

BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR AGRICOLE
E5 LABORATOIRE

Option : ANABIOTEC

Durée : 180 minutes

Matériel(s) et document(s) autorisé(s) : **Calculatrice**

Le sujet comporte 22 pages

NB : les documents et le contexte ont été modifiés pour les besoins de l'épreuve.

SUJET

Des pommes à la compote

Afin de valoriser l'excès de production de pommes locales, une coopérative transforme ce surplus en compote.

Pour assurer la qualité sanitaire des matières premières jusqu'au produit fini, des analyses sont nécessaires. La coopérative fait appel au laboratoire départemental accrédité.

En tant que technicien(ne) de laboratoire, vous êtes chargé(e) de :

- Contrôler la qualité du lot de pommes à réception en mettant en place des analyses notamment pour la recherche de la patuline et du cadmium.
- Mettre en place l'analyse des dangers et la détermination des points critiques du process de fabrication en collaboration avec la coopérative.
- Réaliser des analyses microbiologiques sur la compote.

PARTIE 1 : Recherche de la patuline dans les pommes (5 points)

- 1.1. Définir le secteur d'activité et le type du laboratoire.
- 1.2. Justifier, à l'aide du **document 1**, le danger de la patuline pour l'homme.
- 1.3. Justifier le choix de la technique ELISA pour le dosage de la patuline.
- 1.4. Indiquer, à l'aide du **document 2**, le rôle des étapes 4/ à 12/ du protocole ELISA.

Lors d'un dosage ELISA de la patuline sur la compote de pommes, on obtient un rapport $B/B_0 = 0,4$.

- 1.5. Estimer, à l'aide de la courbe du **document 2**, la valeur de la concentration (en ppb) de la compote de pommes en patuline.
- 1.6. Conclure sur la qualité sanitaire de la compote de pommes par rapport à la patuline, en formulant un commentaire et des conseils pour la production.

PARTIE 2 : Détermination de la teneur en cadmium dans les pommes (9 points)

Particulièrement nocif pour la santé rénale, le cadmium fait partie des métaux dont la teneur dans les fruits est réglementée par l'Union Européenne. Face aux risques d'exposition des populations à ce contaminant, les teneurs maximales autorisées en cadmium ont été abaissées fin août 2021 dans presque toutes les matrices alimentaires, via le règlement UE n°2021/1323. Pour les pommes, cette teneur maximale est de 0,02 mg/kg de pommes.

Pour réaliser ce dosage, le laboratoire met en œuvre la méthode par spectroscopie d'absorption atomique. Il utilise la norme **ISO 6561-2:2005 « Fruits, légumes et produits dérivés - Détermination de la teneur en cadmium - Partie 2 : méthode par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme »** dont un extrait est donné dans le **document 3**.

- 2.1. Justifier le choix de la méthode utilisée par le laboratoire pour le dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique (SAA).
- 2.2. Identifier les différentes étapes pré-analytiques, analytiques et post-analytiques du protocole.
- 2.3. Rappeler, à l'aide des **documents 3 et 4**, les risques encourus par le manipulateur lors de l'étape de minéralisation par voie humide.
- 2.4. Décrire la gestion des déchets concernant la minéralisation.

Lors de la réalisation du protocole, vous avez pesé une prise d'essai de 50,04 g. Après passage dans le SAA, la gamme d'étalonnage a permis de déterminer une concentration en masse de cadmium de valeur $C = 0,164 \mu\text{g/mL}$ dans la solution d'essai et une concentration en masse de cadmium de la solution d'essai à blanc de valeur $C_{\text{blanc}} = 0,009 \mu\text{g/mL}$.

2.5. Préciser l'intérêt de faire un essai à blanc.

2.6. Déterminer la teneur en cadmium de l'échantillon de pommes et conclure.

Le responsable du laboratoire souhaite remplacer la technique de minéralisation par voie humide par une technique de minéralisation par micro-ondes (**document 5**).

2.7. Citer les avantages de mettre en œuvre la minéralisation par micro-ondes.

Pour valider la nouvelle méthode de minéralisation, le technicien de laboratoire compare les teneurs en cadmium obtenues par les deux procédés : minéralisation par voie humide et minéralisation par micro-ondes.

Les teneurs en cadmium obtenues sur 10 pommes, exprimées en mg/kg de pommes, sont présentées dans le tableau ci-dessous :

Numéro pomme	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Minéralisation par voie humide	0,018	0,015	0,017	0,012	0,015	0,018	0,017	0,016	0,013	0,014
Minéralisation par micro-ondes	0,017	0,015	0,015	0,013	0,013	0,017	0,018	0,015	0,012	0,013

On suppose que la teneur en cadmium, obtenue avec les deux méthodes, est une variable distribuée selon une loi normale.

À l'aide des **documents 6 et 7** :

2.8. Proposer, en le justifiant, le choix d'un test statistique permettant d'établir s'il existe une différence significative entre les teneurs obtenues avec les deux méthodes de minéralisation.

2.9. Mettre en œuvre ce test au seuil de risque de 5 % et conclure.

PARTIE 3 : Maîtrise du process de fabrication de la compote de pommes (4 points)

Le process de fabrication de la compote de pommes est présenté dans le **document 8**.

Les principaux germes pathogènes pouvant être présents dans les matières premières sont :

- *Bacillus cereus*
- *Listeria monocytogenes*
- Les levures et moisissures

Les caractéristiques de ces germes sont détaillées dans le **document 9**.

- 3.1. Réaliser, pour chacun de ces germes et chacune des étapes, l'analyse des dangers microbiologiques.
- 3.2. En déduire les germes qui peuvent rester viables dans le produit fini.
- 3.3. Déterminer, à l'aide du process de fabrication (**document 8**) et de l'arbre de décision (**document 10**), l'ensemble des points critiques microbiologiques.
- 3.4. Parmi ces points critiques, choisir un CCP microbiologique et détailler les modalités des contrôles à réaliser sur ce CCP (éventuellement sous forme d'un tableau).

PARTIE 4 : Analyses microbiologiques sur le produit fini (2 points)

Le document de la Fédération du Commerce et de la Distribution (**document 11**) précise les analyses microbiologiques à réaliser.

Votre laboratoire réceptionne un échantillon du premier lot de compotes en coupelles filmées. Votre collègue a réalisé les analyses et une partie des dénombrements, les résultats sont les suivants :

- pour les levures et moisissures : 45 ufc/g
- pour les *Bacillus cereus* : 28 ufc/g
- pour les *Listeria monocytogenes* : non détectés
- pour la flore mésophile aérobie, le résultat reste à calculer avec les boîtes de dénombrement ci- dessous ; l'ensemencement a été réalisé avec 1 mL en profondeur avec la gélose PCA.

Dilution	10 ⁻³	10 ⁻⁴
Boîte 1	135	11
Boîte 2	141	13

- 4.1. Calculer le nombre d'ufc/g de la flore mésophile aérobie à l'aide de la relation suivante :

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

$\sum C$ = somme des colonies comptées sur les boîtes retenues

n_1 = nombre de boîtes retenues à la première dilution

n_2 = nombre de boîtes retenues à la deuxième dilution

V = volume de l'inoculum

d = taux de dilution de la première dilution retenue (10⁻¹, 10⁻², 10⁻³...)

- 4.2. Conclure, grâce à l'ensemble des résultats pour les différents micro-organismes, sur la conformité du lot de compotes vis-à-vis des exigences de la F.C.D (voir **document 11**).
- 4.3. Donner des recommandations à la coopérative en fonction des résultats obtenus.

LISTE DES DOCUMENTS

Document 1 : Informations sur la patuline

Document 2 : Test Patuline ELISA

Document 3 : Extrait de la norme ISO 6561-2 :2005 FRUITS, LÉGUMES ET PRODUITS DÉRIVÉS - Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

Document 4 : Extrait des Fiches de Données de Sécurité (FDS) des réactifs utilisés pour la minéralisation par voie humide

Document 5 : Minéralisation par micro-ondes

Document 6 : Variables aléatoires de quelques tests statistiques

Document 7 : Fonctions de répartitions

Document 8 : Process de fabrication de la compote de pommes et caractéristiques du produit fini

Document 9 : Caractéristiques des micro-organismes ciblés

Document 10 : Arbre de décision pour l'identification des CCP

Document 11 : Extraits du document « critères microbiologiques de la « Fédération du Commerce et de la Distribution »

DOCUMENT 1 : Informations sur la patuline

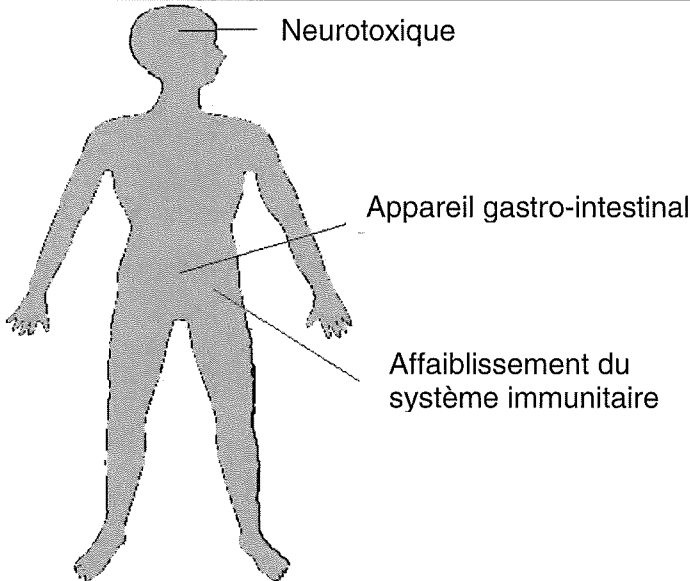
 MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE ET DE LA PÊCHE	FICHE TECHNIQUE DU SERVICE RÉGIONAL DE LA PROTECTION DES VÉGÉTAUX DE HAUTE-NORMANDIE
	LA PATULINE Rédaction : M Roussel, M Lemarchand, M Benard, J Dreyfus Mise à jour : septembre 2007

DÉFINITIONS ET PROPRIÉTÉS :

La patuline est un métabolite secondaire (mycotoxine) issu d'un champignon pathogène. Celui-ci est un parasite de blessures : piqûres d'insectes, chocs subis par les fruits, altération de l'épiderme suite à une attaque d'autres champignons. Il a souvent été identifié sur des fruits portant des symptômes de pourritures externes. Un fruit apparemment sain peut contenir de la patuline.

Tolérant aux températures (optimum 17° C), aux conditions d'hygrométrie, à la composition de l'atmosphère et indifférent à la lumière, le parasite est présent partout, dans les vergers, les stations fruitières et les ateliers de transformation. La patuline est présente dans les produits cidricoles non fermentés ou faiblement fermentés (jus de pomme, cidre doux/demi sec, apéritifs à base de cidre) lorsque des fruits blessés, de mauvaise qualité ou pourris, ont été utilisés. Par contre, la patuline n'est pas dégradée par la pasteurisation. La présence de patuline n'est pas décelable sans analyse. Les jus qui en contiennent ne présentent ni goût particulier, ni modification d'aspect.

TOXICITÉ DE LA PATULINE :

Immuno-toxique : affaiblissement du système immunitaire. Neurotoxique : attaque du système nerveux. Cette molécule a un effet néfaste sur l'appareil gastro-intestinal.	
--	--

DOCUMENT 1 (suite et fin)

ASPECTS RÉGLEMENTAIRES :

Dispositions réglementaires concernant la contamination par la patuline :

- Règlements CEE n°1881/2006 de la Commission du 19/12/2006 et n°401/2006 de la Commission du 23/02/2006.

- Recommandation de la CEE du 11/8/03

Produits	Teneurs maximales en ppb (µg/kg)
Pour les jus de fruits (y compris ceux reconstitués à base de concentrés), les nectars de fruits, les spiritueux et les cidres et autres boissons produites à base de jus de pommes.	50
Pour les produits solides à base de pommes (compotes, purées).	25
Pour les aliments (autres que ceux préparés à base de céréales) destinés au nourrisson et à l'enfant en bas âge.	10

MOYENS DE LUTTE :

Quelques bonnes pratiques agricoles :

- Cueillette et ramassage par temps sec.
- Éliminer les fruits tombés prématurément (fruits véreux...).
- Pressage dès que possible après cueillette et transformation dans les 3 à 5 jours suivant la cueillette pour les fruits cueillis mécaniquement.
- Si stockage post récolte, trier rigoureusement les fruits avant lavage.
- Éviter l'entreposage dans des milieux chauds et humides.
- Toutes les caisses ou conteneurs servant au stockage ou au transport doivent être nettoyés, propres, secs et débarrassés de tous débris.

DOCUMENT 2 : Test Patuline ELISA

Référence produit : NOVAKITS 1500106 : Patuline ELISA Kit - Coffret complet 96 puits

Les réactifs doivent être ramenés à température ambiante (20-25°C) avant mise en œuvre.

Préparation des échantillons de compote de pomme :

Les échantillons doivent être testés immédiatement après prélèvement pour éviter toute dégradation. Les échantillons doivent être parfaitement homogénéisés avant prise d'essai.

- Peser 0,5 g dans un tube conique de 15 mL.
- Ajouter 5 mL de diluant échantillon 1X ;
- Vortexer durant minimum 10 secondes ;
- Homogénéiser durant 10 minutes : agitateur rotatif, à plateau...
- Laisser décanter au moins 2 minutes ;
- Transférer 2 mL dans un tube à centrifuger ;
- Centrifuger 5 minutes à 8100 g ;
- Ajouter 960 µL de diluant échantillon dans un tube en verre borosilicaté (tube 4 mL ou tube 12x75) ;
- Transférer 40 µL de surnageant – Vortexer ;

Avec ce protocole de préparation, l'échantillon de compote est dilué au 1/250.

Protocole ELISA :

1/ Préparer un schéma de plaque selon l'analyse du jour : la gamme de standards est à passer à chaque série. Le contrôle et les échantillons seront placés à la suite. Il est recommandé de passer l'ensemble en double.

2/ Placer sur le support le nombre de puits correspondants : la première barrette sera placée en A1, les autres à la suite. Les barrettes de 8 puits sont sécables pour ne prendre que le nombre de puits nécessaires. Bien veiller à ne pas toucher le fond des puits avec les doigts. S'assurer que les barrettes sont fermement clipsées sur le support.

3/ Distribuer 100 µL de Standards, Contrôle et Échantillons dérivés selon le schéma de plaque défini. Couvrir les puits avec un couvercle pour microplaque. Homogénéiser par un léger mouvement circulaire sur la paillasse durant 30 secondes.

4/ Incuber 60 minutes à température ambiante.

DOCUMENT 2 (suite)

5/ Procéder au lavage des puits. Vider le contenu des puits par un geste ferme. Remplir les puits avec au moins 250 μL de tampon de lavage dilué 1X. Vider et bien sécher la plaque en tapant sur du papier absorbant. Répéter 2 fois pour un total de 3 cycles de lavage. Veiller à très bien sécher la plaque après ce dernier lavage.

6/ Distribuer 100 μL de Solution Conjugué HRP (Flacon brun – solution verte) dans chaque puits. L'utilisation d'une pipette multicanaux est recommandée.

Couvrir les puits avec un couvercle pour microplaque. Homogénéiser par un léger mouvement circulaire sur la paillasse durant 30 secondes.

7/ Incuber 30 minutes à température ambiante.

8 / Procéder au lavage des puits (idem étape 5/).

9/ Distribuer 100 μL de Solution de coloration (Flacon brun) dans chaque puits avec une pipette multicanaux. Couvrir les puits avec un couvercle pour microplaque. Homogénéiser par un léger mouvement circulaire sur la paillasse durant 30 secondes.

10/ Incuber 20 minutes à température ambiante et à l'abri de la lumière directe.

11/ Distribuer 100 μL de Solution Stop dans chaque puits avec une pipette multicanaux. Reproduire la séquence et le rythme de la distribution de la solution de coloration.

12/ Lire au spectrophotomètre de microplaques avec filtre à 450 nm dans les 15 minutes.

Interprétation

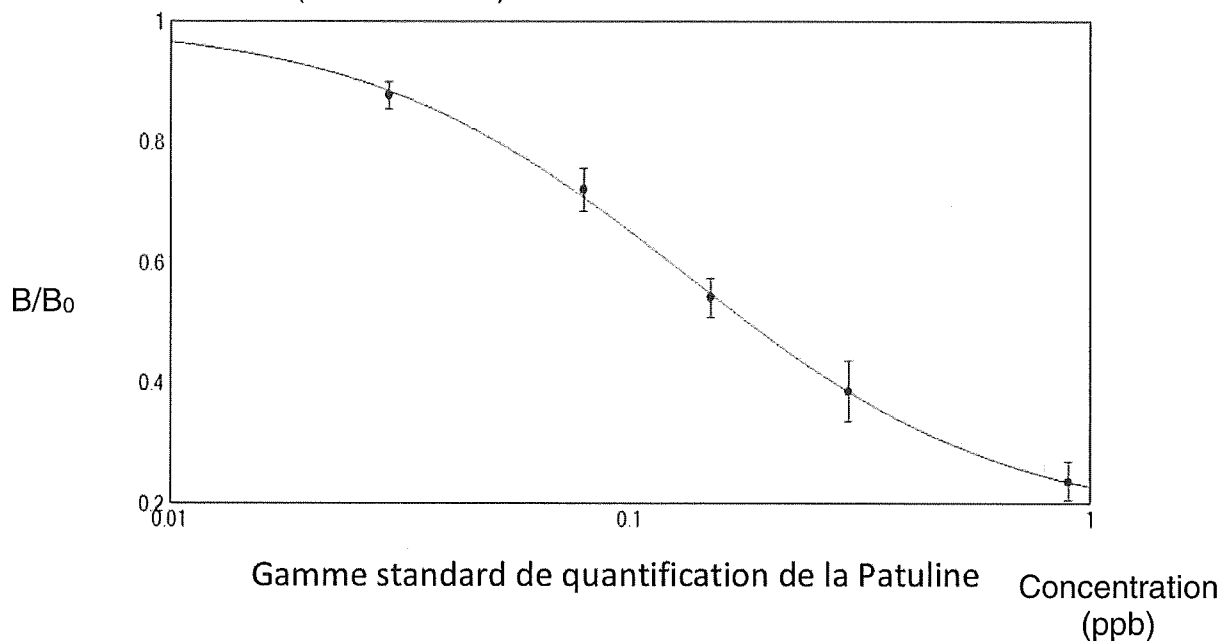
- Déterminer le ratio d'absorbance B/B_0 des standards en divisant la moyenne des densités optiques (DO) par la moyenne de la DO du standard 0 à zéro ppm.
- Tracer la courbe de calibration (courbe étalon).

En abscisse (X) : concentration des standards en échelle logarithmique

En ordonnée (Y) : Ratio d'absorbance B/B_0 en échelle linéaire

DOCUMENT 2 (suite et fin)

Courbe de calibration (courbe étalon) obtenue :



- Déterminer la concentration en patuline du contrôle et dans les extraits des échantillons à partir de la courbe. La concentration est exprimée en ppb ($1 \text{ ppb} = 1 \mu\text{g/L} = 1 \mu\text{g/kg}$).
- Vérifier que la valeur mesurée du contrôle correspond avec la fourchette mentionnée sur l'étiquette du flacon. Multiplier la concentration dans les extraits mesurés par le facteur de préparation d'échantillon : 250

**DOCUMENT 3 : Extrait de la norme ISO 6561-2 :2005 FRUITS, LÉGUMES ET PRODUITS
DÉRIVÉS -Détermination de la teneur en cadmium par spectrométrie d'absorption atomique
avec flamme**

1 - OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente partie de l'ISO 6561 spécifie une méthode par spectrométrie d'absorption atomique pour la détermination de la teneur en cadmium des fruits, légumes et produits dérivés.

2 - PRINCIPE

Cette méthode est basée sur la minéralisation de la matière organique par voie humide (en présence d'acide nitrique HNO_3 , d'acide sulfurique H_2SO_4 et peroxyde d'hydrogène H_2O_2) suivie de l'extraction du cadmium par un mélange dithizone-chloroforme à pH 9, puis du dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme.

3 - RÉACTIFS (...)

3.1 - Acide nitrique concentré ($\rho_{20} = 1,38 \text{ g/mL}$).

3.2 - Acide sulfurique concentré ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/mL}$).

3.3 - Acide chlorhydrique, dilué, à $0,2 \text{ mol/L}$.

3.4 - Peroxyde d'hydrogène, concentré (50 %).

3.12 - Solution étalon de cadmium, correspondant à une concentration en cadmium de $1,0 \text{ mg/mL}$.

4 - APPAREILLAGE

4.1. Broyeur mécanique (...)

4.2. Ballons à fond rond, d'une capacité de $1\,500 \text{ mL}$. (...)

4.7. Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur à air/acétylène, adapté pour des mesures à une longueur d'onde de $228,8 \text{ nm}$.

4.8. Chauffe-ballon (...)

5 - ÉCHANTILLONNAGE (...)

6 - MODE OPÉRATOIRE*

*Mode opératoire reprenant les éléments utiles au sujet.

DOCUMENT 3 (suite)

6.1 - PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Enlever d'abord les tiges, les parois dures et les pépins, puis broyer les pommes à l'aide du broyeur mécanique (4.1). (...)

6.2 - PRISE D'ESSAI

Peser, à 0,01 g près, 50 g de la prise d'essai (6.1) dans un ballon à fond rond de 1 500 mL (4.2).

6.3 - MINÉRALISATION (sous hotte)

(...) Ajouter plusieurs grains de pierre ponce ou billes de verre et (...) 25 mL d'acide nitrique (3.1). Couvrir et chauffer doucement à l'aide d'un chauffe-ballon (4.8) muni d'un réfrigérant pour déclencher la transformation. (...). Ajouter 25 mL d'acide nitrique (3.1), chauffer à nouveau et continuer jusqu'à avoir ajouté 100 mL d'acide nitrique (3.1) (...). Laisser reposer à température ambiante pendant la nuit. (...)

Ajouter 20 mL d'acide sulfurique concentré (3.2) à la solution. Diluer, précautionneusement, jusqu'à 300 mL avec de l'eau et porter à ébullition à l'aide d'un chauffe-ballon (4.8) jusqu'à ce que la carbonisation commence.

(...) Ajouter avec précaution le peroxyde d'hydrogène (3.4) mL par mL (...) jusqu'à ce que la solution soit incolore. Chauffer vigoureusement pour éliminer l'excès de peroxyde d'hydrogène. Refroidir la digestion incolore à température ambiante.

6.4 - ESSAI A BLANC

Effectuer un essai à blanc, en utilisant la même procédure de minéralisation que celle décrite au point 6.3 en remplaçant la prise d'essai par une quantité d'eau égale à la quantité de prise d'essai prélevée pour analyse (6.2).

6.5 - Extraction *

* Éléments ajoutés pour les besoins de l'épreuve.

(...) L'extraction du cadmium réalisée par un mélange dithizone-chloroforme à pH 9 permet d'obtenir un résidu sec contenant l'intégralité du cadmium à doser. Après dissolution de ce résidu avec la solution d'acide chlorhydrique dilué (3.3), on obtient un volume $V = 5,0$ mL de solution d'essai.

6.6 - DÉTERMINATION

6.6.1 - Tracé de la droite d'étalonnage

Diluer la solution étalon de cadmium (3.12) avec une solution d'acide chlorhydrique diluée (3.3) pour obtenir quatre solutions de concentration en masse de cadmium égale à 0,1 µg/mL, 0,5 µg/mL, 1,0 µg/mL et 2,0 µg/mL.

Aspirer chacune de ces solutions, à tour de rôle, dans la flamme du spectromètre (4.7). Utiliser la solution d'acide chlorhydrique diluée (3.3) comme blanc. (...)

Relever les valeurs d'absorbance correspondantes et tracer le graphique d'étalonnage : absorbance en fonction de la concentration en cadmium exprimée en microgrammes par millilitre (µg/mL).

6.6.2 - Mesure spectrométrique

(...) Aspirer dans la flamme du spectromètre (4.7) la solution d'essai (6.5) et l'essai à blanc (6.4). Enregistrer les absorbances. Si l'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution étalon la plus élevée de la courbe d'étalonnage (6.6.1), diluer la solution d'essai avec la solution d'acide chlorhydrique diluée (3.3) et mesurer à nouveau l'absorbance.

7 - EXPRESSION DES RÉSULTATS

La teneur ω en cadmium de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est telle que :

$$\omega = \frac{(C - C_{\text{blanc}}) \times V}{m} \times F$$

Où :

- **C** est la concentration de cadmium, exprimée en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai déterminée grâce à la gamme d'étalonnage ;
- **C_{Blanc}** est la concentration en cadmium, exprimée en microgrammes par millilitre, de la solution d'essai à blanc, déterminée grâce à la gamme d'étalonnage ;
- **m** est la masse de la prise d'essai en grammes ;
- **V** est le volume de la solution d'essai exprimée en millilitres contenant l'intégralité du cadmium extrait ;
- **F** est le facteur de dilution (si nécessaire)

DOCUMENT 4 : Extrait des Fiches de Données de Sécurité (FDS) des réactifs utilisés pour la minéralisation par voie humide

Acide nitrique concentré ($\rho_{20} = 1,38 \text{ g/mL}$).

Pictogrammes

GHS03, GHS05,
GHS06



Mentions de danger

H272	Peut aggraver un incendie; comburant
H290	Peut être corrosif pour les métaux
H314	Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux
H331	Toxique par inhalation

Acide sulfurique concentré ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/mL}$).

Pictogrammes de danger



Mention d'avertissement

Danger

Mentions de danger

H290 Peut être corrosif pour les métaux.
H314 Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.

Peroxyde d'hydrogène à 50 %

Mention d'avertissement

Danger

Pictogrammes

GHS03, GHS05,
GHS07



Mentions de danger

H272	Peut aggraver un incendie; comburant
H302+H332	Nocif en cas d'ingestion ou d'inhalation
H314	Provoque de graves brûlures de la peau et de graves lésions des yeux
H335	Peut irriter les voies respiratoires
H412	Nocif pour les organismes aquatiques, entraîne des effets néfastes à long terme

DOCUMENT 5 : Minéralisation par micro-ondes

Multiwave 7000

L'excellence de la minéralisation micro-ondes

Il y a plus de 35 ans de cela, Anton Paar a développé le premier système de minéralisation doté d'une chambre de minéralisation sous pression d'azote et de récipients scellés sous pression – le HPA.

Combinant les meilleurs éléments de la conception du HPA à la technologie de minéralisation micro-ondes moderne, le Multiwave 7000 utilise des flacons et des récipients scellés sous pression dans une cavité de minéralisation pressurisée (PDC).

Le Multiwave 7000 offre une minéralisation complète de quasiment toute sorte d'échantillon, un workflow simplifié, des accessoires légers, des consommables faciles à manipuler et économiques et un temps de nettoyage réduit. Un développement de la méthode n'est pas nécessaire.

Vos avantages

Débit d'échantillons maximisé

Les bouchons enfichables permettent de minimiser le temps de préparation et la procédure de fermeture automatisée de réduire les étapes de manipulation. La puissance de 2 000 W garantit une chauffe rapide, des températures atteignant jusqu'à 300 °C assurent des temps de paliers courts durant l'essai de minéralisation et le refroidisseur à l'eau réduit le processus de refroidissement. Tout cela combiné à un support doté de 28 positions permet d'atteindre un débit d'échantillons imbattable.

Restez toujours en contact

Vous passez votre temps à aller et venir entre votre bureau et l'instrument pour vérifier si le processus est achevé ? Gagnez du temps avec le Multiwave 7000.

Le Multiwave 7000 envoie automatiquement une notification par e-mail lorsqu'un essai est achevé et vous en informe également par des signaux audiovisuels. Vous pouvez suivre le processus de minéralisation à partir de votre ordinateur ou de votre téléphone portable via une commande à distance.

Sécurité maximale

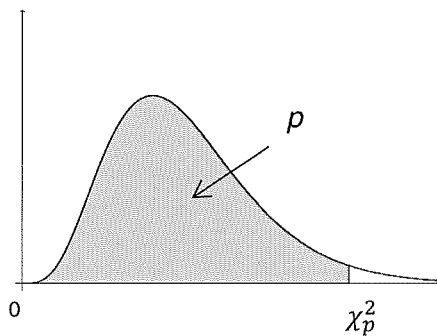
La sécurité est la question la plus importante en particulier lors de travaux à des températures et des pressions élevées combinées à des acides concentrés et des micro-ondes. De nombreuses fonctions de sécurité actives et passives protègent l'opérateur, le système et l'environnement dans toutes les situations. Seul le Multiwave 7000 est fourni avec des certificats ETL et GS (« niveau de sécurité attesté ») émis par un institut de test externe.



DOCUMENT 6 : Variables aléatoires de quelques tests statistiques

Moyenne	Test de conformité	$T = \frac{\bar{X} - \mu}{\frac{S}{\sqrt{n-1}}}$ T est distribuée selon la loi de Student à $n - 1$ degrés de liberté.
	Comparaison	$T = \frac{\bar{D}}{\frac{S_d}{\sqrt{n-1}}}$ T est distribuée selon la loi Student à $n - 1$ degrés de liberté
		$T = \frac{\bar{X}_1 - \bar{X}_2}{\sqrt{\left(\frac{n_1 S_1^2 + n_2 S_2^2}{n_1 + n_2 - 2}\right) \left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)}}$ T est distribuée selon la loi Student à $n_1 + n_2 - 2$ degrés de liberté
Variance	Test de conformité	$K = \frac{nS^2}{\sigma^2}$ K est distribuée selon la loi du Chi2 (χ^2) à $n - 1$ degrés de liberté
Proportion	Test de conformité	$U = \frac{F - \pi}{\sqrt{\frac{\pi(1-\pi)}{n}}}$ U est distribuée selon la loi normale centrée réduite
	Comparaison	$U = \frac{F_1 - F_2}{\sqrt{p(1-p)\left(\frac{1}{n_1} + \frac{1}{n_2}\right)}}$ avec $p = \frac{n_1 f_1 + n_2 f_2}{n_1 + n_2}$ U est distribuée selon la loi normale centrée réduite

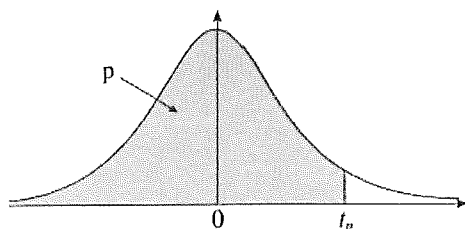
DOCUMENT 7



Fonction de répartition d'une variable du Khi2 (χ^2) à k degrés

Valeurs χ_p^2 telles que $\text{prob}(\chi^2 \leq \chi_p^2) = p$

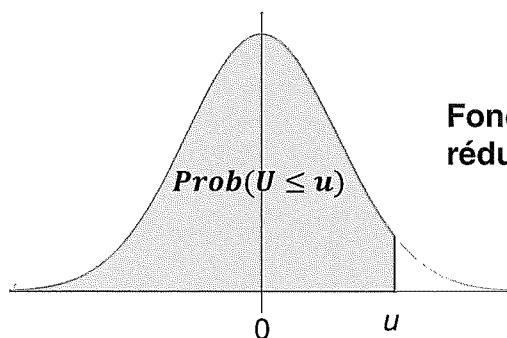
k	p	0,005	0,025	0,05	0,1	0,90	0,95	0,975	0,995
8		1,34	2,18	2,73	3,49	13,36	15,51	17,53	21,95
9		1,73	2,70	3,33	4,17	14,68	16,92	19,02	23,59
10		2,16	3,25	3,94	4,87	15,99	18,31	20,48	25,19
11		2,60	3,82	4,57	5,58	17,28	19,68	21,92	26,76



Fonction de répartition d'une variable de Student à k degrés de liberté.

Valeurs t_p telles que $\text{Prob}(T \leq t_p) = p$

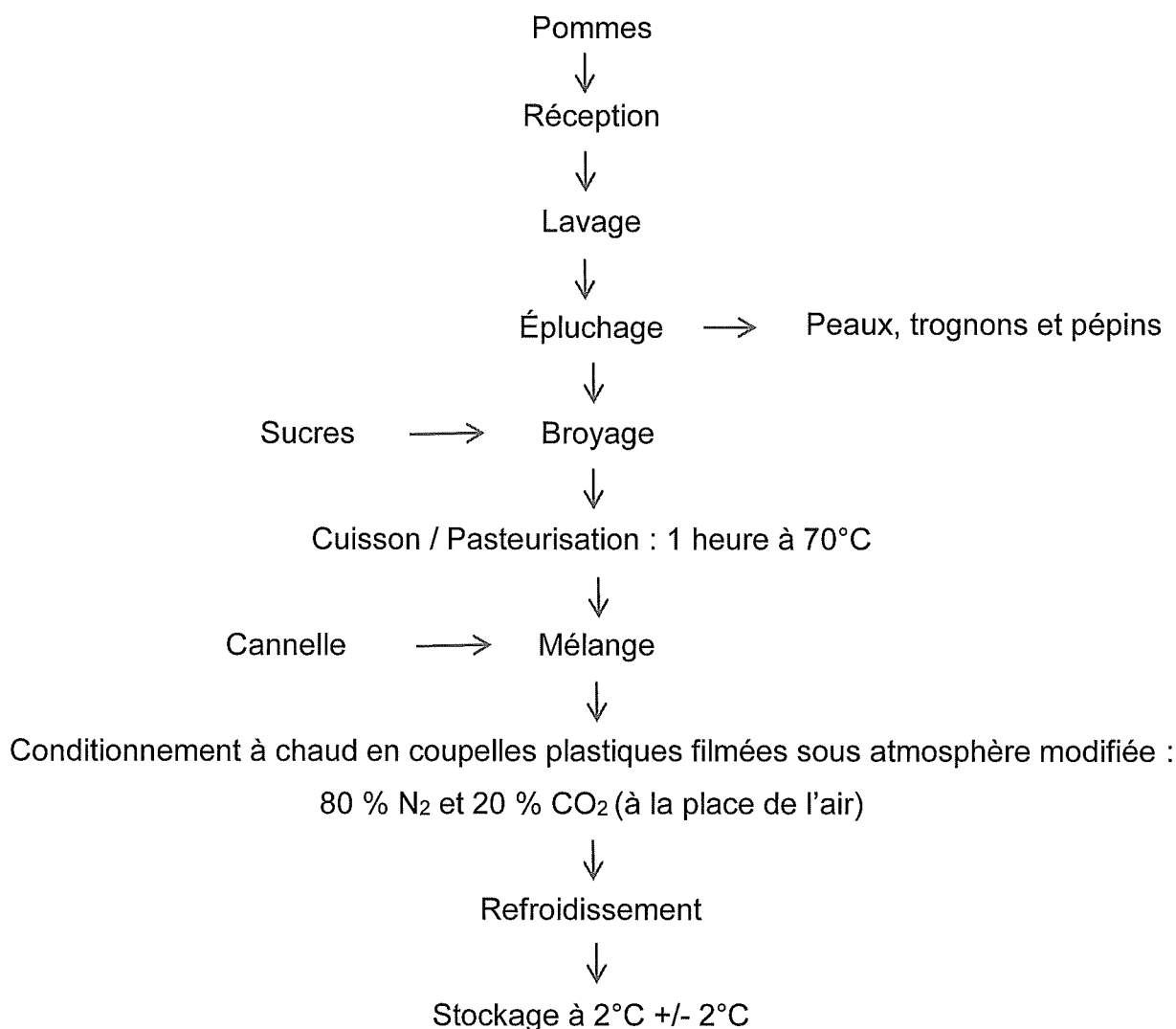
k	p	0,90	0,95	0,975	0,995	0,999	0,9995
8		1,40	1,86	2,31	3,36	4,50	5,04
9		1,38	1,83	2,26	3,25	4,30	4,78
10		1,37	1,81	2,23	3,17	4,14	4,59
11		1,36	1,80	2,20	3,11	4,02	4,44
12		1,36	1,78	2,18	3,05	3,93	4,32



Fonction de répartition de la loi normale centrée réduite

u	0	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,6	0,9452	0,9463	0,9474	0,9484	0,9495	0,9505	0,9515	0,9525	0,9535	0,9545
1,7	0,9554	0,9564	0,9573	0,9582	0,9591	0,9599	0,9608	0,9616	0,9625	0,9633
1,8	0,9641	0,9649	0,9656	0,9664	0,9671	0,9678	0,9686	0,9693	0,9699	0,9706
1,9	0,9713	0,9719	0,9726	0,9732	0,9738	0,9744	0,9750	0,9756	0,9761	0,9767

DOCUMENT 8 : Process de fabrication de la compote de pommes et caractéristiques du produit fini



DLC indiquée : 15 jours, à conserver au froid.

Caractéristiques physico-chimiques du produit fini	
pH	3 à 4,7
Aw	> 0,95



DOCUMENT 9 : Caractéristiques des micro-organismes ciblés

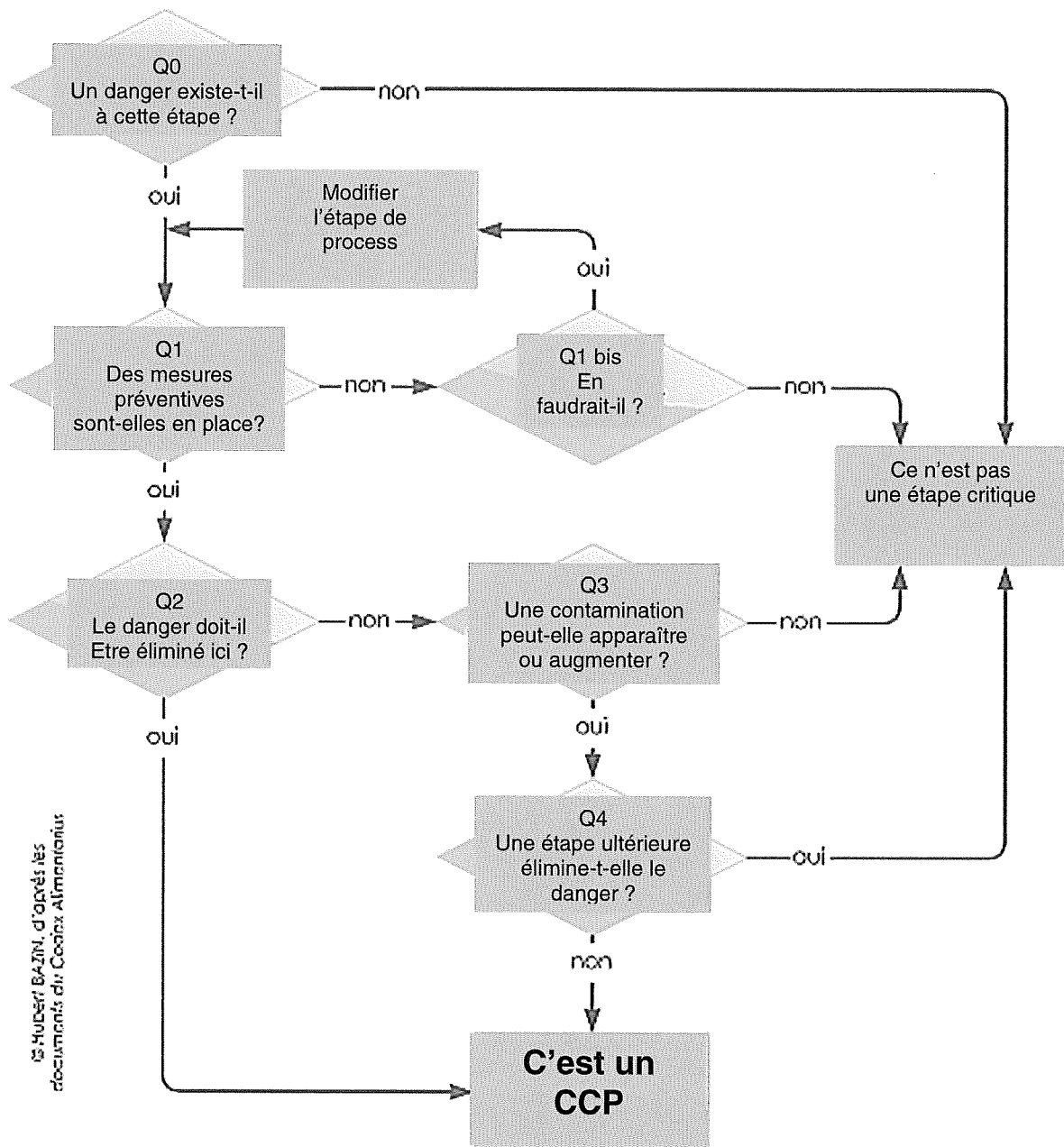
NOM	<i>LISTERIA MONOCYTOGENES</i>
Caractéristiques	Listeria est une famille de bactéries largement représentée dans l'environnement. Seule une espèce est pathogène pour l'homme : <i>Listeria monocytogenes</i>. Les <i>Listeria</i> sont : • Bacilles Gram + • AAF (Aérobies Anaérobies Facultatifs) • Psychrophiles (survivent jusqu'à -0,5°C et jusqu'à 44°C) • pH minimum : 4,5 • Aw : 0,85 minimum

NOM	<i>BACILLUS CEREUS</i>
Caractéristiques	Le genre <i>Bacillus</i> comprend plus de 90 espèces. Elles vivent naturellement dans les sols où elles peuvent survivre très longtemps sous forme de spores. <i>Bacillus cereus</i> est un germe pathogène opportuniste. <i>Bacillus cereus</i> est : • Un bacille Gram + • Sporulé • Mésophile • Aérobie-anaérobie facultatif • pH minimum 4,3 • Aw : 0,75 minimum Les spores de <i>B. cereus</i> sont présentes dans quasiment toutes les catégories d'aliment : produits secs ou déshydratés, tels que les épices, les herbes aromatiques, certains légumes, les céréales et les farines. Par ailleurs, les spores de <i>B. cereus</i> possèdent de fortes capacités d'adhésion aux surfaces en acier inoxydable et peuvent s'accumuler dans les équipements de transformation qui peuvent alors devenir des réservoirs de spores.

DOCUMENT 9 (suite et fin)

NOM	LEVURES ET MOISSURES
Caractéristiques	Ce sont des micro-organismes eucaryotes, pluri-cellulaires (moisissures) ou uni-cellulaires (levures), largement représentés dans l'environnement. • Organismes saprophytes, tirant leur apport nutritionnel des matières organiques. • Les moisissures peuvent être toxigènes (mycotoxines dont patuline, ochratoxine, aflatoxine...). Elles provoquent également des altérations (goût, aspect, odeur, texture de l'aliment). • Les levures rencontrées sur les aliments ne sont pas pathogènes mais peuvent provoquer des altérations.
	La contamination d'un aliment est facilitée par : - la présence de lésions sur les parois ou enveloppes des aliments. - la température : 20 – 30°C - la nature du substrat : glucides - Aw : 0,65 minimum - le pH : de 2 à 8 Les aliments possiblement incriminés sont : - les céréales (biscuits, muesli...) ; - les fruits (pommes, compotes, jus de pomme, cidre...) ; - le lait.

DOCUMENT 10 : Arbre de décision pour l'identification des CCP



© Hubert BAZIN, d'après les documents du Codex Alimentarius

**DOCUMENT 11 : Extraits du document « critères microbiologiques de la
« Fédération du Commerce et de la Distribution »**

**Critères microbiologiques applicables à partir de 2023 aux marques de
distributeurs, marques premiers prix et matières premières
dans leur conditionnement initial industriel**

➔ **Critère MP/MDD LS Réception :**

Ces critères sont applicables aux produits dans leur conditionnement initial industriel et sont valables à partir de la sortie usine fabriquant tant que le profil microbien n'est pas susceptible d'avoir évolué significativement par rapport au profil en sortie usine. Par convention, ces critères sont applicables aux produits détenus dans la chambre froide départ industriel, à réception sur plateforme/entrepôt et à réception en magasin (ces prélèvements ne peuvent pas être effectués si le produit a séjourné en rayon). Une règle peut être retenue : ces critères sont valables durant 1/7 de la durée de vie commerciale résiduelle à partir du premier contact avec la logistique du distributeur.

➔ **Critère MP/MDD LS à DLC/DDM Distribution :**

Ces critères sont applicables aux produits dans leur conditionnement initial industriel, pendant toute leur durée de vie et jusqu'à leur DLC/DDM. L'interprétation des résultats analytiques tient compte du cycle de vie des produits (notamment leur schéma logistique).

Denrée	Germe	Critère REG EU 2073	Critère MP/MDD LS Réception Distribution (R)	Critère MP/MDD LS à DLC/DDM Distribution (D)	Actions correctives	Commentaires
13. Matière grasse à tartiner Toute Margarine sauf 100 % végétale			FCD			
	Flore aérobie 30°C		5 000	5 000	1 ou 2	
	Levures et moisissures		10	10	1 ou 2	
	Entérobactéries		10	10	1 ou 2	
	Salmonella		Non détecté /25g	Non détecté /25g	5	
	Listeria monocytogenes	Non détecté /25g	100	100	3	
14. Margarine 100 % végétale	Flore aérobie 30°C		5 000	5 000	1 ou 2	
	Levures et moisissures		10	10	1 ou 2	
	Entérobactéries		10	10	1 ou 2	
	Salmonella		Non détecté /25g	Non détecté /25g	5	
15. Desserts de fruits cuits non stérilisés (exemple : compotes fraîches)	Flore aérobie 30°C		10 000	10 000	1 ou 2	
	Levures et moisissures		100	100	1 ou 2	
	Bacillus cereus		100	100	1 ou 2	
	Listeria monocytogenes*	Non détecté /25g	100	100	3	* Critère à réserver aux produits à risque en particulier en fonction du pH>4.4
Produits végétaux transformés (boissons végétales, préparations culinaires végétales, desserts végétaux...)	* Des critères pourront être intégrés pour ces produits d'ici la fin de l'année 2021 pour application à partir de Janvier 2022.					