



Ce document a été mis en ligne par l'organisme [FormaV](#)®

Toute reproduction, représentation ou diffusion, même partielle, sans autorisation préalable, est strictement interdite.

Pour en savoir plus sur nos formations disponibles, veuillez visiter :

www.formav.co/explorer

BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR AGRICOLE

ÉPREUVE E6

LE PROCESSUS DE FABRICATION

Option : Sciences et technologies des aliments

Spécialité : Toutes

Durée : 3 heures

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

Rappel : Au cours de l'épreuve, la calculatrice est autorisée pour réaliser des opérations de calcul, ou bien élaborer une programmation, à partir des données fournies par le sujet.

Tout autre usage est interdit.

Le sujet comporte **11** pages

PARTIE 1 : ÉTUDE DE L'INTOXICATION PAR *CLOSTRIDIUM BOTULINUM*11 points

PARTIE 2 : MAÎTRISE DES PROCÉDÉS19,5 points

PARTIE 3 : VALIDATION DES RECETTES ET CONFORMITÉ DES MATIÈRES PREMIÈRES 24 points

PARTIE 4 : ANALYSE SENSORIELLE 5,5 points

SUJET

La tapenade

Une entreprise artisanale spécialisée dans la fabrication de tapenade vient de subir une contamination par *Clostridium botulinum* ayant entraîné l'hospitalisation de 8 personnes dont certaines sont dans un état grave (**document 1**).

Cette petite entreprise fabrique des tapenades stérilisées conditionnées en pots en verre avec une DLUO d'un an.

Suite à cette intoxication alimentaire et à des manquements en termes de sécurité sanitaire (pas de dossier d'agrément sanitaire), la DDPP a décidé de fermer l'entreprise.

Un technicien a été embauché par le repreneur qui amène ses moyens et son savoir faire pour remettre « aux normes » cette entreprise afin de permettre sa réouverture et de la faire fonctionner dans de bonnes conditions.

Documents associés :

- **Document 1** : Extraits de l'article paru dans La Provence du 6 septembre 2011.
- **Document 2** : Données relatives à *Clostridium botulinum* d'après l'ANSES.
- **Document 3** : Fabrication industrielle de la tapenade.
- **Document 4** : Composition et valeurs nutritionnelles de la tapenade.
- **Document 5** : Evolution des températures de l'autoclave et du produit en fonction du temps.
- **Document 6** : Valeurs des indices de saponification et d'iode – Composition des huiles en acides gras.
- **Document 7** : Table de loi de Student.

PARTIE 1

Etude de l'intoxication par *Clostridium botulinum*

Dans un premier temps, le technicien récupère les analyses microbiologiques de la tapenade à l'origine de l'intoxication alimentaire collective. Cette analyse révèle la présence de toxine botulique et de *Clostridium botulinum* dans le produit.

- 1.1. L'entreprise appliquait un traitement thermique de 75 minutes à ébullition dans une lessiveuse (on considère que la température à ébullition est égale à 100°C). Sachant que la matière première contient au maximum 10^5 spores de *Cl.botulinum/g*, ce barème permettait-il de respecter les spécifications techniques du repreneur par rapport à ce germe ? (**document 2**)

Cette bactérie est capable de sporuler et dans certaines conditions de synthétiser une toxine thermolabile.

- 1.2. Expliquer pourquoi les 8 personnes ont été intoxiquées (**documents 2 et 4**).
- 1.3. Lister les différentes causes possibles ayant pu contribuer à la contamination bactérienne.

Dans un second temps, le technicien procède à la révision de la recette et du process.

PARTIE 2

Maîtrise des procédés

- 2.1. Etablir le diagramme de fabrication de la tapenade (**documents 3 et 4**).
- 2.2. À l'aide de ce diagramme, identifier et justifier les points critiques ainsi que les PRPO (programmes de pré-requis opérationnels).
- 2.3. Expliquer pourquoi l'entreprise doit faire un dossier d'agrément sanitaire. Dans celui-ci, un plan de maîtrise sanitaire est demandé, préciser en quoi il consiste (**document 4**).
- 2.4. Proposer un matériel de stérilisation plus adapté à cette fabrication. Expliquer le principe de fonctionnement de ce matériel.

En admettant que l'entreprise achète ce matériel, le technicien doit déterminer le barème approprié à cette fabrication.

- 2.5. Déterminer la valeur stérilisatrice minimale pour satisfaire aux préconisations en matière de conserves non acides (**document 2**).

Pour éviter tout nouveau problème, l'entreprise décide d'appliquer une valeur stérilisatrice de 8 minutes et de stériliser à 118°C.

- 2.6. Calculer le temps du palier de stérilisation nécessaire.

Lors d'essai dans l'un des sites de fabrication du repreneur, les courbes du **document 5** ont été enregistrées.

- 2.7. Expliquer pourquoi les deux courbes ne se superposent pas.

PARTIE 3

Validation des recettes et conformité des matières premières

Parallèlement à la mise en conformité de l'entreprise vis-à-vis de la DDPP, des essais sont réalisés afin de valider des recettes ainsi que la conformité des matières premières.

Au cours d'un autre essai, on a voulu vérifier que l'apport d'anchois augmente le pH de la tapenade.

On a mesuré le pH sur un échantillon de 10 pots de tapenade.

Dans chacun de ces 10 pots, on apporte la même quantité d'anchois.

Une nouvelle série de mesure du pH est effectuée sur chacun des 10 pots.

Les résultats sont consignés dans le tableau suivant :

N° de boîte	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
x_i (pH initial)	4,3	4,3	4,2	4,3	4,2	4,5	4,2	4,3	4,5	4,3
y_i (pH final)	4,6	4,4	4,3	4,5	4,5	4,6	4,3	4,5	4,5	4,5

On suppose que les deux variables aléatoires X et Y sous-jacentes sont supposées normales.

La variable aléatoire D définie par $D = Y - X$ est donc normale.

On note \bar{D} la variable aléatoire qui à tout échantillon aléatoire simple indépendant de 10 pots associe la moyenne des différences et S_d la variable aléatoire qui à tout échantillon aléatoire simple indépendant de 10 pots associe l'écart-type.

3.1. Pour tout entier i de $[1;10]$, on pose $d_i = y_i - x_i$.

Déterminer la moyenne \bar{d} des différences d_i et l'écart-type noté s_d (ce dernier est demandé à 10^{-2} près).

3.2. On cherche à savoir au seuil de risque de 0,05 si le pH augmente.

On effectue un test statistique au seuil de risque de 0,05.

3.2.1. Expliquer pourquoi le test de comparaison de moyennes dans le cas d'échantillons appariés est approprié.

3.2.2. Formuler l'hypothèse nulle H_0 et son hypothèse alternative H_1 .

3.2.3. On admet que sous l'hypothèse nulle la loi de probabilité de la variable T définie par

$$T = \frac{\bar{D}}{\frac{S_d}{\sqrt{n-1}}} \text{ c'est-à-dire } T = \frac{\bar{D}}{S_d/\sqrt{3}} \text{ est distribuée suivant la loi de Student à 9 degrés de liberté (document 7).}$$

Construire le test statistique et conclure.

3.3. Sachant que la présence d'anchois dans la recette augmente significativement le pH, indiquer les incidences sur le produit et proposer une solution pour stabiliser le produit.

3.4. Pour valider le cahier des charges avec les fournisseurs des matières premières entrant dans la composition de la tapenade, un certain nombre d'analyses vont être réalisées sur celles-ci. La première des vérifications porte sur la qualité des huiles de tournesol et d'olive provenant de deux fournisseurs différents (fournisseur A et fournisseur B).

L'entreprise réalise une détermination de l'indice de saponification et de l'indice d'iode de ces deux huiles. L'indice de saponification donne un renseignement sur la nature des glycérides présents dans l'huile et l'indice d'iode renseigne sur le degré d'insaturation de ces acides gras.

3.4.1. Détermination de l'indice de saponification des huiles provenant du fournisseur A.

L'indice de saponification est la masse (en mg) de potasse ($K^+ + HO^-$) nécessaire pour saponifier 1 g de corps gras. Les corps gras sont des esters formés à partir d'acides gras et de glycérol. Les bases fortes réagissent sur les esters de corps gras. La saponification est réalisée à chaud par une quantité connue et en excès de potasse alcoolique. L'excès de potasse est titré par une solution d'acide chlorhydrique ($H_3O^+ + Cl^-$) en présence de phénolphtaléine (virage pH 8-9,9).

Déterminer l'indice de saponification de l'huile d'olive et de l'huile de tournesol à partir des éléments donnés dans le protocole suivant :

Protocole :

- 2 g de chaque huile sont pesés séparément dans deux ballons
- 25 mL de potasse alcoolique ($0,50 \text{ mol.L}^{-1}$) sont ajoutés
- Les ballons sont placés dans un bain marie à $100 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 30 min
- L'excès de base contenue dans chacun des ballons est titré avec une solution d'acide chlorhydrique ($0,50 \text{ mol.L}^{-1}$) en présence de phénolphtaléine : soit V_{HCl} le volume versé à l'équivalence.

$$M(KOH) = 56 \text{ g.mol}^{-1}$$

Les volumes versés sont les suivants :

$$V_{HCl \text{ huile d'olive}} = 11,3 \text{ mL}; V_{HCl \text{ huile de tournesol}} = 11,2 \text{ mL}$$

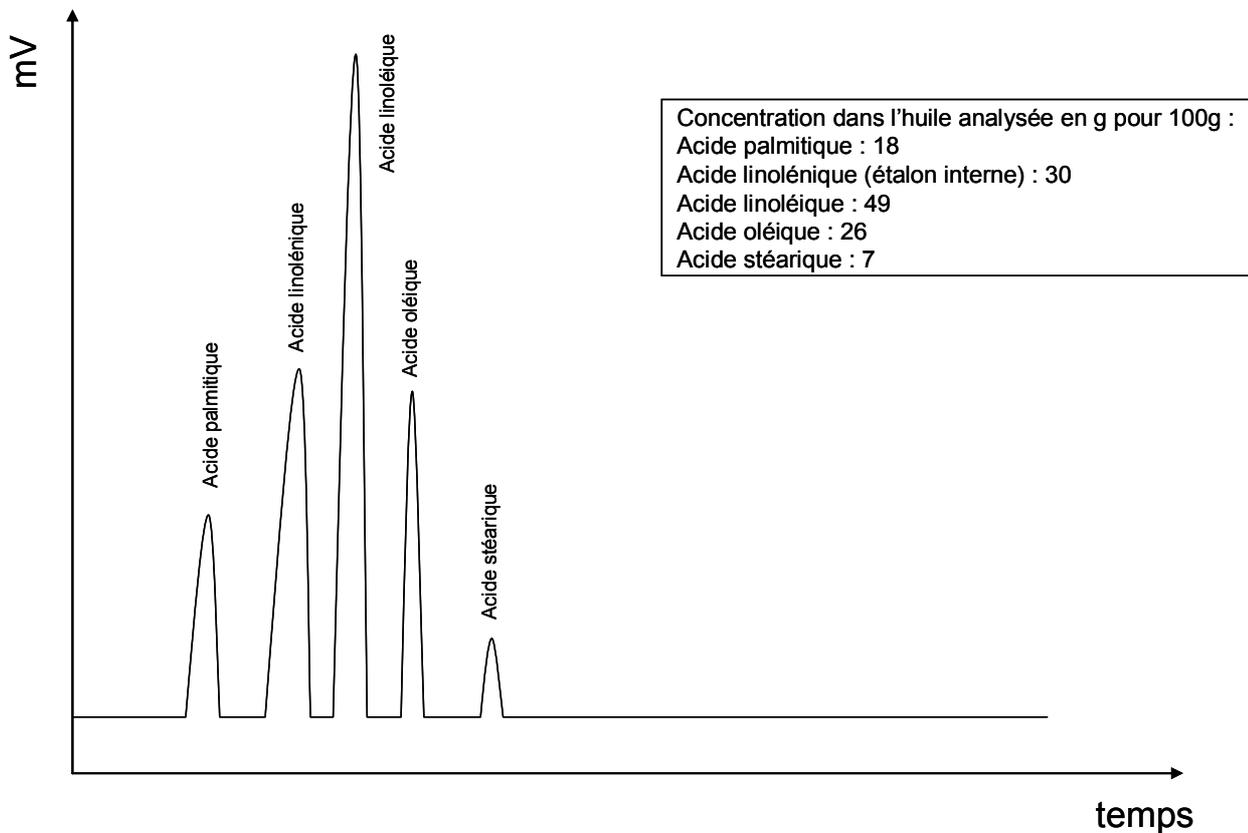
3.4.2. A partir des données du **document 6**, conclure sur la qualité des huiles fournies par le fournisseur A.

3.4.3. Les résultats d'analyses des huiles fournies par le fournisseur B sont donnés ci-dessous :

	Huile d'olive	Huile de tournesol
Indice de saponification	189	201
Indice d'iode	81	90

Pour confirmer une fraude éventuelle sur l'huile de tournesol, le repreneur envoie un échantillon de cette huile dans un laboratoire d'analyses qui réalise une analyse complète par chromatographie en phase gazeuse.

Le chromatogramme suivant est obtenu :



Grâce aux données du **document 6** et aux résultats de la chromatographie, émettre une hypothèse quant à la fraude effectivement constatée.

3.5. L'indice d'acide de l'huile d'olive est supérieur à celui attendu. Cet indice élevé indique une mauvaise conservation de l'huile et entraîne la libération d'acides gras libres qui peuvent alors subir plus facilement une oxydation.

3.5.1. Présenter les conséquences de l'oxydation des lipides.

3.5.2. Les matières premières contiennent des agents pro et anti-oxydants, citer ces agents.

3.5.3. Citer les agents anti-oxydants présents dans le produit fini (**document 4**).

3.5.4. Proposer d'autres types de protection anti-oxydante.

3.5.5. Expliquer en quoi l'oxydation des lipides diminue la qualité nutritionnelle de la tapenade.

3.5.6. L'huile de palme est décriée dans les médias. Proposer une raison de cette critique.

3.5.7. Exposer la conséquence sur la santé humaine d'un aliment trop riche en acides gras saturés.

PARTIE 4

Analyse sensorielle

Certains consommateurs évoquent parfois un goût salé trop prononcé dans ce produit. Le repreneur a analysé le taux de sel de sa tapenade ainsi que le taux de sel de la tapenade de la concurrence. Cette analyse montre que son produit contient plus de sel que celui du concurrent.

Il décide alors de procéder à une analyse sensorielle afin de détecter une différence de goût salé entre une tapenade de sa fabrication (P1) et une tapenade de la concurrence (P2).

Un jury expert composé de douze personnes est chargé de la dégustation.

Trois échantillons de tapenade sont proposés à chacun des membres du jury : sur ces trois échantillons, deux sont issus d'un type et le troisième est issu de l'autre type. Chaque membre du jury doit désigner l'échantillon qui lui semble différent des deux autres.

On suppose que chaque membre du jury répond au hasard.

- 4.1. Déterminer la probabilité p qu'un membre quelconque du jury reconnaisse l'échantillon différent des deux autres.
- 4.2. On désigne par X la variable aléatoire prenant pour valeur le nombre fois où l'échantillon différent des deux autres a été identifié parmi les 12 réponses du jury. Déterminer la loi de probabilité de la variable aléatoire X . Préciser les paramètres de cette loi.
- 4.3. Déterminer à 10^{-4} près les probabilités $P(X \geq 8)$ et $P(X \geq 7)$. On rappelle que pour tout entier k de $[0; n]$,
$$P(X = k) = \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}$$
- 4.4. Dédire de la question précédente le nombre minimum de réponses exactes a pour lequel $P(X \geq a) \leq 0,05$.
- 4.5. Dans le cas présent, 9 membres du jury ont identifié correctement l'échantillon différent des deux autres. A l'aide d'un test triangulaire au seuil de risque 0,05, déterminer si les deux tapenades sont différenciables au niveau de la perception du goût salé.

DOCUMENT 1

Extrait de l'article paru dans La Provence du 06 septembre 2011

Intoxication : La tapenade était mal stérilisée

Rappel des faits « ...cinq membres ayant dîné jeudi soir à Rustrel sont placés sous surveillance à l'hôpital d'Avignon. L'origine de l'intoxication alimentaire par botulisme, dont sont à ce jour victimes cinq personnes d'une même famille du Vaucluse et trois dans la Somme, a été formellement identifiée. L'enquête alimentaire de la Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes a permis d'établir qu'il s'agit bel et bien des conserves de tapenades d'olives vertes produites par l'établissement X.

Hier, la préfecture a décidé de suspendre l'activité de cette fabrique de conserves des plus artisanales et de faire retirer de la vente l'ensemble des produits de cette marque. Ayant lancé un appel dans toute l'Europe, la DGCCRF demande à toute personne ayant acheté le produit de ne pas le consommer, de le détruire ou de le rapporter, si cela est possible sur le lieu d'achat. »

[...]

Lors du contrôle réalisé par les services vétérinaires, il s'est aussi avéré que l'établissement, ouvert depuis 2000, n'avait jamais déclaré son activité de fabrique de conserves auprès de la direction des services vétérinaires et n'avait, du coup, jamais fait l'objet de visites.

Il est aussi apparu de graves manquements aux normes d'hygiène : l'artisan qui n'avait pas établi de plan interne de maîtrise sanitaire ni fait appel à un organisme de contrôle extérieur utilisait, selon le chef de service hygiène et sécurité alimentaire de la DDPP, « un matériel de stérilisation inadapté et ne répondant pas aux règles de base. Il utilisait seulement une machine de type lessiveuse, une sorte de marmite avec un couvercle, qu'on a souvent chez soi pour ses préparations. Il faut au moins une machine qui permette de monter jusqu'à 120°C alors qu'il devait se situer à 100°C... ».

DOCUMENT 2

Données relatives à *Clostridium botulinum* d'après une fiche microbiologique de l'ANSES

Clostridium botulinum est un bacille Gram positif, anaérobie strict, thermorésistant (capable de sporuler), produisant une exotoxine thermolabile (nature protéique) libérée pendant la phase exponentielle de croissance. Le réservoir du genre *Clostridium* est l'environnement : sol ; poussières, sédiments marins ou d'eau douce et occasionnellement le contenu digestif de l'Homme et des animaux.

Paramètres de croissance de *Clostridium botulinum*

T°C optimale	pH	Aw
35°C à 40°C	Optimum 7,2	Seuil minimal de germination > 0,89
Intervalle 10°C à 50°C	Minimum croissance 4,6	Seuil minimal production de toxine > 0,93

Thermorésistance : $D_{121^{\circ}\text{C}} = 0,204$ min et $Z = 10^{\circ}\text{C}$

Mesure de maîtrise dans le secteur alimentaire : Appertisation des conserves non acides avec application d'un barème nécessaire pour diminuer la concentration en spores d'un facteur de 10^{12} .

La majorité des *Clostridium botulinum* sont mésophiles mais certains sont psychrotrophes.

Surveillance des aliments : Il n'existe pas de critère spécifique dans la réglementation européenne pour les spores de *Clostridium botulinum* dans les aliments. Il n'existe pas de méthode normalisée pour la détection de spores de *Clostridium botulinum*. Cependant, les spécifications techniques du repreneur imposent « absence de spores de *Clostridium botulinum* par gramme de produit ».

DOCUMENT 3

Fabrication industrielle de la tapenade

La fabrication industrielle de la tapenade repose sur la réalisation d'une émulsion. Mais auparavant, il est nécessaire de préparer les olives.

Désamérisation

Cette étape correspond à la transformation d'oleuropéine amère en glucose et acide caféique. L'amertume naturelle des fruits doit être en effet éliminée par un traitement le moins brutal possible c'est-à-dire par un traitement prolongé à la saumure ou à l'eau douce.

Les fruits seront donc soigneusement lavés et rincés puis immergés dans une saumure dans laquelle se développe une fermentation lactique plus ou moins active qui assure leur conservation.

Rinçage des olives

Lorsque les olives sont prêtes à être employées pour la fabrication de la tapenade, la saumure doit être éliminée. Pour cela, on vide les bacs et on les rince plusieurs fois avec de l'eau.

Dénoyautage

Pour être utilisées, les olives doivent être dénoyautées. La centrifugation permet la séparation des noyaux et des pulpes d'olives. Les noyaux peuvent être utilisés comme combustible pour le chauffage. La purée d'olive est récupérée pour la fabrication de la tapenade.

Réalisation de l'émulsion

Une fois la purée d'olive pesée, on y rajoute les autres ingrédients précédemment rincés et pesés. Le mélange est broyé dans une cuve, par exemple, un cutter, puis malaxé pour obtenir une pâte homogène.

La tapenade est une émulsion. La pâte initiale contient de l'eau et on y rajoute de l'huile en fouettant avec des tensioactifs afin de disperser l'huile en gouttelettes (dispersion huile dans eau).

Conditionnement

La tapenade est ensuite pompée vers la doseuse-remplisseuse : les verrines (ou les sachets, boîtes) sont remplies.

Stérilisation

Après avoir été capsulées, les verrines sont stérilisées dans des paniers d'autoclaves. Avant d'être expédiées aux clients, les verrines sont contrôlées au laboratoire puis étiquetées.

DOCUMENT 4

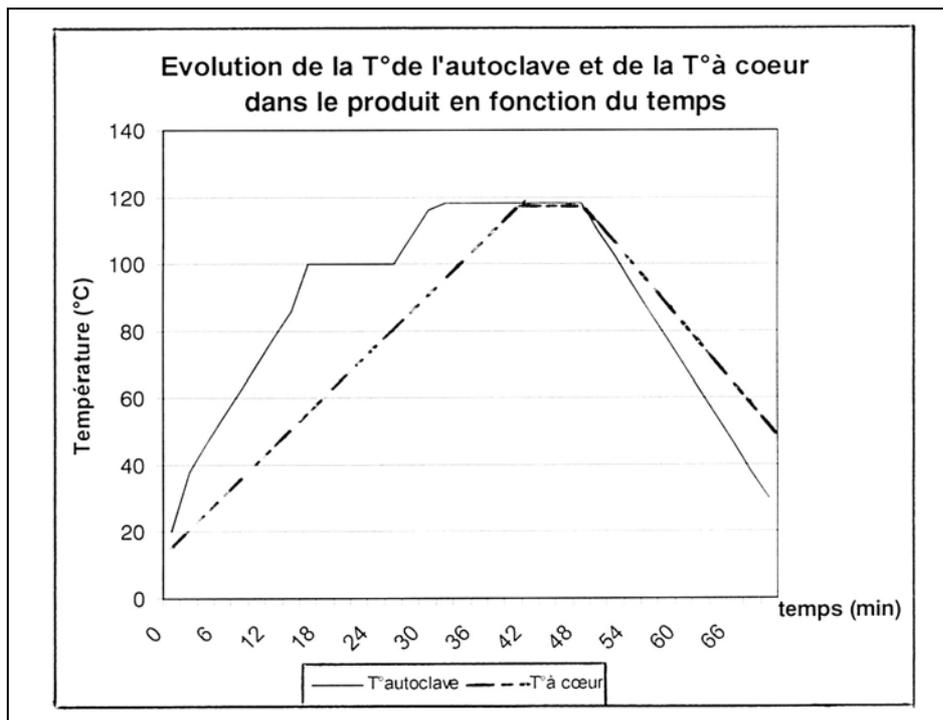
Composition et valeurs nutritionnelles de la tapenade

Ingrédients	Les Saveurs du Soleil	Valeurs nutritionnelles moyennes
<ul style="list-style-type: none">- Olives vertes (61 %)- Crème d'anchois (anchois, huile de tournesol, vinaigre, sel, épices)- Huile d'olive, vinaigre- Moutarde (eau, graines de moutarde, vinaigre d'alcool, acidifiant E330, antioxydant E 224, épices)- Sucre- Câpres au vinaigre, poivre, laurier, thym, 4 épices (présence de sulfites)	 <p>Véritable tapenade</p> <p>Poids net 80 g</p>	<p>Pour 100 g</p> <p>Energie : 871 kJ / 208 kCal</p> <p>Protides : 3,5 g Lipides : 19,2 g Glucides : 2,7 g Fibres : 1,5 g Sodium : 1,8 g Correspondant à environ 4,6 g de NaCl</p>

Caractéristiques physico-chimiques de la tapenade : pH = 4,6 ; Aw = 0,96

DOCUMENT 5

Evolution de la T° de l'autoclave et de la T° à cœur dans le produit en fonction du temps



DOCUMENT 6

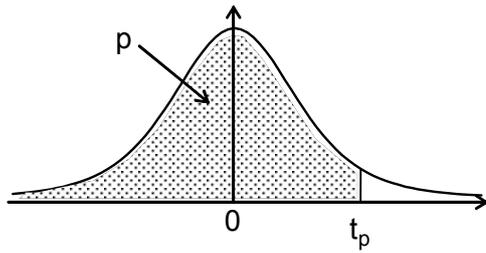
Valeurs des indices de saponification et d'iode

	Huile d'olive	Huile de tournesol
Indice de saponification	184 à 196	188 à 195
Indice d'iode	75 à 91	120 à 135

Composition des huiles en acides gras (Pourcentage des principaux acides gras)

Pourcentage	Acide palmitique C16 : 0	Acide oléique C18 : 1 Δ^9	Acide linoléique C18 : 2 $\Delta^{9,12}$	Acide stéarique C18 : 0
Huile d'olive	12 %	72 %	8 %	2,3 %
Huile de palme	40 %	40 %	10 %	4,5 %
Huile de tournesol	6 %	20 %	67 %	5 %

DOCUMENT 7 : Fonction de répartition d'une variable de Student à k degrés de liberté.
Valeurs t_p telles que $\text{Prob}(T \leq t_p)$



$k \backslash p$	0,90	0,95	0,975	0,99	0,995	0,999	0,9995
1	3,08	6,31	12,71	31,82	63,66	318,29	636,58
2	1,89	2,92	4,30	6,96	9,92	22,33	31,60
3	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84	10,21	12,92
4	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60	7,17	8,61
5	1,48	2,02	2,57	3,36	4,03	5,89	6,87
6	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71	5,21	5,96
7	1,41	1,89	2,36	3,00	3,50	4,79	5,41
8	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36	4,50	5,04
9	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25	4,30	4,78
10	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17	4,14	4,59
11	1,36	1,80	2,20	2,72	3,11	4,02	4,44
12	1,36	1,78	2,18	2,68	3,05	3,93	4,32
13	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01	3,85	4,22
14	1,35	1,76	2,14	2,62	2,98	3,79	4,14
15	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95	3,73	4,07
16	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92	3,69	4,01
17	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90	3,65	3,97
18	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88	3,61	3,92
19	1,33	1,73	2,09	2,54	2,86	3,58	3,88
20	1,33	1,72	2,09	2,53	2,85	3,55	3,85
21	1,32	1,72	2,08	2,52	2,83	3,53	3,82
22	1,32	1,72	2,07	2,51	2,82	3,50	3,79
23	1,32	1,71	2,07	2,50	2,81	3,48	3,77
24	1,32	1,71	2,06	2,49	2,80	3,47	3,75
25	1,32	1,71	2,06	2,49	2,79	3,45	3,73
26	1,31	1,71	2,06	2,48	2,78	3,43	3,71
27	1,31	1,70	2,05	2,47	2,77	3,42	3,69
28	1,31	1,70	2,05	2,47	2,76	3,41	3,67
29	1,31	1,70	2,05	2,46	2,76	3,40	3,66
30	1,31	1,70	2,04	2,46	2,75	3,39	3,65
35	1,31	1,69	2,03	2,44	2,72	3,34	3,59
40	1,30	1,68	2,02	2,42	2,70	3,31	3,55
45	1,30	1,68	2,01	2,41	2,69	3,28	3,52
50	1,30	1,68	2,01	2,40	2,68	3,26	3,50
60	1,30	1,67	2,00	2,39	2,66	3,23	3,46
80	1,29	1,66	1,99	2,37	2,64	3,20	3,42
100	1,29	1,66	1,98	2,36	2,63	3,17	3,39
200	1,29	1,65	1,97	2,35	2,60	3,13	3,34
500	1,28	1,65	1,96	2,33	2,59	3,11	3,31
1000	1,28	1,65	1,96	2,33	2,58	3,10	3,30
10000	1,28	1,64	1,96	2,33	2,58	3,09	3,29