SESSION 2014
France métropolitaine

BREVET DE TECHNICIEN SUPÉRIEUR AGRICOLE

ÉPREUVE E7-1

ANALYSES ET CONTRÔLES

Option : ANABIOTEC

Durée : 3 heures

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

Le sujet comporte 16 pages

PARTIE 1 : ETUDE DU PROCESS DE FABRICATION ..... **6 points**
PARTIE 2 : DOSAGE DES NITRITES DANS LE MAGRET SECHE TRANCHE PAR UN LABORATOIRE PRESTATAIRE DE SERVICE ..... **8 points**
PARTIE 3 : RECHERCHE D'ADULTERATIONS DE VIANDES ..... **6 points**

L'annexe A est à rendre avec la copie

SUJET

CONTRÔLE QUALITÉ DE PRODUITS A BASE DE CANARDS GRAS

Un producteur de magrets séchés de canard met au point un nouveau process de fabrication dont les grandes étapes sont les suivantes :

- Saumurage pendant 72 h. Les magrets sont roulés dans un mélange d'ingrédients contenant du sel fin, du sel nitrité à 0,6 %, du sucre, du poivre noir, du genièvre, du thym et du laurier.
- Séchage.
- Tranchage.

Le process détaillé est donné dans le **document 1**.

Parallèlement, le producteur diversifie l'offre de ses produits et propose des pâtés de foies de canards qui contiennent un pourcentage de viande de porc.

Le paquet hygiène impose un certain nombre de contrôles pour garantir au consommateur la conformité du produit et de son étiquetage. Le producteur demande à un laboratoire prestataire de service d'effectuer les analyses pour contrôler la qualité de ses produits avant commercialisation et ainsi éviter tout risque alimentaire.

PARTIE 1

Contrôle du process de fabrication

1. Pour répondre à la réglementation (règlement 852/2004 du paquet hygiène), le producteur doit réaliser une étude de risques et mettre en place un plan de contrôle pour le risque « salmonelles ».

Pour cela, il fait appel au technicien conseil du laboratoire que vous êtes.

En vous appuyant sur les **documents 1, 2 et 3**, prévoir un plan de contrôle adapté à ce risque sur le process de fabrication**.**

2. Les matières premières (magrets de canard, épices...) peuvent contenir d'autres microorganismes pathogènes (entérobactéries, microorganismes sporulés, *Listeria monocytogenes*, *Staphylococcus aureus*...) ou d'altération (*Pseudomonas*, levures-moisissures).

A l'aide du **document 3**, décrire l'évolution possible de ces microorganismes (multiplication, survie) et les risques de contamination au cours du process.

PARTIE 2

Dosage des nitrites dans le magret séché tranché par un laboratoire prestataire de service

Afin d'éviter la prolifération de contaminants bactériens, la préparation des charcuteries peut faire intervenir des conservateurs, notamment des nitrites. Cependant, au-delà d'une certaine concentration, les nitrites sont considérés comme cancérigènes pour le consommateur.
D'après la législation, un échantillon ne doit pas contenir plus de 150 mg de $NaNO_2$ par kg de produit.

1. Comparaison de méthodes

En tant que technicien, vous êtes chargé de doser les nitrites dans le magret séché **(documents 4 et 5)**.
Après une comparaison de la méthode de référence à la méthode alternative (HPLC ionique), vous décidez d'utiliser la méthode de Griess (méthode de référence).

Présenter les résultats de la comparaison et justifier votre choix.

2. Détermination de la teneur en nitrites par la méthode de Griess

2.1. A partir du **document 4**, schématiser le protocole en repérant les étapes pré-analytiques, analytiques et post-analytiques**.**

2.2. Prévoir et insérer sur votre schéma les étapes intra-analytiques de métrologie et de maintenance.

2.3. Expliquer pourquoi l'étape de traitement de la prise d'essai dans la norme (**document 4**) est essentielle dans le cadre de cette analyse.

A l'issue de l'analyse, tous les réactifs sont triés et notamment le réactif 2 et la solution III qui sont récupérés dans des bidons différents.

2.4. Préciser le choix des bidons pour le réactif 2 et la solution III et justifier la nécessité du tri de ces 2 déchets.

2.5. Après avoir effectué l'analyse, vous obtenez les valeurs suivantes :
pour la détermination 1 : 58 mg de $NaNO_2$ par kg de magret et pour la détermination 2 : 61 mg de $NaNO_2$ par kg de magret.

2.5.1. En vous appuyant sur l'extrait de la norme fournie (**document 4**), discuter la répétabilité de ces 2 déterminations**.**

2.5.2. Exprimer la moyenne des valeurs de ces 2 déterminations avec son incertitude sachant que l'écart-type de reproductibilité retenu est de s^*_R = 3,71 $mg.kg^{-1}$**.**

2.5.3. Interpréter votre résultat par rapport à la problématique du producteur.

3. Reproductibilité de la méthode de Griess

Le laboratoire participe à une étude inter-laboratoire. Un même échantillon est envoyé à 10 laboratoires différents ; les résultats obtenus par chaque laboratoire par la méthode de Griess, sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Laboratoires	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Teneur en $NaNO_2$ ($mg.kg^{-1}$)	80	81	81	84	84	90	87	79	82	87

On souhaite tester la reproductibilité de la méthode. La reproductibilité n'est pas satisfaisante lorsque les résultats sont trop fluctuants entre les laboratoires ; on admet que ceci se produit lorsque la variance de la teneur en nitrites est supérieure à 12.

3.1. Calculer, à 10^{-4} près, la variance s^2 des 10 résultats. Les calculs intermédiaires ne sont pas demandés**.**

3.2. On cherche à savoir si la variance de la teneur en nitrites est satisfaisante, en effectuant un test de conformité de la variance. Le seuil de risque α est fixée à 0,05.

3.2.1. Formuler l'hypothèse nulle H_0 et l'hypothèse alternative H_1.

3.2.2. On rappelle que sous H_0, avec les notations usuelles, la variable aléatoire $\frac{nS^2}{\sigma^2}$ est distribuée selon la loi du Khi2 à n-1 degrés de liberté.

Calculer, à 10^{-2} près, la valeur observée notée χ_0^2.

Déterminer la valeur critique $\chi^2_{1-\alpha;n-1}$ et rédiger la conclusion. On pourra utiliser le **document 6.**

3.2.3. Conclure quant à la reproductibilité inter laboratoire de la méthode.

PARTIE 3

Recherche d'adultérations de viandes

Le pâté de foie de canard est obtenu par une transformation du produit associé à de la viande de porc. Le pourcentage des ingrédients est indiqué sur l'étiquette, aucune autre viande (même sous forme de traces) ne doit être présente dans le produit fini.
Pour la recherche de viandes autres que le canard (poulet, dinde), le laboratoire reçoit 3 échantillons A, B et C. Il pourrait mettre en œuvre plusieurs méthodes.

1. Citer les différentes méthodes possibles de mise en évidence d'une adultération de la viande de canard par une autre viande de volaille**.**

Le laboratoire décide d'utiliser la méthode Mancini (sur boîte et sur lame).

2. Indiquer le principal avantage de cette méthode par rapport aux autres méthodes citées question 1 dans le cadre de cette problématique**.**

3. Méthode Mancini

Pour chacun des deux tests sur boîte et sur lame et à partir du **document 7** :

3.1. Mesurer les diamètres de la gamme étalon et les reporter sur le graphique (**annexe A** à rendre avec la copie).

3.2. Mesurer les diamètres des échantillons à tester et les reporter sur le graphique (les deux droites seront à tracer sur le même graphique) (**annexe A** à rendre avec la copie).

3.3. Lire et noter le pourcentage d'adultération éventuelle des 3 échantillons testés sur le graphique.

3.4. Donner les points communs et les différences des 2 tests de la méthode Mancini.
Conclure par rapport à la problématique professionnelle.

4. Comparaison de méthodes de détermination du taux d'adultération

4.1. Le laboratoire veut comparer statistiquement trois méthodes de détermination du taux d'adultération des viandes.

> Test sur boîte méthode Mancini.
> Test sur lame méthode Mancini.
> Dosage par Elisa compétition.

Afin de déterminer un éventuel effet « méthode », le laboratoire effectue dans un premier temps 24 prélèvements d'un même pâté permettant la détermination du taux d'adultération par les trois méthodes. On obtient les résultats (en g/100g) consignés dans le tableau 1.

Tableau 1 :

Immuno diffusion Mancini	Elisa compétition	Mancini sur lame
5,64	6,30	3,71
4,99	6,07	5,69
6,07	6,09	5,45
6,03	5,43	4,96
5,90	5,66	5,84
4,00	6,49	4,63
5,18	5,99	3,76
4,37	5,68	5,00

Le technicien a réalisé un test d'analyse de la variance (ANOVA), dont le tableau récapitulatif est donné dans le tableau 2.

Tableau 2 :

	SCE	ddl	CM	f	f_c
Factoriel	4,8171	2	2,4085		
Résiduel	9,7455	21	0,4641		
Total	14,5626	23			

Dans ce tableau 2 :

SCE signifie « somme des carrés des écarts »,
ddl signifie « degrés de liberté »,
CM signifie « carrés moyens »,
f est la valeur observée de la variable aléatoire F,
f_c est la valeur critique obtenue pour un seuil de risque de 0,05.

4.1.1. A partir du tableau 2, donner la valeur de f à 10^{-2} près, en explicitant le calcul.

4.1.2. En vous aidant du **document 8**, donner un encadrement de fc d'amplitude 0,1.

4.1.3. Conclure.

4.2. Avant d'envisager de mettre en place la méthode Mancini sur lame, le laboratoire veut comparer cette méthode à la méthode Elisa compétition pour des pâtés de foie à faible taux d'adultération. Sur dix pâtés différents, il effectue le dosage par les deux méthodes. On obtient les résultats suivants (en g/100g) :

N° pâté	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Elisa compétition	2,8	2,7	3,2	3,4	2,2	1,0	2,0	3,0	1,4	1,6
Mancini sur lame	0,8	1,0	3,0	2,3	2,0	1,0	0,8	1,2	2,3	1,0

On note :

- X_1 : la variable aléatoire prenant pour valeur le taux d'adultération, exprimé en pourcentage, obtenu par la méthode ELISA compétition sur un magret pris au hasard, est supposée de loi normale.
- X_2 : la variable aléatoire prenant pour valeur le taux d'adultération, exprimé en pourcentage, obtenu par la méthode Mancini sur lame sur un magret pris au hasard, est supposée de loi normale.
- D : la variable aléatoire égale à la différence $D = X_1 - X_2$. . On admet que la loi de probabilité de la variable aléatoire D est la loi normale de moyenne μ_D et d'écart type σ_D.
- $\overline{D}$ **:** la variable aléatoire qui, à tout échantillon aléatoire simple de 10 différences, associe sa moyenne.
- S_D : la variable aléatoire qui, à tout échantillon aléatoire simple de 10 différences, associe son écart type.

On cherche à savoir, au seuil de risque $\alpha = 0{,}05$, si les résultats obtenus par la méthode Elisa sont supérieurs à ceux obtenus par la méthode Mancini.

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

4.2.2. Formuler l'hypothèse nulle H_0 et l'hypothèse alternative H_1.

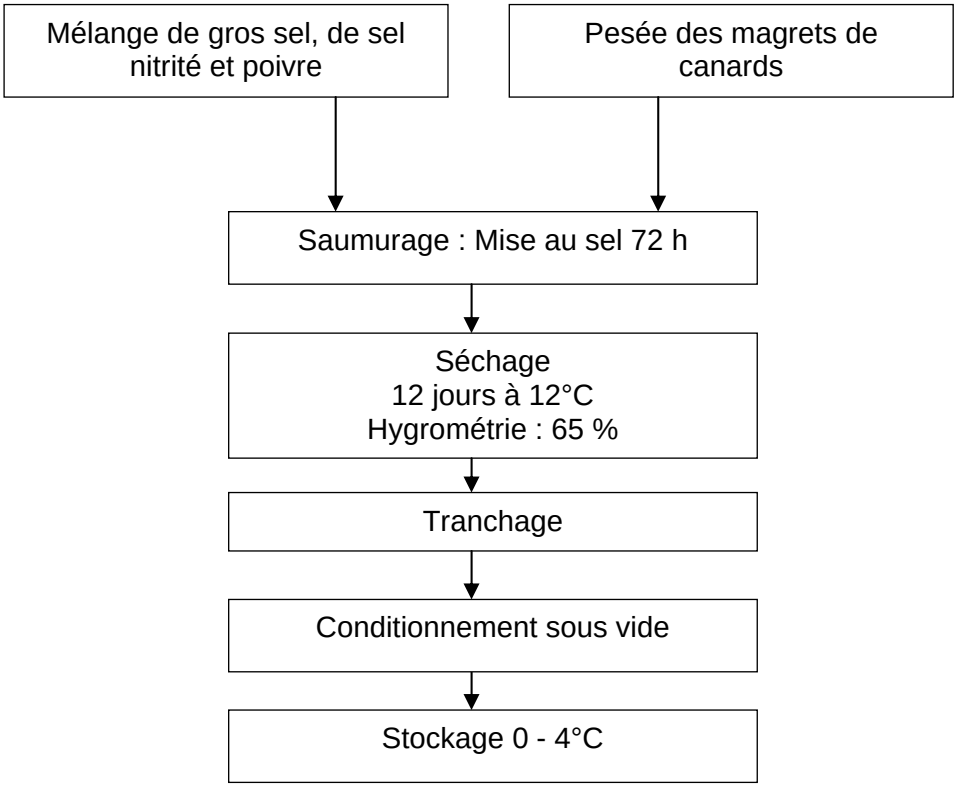
4.2.3. On admet que sous H_0 la loi de probabilité de la variable aléatoire $T = \dfrac{\overline{D}}{\dfrac{S_D}{\sqrt{n-1}}}$ est la loi de Student à n-1 degrés de liberté.

Calculer, à 10^{-2} près, la valeur observée t_0 définie par $t_0 = \dfrac{\overline{d}}{\dfrac{s_d}{\sqrt{n-1}}}$.

Déterminer la valeur critique $t_{1-\alpha;n-1}$ et rédiger la conclusion pour ce test statistique. On pourra utiliser le **document 9**.

DOCUMENT 1

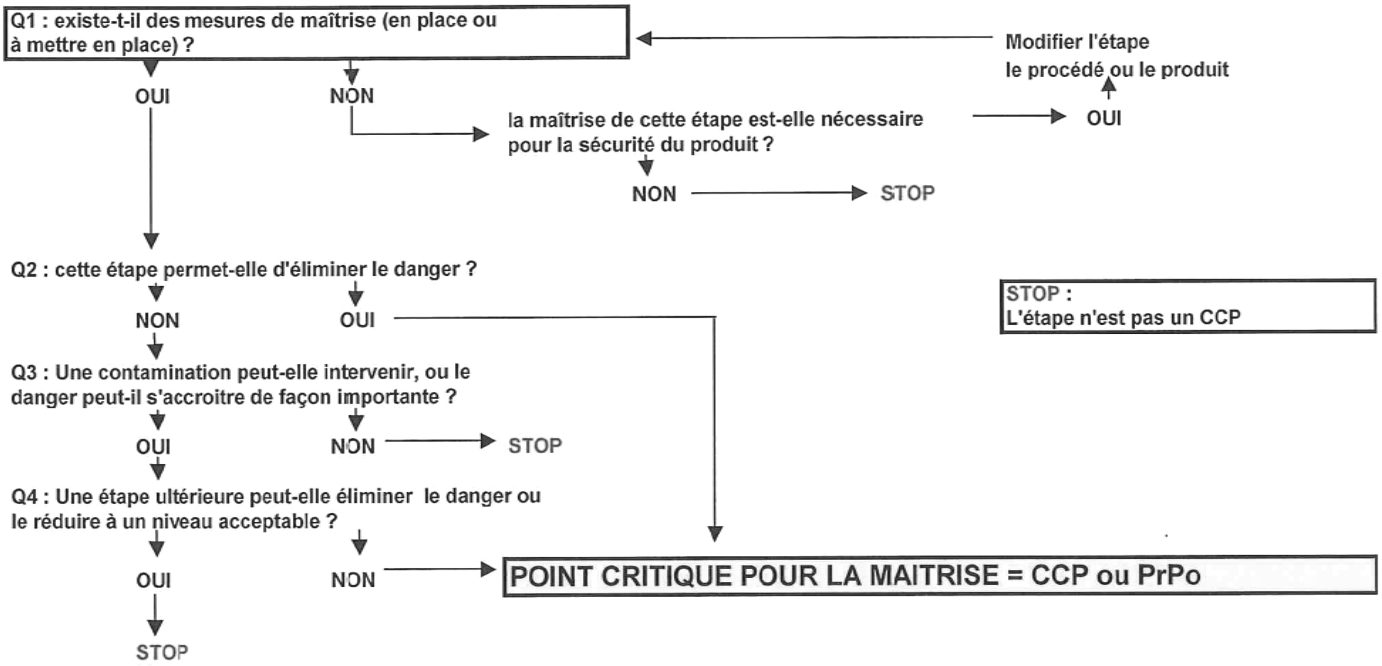
Process du magret séché tranché



L'activité de l'eau (Aw) doit être inférieure ou égale à 0,90.

DOCUMENT 2

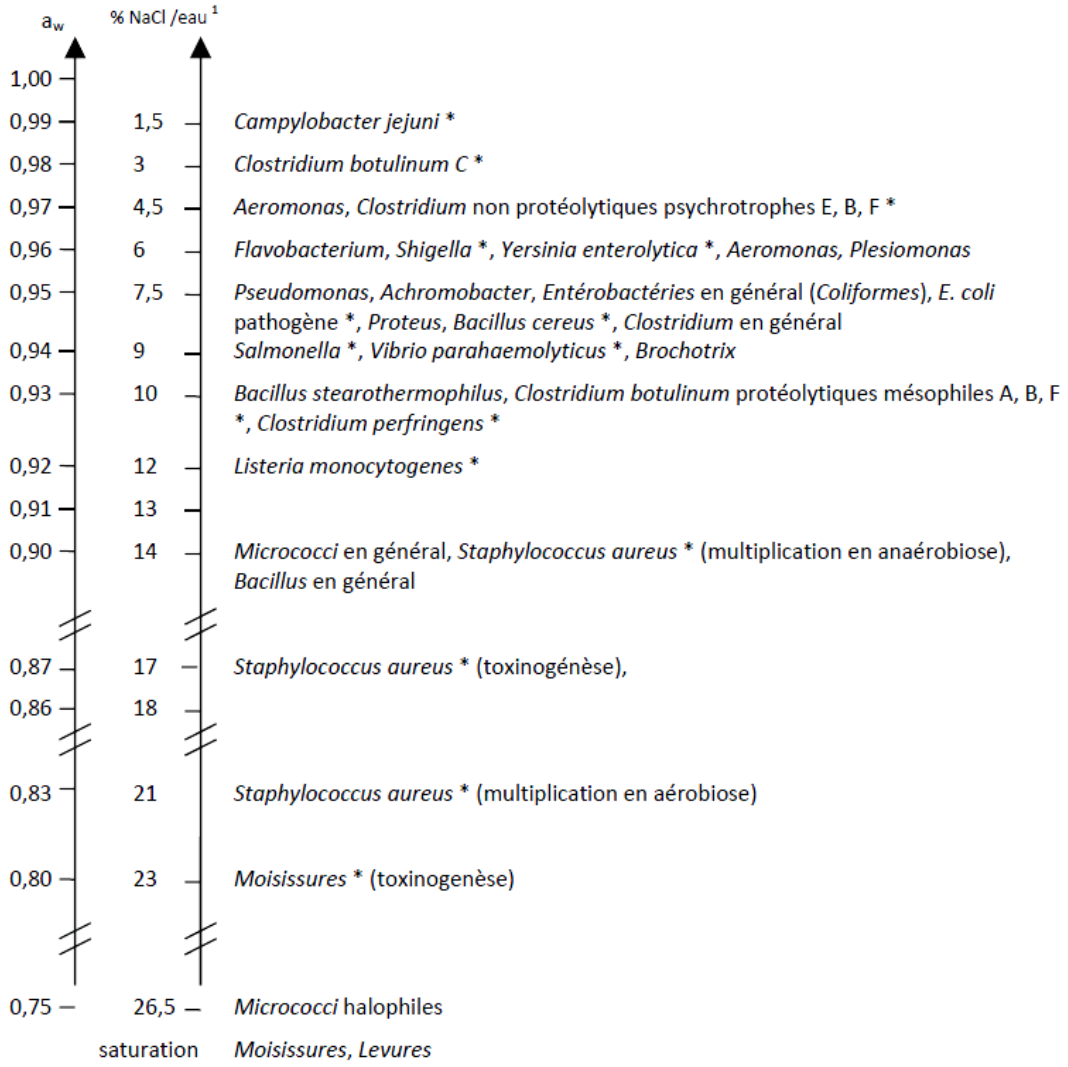
Arbre de décision



DOCUMENT 3

Effet de l'activité de l'eau (Aw), de la température et de l'oxygène sur la croissance de certains microorganismes

Activité de l'eau (Aw) :



Les germes pathogènes sont indiqués avec *.

Température :

Exemples de microorganismes :

Psychrophiles : *Listeria, Yersinia, Pseudomonas*, Levures et moisissures
Mésophiles : Entérobactéries, *Staphylococcus*
Thermophiles et sporulés : *Bacillus, Clostridium*

Oxygène :

Exemples de microorganismes :

Aérobie : Levures et moisissures, *Pseudomonas*
Aérobie anaérobie facultatif, microaérophile : Entérobactéries, *Staphylococcus, Listeria*
Anaérobie : *Clostridium*

DOCUMENT 4

Détermination de la teneur en nitrites (méthode de référence)

D'après la norme V 04-409

1. PRINCIPE

Extraction à l'eau chaude de la viande ou du produit à base de viande, précipitation des protéines, et filtration. En présence des nitrites, obtention d'une coloration rouge par addition de chlorure de sulfanilamide et de chlorure de naphtyléthylénediamine au filtrat et mesurage photométrique à une longueur d'onde de 538 nm.

2. REACTIFS

- **Solutions utilisées pour la précipitation des protéines :**

Réactif 1 : 106 g d'hexacyanoferrate de potassium trihydraté [$K_4Fe(CN)_6$, $3H_2O$] dans de l'eau et compléter à 1 000 mL.

Réactif 2 : 220 g d'acétate de zinc dihydraté [$Zn(CH_3COO)_2$, $2H_2O$] et 30 mL d'acide acétique cristallisable dans de l'eau et compléter à 1 000 mL.

Réactif 3 : Solution saturée de borax : 50 g de tétraborate disodique décahydraté ($Na_2B_4O_7$,$10H_2O$] dans 1 000 mL d'eau tiède et laisser refroidir à la température du laboratoire.

- **Solutions étalons de nitrite de sodium :**

Dissoudre 1,000 g de nitrite de sodium ($NaNO_2$) dans de l'eau et compléter à 100 mL dans une fiole jaugée. Transférer, à la pipette, 5 mL de cette solution dans une autre fiole jaugée de 1 000 mL. Compléter au trait-repère.
Préparer une série de solutions étalons (notées respectivement F1 ; F2 et F3) en transférant à la pipette 5, 10 et 20 mL de cette solution dans des fioles jaugées de 100 mL et en complétant au trait-repère avec de l'eau.

- **Solutions pour le développement de la coloration :**

Solution I : Solution à 2 $g.L^{-1}$ de sulfanilamide
Solution II **:** Solution à 1 g. L^{-1} de chlorure de *N*-naphtyl-1-éthylènediamine
Solution III **:** Acide chlorhydrique au ½

3. MODE OPERATOIRE

- **Préparation de l'échantillon pour essai :**

Opérer à partir d'un échantillon représentatif d'au moins 200 g.
Le rendre homogène en le mélangeant après au moins deux passages dans le hachoir à viande. L'introduire dans un flacon étanche que l'on remplit complètement et le conserver en évitant toute détérioration et tout changement de sa composition.
Analyser l'échantillon pour essai le plus rapidement possible, mais toujours dans les 24 h.

- **Prise d'essai :**

Peser à 0,001 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

- **Traitement de la prise de l'essai :**

Transvaser quantitativement la prise d'essai dans un erlen et ajouter successivement 5 mL de solution saturée de borax et 100 mL d'eau à une température minimale de 70 °C.
Chauffer l'erlen pendant 15 min au bain d'eau bouillante et agiter à plusieurs reprises.
Laisser refroidir à la température ambiante l'erlen et son contenu. Ajouter successivement 2 mL du réactif 1 et 2 mL du réactif 2. Mélanger soigneusement après chaque addition.
Transvaser dans une fiole jaugée de 200 mL.
Laisser reposer 30 min à la température ambiante. Compléter avec de l'eau, au trait repère.
Mélanger soigneusement le contenu de la fiole jaugée et filtrer sur le papier filtre à plis.

- **Détermination :**

Prélever V = 10 mL de filtrat ; l'introduire dans une fiole jaugée de 100 mL et ajouter 50 mL d'eau distillée.
Ajouter 10 mL de solution I puis 6 mL de solution lll, mélanger et laisser la solution pendant 5 min à la température ambiante, à l'obscurité.
Ajouter 2 mL de solution ll, mélanger et laisser la solution pendant 3 min à la température ambiante, à l'obscurité. Compléter au trait-repère avec de l'eau distillée.
Mesurer l'absorbance de la solution au spectrophotomètre à une longueur d'onde d'environ 538 nm.

Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

- **Courbe d'étalonnage :**

Transférer à la pipette respectivement dans quatre fioles jaugées de 100 mL, 10 mL d'eau et 10 mL chacune des trois solutions étalons de nitrite de sodium (F1 ; F2 et F3).
Dans chaque fiole, ajouter 50 mL d'eau distillée et procéder comme pour l'échantillon.
Tracer la courbe d'étalonnage en portant les absorbances mesurées en fonction des concentrations, en $mg.L^{-1}$ de nitrite de sodium des solutions étalons.

4. EXPRESSION DES RESULTATS

- **Mode de calcul et formule :**

Calculer la teneur en nitrites de l'échantillon, exprimée en milligrammes de nitrite de sodium par kilogramme d'échantillon.

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des résultats des deux déterminations, si les conditions de répétabilité sont remplies. Exprimer le résultat à 1 mg par kilogramme près.

- **Répétabilité :**

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas être supérieure à 10 % de la teneur en nitrites.

- **Expression de l'incertitude élargie U avec un niveau de confiance à 95 % et pour N mesures :**

$$U = \frac{2.s_R^*}{\sqrt{N}}$$

DOCUMENT 5

Nitrates et nitrites

Laïla IDRISSI
Laboratoire des Analyses Chimiques et Biocapteurs, Faculté des Sciences et Techniques de Mohammedia

Résumé: Les nitrites et les nitrates sont des substances chimiques naturelles qui entrent dans le cycle de l'azote. Ce dernier est consommé par les plantes sous forme de nitrates qui correspond au minéral le plus fréquent dans les eaux. Les nitrates sont beaucoup utilisés dans les engrais inorganiques et les explosifs, comme agents de conservation des aliments et comme substances chimiques brutes dans divers procédés industriels. Les nitrites servent surtout d'agents de conservation des aliments, en particulier dans les viandes de salaison. Ils permettent d'éviter le développement du germe responsable de la toxi-infection alimentaire grave : le botulisme. Cependant la présence de ces ions dans l'environnement engendre des nuisances à la santé de l'Homme sans oublier le phénomène d'eutrophisation. C'est pourquoi les scientifiques se sont beaucoup intéressés au développement de techniques performantes d'analyse aussi bien au laboratoire que sur le terrain.
Mots clés : Nitrates, nitrites, toxicité, eutrophisation, analyse.

Techniques d'analyse

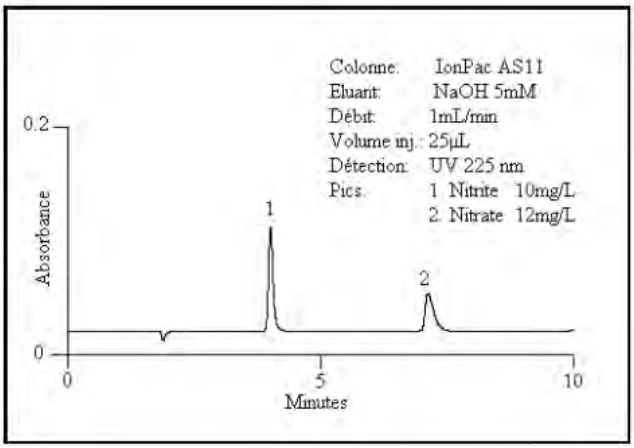
Pour la détection des nitrites, la méthode de Griess est la plus répandue. Développée depuis 1879, elle ne cesse d'avoir des applications jusqu'à présent.

Cette technique repose sur la réaction de diazotation entre l'ion nitrite acidifié et une amine aromatique. Le produit de la réaction est un complexe hautement coloré. Il présente un maximum d'absorption entre 500 et 600 nm et peut être détecté par un spectrophotomètre visible conventionnel.

Ce protocole est adopté comme méthode de référence. Cependant, il présente en plus des inconvénients déjà cités, un temps d'analyse trop long.
La limite de détection de la méthode se situe aux environs de 1µg.L^{-1} de NO_2^-.

Cette technique est simple et sensible mais non fiable dans le cas des milieux complexes : les antioxydants (par exemple l'acide ascorbique) additionnées aux aliments détruisent le nitrite acidifié avant qu'il réagisse avec l'amine aromatique et conduit à une baisse du taux de recouvrement. D'autres problèmes sont aussi rencontrés dans l'analyse des échantillons fortement colorés et turbides.

Des méthodes chromatographiques ont été développées pour analyser les ions nitrite et nitrate dans les produits carnés. Leur inconvénient majeur est qu'elles nécessitent de longues étapes de prétraitement et de purification tels que les procédures de précipitation des protéines et d'élimination des interférences dues à la matrice de l'échantillon à l'aide des colonnes de suppression.
Nous présentons ici une méthode très simple de détermination des nitrites et nitrates dans la viande à l'aide de la chromatographie liquide à haute performance HPLC par échange d'anions.

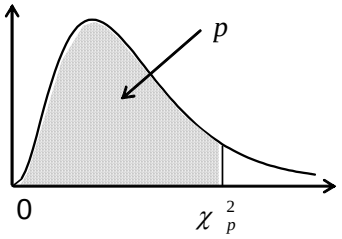


Chromatogramme du nitrite et nitrate avec détection UV.

DOCUMENT 6

Fonction de répartition d'une variable du Khi2 à k degrés de liberté

Valeurs χ^2_p telles que $\text{Prob}(\chi^2 \leq \chi^2_p) = p$



k \ p	0,005	0,010	0,025	0,050	0,100	0,900	0,950	0,975	0,990	0,995
1	0,000	0,000	0,001	0,004	0,02	2,71	3,84	5,02	6,63	7,88
2	0,01	0,02	0,05	0,10	0,21	4,61	5,99	7,38	9,21	10,60
3	0,07	0,11	0,22	0,35	0,58	6,25	7,81	9,35	11,34	12,84
4	0,21	0,30	0,48	0,71	1,06	7,78	9,49	11,14	13,28	14,86
5	0,41	0,55	0,83	1,15	1,61	9,24	11,07	12,83	15,09	16,75
6	0,68	0,87	1,24	1,64	2,20	10,64	12,59	14,45	16,81	18,55
7	0,99	1,24	1,69	2,17	2,83	12,02	14,07	16,01	18,48	20,28
8	1,34	1,65	2,18	2,73	3,49	13,36	15,51	17,53	20,09	21,95
9	1,73	2,09	2,70	3,33	4,17	14,68	16,92	19,02	21,67	23,59
10	2,16	2,56	3,25	3,94	4,87	15,99	18,31	20,48	23,21	25,19
11	2,60	3,05	3,82	4,57	5,58	17,28	19,68	21,92	24,73	26,76
12	3,07	3,57	4,40	5,23	6,30	18,55	21,03	23,34	26,22	28,30
13	3,57	4,11	5,01	5,89	7,04	19,81	22,36	24,74	27,69	29,82
14	4,07	4,66	5,63	6,57	7,79	21,06	23,68	26,12	29,14	31,32
15	4,60	5,23	6,26	7,26	8,55	22,31	25,00	27,49	30,58	32,80
16	5,14	5,81	6,91	7,96	9,31	23,54	26,30	28,85	32,00	34,27
17	5,70	6,41	7,56	8,67	10,09	24,77	27,59	30,19	33,41	35,72
18	6,26	7,01	8,23	9,39	10,86	25,99	28,87	31,53	34,81	37,16
19	6,84	7,63	8,91	10,12	11,65	27,20	30,14	32,85	36,19	38,58
20	7,43	8,26	9,59	10,85	12,44	28,41	31,41	34,17	37,57	40,00
21	8,03	8,90	10,28	11,59	13,24	29,62	32,67	35,48	38,93	41,40
22	8,64	9,54	10,98	12,34	14,04	30,81	33,92	36,78	40,29	42,80
23	9,26	10,20	11,69	13,09	14,85	32,01	35,17	38,08	41,64	44,18
24	9,89	10,86	12,40	13,85	15,66	33,20	36,42	39,36	42,98	45,56
25	10,52	11,52	13,12	14,61	16,47	34,38	37,65	40,65	44,31	46,93
26	11,16	12,20	13,84	15,38	17,29	35,56	38,89	41,92	45,64	48,29
27	11,81	12,88	14,57	16,15	18,11	36,74	40,11	43,19	46,96	49,65
28	12,46	13,56	15,31	16,93	18,94	37,92	41,34	44,46	48,28	50,99
29	13,12	14,26	16,05	17,71	19,77	39,09	42,56	45,72	49,59	52,34
30	13,79	14,95	16,79	18,49	20,60	40,26	43,77	46,98	50,89	53,67
35	17,19	18,51	20,57	22,47	24,80	46,06	49,80	53,20	57,34	60,27
40	20,71	22,16	24,43	26,51	29,05	51,81	55,76	59,34	63,69	66,77
45	24,31	25,90	28,37	30,61	33,35	57,51	61,66	65,41	69,96	73,17
50	27,99	29,71	32,36	34,76	37,69	63,17	67,50	71,42	76,15	79,49
60	35,53	37,48	40,48	43,19	46,46	74,40	79,08	83,30	88,38	91,95
70	43,28	45,44	48,76	51,74	55,33	85,53	90,53	95,02	100,43	104,21
80	51,17	53,54	57,15	60,39	64,28	96,58	101,88	106,63	112,33	116,32
90	59,20	61,75	65,65	69,13	73,29	107,57	113,15	118,14	124,12	128,30
100	67,33	70,06	74,22	77,93	82,36	118,50	124,34	129,56	135,81	140,17

DOCUMENT 7

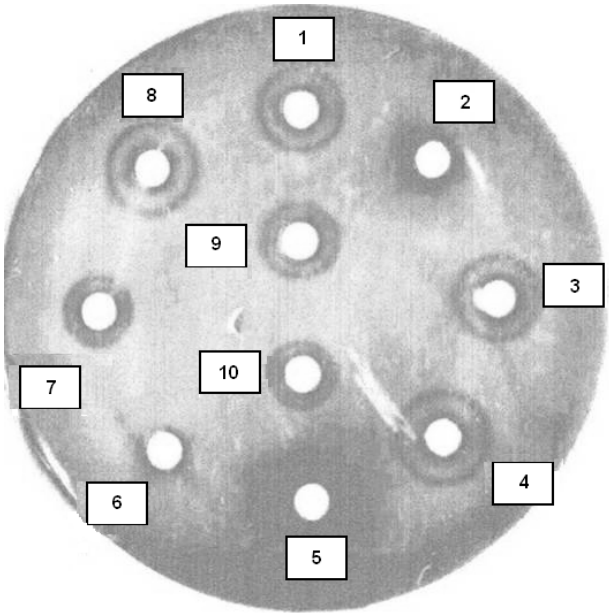
Résultats bruts obtenus par la méthode MANCINI

TEST SUR BOITE

Le test d'adultération de la viande de canard et de la viande de porc par de la viande de dinde se présente sous la forme de 10 puits sur une boite dans laquelle, la gélose comprend un anticorps anti-viande de dinde. Le plan de dépôts des échantillons est le suivant : 4 sont consacrés à la gamme étalon (0 %, 10 %, 12 % et 20 % d'adultération), les 6 autres seront consacrés aux échantillons inconnus à tester notés : A, B, C déposés en double.

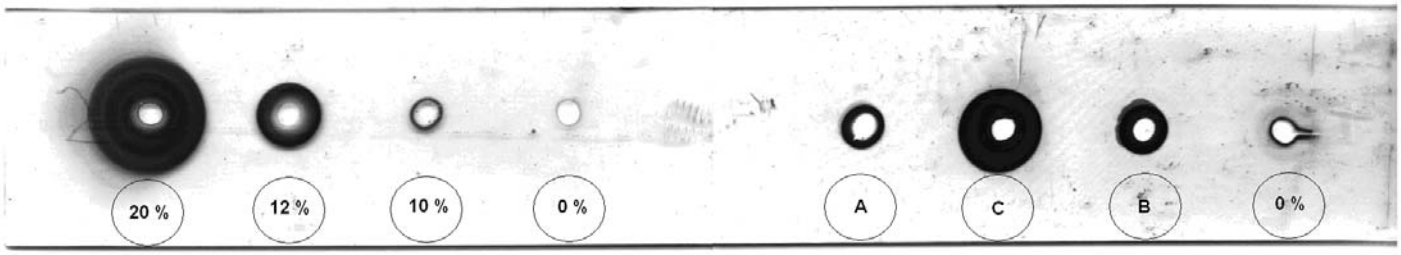
Les 4 puits étalons sont :	Les 6 puits inconnus à tester sont :
Puits n°5 : 0 % Puits n°9 : 10 % Puits n°3 : 12 % Puits n°4 : 20 %	Ech A en Puits n°6 et Puits n°2 Ech B en Puits n°7 et Puits n°10 Ech C en Puits n°8 et Puits n°1

Photo grossie 2 fois :

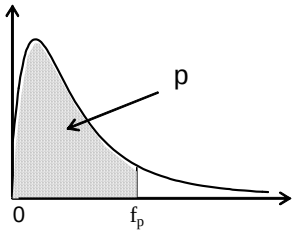


TEST SUR LAME

A gauche, la gamme étalon, à droite les échantillons A C B et négatif :



DOCUMENT 8



Fonction de répartition d'une variable F de Fisher-Snedecor
à k_1 et k_2 degrés de liberté
Valeurs f_p telles que Prob($F \leq f_p$) = p

p=0,95

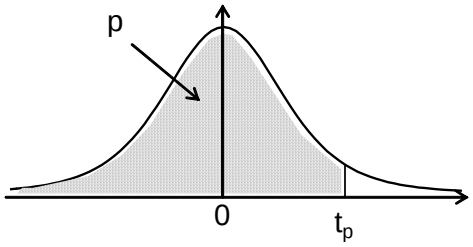
k \ k	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	40	50	100	200	500	1000	∞
1	161	199	216	225	230	234	237	239	241	242	246	248	250	251	252	253	254	254	254	254
2	18,5	19,0	19,2	19,2	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
3	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,70	8,66	8,62	8,59	8,58	8,55	8,54	8,53	8,53	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,86	5,80	5,75	5,72	5,70	5,66	5,65	5,64	5,63	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,62	4,56	4,50	4,46	4,44	4,41	4,39	4,37	4,37	4,37
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	3,94	3,87	3,81	3,77	3,75	3,71	3,69	3,68	3,67	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,51	3,44	3,38	3,34	3,32	3,27	3,25	3,24	3,23	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,22	3,15	3,08	3,04	3,02	2,97	2,95	2,94	2,93	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,01	2,94	2,86	2,83	2,80	2,76	2,73	2,72	2,71	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,85	2,77	2,70	2,66	2,64	2,59	2,56	2,55	2,54	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,72	2,65	2,57	2,53	2,51	2,46	2,43	2,42	2,41	2,40
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,80	2,75	2,62	2,54	2,47	2,43	2,40	2,35	2,32	2,31	2,30	2,30
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,53	2,46	2,38	2,34	2,31	2,26	2,23	2,22	2,21	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,46	2,39	2,31	2,27	2,24	2,19	2,16	2,14	2,14	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,40	2,33	2,25	2,20	2,18	2,12	2,10	2,08	2,07	2,07
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,31	2,23	2,15	2,10	2,08	2,02	1,99	1,97	1,97	1,96
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,20	2,12	2,04	1,99	1,97	1,91	1,88	1,86	1,85	1,84
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,09	2,01	1,92	1,87	1,84	1,78	1,75	1,73	1,72	1,71
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,01	1,93	1,84	1,79	1,76	1,70	1,66	1,64	1,63	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	1,92	1,84	1,74	1,69	1,66	1,59	1,55	1,53	1,52	1,51
50	4,03	3,18	2,79	2,56	2,40	2,29	2,20	2,13	2,07	2,03	1,87	1,78	1,69	1,63	1,60	1,52	1,48	1,46	1,45	1,44
100	3,94	3,09	2,70	2,46	2,31	2,19	2,10	2,03	1,97	1,93	1,77	1,68	1,57	1,52	1,48	1,39	1,34	1,31	1,30	1,28
200	3,89	3,04	2,65	2,42	2,26	2,14	2,06	1,98	1,93	1,88	1,72	1,62	1,52	1,46	1,41	1,32	1,26	1,22	1,21	1,19
300	3,87	3,03	2,63	2,40	2,24	2,13	2,04	1,97	1,91	1,86	1,70	1,61	1,50	1,43	1,39	1,30	1,23	1,19	1,17	1,15
500	3,86	3,01	2,62	2,39	2,23	2,12	2,03	1,96	1,90	1,85	1,69	1,59	1,48	1,42	1,38	1,28	1,21	1,16	1,14	1,11
1000	3,85	3,00	2,61	2,38	2,22	2,11	2,02	1,95	1,89	1,84	1,68	1,58	1,47	1,41	1,36	1,26	1,19	1,13	1,11	1,08
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,67	1,57	1,46	1,39	1,35	1,24	1,17	1,11	1,07	1,00

p=0,975

k \ k	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	15	20	30	40	50	100	200	500	1000	∞
1	648	799	864	900	922	937	948	957	963	969	985	993	1001	1006	1008	1013	1016	1017	1018	1018
2	38,5	39,0	39,2	39,2	39,3	39,3	39,4	39,4	39,4	39,4	39,4	39,4	39,5	39,5	39,5	39,5	39,5	39,5	39,5	39,5
3	17,4	16,0	15,4	15,1	14,9	14,7	14,6	14,5	14,5	14,4	14,3	14,2	14,1	14,0	14,0	14,0	13,9	13,9	13,9	13,9
4	12,2	10,6	10,0	9,60	9,36	9,20	9,07	8,98	8,90	8,84	8,66	8,56	8,46	8,41	8,38	8,32	8,29	8,27	8,26	8,26
5	10,0	8,43	7,76	7,39	7,15	6,98	6,85	6,76	6,68	6,62	6,43	6,33	6,23	6,18	6,14	6,08	6,05	6,03	6,02	6,02
6	8,81	7,26	6,60	6,23	5,99	5,82	5,70	5,60	5,52	5,46	5,27	5,17	5,07	5,01	4,98	4,92	4,88	4,86	4,86	4,85
7	8,07	6,54	5,89	5,52	5,29	5,12	4,99	4,90	4,82	4,76	4,57	4,47	4,36	4,31	4,28	4,21	4,18	4,16	4,15	4,14
8	7,57	6,06	5,42	5,05	4,82	4,65	4,53	4,43	4,36	4,30	4,10	4,00	3,89	3,84	3,81	3,74	3,70	3,68	3,68	3,67
9	7,21	5,71	5,08	4,72	4,48	4,32	4,20	4,10	4,03	3,96	3,77	3,67	3,56	3,51	3,47	3,40	3,37	3,35	3,34	3,33
10	6,94	5,46	4,83	4,47	4,24	4,07	3,95	3,85	3,78	3,72	3,52	3,42	3,31	3,26	3,22	3,15	3,12	3,09	3,09	3,08
11	6,72	5,26	4,63	4,28	4,04	3,88	3,76	3,66	3,59	3,53	3,33	3,23	3,12	3,06	3,03	2,96	2,92	2,90	2,89	2,88
12	6,55	5,10	4,47	4,12	3,89	3,73	3,61	3,51	3,44	3,37	3,18	3,07	2,96	2,91	2,87	2,80	2,76	2,74	2,73	2,72
13	6,41	4,97	4,35	4,00	3,77	3,60	3,48	3,39	3,31	3,25	3,05	2,95	2,84	2,78	2,74	2,67	2,63	2,61	2,60	2,60
14	6,30	4,86	4,24	3,89	3,66	3,50	3,38	3,29	3,21	3,15	2,95	2,84	2,73	2,67	2,64	2,56	2,53	2,50	2,50	2,49
15	6,20	4,77	4,15	3,80	3,58	3,41	3,29	3,20	3,12	3,06	2,86	2,76	2,64	2,59	2,55	2,47	2,44	2,41	2,40	2,40
17	6,04	4,62	4,01	3,66	3,44	3,28	3,16	3,06	2,98	2,92	2,72	2,62	2,50	2,44	2,41	2,33	2,29	2,26	2,26	2,25
20	5,87	4,46	3,86	3,51	3,29	3,13	3,01	2,91	2,84	2,77	2,57	2,46	2,35	2,29	2,25	2,17	2,13	2,10	2,09	2,09
25	5,69	4,29	3,69	3,35	3,13	2,97	2,85	2,75	2,68	2,61	2,41	2,30	2,18	2,12	2,08	2,00	1,95	1,92	1,91	1,91
30	5,57	4,18	3,59	3,25	3,03	2,87	2,75	2,65	2,57	2,51	2,31	2,20	2,07	2,01	1,97	1,88	1,84	1,81	1,80	1,79
40	5,42	4,05	3,46	3,13	2,90	2,74	2,62	2,53	2,45	2,39	2,18	2,07	1,94	1,88	1,83	1,74	1,69	1,66	1,65	1,64
50	5,34	3,97	3,39	3,05	2,83	2,67	2,55	2,46	2,38	2,32	2,11	1,99	1,87	1,80	1,75	1,66	1,60	1,57	1,56	1,55
100	5,18	3,83	3,25	2,92	2,70	2,54	2,42	2,32	2,24	2,18	1,97	1,85	1,71	1,64	1,59	1,48	1,42	1,38	1,36	1,35
200	5,10	3,76	3,18	2,85	2,63	2,47	2,35	2,26	2,18	2,11	1,90	1,78	1,64	1,56	1,51	1,39	1,32	1,27	1,25	1,23
300	5,07	3,73	3,16	2,83	2,61	2,45	2,33	2,23	2,16	2,09	1,88	1,75	1,62	1,54	1,48	1,36	1,28	1,23	1,21	1,18
500	5,05	3,72	3,14	2,81	2,59	2,43	2,31	2,22	2,14	2,07	1,86	1,74	1,60	1,52	1,46	1,34	1,25	1,19	1,17	1,14
1000	5,04	3,70	3,13	2,80	2,58	2,42	2,30	2,20	2,13	2,06	1,85	1,72	1,58	1,50	1,45	1,32	1,23	1,16	1,13	1,09
∞	5,02	3,69	3,12	2,79	2,57	2,41	2,29	2,19	2,11	2,05	1,83	1,71	1,57	1,48	1,43	1,30	1,21	1,13	1,09	1,00

DOCUMENT 9

Fonction de répartition d'une variable de Student à k degrés de liberté.
Valeurs t_p telles que Prob($T \leq t_p$) = p



k \ 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

MINISTERE DE L'AGRICULTURE

MEX

Nom :
(EN MAJUSCULES)
Prénoms :

Date de naissance : 19

EXAMEN :

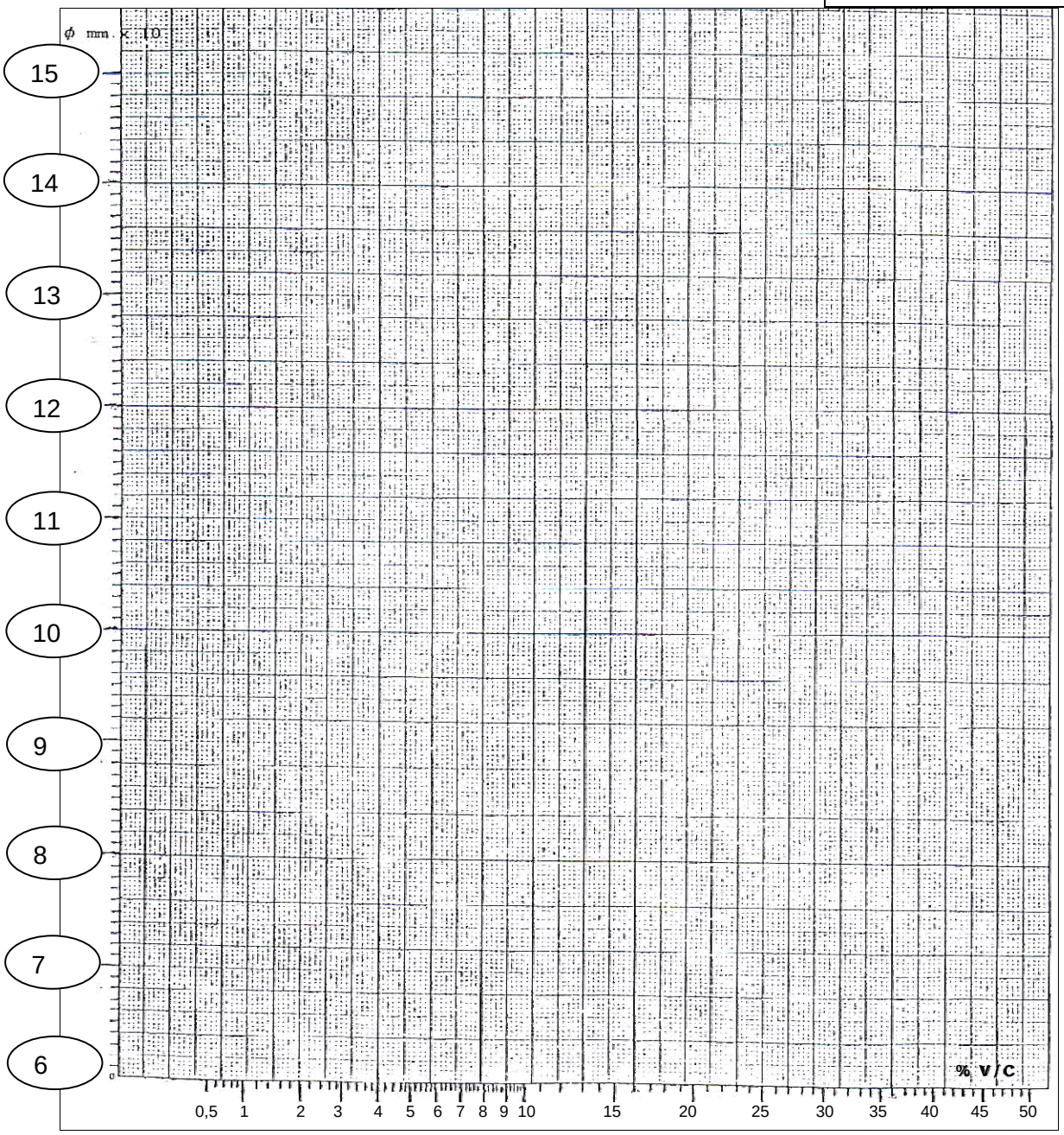
Spécialité ou Option :

EPREUVE :

Centre d'épreuve :

Date :

N° ne rien inscrire

N° ne rien inscrire

<u>ANNEXE A</u> ***(à compléter et à rendre avec la copie)***