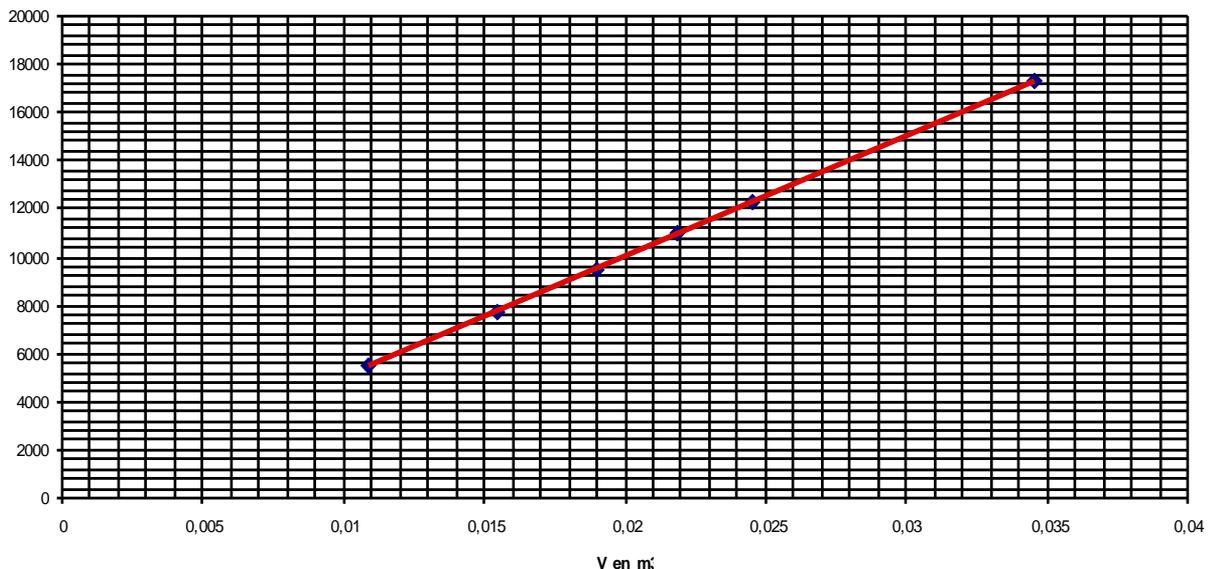
2.2. Un cycle de filtration comprend principalement : le bâtissage, la filtration et le débâtissage

2.3. Il faut tracer la droite de Ruth : $t/V = f(V)$. Une conversion du volume en m^3 et du temps en seconde facilite l'exploitation des données :

Durée de filtration en min	Temps de filtration en s	V en L	Volume recueilli en m^3	t/V en s/m^3
1	60	10,9	0.0109	5505
2	120	15,5	0.0155	7752
3	180	19	0.019	9474
4	240	21,9	0.0219	10959
5	300	24,5	0.0245	12245
10	600	34,6	0.0346	17341

$t/V = f(V)$

$y = 5,003\text{E}+05x + 5,193\text{E}+00$



On obtient une droite qui passe par l'origine, la résistance du support est donc négligeable et on peut utiliser le modèle mathématique fourni. La pente est de 5.10^5

On en déduit d'après le modèle mathématique

$$Fk = 2 \cdot \text{pente} \cdot A'' \quad Fk = 2 \cdot 5 \cdot 10^5 \cdot 1'' = 1 \cdot 10^6 \text{ s} \cdot \text{m}^{-2}$$

2.4. Surface de filtration : $A = \sqrt{\frac{Fk \cdot V^2}{2 \cdot t}}$

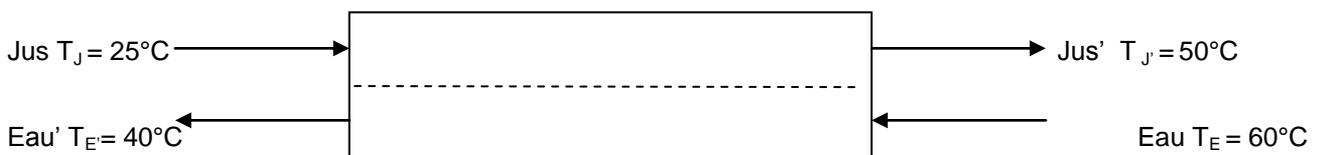
2.5. AN: $A = \sqrt{\frac{10^6 \cdot 1^2}{2 \cdot 15 \cdot 60}} = 23.6 \text{ m}^2$

On en déduit le nombre de toiles nécessaire $n = 23.6 / (1.25 \cdot 1.6) = 11.78$ soit 12 toiles filtrantes.

3. Préchauffage d'un jus avant clarification (14 points)

3.1. L'intérêt principal d'un fonctionnement à contre courant est de maintenir un gradient de température entre le fluide caloporteur et le produit sur toute la longueur de l'échangeur. Le transfert de chaleur est donc plus efficace. Il permet aussi d'éviter un choc thermique à l'entrée de l'échangeur.

3.2. Débit d'eau



$$\Phi = J \cdot C_{pJ} \cdot (T_{J'} - T_J)$$

AN: $\Phi = 5 \cdot 1050 \cdot 3.9 \cdot (50 - 25) = 511\,878 \text{ kJ/h} = 511\,878 / 3600 = 142 \text{ kJ/s} = 142 \text{ kW}$

3.3. $E \cdot C_{pE} \cdot (T_{E'} - T_E) = J \cdot C_{pJ} \cdot (T_{J'} - T_J)$. AN: $E = \frac{5250 \cdot 3.9 \cdot 25}{4.18 \cdot 20} = 6123 \text{ kg/h}$ soit 6123 L/h

3.4. Surface totale de l'échangeur

$$\Phi = U \cdot A \cdot \Delta T_m \quad \text{Avec } \Delta T_m = \frac{15 - 10}{\ln \frac{15}{10}} = 12.3 \text{ K} \quad A = \frac{\Phi}{U \cdot \Delta T_m}$$

AN: $A = \frac{142}{2.5 \cdot 12.3} = 4.6 \text{ m}^2$

4. Techniques membranaires

4.1. Tableau comparatif

	Microfiltration tangentielle	Ultrafiltration	Osmose inverse
Type de séparation	SOLIDE / LIQUIDE	LIQUIDE / LIQUIDE	LIQUIDE / LIQUIDE
Porosité	Jusque 100 nm	Jusque 1 nm	Inférieur à 0.1 nm
Molécules concernées	Particules en suspension	Macromolécules	Solutés
Pression	0,1 à 2 Bars	1 à 10 Bars	40 à 60 Bars
Exemple	Filtration stérilisante	Ultrafiltration du lait	Concentration du lactosérum

4.2.

Les masses volumiques sont identiques et seule l'eau traverse la membrane.

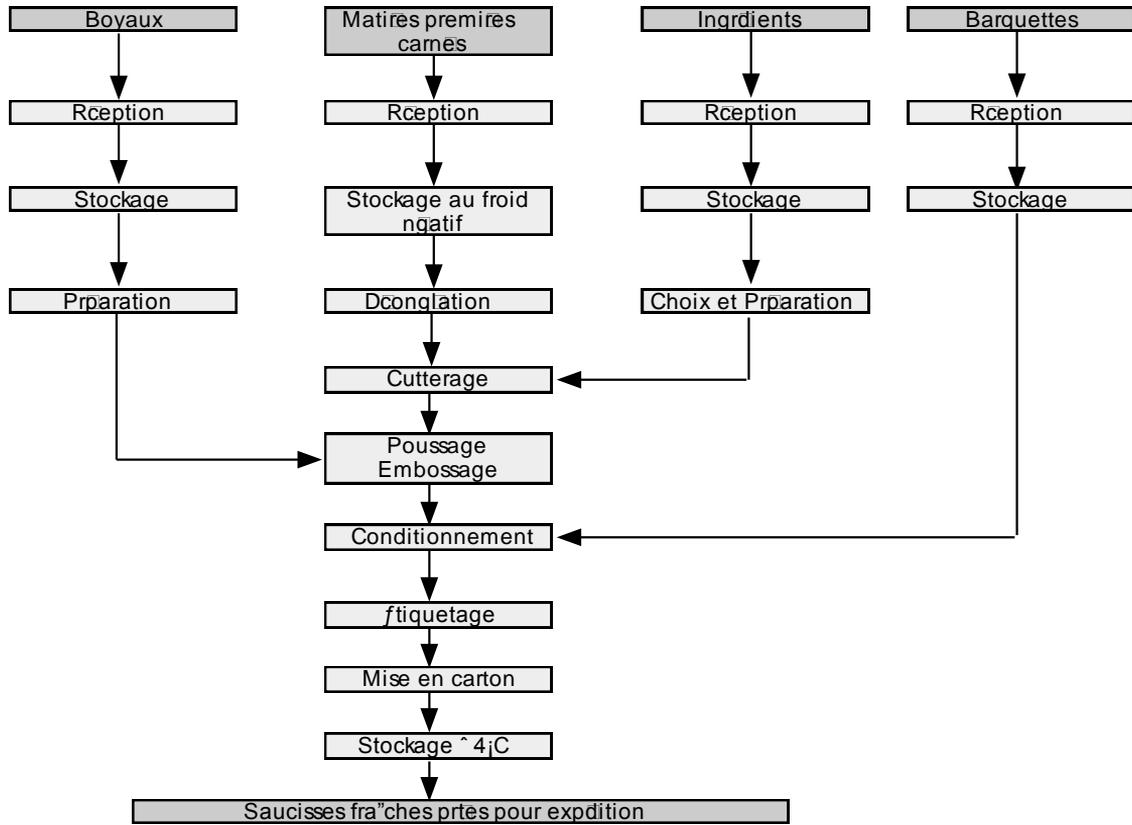
Le facteur de concentration est de $45/15 = 3$

Donc on obtient 3 fois moins de produit, c'est à dire 400L.

Étude de cas 2004

1- Fabrication des saucisses (36 points)

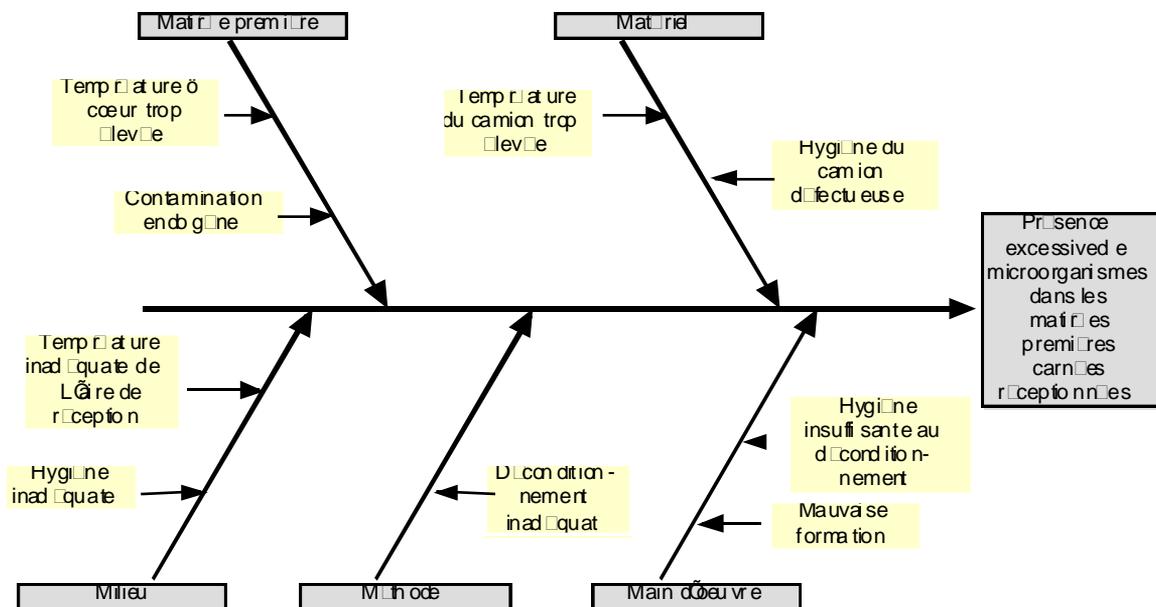
1-1- Diagramme de fabrication



1-2- Réception des matières premières carnées surgelées

1-2-1-

Diagramme d'Ishikawa



1-2-2- Éléments à faire figurer sur l'instruction de travail

Présence d'un cartouche avec : Nom de la société, type et titre du document, référence, version, date, pagination, noms et visas des rédacteurs, vérificateur et approbateur.

Contenu de l'instruction : pour ne rien oublier, on peut utiliser la méthode QQQQCCP

- Qui : le réceptionniste
- Quand : à chaque réception de matière première avant et après déchargement
- Où : dans le camion et dans la salle de réception
- Quoi : matière premières surgelées
- Comment :
 - o À vérifier avant déchargement :
 - Température du camion
 - Hygiène du camion
 - Aspect visuel des emballages
 - Présence de l'estampille sanitaire
 - Présence du certificat de police sanitaire d'accompagnement pour les viandes provenant d'Italie
 - Date de surgélation
 - o Après déchargement :
 - Vérifier l'adéquation par rapport au bon de livraison (quantité et nature viande)
 - Vérifier l'aspect de la viande, mettre en bac et éliminer les emballages
 - Vérifier la température à cœur de la viande
 - Appeler le technicien de laboratoire qui devra effectuer un prélèvement pour que soient réalisées des analyses bactériologiques
 - Étiqueter les bacs inox (n° lot, date, nature du produit, quantité)
 - Vérifier la température de la chambre froide et la remplir
 - Remplir la fiche d'enregistrement
- Pourquoi : avoir des matières premières conformes dans l'entreprise.

1-2-3- Fiche d'enregistrement : réception des matières premières carnées :

Présence du cartouche de l'entreprise

Identification livraison :	
- N° lot :	
- Entreprise :	
- Date :	
- Provenance : France <input type="checkbox"/>	Italie <input type="checkbox"/>
Avant déchargement	
Température du camion :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Hygiène du camion :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Emballage des lots :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Présence de l'estampille sanitaire (si viande venant de France) :	oui <input type="checkbox"/> non <input type="checkbox"/>
Présence du certificat de police sanitaire (si viande venant d'Italie) :	oui <input type="checkbox"/> non <input type="checkbox"/>
Décision de déchargement : oui <input type="checkbox"/> non <input type="checkbox"/>	
Après déchargement	
Quantité livrée :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Nature de la viande : :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Température à cœur du produit :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>
Température de la chambre froide : :	C <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/>

Acceptation : oui non

Réceptionniste

Livreur

Nom :

visa :

1-2-4- Principales rubriques d'une fiche d'anomalies

- Identification :
 - Date et heure
 - Nom et adresse de l'établissement fournisseur
 - Provenance
 - Nature des matières premières concernées et N° de lot
- Anomalies constatées :
 - Description
 - Commentaires
- Décision prise :
 - Produit accepté
 - Produit non accepté
- Nom et visa du réceptionniste
- Nom et visa du livreur
- Suivi de la non conformité
 - Contact avec le fournisseur
 - Commentaires

2- Certification ISO 9001 ((20 points)

2-1- Processus de fabrication des saucisses fraîches

Processus entrée : achats et réception des matières premières, ingrédients et emballages

Processus sortie : vente et expédition des saucisses

Documents : cahier des charges, modes opératoires, fiche de fabrication, enregistrement

Ressources : machines de l'atelier de fabrication, personnel formé

Indicateur : quantité produite, proportion de non conforme, nombre de pannes

2-2- Autres concepts de la norme

Amélioration continue, satisfaction client, simplification de la structure documentaire, Gestion des compétences

2-3-

Procédure : document décrivant de manière spécifiée comment réaliser une activité

3 procédures parmi les 6 procédures importantes exigées par la norme ISO 9001

- Maîtrise de la documentation
- Maîtrise des enregistrements qualité
- Maîtrise du produit non conforme
- Audit interne
- Action corrective
- Action préventive.

3- Suivi de la qualité (24 points)

3-1- « Indicateur qualité »

= grandeur mesurée, à intervalles réguliers, représentative de l'efficacité du système qualité ou d'une partie de ce système.

Critères de choix : mesurable et pertinent par rapport aux objectifs

- Grandeur fortement corrélée à la qualité
- Grandeur bien définie, restant définie sur des bases inchangées et sur une longue période
- Grandeur facilement mesurable (temps, coût)
- Grandeur facilement interprétable par tout le personnel
- Est-on capable de traduire l'évolution en action ?

3-2- Analyse des courbes :

- Analyse de la courbe de satisfaction des clients :

La courbe montre une satisfaction cliente croissante de 1996 à 2002 et une relative stagnation durant l'année 2003. Le but visé de 98% n'est pas atteint.

- Analyse de la courbe des coûts de la non qualité :

La courbe montre une diminution importante de 1996 à 2002, suivie en 2003 d'une augmentation. Cet indicateur montre qu'il faut remettre en cause les actions de l'année 2003 afin de permettre une nouvelle diminution de ces coûts de la non qualité.

- Conclusion :

Amélioration continue de la qualité pendant la période allant de 1996 à 2002 sans toutefois atteindre le but visé pour la satisfaction client. Par contre en 2003, l'augmentation des coûts de la qualité a eu peu d'incidence sur la satisfaction des clients, sans pour autant avoir eu une incidence sur la satisfaction client. Il est possible que les non conformités aient été plus nombreuses (d'où l'augmentation des coûts) mais éliminées avant remise au client (donc pas de diminution de la satisfaction client).

3-3-

3-3-1- Les 2 catégories de coûts :

- Coût des défaillances (malfaçons) internes
- Coût des défaillances (malfaçons) externes

Coût des défaillances externes (DE) : frais directs ou indirects dus à des non conformités découvertes après le transfert du produit chez le client.

Coût des défaillances internes (DI) : frais directs ou indirects engendrés par des non conformités découvertes avant que le produit n'ait quitté l'entreprise.

Retard de production	DI
Retard de livraison	DE
Réétiquetage avant expédition	DI
Destruction de saucisses non conformes	DI
Destruction de matières premières carnées	DI
Retours clients	DE
Dédommagement de clients non satisfaits	DE
Reprise d'opérations	DI
Reprise de fabrication	DI
Enlèvement supplémentaire des déchets	DI

3-3-2- Tableau :

ITEM	Somme dépensée - €	%	% cumulé
A : Remplacement de la chambre froide	13 000	65 %	65 %
B : Destruction de saucisses non conformes	40 000	20 %	85 %

C : Enlèvement supplémentaire des déchets	1000	5 %	90 %
D : Destruction de matières premières carnées	500	2,5 %	92,5 %
E : Réétiquetage avant expédition	500	2,5 %	95 %
F : Retours clients	400	2 %	97 %
G : Retard de livraison	200	1 %	98 %
H : Dédommagement de clients non satisfaits	200	1 %	99 %
I : Retard de production	200	1 %	100 %
	20 000	100%	

Courbe : deux axes des ordonnées, la droite des 80 %, un titre avec origine des données

Analyse

On constate que 80 % a des reprises de fabrication à la suite d'erreurs et à des destructions de produits finis (probablement liés à des erreurs).

Ce sont essentiellement des coûts dus à des défaillances internes et peu à des défaillances externes, ce qui permet de comprendre qu'il n'y ait pas eu d'altération de la satisfaction du client.

Actions à envisager

1- Remédier aux défaillances externes, car même si elles engendrent relativement de faibles dépenses, elles peuvent altérer la satisfaction du client, donner une mauvaise image de l'entreprise et avoir de graves conséquences sur l'entreprise.

2- Pour les défaillances internes mises en avant par le Pareto : vérifier les modes opératoires, revoir l'adéquation des fiches de postes et la compétence du personnel, si nécessaire identifier les besoins en formation.

Corrigés sujets 2005

Mathématiques 2005

Exercice 1 : (12 points)

A Loi normale

1. X suit la loi normale $N(600 ; 9)$

On pose $T = \frac{X - 600}{9}$; T suit la loi normale $N(0,1)$

$$P(580 \leq X \leq 620) = P\left(\frac{-20}{9} \leq T \leq \frac{20}{9}\right) = 2P\left(T \leq \frac{20}{9}\right) - 1 \approx 0,97$$

2. $P(600 - a \leq X \leq 600 + a) = 0,90$ donc

$$P\left(\frac{-a}{9} \leq T \leq \frac{a}{9}\right) = 0,90 \quad 2P\left(T \leq \frac{a}{9}\right) - 1 = 0,90 \quad \Rightarrow \quad P\left(T \leq \frac{a}{9}\right) = 0,95$$

$$\frac{a}{9} \approx 1,645 \quad \Rightarrow \quad a \approx 14,81$$

B Loi binomiale et approximation d'une loi binomiale.

1. Nous avons ici N prélèvements identiques, indépendants, à deux issues non acceptables ou acceptables. Y est la variable aléatoire qui associe à N prélèvements le nombre de comprimés non acceptables. Y suit la loi binomiale $B(N ; 0,03)$.

2. $N = 10$

a) Y suit la loi binomiale $B(10 ; 0,03)$ $P(Y = 1) = \binom{10}{1} 0,03^1 \times 0,97^9 \approx 0,23$

b) $P(1 \leq Y \leq 10) = 1 - P(Y = 0) \approx 0,26$

3. $N=50$

a) $\lambda = 50 \times 0,03 = 1,5$

b) z_1 suit la loi de poisson $P(1,5)$ $P(z_1 \leq 2) = P(z_1 = 0) + P(z_1 = 1) + P(z_1 = 2) \approx 0,81$

4. $N = 1000$

a) $m = E(Y) = Np = 1000 \times 0,03 = 30$

$$\sigma = \sqrt{NPq} = \sqrt{1000 \times 0,03 \times 0,97} \approx 5,39 \quad (q = 1-p)$$

b) Z_2 suit la loi normale $N(30 ; 5,39)$

On pose : $T_2 = \frac{z_2 - 30}{5,39}$ et T_2 suit la loi normale $N(0,1)$

$$P(z_2 \leq 25,5) = P\left(T_2 \leq \frac{25,5 - 30}{5,39}\right) = P(T_2 \leq -0,8349) = 1 - P(T_2 \leq 0,8349)$$

$$= 1 - 0,7967 \approx 0,20$$

c) Intervalle de confiance

\bar{M} suit la loi normale $N(\mu ; 0,9)$. Le coefficient de confiance est 0,95 ; on détermine t tel que :
 $P(-t \leq X \leq t) = 0,95 \quad t \approx 1,96$

L'intervalle de confiance est : $I = [\bar{x} - t \times 0,9 ; \bar{x} + t \times 0,9] = [600,23 ; 603,77]$

Exercice 2 : (8 points)

CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS

1.1. $\Delta_R H^0_{298} = \Delta_f H^0(\text{CaO}) + \Delta_f H^0(\text{CO}_2) - \Delta_f H^0(\text{CaCO}_3) = -635,1 - 393,5 - (-1206,9) = 178,3 \text{ KJ.mol}^{-1}$

$\Delta_R H^0_{298} = 178,3 \text{ KJ.mol}^{-1} > 0$ donc il s'agit d'une réaction endothermique.

2. $\Delta_R S^0_{298} = S^0(\text{CaO}) + S^0(\text{CO}_2) - S^0(\text{CaCO}_3) = 39,7 + 213,6 - 92,9 = 160,4 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1}$

$\Delta_R S^0_{298} = 160,4 \text{ J.K}^{-1}.\text{mol}^{-1} > 0$ donc l'entropie a augmenté, ce qui était prévisible puisqu'il y a eu formation d'un gaz à partir d'un solide.

3. $\Delta_R G^0_{298} = \Delta_R H^0 - T \times \Delta_R S^0 = 178300 - 298 \times 160,4 = 130500 \text{ J.mol}^{-1} = 130,5 \text{ KJ.mol}^{-1}$

$\Delta_R G^0_{298} = 130,5 \text{ KJ.mol}^{-1} > 0$ donc cette réaction n'est pas spontanée à 298 K.

4. D'après la courbe, on trouve que pour $\Delta_R G^0 = 0$, $T = 1120 \text{ K}$ soit environ $850 \text{ }^\circ\text{C}$.

Donc la réaction devient spontanée à partir de 850°C , ce qui est compatible avec le texte puisque la température « pratique » la plus petite citée est 900°C .

5. $\Delta_R G^0_{1400} = -R.T.\ln(K) = -8,314 \times 1400 \times \ln(44,3) = -44,1 \times 10^3 \text{ mol}^{-1}$ $\Delta_R G^0_{1400} = -44,1 \text{ KJ.mol}^{-1}$

6.

6.1. $M_{\text{CaO}} = M_{\text{Ca}} + M_{\text{O}} = 40,1 + 16 = 56,1 \text{ g.mol}^{-1}$

Quantité de matière d'oxyde de calcium dans une tonne de chaux vive : $n_{\text{CaO}} = \frac{m_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaO}}}$

Quantité de chaleur : $Q = n_{\text{CaO}} \cdot \Delta_R H^0 \Leftrightarrow Q = \frac{m_{\text{CaO}}}{M_{\text{CaO}}} \times \Delta_R H^0 \Rightarrow Q = \frac{10^6}{56,1} \times 65,5 \Rightarrow Q = 1,17 \cdot 10^6 \text{ KJ}$

6.2. Nombre de moles d'eau « vaporisables » : $n_{\text{eau}} = \frac{Q}{L_v}$, $m_{\text{eau}} = n_{\text{eau}} \times M_{\text{eau}}$ et

$\rho = \frac{m_{\text{eau}}}{V_{\text{eau}}} \Leftrightarrow V_{\text{eau}} = \frac{m_{\text{eau}}}{\rho} \Rightarrow V_{\text{eau}} = \frac{\frac{Q}{L_v} \cdot M_{\text{eau}}}{\rho} = \frac{Q \cdot M_{\text{eau}}}{L_v \cdot \rho} \Rightarrow V_{\text{eau}} = \frac{1,17 \cdot 10^6 \times 18}{44 \times 1000} = 478 \text{ L} \Rightarrow V_{\text{eau}} = 0,478 \text{ m}^3$

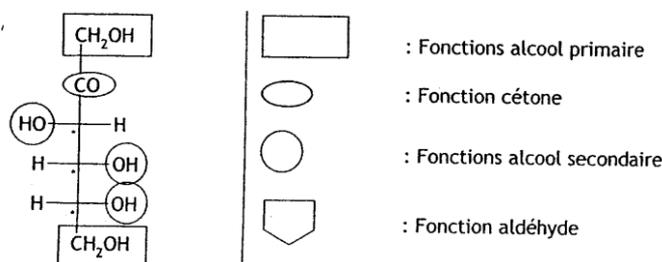
6.3. Résultat légèrement supérieur aux valeurs indiquées, ce qui est normal étant donné nos approximations, mais l'ordre de grandeur est parfaitement respecté, il y a donc compatibilité.

2. Inversion du saccharose (13 points)

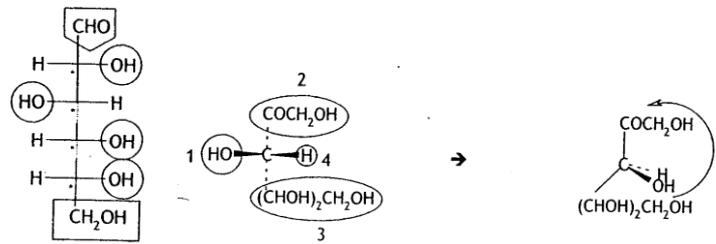
A. Glucose, fructose et chiralité (4,5 points)

1. Des substances dextrogyres ou lévogyres ont la propriété de faire tourner le plan de polarisation d'une lumière polarisée. Les substances dextrogyres le font tourner dans le sens des aiguilles d'une montre lorsqu'on regarde la source lumineuse, et les substances lévogyres le font tourner dans le sens trigonométrique. On dit qu'elles sont douées d'un pouvoir rotatoire.

2.

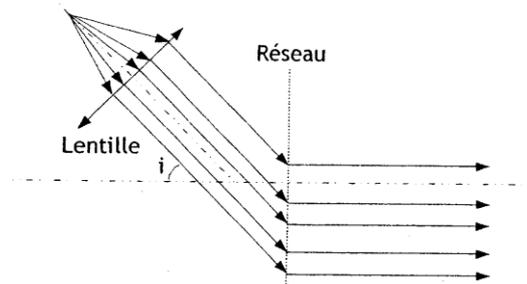


3.



B Monochromateur (3 points)

1. La source doit se trouver au foyer principal objet de la lentille.



2.

3. a. $(\sin i - \sin i') = K \cdot \lambda \Rightarrow \sin i = \frac{\lambda_D}{a} = \lambda_D \cdot n = 589 \cdot 10^{-9} \times 500000 \Rightarrow i = 17,1^\circ$

C. Justification du terme « inversion » (5,5 points)

1. α : angle de rotation mesuré ou pouvoir rotatoire de la solution (en°).

$[\alpha]_D^{20}$: pouvoir rotatoire spécifique du composé optiquement actif à 20°C et pour la raie D du sodium (en $^\circ \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{m}^2$).

C : Concentration de la solution en substance optiquement active (en $\text{mol} \cdot \text{m}^{-3}$)

L : Longueur de solution traversée par la lumière (en m).

2. concentration massique en saccharose de S_1 : $C_1 = \frac{20}{0,1} = 200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$

2.1. D'où une concentration molaire de $C_1 = \frac{200}{342} = 0,585 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$, soit $C_1 = 585 \text{ mol} \cdot \text{m}^{-3}$.

En préparant S, on fait une dilution au demi donc $C_0 = \frac{C_1}{2} = \frac{585}{2} \Rightarrow C_0 = 292 \text{ mol} \cdot \text{m}^{-3}$

2.2. $\alpha_0 = [\alpha]_s C_0 l \Rightarrow \alpha_0 = 0,227 \times 292 \times 0,2 \Rightarrow \alpha_0 = 13,3^\circ$

3.1. $\alpha = [\alpha]_s C_s l + [\alpha]_g C_g l + [\alpha]_f C_f l = ([\alpha]_s C_s + [\alpha]_g C_g + [\alpha]_f C_f) l$

3.2. d'après l'équation bilan : $C_g = C_f \Rightarrow \alpha = ([\alpha]_s C_s + ([\alpha]_g + [\alpha]_f) C_f) l$

3.3. or $\alpha = 0 \Rightarrow [\alpha]_s C_s + ([\alpha]_g + [\alpha]_f) C_f = 0$ (1)

d'autre part la conservation de la matière impose : $C_0 = C_s + C_f \Leftrightarrow C_s = C_0 - C_f$ (2)

(1) et (2) $\Rightarrow [\alpha]_s C_0 + C_f ([\alpha]_g + [\alpha]_f - [\alpha]_s) = 0 \Leftrightarrow C_f = \frac{[\alpha]_s \cdot C_0}{[\alpha]_s - [\alpha]_f - [\alpha]_g}$

3.4. $C_f = \frac{0,227 \times 292}{0,227 - 0,180 - (-0,315)} \Rightarrow C_g = C_f = 183 \text{ mol} \cdot \text{m}^{-3}$

$$3.5. C_s = C_0 - C_f \Rightarrow C_s = 292 - 183 \Rightarrow C_s = 109 \text{ mol.m}^{-3}$$

4. Un catalyseur est une espèce chimique qui augmente la vitesse de la réaction sans intervenir dans le bilan de celle-ci. Ici on a une catalyse acide (ions H_3O^+ provenant de l'acide chlorhydrique).

5. Les deux autres principaux paramètres influant sur la vitesse des réactions en solution sont la température et la concentration des réactifs.

Biochimie-Biologie 2005

1. Biochimie (37,5 points)

1.1.(12,5 pts)

1.1.1. Un agent dissociant est une substance capable de s'insérer entre les monomères constitutifs d'une protéine. La structure quaternaire est dissociée, les structures II et III sont modifiées, seule la structure I est conservée.

$$1.1.2. \ln M = 3,67315 \text{ soit } M = 39,4 \text{ Kg.mol}^{-1}$$

1.1.3. La valeur trouvée est la moitié, la PAL est donc constituée de deux sous-unités.

$$1.1.4. 78800 \div 110 = 716 \text{ acides aminés}$$

1.2.(25 pts)

1.2.1. La PAL (classe 3) est une hydrolase.



1.2.3. L'activité d'une enzyme est généralement très dépendante du pH optimal et doit être mesurée à pH constant (tampon).

1.2.4. On mesure ici une activité enzymatique : le temps et la température doivent être maintenus précisément.

1.2.5. La PAL est thermosensible, on arrête la réaction enzymatique par dénaturation thermique.

1.2.6. Défécation et filtration rendent le milieu limpide et permettent la colorimétrie (loi de Beer-Lambert).

1.2.7. La droite de régression donnée dans le tableau permet de trouver 8,94 μg de phénol pour 1 mL de filtrat soit 1984,6 μg de phénol par mL de lait et par heure.

$$1.2.8. \text{Résultat en micromoles par seconde et par litre : } 5,86 \mu\text{mol.s}^{-1}.\text{L}^{-1}$$

2. Toxicologie (25 points)

2.1 Manifestations de toxicité (18,5 pts)

2.1.1. C'est au niveau des cellules du foie (les hépatocytes) que cette transformation s'est effectuée. La structure polycyclique de l'aflatoxine n'a pas permis la réalisation de la phase I ou phase d'inactivation. :



On obtient ainsi une substance plus toxique que l'aflatoxine initiale : c'est la biotoxification.

2.1.2. Mutagenèse : processus de transformation du patrimoine génétique (ADN) transmissible à la descendance cellulaire.

Cancérogenèse : processus de mutagenèse auquel s'ajoute un pouvoir de malignité :

Les cellules sont devenues immortelles,

- Elles n'obéissent plus aux facteurs de régulation cellulaire,
- Elles sont capables d'aller coloniser d'autres tissus.

L'aflatoxine époxyde est une substance électrophile avide de se fixer sur les biomolécules comme l'ADN.

2.1.3. La toxicité chronique est l'étude des signes biologiques des manifestations toxiques qui apparaissent à la suite de l'administration périodique et répétée d'une substance toxique sur une période d'au moins 90 jours.

Les effets mutagènes et / ou cancérogènes n'apparaissant qu'après de longues périodes d'administration, une étude sur une longue période est justifiée.

2.1.4. On met en évidence un effet tératogène, c'est-à-dire la capacité de provoquer des malformations de l'embryon ou du fœtus.

2.1.5. NOAEL : No Observable Adverse Effect Level (DSE)

Il s'agit de la dose maximale qui n'entraîne aucune manifestation toxique (ou dose minimale entraînant un effet).

2.1.6. DJT ou Dose Journalière Tolérable (DJA). Il s'agit de la quantité de substance qui peut être consommée par un individu chaque jour sans que cela n'entraîne d'effets toxiques même si l'absorption a lieu tous les jours pendant toute la vie.

La DJT est calculée à partir du NOAEL de l'espèce la plus sensible et divisée arbitrairement par un facteur de 100:

- 10 pour tenir compte des sensibilités inter-espèces
- 10 pour tenir compte des différences physiologiques entre les individus.

Le NOAEL, chez l'espèce la plus sensible (chimpanzé), étant de $15 \text{ ng.kg}^{-1}.\text{j}^{-1}$, la DJT retenue sera de $0,15 \text{ ng.kg}^{-1}.\text{j}^{-1}$.

2.1.7. Pour un enfant de 10 Kg, l'exposition quotidienne est supérieure à la DJT (DJA) ($16 \text{ vs } 1,5 \text{ ng.j}^{-1}$)

Pour un adulte de 60 Kg, l'exposition quotidienne est inférieure à la DJT (DJA) ($96 \text{ vs } 9 \text{ ng.j}^{-1}$)

2.2. Étude de la toxicité aiguë (6,5 points)

2.2.1. DL 50 : dose unique de toxique susceptible de provoquer en 14 jours, la mort de 50% d'une population animale. DL 50 égale à $7 \mu\text{g.kg}^{-1}.\text{J}^{-1}$.

2.2.2. Trois phénomènes peuvent expliquer cette disparition :

- stockage dans un tissu lipophile (tissu adipeux principalement)
- métabolisation
- excrétion

2.2.3. valeur exponentielle de la concentration plasmatique = 3,9141 soit $50,1 \text{ ng.L}^{-1}$; $K_e = 0,0097 \text{ heure}^{-1}$.

3. Microbiologie (37,5 points)

3.1. Principe de la coloration de Gram (4 pts) :

Différenciation des bactéries selon leur couleur (rose ou violet) en fonction de la nature de leur paroi après action de divers réactifs (violet, lugol, éthanol et fuchsine).

Comportement d'une bactérie Gram- au cours de la coloration de Gram :

- Coloration en violet du cytoplasme par le violet de Gentiane et renforcement de la couleur violette par le lugol,
- Décoloration par action de l'éthanol qui pénètre dans la bactérie du fait de son affinité pour les lipides de la membrane externe et de la faible épaisseur du peptidoglycane et qui en ressortant entraîne le violet de gentiane.
- Recoloration en rose par la fuchsine.

3.2. (12,5 pts)

3.2.1. Temps de génération : temps nécessaire à un micro-organisme pour se multiplier, autrement dit temps nécessaire au doublement d'une population microbienne.

Calcul de la vitesse de croissance spécifiques aux trois températures :

- 1,5 jour à 4°C , on a une vitesse de croissance spécifique de $0,46 \text{ jour}^{-1}$ ($\text{Ln}2/1,5$)
- 3 heures à 11°C , on a une vitesse de croissance spécifique de $5,52 \text{ jours}^{-1}$ ($\text{Ln}2/(3/24)$)
- 35 minutes à 35°C , on a une vitesse de croissance spécifique de $28,5 \text{ jours}^{-1}$ ($\text{Ln}2/(35/1440)$)

Plus La température augmente et plus le temps de génération diminue et la vitesse de croissance augmente. *Listeria monocytogenes* est capable de se développer à basse température, elle pourra donc proliférer dans les aliments conservés au réfrigérateur (4°C) et pourra être responsable de troubles chez le consommateur s'il n'y a pas de phase de destruction des micro-organismes avant la consommation de ces aliments.

3.2.2. Toxine : métabolite ou constituant cellulaire provoquant des lésions cellulaires locales ou altérant certaines activités physiologiques essentielles (et ayant un pouvoir antigénique dans l'organisme où elle est libérée).

CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS CORRIGÉS

Principales toxines microbiennes posant des problèmes en alimentaire :

- LPS = lipopolysaccharide (immunotoxine) responsable de fièvre, état de choc, diarrhée et des troubles de la coagulation sanguine.
- Toxines protéiques comme :
 - Neurotoxine de *Clostridium botulinum* entraînant des paralysies
 - Entérotoxine ou immunotoxine (superantigène) de certains *Staphylococcus aureus* entraînant des vomissements et des diarrhées.
 - Entérotoxine de *Clostridium perfringens* entraînant des diarrhées.
 - Cytotoxine de *Shigella* et d'*Escherichia coli* pathogènes, en particulier les EHEC (Entérohémorragiques *E. coli*) entraînant des diarrhées sanglantes.
 - Toxine cytotonique de *Vibrio cholerae* et des ETEC (Entérotoxiques *E. coli*)... entraînant des diarrhées aqueuses.
- Mycotoxines
- Toxines des algues.

3.3.(21 pts)

3.3.1. Antibiotique : molécule antimicrobienne à action bactéricide ou bactériostatique pour un groupe cible de micro-organismes, ayant un mode d'action spécifique, actif à faible concentration et généralement synthétisé par un micro-organisme (mais souvent modifié chimiquement ou même synthétisé entièrement par les chimistes).

3.3.2.

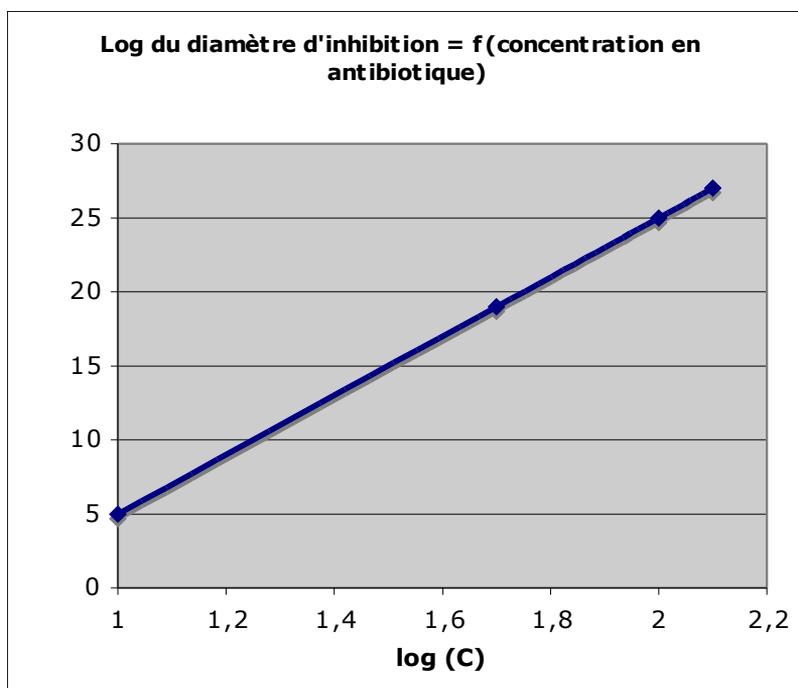
3.3.2.1. La souche-test utilisée doit être sensible à l'antibiotique.

3.3.2.2. Principe du dosage microbiologique :

Des bactéries sensibles sont ensemencées dans un milieu gélosé dans lequel sont introduites diverses solutions de l'antibiotique de concentrations différentes. L'antibiotique diffuse dans la gélose selon un gradient de concentration et inhibe la culture bactérienne tant que sa concentration dans la gélose est supérieure ou égale à la CMI (Concentration Minimale Inhibitrice). Le diamètre du halo d'inhibition dépend donc de la concentration en antibiotique. Il suffit de tracer la courbe d'étalonnage diamètre d'inhibition en fonction du log de la concentration et d'utiliser cette courbe pour réaliser une détermination graphique de la concentration de la solution inconnue.

3.3.2.3. Droite d'étalonnage :

Concentration en µg/mL	10	50	100	125	E1	E2
log (concentration en µg/mL)	1,00	1,7	2,00	2,10		
Diamètre en mm	5	19	25	27	13	13,2



pende	0,049916
Ordonnée à l'origine	0,750557

3.3.2.4.

	E1	E2
Diamètre en mm	13	13,2
Log (concentration)	1,4	1,41
C en µg/mL	25	26

La concentration en nisine de la solution mère disponible est de $25 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ soit $25 \text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

3.3.3.

3.3.3.1. Évolution de la température : on observe que la température s'abaisse beaucoup plus vite à la périphérie qu'au centre.

3.3.3.2. Évolution de la concentration bactérienne :

- Au centre, la croissance démarre rapidement (pas de latence) et la croissance a lieu entre 5 et 10 heures, la température est alors entre 45 et 48°C.
- À la périphérie, la croissance démarre plus lentement (latence) et la croissance exponentielle a lieu entre la 15^e et la 30^e heure, la température est alors proche de 30°C.

3.3.3.3. On observe donc que la croissance optimale des bactéries est aux alentours de 45°C. Il s'agit donc de bactéries thermophiles.

3.3.4.

3.3.4.1. Enzyme inductible : enzyme dont la synthèse n'a lieu qu'en présence du substrat.

Test réalisé au laboratoire pour mettre en évidence la présence de β -galactosidase : mettre les bactéries cultivées sur milieu lactosé en présence d'ONPG (orthonitrophényl β -galactoside) et regarder après incubation à 37°C s'il y a hydrolyse, en moins de 24 h, de l'ONPG par libération d'orthonitrophénol (4-nitrophénol) jaune.

3.3.4.2. Fermentation : Mécanisme intracytoplasmique de production d'énergie par oxydation de molécules chimiques, conduisant à la réduction de coenzymes qui sont ensuite réoxydés sans chaîne de transporteurs électroniques en utilisant une molécule organique comme accepteur terminal d'électrons.

Intérêt de la fermentation lactique : approvisionnement de la bactérie en énergie.

Sciences appliquées 2005

Première partie : sciences des aliments (50 points)

1. Étude de la baguette (16 points)

1.1. Matières premières

Les principales protéines de la farine constituent le **gluten** qui comprend :

- Les gliadines (prolamines)
- Les gluténines (glutélines).

Ces protéines sont riches en cystéines qui permettent la réalisation de nombreux ponts disulfures inter et intra chaînes lors de leur oxydation par le dioxygène de l'air ou des agents oxydants (acide déhydroascorbique). Le réseau obtenu permet la rétention des gaz comme le CO_2 ou la vapeur d'eau : c'est une farine **panifiable**.

Les mono et diglycérides sont des agents émulsifiants qui améliorent la texture de la pâte.

Les α amylases sont des endoenzymes qui réalisent l'hydrolyse de l'amidon en dextrines. Leur action augmente la disponibilité du glucose pour les levures. Leur emploi évite l'ajout de farine de malt ou de soja.

Les MG et DG font partie des additifs alimentaires. Ils sont présents dans le produit final où l'on attend un effet sur la denrée alimentaire. Ils doivent figurer sur la composition pondérale.

Les α amylases sont des auxiliaires de fabrication. Elles sont utilisées pour la réalisation du produit, mais seront inactivées lors de la cuisson. Elles seront absentes du produit final exceptée la présence éventuelle de traces et ne figurent pas sur la liste pondérale.

1.2. Fabrication

- Pointage : c'est la première fermentation qui permet la production de dioxyde de carbone et d'éthanol à partir du glucose. La pâte augmente de volume
- Façonnage : la pâte est découpée en pâtons et disposée dans des corbeilles.
- Apprêt : c'est la fermentation des pâtons qui doivent tripler de volume.
- Ressuage : c'est l'étape de refroidissement du pain après la sortie du four. Il s'ensuit des échanges gazeux : le CO_2 et la vapeur d'eau sortent du pain, et de l'air ambiant y pénètre.

Le "coup de buée" est l'injection de vapeur d'eau dans le four. Elle augmente la gélatinisation de la pâte en périphérie et permet la formation d'une croûte croustillante.

1.3. Rasseinement du pain

Ce phénomène apparaît après un temps variable qui dépend de la température et de l'hygrométrie de l'air ambiant.

Dans la pâte crue, l'amylose et l'amylopectine sont à l'état cristallisé mais la cuisson a entraîné une migration d'eau et un empesage partiel qui les fait passer à l'état amorphe : c'est la structure du pain frais.

Le refroidissement et la diffusion de la vapeur d'eau entraîne la rétrogradation de l'amidon : l'amylopectine se rigidifie et l'amylose cristallise.

2. Étude du jambon (19 points)

2.1. Abattage de l'animal (porc)

2.1.1. La pré-rigor

L'abattage entraîne l'arrêt de la circulation sanguine prive le muscle d'apport en dioxygène ; la respiration cellulaire s'arrête et la glycolyse anaérobie s'installe. Le rendement en ATP passe de 38 moles à 2 moles et ne permet plus de compenser les pertes en ATP. D'autre part, la production d'acide lactique abaisse le pH ce qui inhibe la phosphorylase (glycogène + phosphate \Rightarrow glycogène_{n-1} + glucose 1P) et la glycolyse finit par s'arrêter.

2.1.2. La rigidité cadavérique

La contraction musculaire nécessite la présence d'ATP et de Mg²⁺. En l'absence d'ATP, l'actine et la myosine se lient de façon irréversible ; il en résulte la rigidité cadavérique ou *rigor mortis* qui intervient après la mort de l'animal.

Actine et myosine se lient alors irréversiblement en complexe actomyosine. L'abaissement du pH et le resserrement des chaînes protéiques diminuent la rétention d'eau ce qui influe défavorablement sur la texture de la viande.

La contamination microbienne post mortem est pratiquement obligatoire au cours de l'abattage ou de la préparation des carcasses même si le respect des bonnes pratiques permet d'en limiter l'intensité.

C'est pourquoi, la réglementation impose une réfrigération rapide afin d'éviter toute augmentation intempestive de la charge microbienne qui entraînerait la putréfaction de la viande.

Cependant la réfrigération rapide intensifie les phénomènes de rigidité cadavérique : la viande est moins tendre et la perte d'eau plus importante.

2.2. Fabrication du jambon

2.2.1. Produit à hachage grossier : produit qui a subi une fragmentation mais dont les différents constituants sont visibles. C'est le cas du steak haché ou du pâté dit de campagne.

Pâte fine : la fragmentation et le mélange ont été plus intenses et l'on obtient une structure où les différents constituants ne sont plus visibles à l'œil nu. Les "mousses de foie, de canard " sont des pâtes fines.

2.2.2. La salaison traditionnelle utilise un mélange de sel (94%) et de nitrate de potassium (6%). Le sel augmente la force ionique et donc la dénaturation des protéines et la baisse de l'Aw. Dans un tel milieu, seules les bactéries halophiles peuvent croître.

Sous l'action de bactéries halophiles contenues dans la vieille saumure, les nitrates sont transformés en nitrites grâce à la nitrate réductase. Les nitrites formés réagissent avec la myoglobine pour donner la nitroso-myoglobine responsable de la couleur rouge de la viande crue. La cuisson donnera du nitrosoferrohémochrome de couleur rose caractéristique du jambon cuit.

De plus, les nitrites sont des inhibiteurs de la sporulation et notamment de celle des *Clostridium*. Cependant en milieu acide, les nitrites peuvent se transformer en nitrosamines cancérigènes.

Le sel nitrité est un mélange prêt à l'emploi de 99,4% de NaCl et de 0,6 % de NaNO₂. La quantité de nitrites est ainsi mieux maîtrisée et permet de respecter les Limites Maximales de Résidus (δ 400 mg/kg).

Cependant, les bactéries produisaient en même temps que les nitrites un très grand nombre de substances dont certaines participaient aux qualités organoleptiques du produit.

2.2.3. C'est essentiellement l'opération du moulage en thermoformeuse qui participe à la cohésion du produit une fois cuit. Le maintien du produit sous enveloppe protectrice évite sa dissociation lors de la cuisson.

2.2.4. Dans les jambons artisanaux, on peut craindre que la cuisson à cœur ait été insuffisante ainsi que la quantité de nitrites produite. Le développement de spores de *Clostridium* est alors possible et expose au botulisme (*Clostridium botulinum*) ou à la TIAC à *Clostridium perfringens*.

2.2.5. Le conditionnement "sous vide" permet d'éviter tout contact avec l'air ambiant et donc avec le dioxygène et les bactéries : la prolifération microbienne et les réactions d'oxydation sont ainsi évitées ce qui permet d'augmenter la DLC du produit.

3. Fabrication du café

3.1. Fruit du caféier

Les fruits du caféier sont des baies encore appelés cerises

3.2. Différents types de café

3.2.1. Les deux grands types de grains sont l'Arabica et le Robusta. Le premier est essentiellement cultivé en Amérique latine alors que l'on trouve le second surtout en Afrique équatoriale.

3.2.2. La composition des boissons obtenues est différente : l'Arabica est plus riche en arômes et 5 fois plus pauvre en caféine que le Robusta.

3.3. Déparchage

La baie est entourée d'une enveloppe qui renferme de la pulpe et deux graines entourées d'une pellicule ou **parche**.

Le déparchage consiste à extraire cette pellicule avant de polir les grains de café vert.

3.4. Torréfaction

La torréfaction consiste à porter le café vert à une température de 210 – 230°C pendant une durée fixée par le torréfacteur. L'opération entraîne une perte d'eau d'environ 20 % et une plus grande facilité pour le broyage. D'un point de vue chimique, les réactions de Maillard produisent un grand nombre d'arômes et de mélanoidines qui donnent au produit sa teinte noire. Le grillage entraîne par ailleurs une augmentation sensible de la teneur en niacine, produite lors de la chauffe à partir de trigonelline.

3.5. Décaféination

Cette opération permet d'extraire la caféine agent essentiel des propriétés excitantes du café (maintien de l'état de veille, augmentation de la fréquence cardiaque, de la diurèse...)

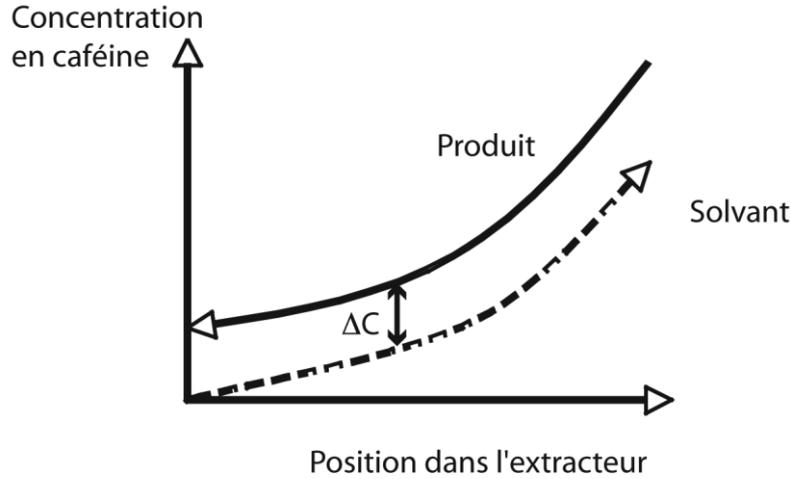
L'extraction au moyen d'un solvant entraîne le risque de sa présence dans le produit final (suspectée de provoquer la coloration des dents en entraînant les mélanoidines dans l'émail des dents) mais aussi de l'extraction d'autres substances que celle désirée et une perte des qualités organoleptiques du produit.

Deuxième partie : Génie Industriel

1. Décaféination du café

1.1. C'est une extraction solide liquide par immersion

1.2. Évolution de la concentration en caféine dans l'extrait et dans le café en fonction de la position dans l'extracteur



1.3. Il existe un gradient de concentration ΔC et donc une extraction efficace sur toute la longueur de l'extracteur. A rendement d'extraction égal, on utilise moins de solvant en extrayant à contre-courant qu'en co-courant.

1.4. Extraction de la caféine

Le débit d'extrait sec du café riche est de $2000 \cdot 0,4 = 800 \text{ kg/h}$

Le débit de caféine du café riche est de $2000 \cdot 0,4 \cdot 0,02 = 16 \text{ kg/h}$

Le débit de caféine extraite est de $15,6 \text{ kg/h}$ d'après l'énoncé

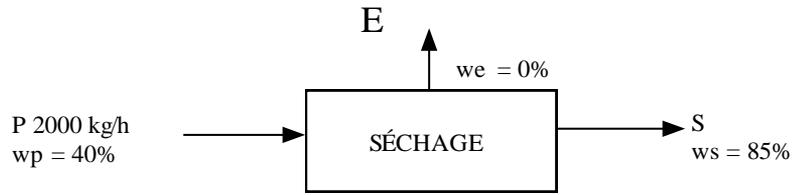
Le débit de caféine présent dans le café épuisé est de $16 - 15,6 = 0,4 \text{ kg/h}$

Donc le pourcentage de caféine par rapport à l'extrait sec du café épuisé est de :

$$\frac{0,4}{800 - 15,6} * 100 = 0,05 \%$$

1.5. Le rinçage à l'eau sert à éliminer le dichlorométhane et le séchage permet d'assurer la conservation du café.

1.6.



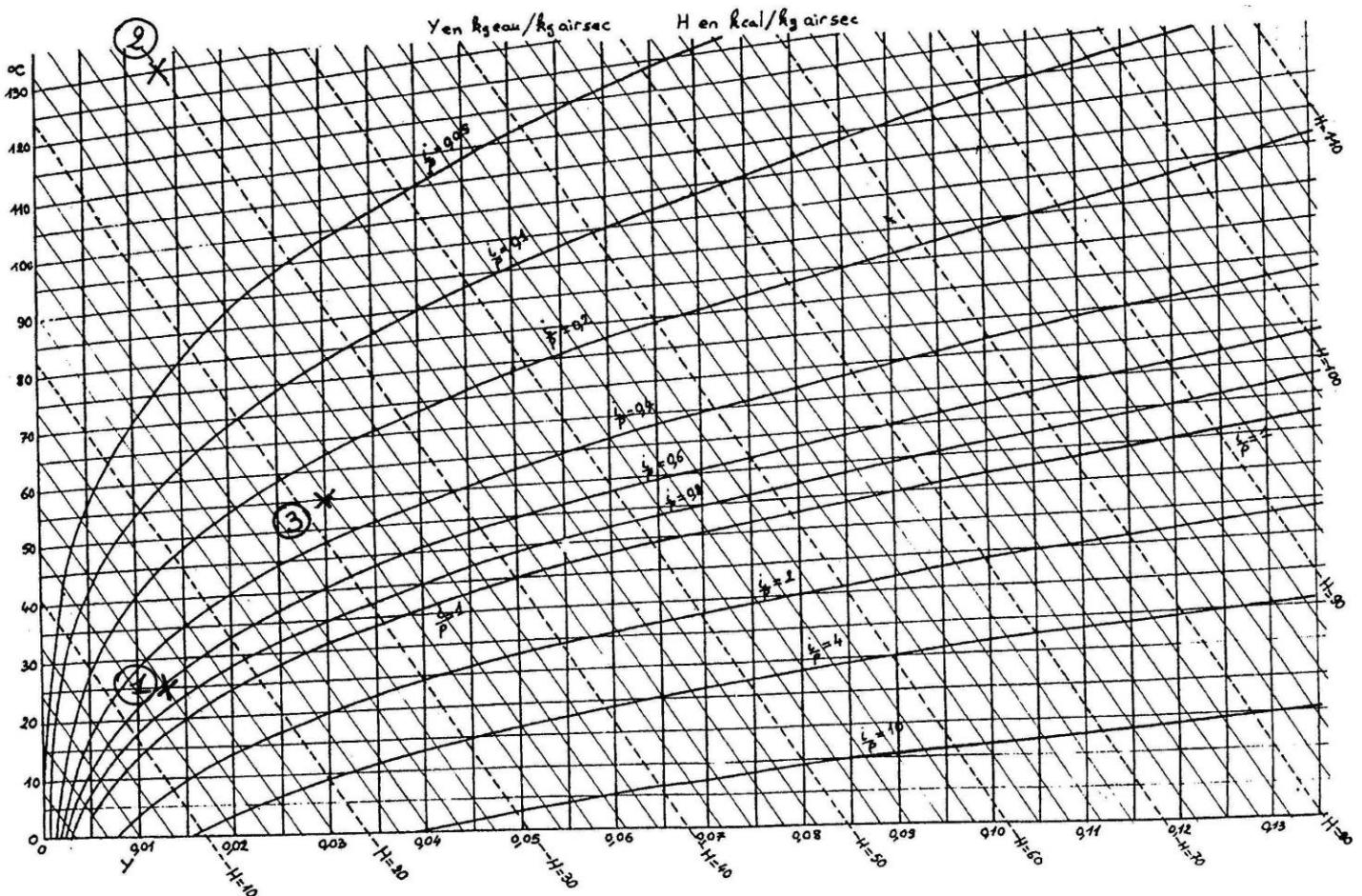
$$\begin{cases} \text{Bilan Global: } P = E + S \\ \text{Bilan en extrait sec } P \cdot w_p = E \cdot w_E + S \cdot w_s \end{cases}$$

Soit $S = \frac{P \cdot w_p}{E}$ AN : $S = \frac{2000 \cdot 40}{85} = 941 \text{ kg / h}$

1.7. D'après le bilan global,

$$E = P - S$$

AN : $E = 2000 - 941 = 1059 \text{ kg/h}$



1.8. Sur le diagramme de Mollier on peut lire les humidités absolues suivantes

na air entrant = 0,013 kg/kg d'air sec

na air sortant du séchoir = 0,030 g/kg d'air sec

$$\text{Le débit d'air sec } D = \frac{E}{0,03 - 0,013}$$

AN : $D = \frac{1,059}{0,017} = 62,3 \text{ t/h d'air sec}$

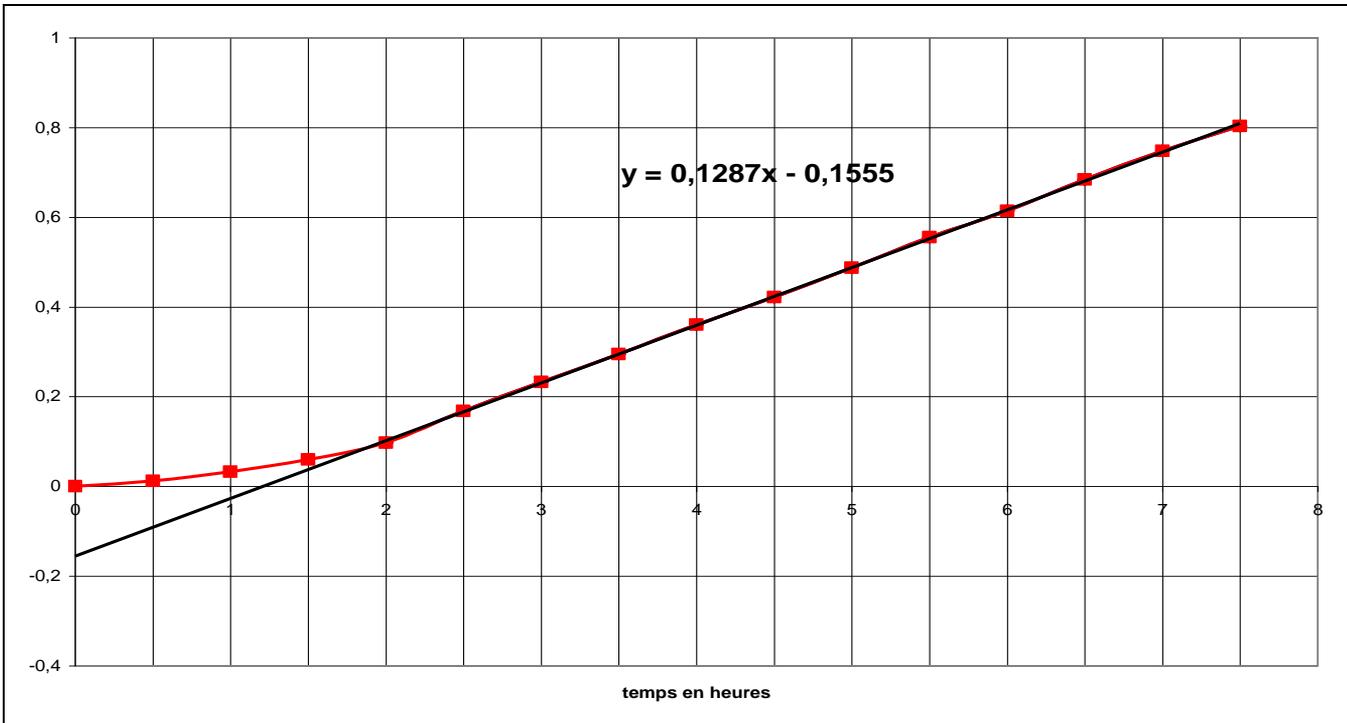
1.9. L'enthalpie de l'air sortant est inférieure à l'enthalpie de l'air chaud, donc le séchage n'est pas adiabatique

2. Le jambon

2.1. La détermination des constantes a et b se fait sur la partie linéaire de la courbe $\text{Log}\left(\frac{T_{\infty} - T_0}{T_{\infty} - T}\right) = f(t)$

Temps (h)	Température à cœur (°C)	$\text{Log}\left(\frac{T_{\infty} - T_0}{T_{\infty} - T}\right)$	Remarque
0	10	0	Points correspondant au temps de latence car ils ne sont pas alignés par rapport aux autres. Ils ne doivent pas être pris en compte pour déterminer l'équation de la droite de régression linéaire
0,5	12	0,01258913	
1	15	0,03218468	
1,5	19	0,05976821	
2	24	0,09691001	
2,5	32,5	0,16840443	Points vérifiant la relation entre la température et le temps donnée dans l'énoncé et sur lesquels la régression linéaire est appliquée
3	39	0,23231418	
3,5	44,5	0,29486969	
4	49,5	0,3607982	
4,5	53,5	0,42185217	
5	57,2	0,48716319	
5,5	60,5	0,55506343	
6	63	0,61464912	
6,5	65,5	0,68373004	
7	67,5	0,74818803	
7.5	69	0,80370535	

$\text{Log}\left(\frac{T_{\infty} - T_0}{T_{\infty} - T}\right)$ $\text{Log}\left(\frac{T_{\infty} - T_0}{T_{\infty} - T}\right) = f(t)$



On en déduit a = 0,129 et b = -0,155

2.2. Calcul de la durée de cuisson à 75°C pour atteindre 69°C à cœur :

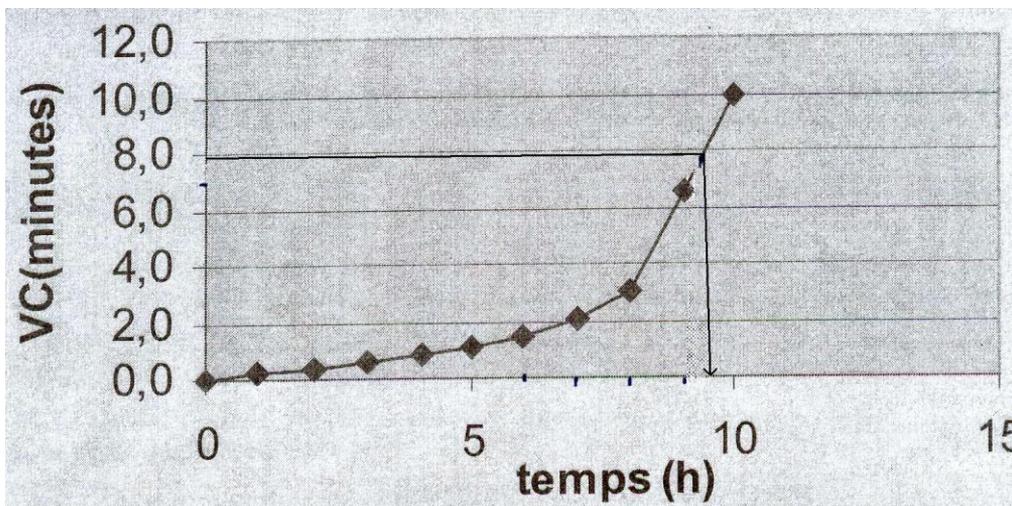
$$t = \frac{\log\left(\frac{75 - 10}{75 - 69}\right) + 0.155}{0.129} = 9.2\text{h}$$

2.3 Calcul de la VC atteinte lors de la cuisson à 80°C

Le calcul de la valeur cuisatrice est effectué pour toutes les températures à cœur supérieures à T* - (2.z), soit 100-(2*26) = 48°C

Temps (h)	Température à cœur (°C)	L	VC partielle par la méthode des trapèzes
0	10		
0,5	12		
1	15		
1,5	19		
2	24		
2,5	32,5		
3	39		
3,5	44,5	0,007334738	
4	49,5	0,011420689	0,00468886
4,5	53,5	0,016275654	0,00692409
5	57,2	0,022586355	0,0097155
5,5	60,5	0,030253055	0,01320985
6	63	0,037750532	0,0170009
6,5	65,5	0,047106075	0,02121415
7	67,5	0,056234133	0,02583505
7,5	69	0,064223254	0,03011435
VC totale en heures			0,12870274
VC totale en minutes			7,72

2.4. D'après l'annexe 4, le temps de cuisson à 75°C nécessaire pour obtenir une valeur cuisatrice de 7.72 minutes est de 9.5 heures



Première partie : mise en conformité avec les exigences de la norme ISO 9001

1- L'approche processus

1.1. Reproduire le schéma proposé en donnant des exemples d'éléments d'entrée et de sortie, de ressources et de documents de pilotage.

- Éléments d'entrée : matières premières, produits de conditionnement, cahier des charges, bon de commande.....
- Éléments de sortie (tout ce qui va vers le client) : produit fini, documents d'enregistrement (résultats des contrôles, fiches d'actions correctives, fiches d'anomalies, certificats d'analyse....)
- Ressources (moyens) : locaux, personnel, machines, matériel, finances, informatique....
- Documents de pilotage (documents internes à l'entreprise) : spécifications produit, diagramme de fabrication, instructions de travail, modes opératoires, plan de contrôle.....

1.2. Relation processus de fabrication, processus d'amélioration, d'achat et de vente

Éléments d'entrée = éléments de sortie du processus achat

Éléments de sortie

Produit fini = éléments d'entrée du processus produit vente

Documents d'enregistrement = éléments d'entrée du processus amélioration

2- Les procédures

2.1. Définition : document qui décrit la manière spécifiée d'accomplir une activité

Explication : c'est un document qui pour bien décrire l'activité est rédigé selon le QQQCP:

- quoi ? : de quoi il s'agit, quelle est cette activité ?
- qui ? : qui est concerné par cette activité, quels sont les acteurs de cette activité ?
- où ? : où doit se dérouler cette activité ?
- quand ? : à quel moment doit être réalisée cette activité ?
- comment ? : en quoi consiste cette activité (description des étapes et de leur chronologie) ?
- pourquoi ? : indication de l'objectif de cette activité et justification des réponses apportées aux questions précédentes.

2.2. Procédure de maîtrise des documents : elle doit préciser comment tous les documents de l'entreprise doivent être :

- présentés (explicitation du cartouche)
- identifiés
- vérifiés et approuvés
- modifiés et révisés
- diffusés et mis à disposition
- archivés
- détruits.

2.3. Procédures exigées par la norme ISO 9001 :

- Procédure de maîtrise des documents
- Procédure de maîtrise des enregistrements
- Procédure de maîtrise des non conformes
- Procédure d'audits internes
- Procédure d'actions correctives
- Procédures d'actions préventives.

Deuxième partie : la qualité en fabrication

1- Sélection des fournisseurs

1.1. L'évaluation des fournisseurs doit être renforcée car le lait pasteurisé subit un traitement thermique plus limité que le lait stérilisé, il y a donc une destruction plus restreinte des microorganismes, d'où la nécessité d'une charge initiale plus faible.

1.2. L'audit des étables est un audit externe (deuxième partie), audit « fournisseur ».

Les étapes de cet audit sont :

- le déclenchement de l'audit
- la préparation de l'audit
- la conduite de l'audit qui comporte :
 - réunion d'ouverture (entretien préalable avec les audités)
 - déroulement
 - entretien de fin d'audit
- la conclusion : élaboration du rapport d'audit
- le suivi de l'audit.

1.3. La préparation du questionnaire d'audit nécessite de :

- consulter les documents référents
- déterminer les questions à poser, les observations à faire
- construire un tableau à remplir lors de la conduite dans lequel figureront les réponses aux questions posés, les éléments observés avec les éléments d'appréciation.

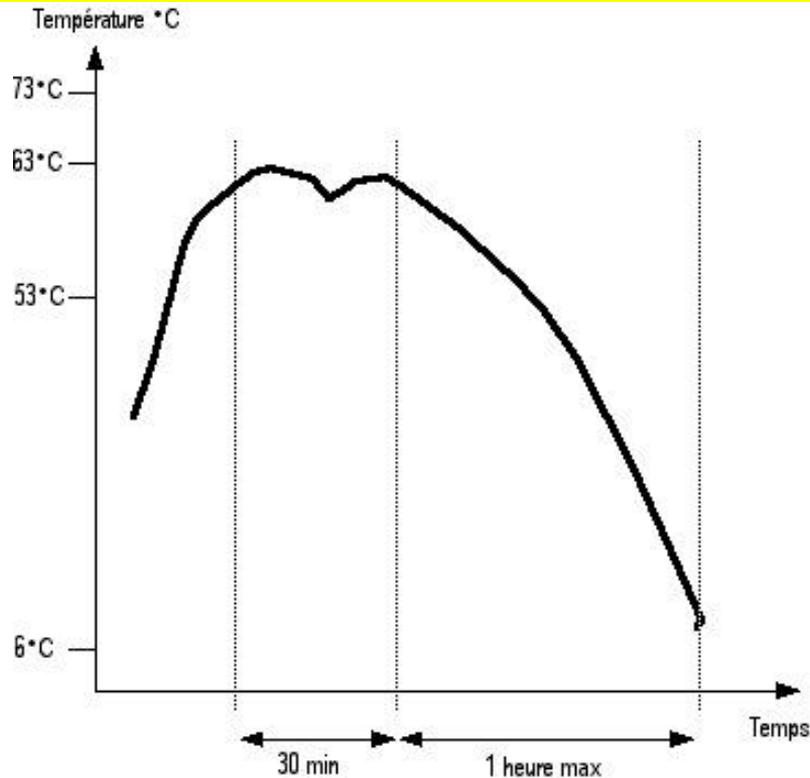
Les éléments que devra donc comporter ce questionnaire d'audit sont les questions à poser et les éléments à observer, à savoir :

- l'existence d'une patente vétérinaire ou médicale (donc d'une patente sanitaire), la date d'obtention et la durée de validité (qui doit être inférieure à 1 an)
- l'existence d'un contrôle médical du personnel
- la nature des produits de désinfection utilisés
- la conformité à la norme NF U 36-101 des refroidisseurs du lait
- le respect de la marche en avant
- les paramètres d'ambiance
- la propreté du matériel de traite
- l'existence d'un plan de nettoyage
- le nettoyage du matériel et des locaux
- l'hygiène du personnel en contact direct avec le lait (existence de consignes concernant la tenue et l'hygiène corporelle, l'existence de dispositifs de lavage des mains)
- l'existence de documents d'enregistrement relatifs au lait recueilli et stocké (température, durée de stockage...)
- la vérification des instruments de mesure utilisés (thermomètres.....)
- l'alimentation animale
- l'utilisation d'eau potable.....

2- Enregistreurs de température

2.1. Le diagramme attendu est une courbe : température = f(temps). Sur lequel doivent apparaître nettement :

- la montée en température jusqu'à 63°C
- le palier de 30 minutes à 63°C
- le refroidissement de 63°C à 6°C en 1 heure maximum.



Remarque : il est possible de représenter un diagramme circulaire correspondant à un enregistrement sur disque (les mêmes éléments doivent apparaître).

2.2. température lue : 66,5°C.

2.3. Contrôles exigés et résultats attendus :

- contrôle de précision : $\pm 1^\circ\text{C}$ à 63°C
- contrôle d'inertie thermique : réponse des $7/10^{\text{ème}}$ de l'amplitude dans les 30 secondes
- vitesse de défilement

Documents associés à ces contrôles

- Mode opératoire du contrôle de précision (document de niveau 3)
- Document d'enregistrement du contrôle de précision (document de niveau 4)
- Mode opératoire du contrôle de l'inertie thermique (document de niveau 3)
- Document d'enregistrement de l'inertie thermique (document de niveau 4)
- Mode opératoire du contrôle de la vitesse de défilement (document de niveau 3)
- Document d'enregistrement du contrôle de la vitesse de défilement (document de niveau 4)

3- Plan de nettoyage- désinfection

3.1. Éléments devant figurer dans le plan de nettoyage

- les éléments à nettoyer
- les produits à utiliser
- la fréquence des opérations de nettoyage
- les modes opératoires
- les contrôles et les enregistrements correspondants
- les responsabilités (nom et visa).

Paramètres influençant l'efficacité des opérations de nettoyage- désinfection :

- Le SENS :
 - type de souillure, nature des microorganismes et charge initiale
 - type d'eau (qualité microbiologique, pH, dureté, température)
 - nettoyage (nature des produits, date de validité)
 - support (type de surface à nettoyer)
- Le TACT :
 - temps d'action

- Concentration
- Température

Troisième partie : les signes de qualité des produits

1- « Label rouge » et « IGP »

Définitions

- Le label rouge : Marque collective française attestant qu'une denrée alimentaire ou qu'un produit agricole non alimentaire et non transformé (semence, gazons, fleurs....) possède un ensemble de caractéristiques spécifiques préalablement fixées et établissant un niveau de qualité supérieure le distinguant des produits similaires.
- L'IGP : Nom d'une région, d'un lieu déterminé ou dans des cas exceptionnels d'un pays servant à désigner un produit agricole ou une denrée alimentaire :
 - originaire de cette région, de ce lieu déterminé ou de ce pays,
 - dont une qualité déterminée, une réputation ou une autre caractéristique peut être attribuée à cette aire géographique,
 - et dont la production et/ou la transformation et/ou l'élaboration ont lieu dans l'aire géographique délimitée.

Comparaison :

Le label rouge est un signe français, l'IGP est un signe européen.

Le label rouge est la preuve d'un niveau de qualité supérieure alors que l'IGP met l'accent sur la spécificité due à l'origine géographique.

Emmental Grand Cru fait référence à la qualité supérieure du produit, donc correspond au label rouge.

Emmental Français Est-Central fait référence à l'origine géographique et correspond donc à l'IGP.

2. Création d'un label rouge

Étapes pour aboutir à la création du Label Rouge :

- Constitution d'un groupe de professionnels (d'un regroupement de producteurs)
- Établissement d'un cahier des charges (description des caractéristiques du produit, plan de contrôle, nom de l'organisme certificateur. Ce cahier des charges est déposé au ministère de l'agriculture (CNLC : commission nationale des labels et des certifications des produits agricoles et alimentaires).
- Reconnaissance officielle : homologation du cahier des charges lorsqu'il est accepté et publication de celui-ci au Journal Officiel.

3. L'AOP

Définition AOP : Nom d'une région, d'un lieu déterminé ou éventuellement d'un pays servant à désigner un produit agricole ou une denrée alimentaire :

- originaire de cette région,
- dont la qualité ou les caractères sont dus essentiellement ou exclusivement au milieu géographique comprenant les facteurs naturels et humains,
- et dont la production, la transformation et l'élaboration ont lieu dans l'aire géographique délimitée
- et résultant d'un savoir-faire reconnu et constaté.

Comparaison « Emmental Est Central Grand Cru » et « Comté » : le Comté est un fromage dont la fabrication s'effectue uniquement dans la zone géographique correspondante, tandis que l'Emmental Est Central Grand Cru est fabriqué dans la zone Est Central. Ce dernier est donc un fromage moins typé par rapport à un terroir.

Quatrième partie : contrôle de la qualité des produits

1- Spécifications pour le produit fini

Matière première : lait (de vache)

Présentation de la meule

- 30 à 55 kg
- 50 à 70 cm de diamètre
- talon droit ou légèrement convexe de 8 à 13 cm

- épaisseur au centre 11 (pour un talon de 8) à 18 cm (pour un talon de 13)
- croûte frottée, solide, grénée, jaune doré à brun

Présentation de la pâte

- cuite pressée
- couleur ivoire à jaune
- « ouverture » possible, taille d'une cerise

Composition :

- Matière sèche : supérieure ou égale à 62 g / 100 g
- Matière grasse : supérieure ou égale à 45 g / 100 g de matière sèche
- NaCl : supérieure ou égale à 0,6 g / 100 g

Étiquetage : cf réglementation

Marquage :

sur la croûte : plaque de caséine verte ovale (10 et 5,5 cm de diamètre)

en noir, de façon indélébile

- au dessus du grand diamètre : France, lettres de 8 mm
- sur le grand diamètre : Comté, lettres de 12 mm
- au dessous du grand diamètre : N° d'identification de l'atelier (lettres de 8 mm)
- à gauche : jour de fabrication, lettres de 25 mm
- à droite : mois de fabrication, lettres de 25 mm.

2- Teneur en NaCl : commentaires

Un lot est non conforme (le lot 15404) car la teneur est inférieure à 0,6 g / 100 g

De grandes variations de cette teneur peuvent être notées, il n'y a donc pas une bonne maîtrise du procédé.

Les valeurs sont plutôt élevées, ce qui peut remettre en cause les qualités organoleptiques du produit.

Il s'agit d'un processus mal maîtrisé qui nécessite des contrôles en amont.

3- Point qualité

3.1. Justification de l'affichage

Information du personnel des résultats de la production afin de permettre :

- une meilleure implication
- une plus grande motivation
- une responsabilisation.

3.2. Caractéristiques d'un indicateur qualité

- bien défini et de façon durable
- facilement mesurable et sur une longue période
- corrélé à la qualité
- facile à interpréter.

Exemples d'indicateurs qualité :

- Nombre de réclamations clients, indice de satisfaction des clients
- Pourcentage des rebuts
- Coûts de la non qualité
- Temps de réponse aux demandes d'actions correctives
- Nombre de fiches d'anomalies.....

CATALOGUE DE L'UPBM :



<http://www.upbm.net>

Vous trouverez sur notre site le catalogue avec possibilité d'édition des bons de commande.

Dès que possible, des corrigés complémentaires ou des erratums seront en ligne.

ISBN : 2-910069-45-1

