



Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

**L'ONSSA AU SERVICE DE LA PROTECTION DE LA SANTE DU
CONSOMATEUR ET DU PATRIMOINE NATIONAL, ANIMAL ET
VEGETAL**

Présenté par :

◆ El Bekhari Rida

Encadré par :

- ◆ Mr. Sairi Abdeljebbar (ONSSA)
- ◆ Pr. Kandri Rodi yousef (FST)

Soutenu Le 10 Juin 2016 devant le jury composé de:

- Pr. Kandri Rodi yousef
- Pr. Bouayad Abdelouhad
- Pr. Bentama Abdeslam

Stage effectué à L'ONSSA DE FES

Année Universitaire 2015 / 2016

DEDICACE

Je dédie ce travail :

A mon Père et ma Mère,

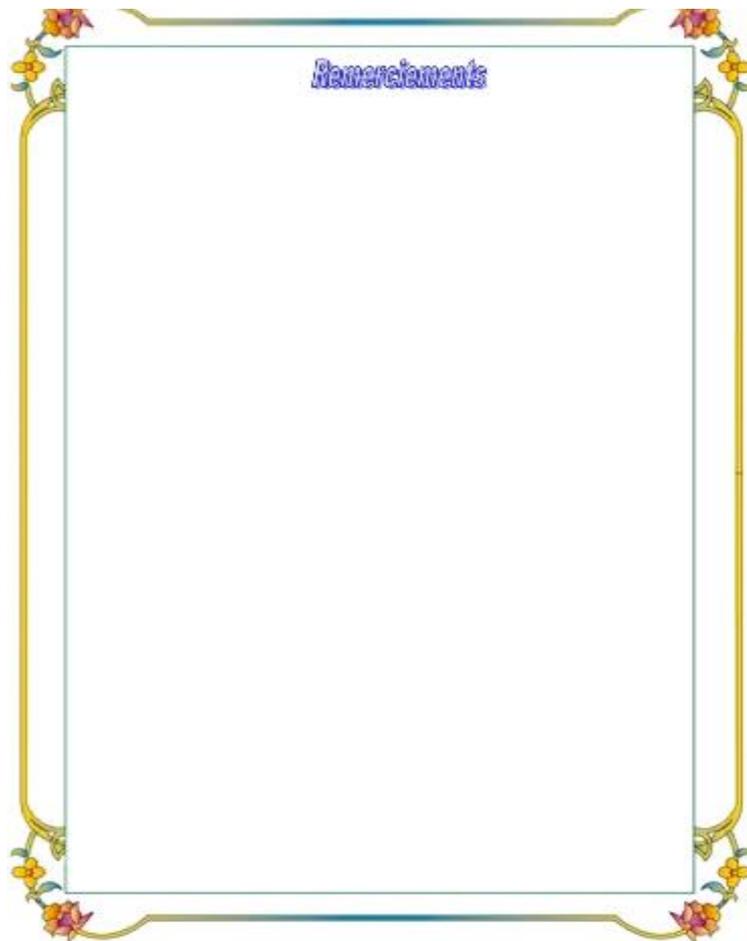
J'ai aucune dédicace ne saurait exprimer l'estime, le dévouement, le respect et l'amour que je porte pour vous. Acceptez ce modeste travail en reconnaissance de tous les sacrifices que vous avez consentis pour mon éducation et ma formation. Tous étiez toujours prêts a m'encourager et a me soutenir au cours de ces longues années.

Que Dieu (Allah) vous accorde longue vie, bonne santé et vous protège.

A mes Frères et mes Sœurs,

[I'ful ne pourra exprimer mon attachement et ma reconnaissance pour vos sacrifices et vos encouragements durant mes longues études.)tu signe de ma profonde affection, je vous dédie ce mémoire en vous souhaitant bonheur et réussite.

Que Dieu vous bénisse et vous protège en toutes circonstances.



Les travaux présentés dans ce stage ont été effectués aux laboratoires régionales et d'analyses et de recherches de Casablanca et à l'Office National de Sécurité Sanitaire des produits Alimentaire de fès sous la direction de Monsieur Mr. Kandri Rodi Youssef, professeur à la Faculté des Sciences et techniques de Fès.

En premier lieu, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur Mr Sairi Abdeljebbar pour m'avoir initié a la recherche et dirigé ce travail avec beaucoup d'intérêt et pour sa qualité d'encadrement. J'ai trouvé auprès lui compétence, rigueur et patience.

Je remercie également Pr Bouayad Abdelouhad et Pr Bentama Abdeslam, professeurs a la Faculté des Sciences et techniques de fès, qui mont fait l'honneur d'avoir accepter de juger ce travail.

J'exprime aussi mes plus sincères remerciements a toute l'équipe de l'ONSSA en particulier Mr Aziz Tarhzaz, et Benkalha Mohamed, Mr Adelouni;

Mega Thank you a tous les étudiants de liscence de Chimie de la promotion 2015-2016, avec qui j'ai partagé ces deux années.

Liste des abréviations

- **ONSSA** : Office National de Sécurité Sanitaire des produits Alimentaire
- **TH** : Taux d'humidité
- **R** : Refus
- **TC** : Taux de cumul
- **Port/MS** : Protéines par matière sèche
- **Els min Anorm** : Éléments minéraux anormaux
- **N.M** : Norme marocain
- **FOBT** : Farine Ordinaire de Blé Tendre
- **FSBT** : Farine spéciale de Blé Tendre
- **FLBT** : Farine Lux de Blé Tendre
- **FFBT** : Farine Fleur de Blé Tendre
- **FRCBT** : Farine Ronde Complet de Blé Tendre
- **FRSBT** : Farine Ronde Spéciale de Blé Tendre
- **FCBT** : Farine Complète de Blé Tendre
- **F Ord BD** : Farine Ord de Blé Tendre
- **F Extra BD** : Farine Extra de Blé Tendre
- **SGBD** : Semoule Gross de Blé dure
- **FCBD** : Farine Complète de Blé Dure
- **OPA** : O-phtalaldéhyde
- **BO** : Bultan Officielle
- **SM** : Solution Mère
- **SE** : Solution Étalon

Listes des figures

| | |
|---|----|
| <i>Figure 1: constituants principaux du lait de vache</i> | 23 |
| <i>Figure 2: réaction de décarboxylation de l'histidine</i> | 27 |
| <i>Figure 3: Ultrathuras</i> | 29 |
| <i>Figure 4 : la colonne de chromatographie</i> | 30 |
| <i>Figure 5 : Schéma de la réaction de complexation</i> | 31 |
| <i>Figure 6 : la spectrofluorimétriques</i> | 31 |
| <i>Figure 7: Mécanisme His-OPA</i> | 32 |

Listes des tables

| | |
|--|----|
| Tableau 1: Définissant les produits de blé tendre et de blé dur fabriqué _____ | 13 |
| Tableau 2: Les caractéristiques des produits de mouture de blé tendre et de blé dur _____ | 14 |
| Tableau 3: les catégories d'Huile d'olive vierge _____ | 19 |
| Tableau 4: les critères de qualité d'huile d'olive _____ | 20 |
| Tableau 5: les types d'huile de grignons d'olive _____ | 20 |
| Tableau 6 : Récapitulatif des analyses effectuées sur cinq espèces halieutiques. _____ | 33 |

Sommaire

| | |
|--|----|
| REMERCIEMENTS | 2 |
| Liste des abréviations | 3 |
| I. INTRODUCTION | 7 |
| II. PRESENTATION DE L'ORGANISME | 9 |
| 1. Historique | 9 |
| 2. Organisation du laboratoire | 10 |
| III. Définissant les produits de blé tendre et de blé dur fabriqué et mis en vente par la minoterie industrielle fixant leurs caractéristiques | 12 |
| 1. Définitions | 12 |
| 2. Les caractéristiques des produits de mouture de blé tendre et de blé dur..... | 13 |
| IV. Enrichissement de la farine en fer et vitamine | 16 |
| V. La sécurité sanitaire des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive commercialisées | 19 |
| 1. Les catégories de l'huile d'olive | 19 |
| VI. Généralités sur le Lait | 23 |
| 1. Définition..... | 23 |
| 2. Les différents types du lait | 24 |
| VII. Les taches personnelles effectuent | 27 |
| 1. HISTAMINE | 27 |
| 2. METHODE SPECTROFLUORIMETRIQUES DE LERKE & BELL (1976)..... | 28 |
| 3. Résultats et discussion..... | 31 |
| 4. Résultats analytiques..... | 32 |
| 5. Interprétation des résultats..... | 33 |
| Conclusion..... | 34 |
| References bibliographiques..... | 35 |

I. INTRODUCTION

Avant tout, je tiens à remercier une deuxième fois très chaleureusement toute l'équipe de l'office (ONSSA) pour son accueil plus que chaleureux, son aide et sa confiance.

J'ai effectué mon stage au sein de l'Office National de Sécurité Sanitaire des produits Alimentaire d'une durée d'un mois. Le sujet qui m'a été confié est de faire la réception des matières premières.

Mon travail a consisté, dans un premier temps, à contrôler le déchargement de ces matières, et contrôler les matières qui nous avons reçu. Puis saisie les informations sur l'ordinateur.

Ce rapport présente le travail que j'ai effectué lors de mon stage, qui va présenter une vue globale sur la sécurité du produit alimentaire de cette entreprise (ONSSA), c'est-à-dire les activités de l'office.

La partie pratique de mon travail est consacré à effectuer des analyses chimiques sur l'histamine de certains poissons (sardine, anchois, maquereau, merlan, chinchard) qui doit être contrôlé pour éviter des intoxications (scombroidique par exemple) chez le consommateur.

L'ONSSA est un établissement public qui exerce, pour le compte de l'état, les attributions relatives à la protection de la santé du consommateur, des animaux et des végétaux.

Les aliments peuvent parfois présenter des risques sanitaires si les conditions de culture, d'élevage, de production ou de conservation sont mauvaises.

La « sécurité des aliments » est l'assurance que les aliments ne causeront pas de dommages aux consommateurs quand ils sont préparés et/ou consommés conformément à l'usage auquel ils sont destinés.

L'office exerce les missions suivantes, conformément à la législation et à la réglementation en vigueur :

- Appliquer la politique du gouvernement en matière de sécurité sanitaire des végétaux, des animaux et des produits alimentaires depuis les matières premières jusqu'au consommateur final, y compris les denrées destinées à l'alimentation des animaux ;

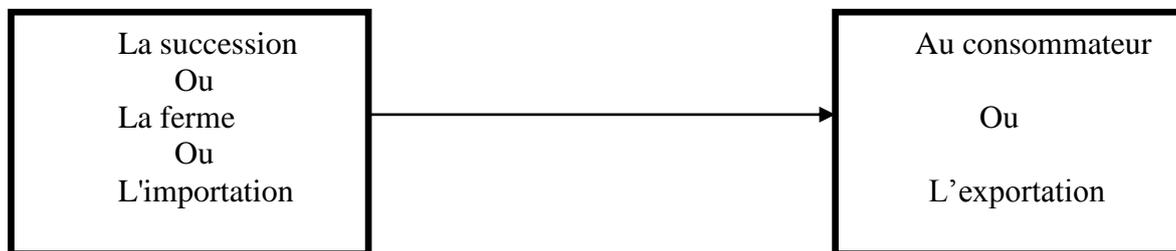
- Assurer la protection sanitaire du patrimoine végétal et animal national et contrôler les produits végétaux et animaux ou d'origine végétale ou animale, y compris les produits de la pêche, à l'importation, sur le marché intérieur et à l'exportation ;
- Assurer la surveillance sanitaire des animaux et contrôler leur identification et leurs mouvements ;

❖ Les cibles de l'ONNSA :

Parmi les premières cibles à écrire dans le cadre du Maroc régime vert **amélioré la qualité des produits agricoles** Et pour **assurer la sécurité sanitaire de la chaîne alimentaire**

A partir de :

Jusqu'à :



❖ Les motifs de la fondation de l'ONSSA :

Les motifs qui ont conduit à la fondation d'un office national de la sécurité sanitaire des Produits alimentaires

Sur le plan international :

- L'apparition de certaines maladies animales infectieuses et transmissibles à l'homme.
- l'élargissement de la charge des maladies d'origine alimentaires ainsi l'apparition de nouveaux risques reliés à des ressources alimentaires.
- L'évolution rapide de la technologie de production, fabrication et commercialisation des denrées alimentaires.

Sur le plan national :

- Affrontement de nombreux risques sanitaire auxquels font face le consommateur.
- Assurer la sécurité des produits proposés à la vente et réduire les maladies associés par des aliments surtout les intoxications alimentaires.
- Augmenter le niveau de la santé animale par le contrôle des maladies concernant les animaux et surtout qui peuvent transmise à l'homme.

II. PRESENTATION DE L'ORGANISME

1. Historique

L'office est créé suite à une restructuration du Département de l'Agriculture. Sa création est venue pour concrétiser une des orientations stratégiques du plan MAROC VERT qui visent l'amélioration dans la productivité et la compétitivité des produits agricoles et agroalimentaire.

Entre 2000 et 2005, la mise en place du système avait connu un ralentissement pour reprendre à partir de Juin 2006 avec la relance de la dynamique d'accréditation des laboratoires vétérinaires, initiée par la Direction d'Elevage. C'est ce qui a permis d'actualiser les ébauches du système qualité.

En 2009 l'ONSSA constitue un dispositif institutionnel mis en place pour appuyer les orientations stratégiques tracées par le Plan Maroc Vert qui ambitionne de faire de l'agriculture marocaine un levier de croissance essentiel de l'économie nationale.

En 2012, le laboratoire a été accrédité selon la NM ISO/CEI 17025. Cette accréditation lui a permis une reconnaissance internationale de la fiabilité de ses résultats d'analyses et par conséquent la crédibilité du système de contrôle et de certification à l'importation et à l'exportation des animaux vivants, des produits d'origine animale et des produits de la pêche.

Aujourd'hui, le système qualité est une priorité du LRARF pour poursuivre cet étalon et renforcer ces acquis.

Il existe sept laboratoires au niveau national dont chaque laboratoire est constitué de plusieurs services selon le nécessaire.

2. Organisation du laboratoire



Activités du laboratoire par section

Les activités du laboratoire portent sur le volet santé animale et le volet hygiène alimentaire.

1. Section santé animale :

L'activité de la section de santé animale comporte le diagnostic et le contrôle des maladies animales, la conduite des enquêtes épidémiologiques à l'échelle nationale ainsi que le contrôle à l'importation des animaux.

En outre, le LRARC est agréé par l'Union Européenne pour la réalisation des analyses de diagnostic des maladies des équidés en vue de leur exportation.

Cette section comporte quatre unités techniques:

- **Unité de Sérologie** : chargée du Diagnostic sérologique des maladies animales à savoir : Maladies des équidés (peste équine, anémie infectieuse, morve, dourine, Rhinopneumonie, West Nile et artérite virale), Maladies des ruminants (Blue Tongue, IBR/IPV, Leucose bovine, brucellose, fièvre aphteuse, clavelée, BVD, Paratuberculose, CAEV, Chlamydiose, ...);

- **Unité de Diagnostic vétérinaire** : chargée du Diagnostic bactériologique et parasitaire des maladies chez les différentes espèces animales y compris les abeilles. En outre cette unité assure le diagnostic de la métrite contagieuse équine, la Campylobactériose génitale bovine et la trichomonose par culture.

- **Unité de virologie** : chargée du Diagnostic virologique des maladies chez les différentes espèces animales par seroneutralisation sur cultures cellulaires et isolement virale sur œufs embryonnés ainsi que le diagnostic de la rage par IF

- **Unité de biologie moléculaire** : chargée du diagnostic des maladies animales par PCR conventionnelle et par PCR en temps réel tel que les virus de l'influenza aviaire et de la Blue Tongue

2. Section hygiène alimentaire

Cette section a pour mission de procéder à des analyses microbiologiques, chimiques et toxicologiques sur les denrées alimentaires destinées à l'alimentation humaine et sur les matières premières, les prémix et les aliments composés destinés à l'alimentation des animaux ainsi que sur

les eaux. Ces objets d'essais sont contrôlés pour leur conformité en vue de protéger la santé du consommateur et celle des animaux.

Assurance qualité : La démarche assurance qualité est mise en place depuis 1994. Elle a permis de mettre en place une manuelle qualité, des procédures générales et des plans qualité. Elle vise l'accréditation selon la norme ISO 17025.

Analyse de la qualité des farines



III. Définissant les produits de blé tendre et de blé dur fabriqué et mis en vente par la minoterie industrielle fixant leurs caractéristiques

1. Définitions

Tableau 1: Définissant les produits de blé tendre et de blé dur fabriqué

| Farine de blé tendre : | Farine complète de blé tendre : | Semoule : | Finot : | Farine de blé dur : | Farine complète de blé dur : |
|--|--|--|--|--|--|
| Produit amylicé et glutineux provenant de la mouture industrielle fine des grains de blé tendre industriellement purs et nettoyés. | Produit issu de la mouture intégrale industrielle des grains de blé tendre industriellement purs et nettoyés. Au cours de cette mouture, le grain est réduit en particules fines d'amande, de son et de germe. Sa composition chimique est proche de celle du blé tendre duquel elle est extraite. | Produit granulé issu de la mouture industrielle des grains de blé dur industriellement purs et nettoyés. | Produit granulé fin issu de la mouture industrielle des grains de blé dur industriellement purs et nettoyés. | Produit amylicé et glutineux issu de la mouture industrielle fine des grains de blé dur industriellement purs et nettoyés. | Produit issu de la mouture intégrale industrielle des grains de blé dur industriellement purs et nettoyés. Au cours de cette mouture, le grain est réduit en particules fines d'amande, de son et de germe. Sa composition chimique est proche de celle du blé dur duquel elle est extraite. |

2. Les caractéristiques des produits de mouture de blé tendre et de blé dur

La farine nationale de blé tendre et de blé dur doit répondre aux caractéristiques suivantes :

Tableau 2: Les caractéristiques des produits de mouture de blé tendre et de blé dur

| PRODUITS | TM% MS | TH% | EXTRACTION REFUS DE TAMIS | | | | | | | | | PROT/MS | |
|------------|--------------|--------|---------------------------|-------------|-----|-----|-------------|-------------|-------------|-------------|------|------------|----------|
| | | | 150 | 200 | 250 | 355 | 425 | 500 | 630 | 850 | 1120 | | |
| FNBT | 0.80 1.10 | 15 max | - | R25% max | - | - | - | - | R0% | - | - | - | 9.5% min |
| FSBT | 0.66 0.79 | .. | - | R10% max | - | - | - | - | R0% | - | - | - | 9.5% min |
| FOBT | 1.06 1.25 | .. | - | R10% Max | - | - | - | - | R0% | - | - | - | 9.5% min |
| FLBT | 0.51 0.65 | .. | - | R5% max | - | - | - | - | R0% | - | - | - | 9.5% min |
| FFBT | 0.50 Max | .. | - | R0% | - | - | - | - | - | - | - | - | 9.5% min |
| FRCBT | 0.80 1.05 | .. | - | E30% Max | - | - | - | - | R15% Max | - | R0% | - | 9.5% min |
| FRSBT | 0.61 0.79 | .. | - | E25% Max | - | - | - | - | R25% Max | - | R0% | - | 9.5% min |
| FCBT | 2.50 Max | .. | - | - | - | - | - | - | R10% Max | - | - | - | 15% max |
| F ord BD | 1.75 Max | .. | - | R10% max | - | - | - | - | - | - | - | - | 10% min |
| F Extra BD | 1.2 Max | .. | - | - | - | - | R10% max | - | - | - | - | - | - |
| SGBD | 1.0 Max | .. | - | - | - | - | - | - | - | R15% max | - | R5% max | - |
| SFBD | 1.0 Max | .. | - | - | - | - | E10% max | - | - | R15% max | - | - | - |
| Finot | 1.1 Max | .. | E10% max | - | - | - | - | R15% Max | - | - | - | - | - |
| FCBD | 2.50 Max | .. | - | - | - | - | - | - | R10% Max | - | - | - | 15% max |

| PRODUITS | Acidité Grasse /MS | Pigments/MS | Amidon Endo /MS | Elts min Anormaux |
|------------|--------------------|-------------|-----------------|--------------------|
| FNBT | 0 ,07% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FSBT | 0 ,06% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FOBT | 0 ,07% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FLBT | 0 ,06% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FFBT | 0 ,06% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FRCBT | 0 ,07% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FRSBT | 0 ,06% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FCBT | 0 ,08% max | - | 15% max | <u>0 ,015% max</u> |
| F ord BD | 0 ,07% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| F Extra BD | 0 ,06% max | - | - | <u>0 ,015% max</u> |
| SGBD | 0 ,06% max | 4 ppm min | - | <u>0 ,015% max</u> |
| SFBD | 0 ,06% max | 4 ppm min | - | <u>0 ,015% max</u> |
| Finot | 0 ,06% max | 4 ppm min | - | <u>0 ,015% max</u> |
| FCBD | 0,08% max | - | 15% max | <u>0 ,015% max</u> |



Aliment enrichi

Figure 1: Marque de Santé et de Sécurité

IV. Enrichissement de la farine en fer et vitamine

La population marocaine souffre de nombreuses carences en vitamines et en sels minéraux, une forme de malnutrition encore très répandue dans nombreux pays en développement, selon les études les carences en micronutriments perturbent de manière permanente le développement normal des capacités intellectuelles chez les enfants, elle fragilise aussi le système immunitaire et favorise l'apparition de nombreuses maladies comme l'anémie par exemple. Pour lutter contre ce fléau, le gouvernement encourage les minoteries industrielles à enrichir les farines issues du blé tendre en fer et vitamines.

Le décret n°2-04-52 du 29 chaoual 1426 (2 décembre 2005) (BO, n°5384 du 05 janvier 2006, page10) et l'arrêté conjoint du ministre de la santé et du ministre de l'agriculture, du développement rural et des pêches maritimes n°2232-06 du 23 ramadan 1427 (16 octobre 2006) pris pour l'application du décret n°2-04-52 du 29 chaoual 1426 (2 décembre 2005) relatif à l'enrichissement de la farine

❖ La fortification de la farine pour lutter contre les carences en fer :

La farine de blé tendre, consommée par l'ensemble de la population, en milieu urbain comme en milieu rural, représente un formidable véhicule de fortification pour lutter contre la carence en fer et assure la productivité des générations futures.

A la portée de tous les minotiers, la technologie requise pour la fortification de la farine est parfaitement maîtrisée et n'entraîne pas de surcote de production important, évitant ainsi toute répercussion sur les prix de vente. Par ailleurs, le procédé de fortification n'a aucune incidence

sur le gout, la couleur ou l'odeur farine et assure la diffusion des micronutriments dans l'organisme sans altérer leurs propriétés nutritives.

- Conformément aux dispositions présents, Le composé fer- vitamines doit être incorporé au taux de 90 grammes dans chaque tonne de farine de blé tendre, et donner un mélange comportant au minimum les proportions suivantes :

| PRODUITS | Fer-vitamines Pour l'enrichissement de la farine | | | | |
|----------|---|------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| | Le fer élémentaire (g /t) | L'acide Folique (g /t) | La vitamine B1 (g /t) | La vitamine B2 (g /t) | La vitamine PP (g /t) |
| FNBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FSBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FOBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FLBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FFBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FRCBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FRSBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |
| FCBT | 45.00 | 1.53 | 4 .50 | 2.79 | 36.18 |

La sécurité sanitaire des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive commercialisées



V. La sécurité sanitaire des huiles d'olive et des huiles de grignons d'olive commercialisées

La dénomination "huile d'olive" est réservée à l'huile provenant uniquement du fruit de l'olivier, à l'exclusion des huiles obtenues par solvant ou par des procédés de réestérification et de tout mélange avec d'autres huiles.

1. Les catégories de l'huile d'olive :

L'huile d'olive définie dans les catégories ci-dessous est commercialisée sous les dénominations indiquées lorsqu'elle répond aux spécificités correspondantes :

Huile d'olive vierge : l'huile d'olive obtenue à partir du fruit de l'olivier uniquement par des procédés mécaniques ou autres procédés physiques dans des conditions notamment thermiques qui n'entraînent pas d'altération de l'huile. Cette huile ne doit avoir subi aucun traitement autre que le lavage, la décantation, la centrifugation et la filtration.

Selon son acidité, exprimée en acide oléique, son indice de peroxyde et son absorbance dans l'ultraviolet, cette huile est dite :

| L'huile d'olive vierge propre | | | L'huile d'olive vierge impropre |
|--|--|--|---------------------------------|
| L'huile d'olive vierge extra | L'huile d'olive fine | L'huile d'olive vierge courante | |
| l'acidité libre ne dépasse pas 1 g pour 100g. l'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. l'absorbance dans l'ultra violet ne dépasse pas 0.25 à 270 nm. | l'acidité libre ne dépasse pas 2 g pour 100g. L'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. l'absorbance dans l'ultra violet ne dépasse pas 0.25 à 270 nm. | l'acidité libre ne dépasse pas 3,3 g pour 100 g. L'indice de peroxyde ne dépasse pas 20 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. l'absorbance dans l'ultra violet ne dépasse pas 0.3 à 270 nm. | |

Tableau 3: les catégories d'Huile d'olive vierge

Huile d'olive raffinée : l'huile d'olive obtenue à partir d'huiles d'olive vierges par des techniques de raffinage qui n'entraînent pas de modifications de leur structure glycéridique initiale.

Cette huile doit répondre aux critères de qualité suivants :

| | | |
|---------------------------------------|---|------------------------------------|
| Acidité (exprimée en acide oléique) : | Indice de peroxyde : | Absorbance dans l'ultraviolet : |
| Ne doit pas dépasser 0,3g pour 100. | Ne doit pas dépasser 5 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. | Ne doit pas dépasser 1,1 à 270 nm. |

Tableau 4: les critères de qualité d'huile d'olive

Huile d'olive : l'huile d'olive constituée par le coupage d'huile d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propre à la consommation en l'état.

| | | |
|--|--|------------------------------------|
| Acidité (exprimée en acide oléique) : | Indice de peroxyde : | Absorbance dans l'ultraviolet : |
| Ne doit pas dépasser 1,5 g pour 100 g. | Ne doit pas dépasser 15 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. | Ne doit pas dépasser 0,9 à 270 nm. |

L'huile de grignons d'olive est l'huile obtenue par traitement des grignons d'olive au moyen de solvants ou par d'autres procédés physiques, à l'exclusion de l'huile obtenue par des procédés de réestérification et de tout mélange avec d'autres huiles. Les huiles de grignons d'olive définies dans les catégories ci-dessous sont commercialisées, sous les dénominations indiquées lorsqu'elles répondent aux spécificités correspondantes :

| Huile de grignons d'olive brute | Huile de grignons d'olive raffinée | Huile de grignons d'olive |
|--|--|---|
| l'huile de grignons d'olive destinée au raffinage en vue de son utilisation pour la consommation humaine ou destinée à des usages techniques | l'huile obtenue à partir de l'huile de grignons d'olive brute par des techniques de raffinage n'entraînant pas une modification de la structure glycéridique - Acidité : ne dépasse pas 0,3g %g. - Indice de peroxyde : ne dépasse pas 5 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. - Absorbance dans l'ultraviolet : Ne doit pas dépasser 2 à 270 nm. | l'huile constituée par le coupage d'huile de grignons d'olive raffinée et d'huile d'olive vierge propres à la consommation en l'état. - Acidité : ne dépasse pas 1,5 g pour % g. - Indice de peroxyde : ne dépasse pas 15 milliéquivalents d'oxygène des peroxydes par kg d'huile. - Absorbance dans l'ultraviolet : Ne doit pas dépasser 1,7 à 270 nm. |

Tableau 5: les types d'huile de grignons d'olive

- ✓ Qui ont seules droit à l'appellation "**pure**", les huiles naturelles, les huiles de coupage et les huiles raffinées obtenues à partir de fruits ou de graine d'une même espèce botanique.
- ✓ Les huiles alimentaires mises en vente sans indication des fruits ou graines dont elles proviennent ou leurs mélanges, ne peuvent être désignées que sous l'appellation:

| | |
|--|--|
| huile de table | huile comestible |
| si l'acidité est inférieure ou égale à 0,7 g | si l'acidité est inférieure ou égale à 2 g |

Une huile est dite :

| Naturelle | Raffinée | De coupage | De mélange |
|--|--|--|---|
| Si elle a été extraite uniquement par des procédés mécaniques de fruits ou graines d'une même espèce botanique et en bon état de conservation, sans rancissement, ni moisissure, si elle a été ni raffinée, ni blanchie ou neutralisée par des moyens chimiques. | si elle a subi un traitement chimique et physique destiné à éliminer certaines déficiences ou imperfections, que l'huile provienne de fruits ou de graines d'une même espèce botanique, ou d'un mélange d'huiles extraites de fruits ou de graines d'espèces botaniques différentes. | si elle a été obtenue par l'addition à une huile naturelle, d'une huile raffinée, ces huiles provenant l'une et l'autre de fruits ou de graines d'une même espèce botanique. | si elle a été obtenue par le mélange d'huiles naturelles, d'huiles de coupage ou d'huiles raffinées provenant de fruits ou de graines d'espèces botaniques différentes. |

Généralités sur le Lait



VI. Généralités sur le Lait

Le lait est un milieu favorable pour le développement d'une multitude de germes dont certains sont pathogènes. La qualité de ce produit se définit comme étant l'ensemble des propriétés et des caractéristiques qui lui confèrent l'aptitude à satisfaire des besoins exprimés par les consommateurs.

Pour bien évoluer les risques de contamination auxquels **le lait** est exposé, il faut retracer dans chaque cas le chemin qu'il parcourt de la vache jusqu'aux consommateurs. tout au long de ce chemin, des germes pathogènes ou non, des substances toxiques ou non, peuvent être introduits qui rendent le lait dangereux pour la santé ou altèrent certains de ces qualités (goût, odeur, valeurs nutritif...).

1. Définition du Lait

Le lait est le produit de la traite complète et ininterrompue de femelles laitières saines et nourries normalement.

La dénomination de lait sans autre indication est réservée au lait de vache pur.

Parmi les laits utilisés, le lait de vache, mais on utilise également le lait de chèvre, de brebis, de chamelle... Le lait et les produits laitiers constituent des denrées alimentaires d'origine animale de très grande valeur nutritive en raison de leur richesse en protéines, en calcium et en vitamines.

2. Composition du lait :

Les proportions respectives de ces composants sont représentées dans la figure n° 1.

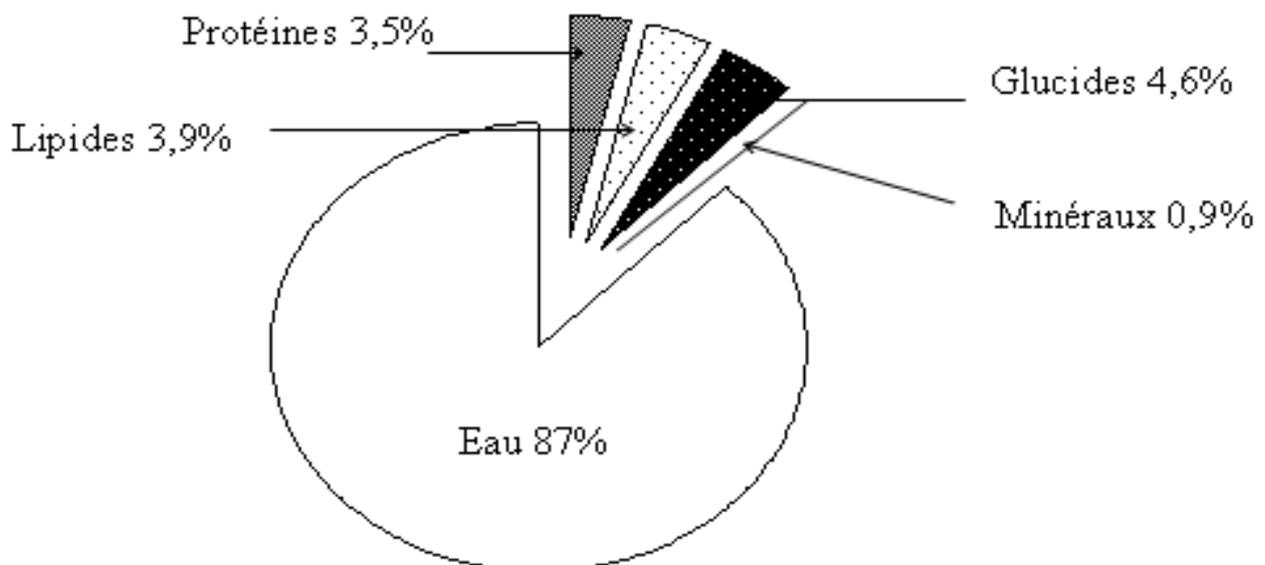


Figure 2: constituants principaux du lait de vache

a) Protéines :

Les protéines lactées sont présentes dans deux phases différentes :

- une phase instable constituée de particules solides en suspension qui diffusent la lumière et contribuent, avec les globules gras, à donner au lait son aspect blanc et opaque : ce sont les caséines.
- la phase soluble stable constituée des différentes protéines solubles ou protéines du lactosérum.

b) Glucides :

Le lactose, disaccharide composé de glucose et de galactose, est le seul glucide libre du lait présent en quantités importantes. Le lactose est assimilé après hydrolyse en présence de l'enzyme "lactase" au niveau de l'intestin grêle c'est un sucre fermentescible. Il est dégradé en acide lactique par des bactéries lactiques (lactobacilles et streptocoques) ce qui provoque un abaissement du pH du lait entraînant sa coagulation; celle-ci est indispensable pour la fabrication de fromages et de laits fermentés.

c) Matière Grasse :

La matière grasse dont la quantité varie en fonction des conditions d'élevage, est présente dans le lait sous forme de globules gras émulsionnés dans la phase aqueuse. La matière grasse est constituée principalement de triglycérides. Le rancissement est une indication familière de la détérioration des matières grasses. Dans les produits laitiers, ce rancissement est le résultat de l'hydrolyse des triglycérides par des microorganismes de telle sorte que des acides gras odorants à chaîne courte sont libérés.

d) Matières Salines :

Le lait contient des sels à l'état dissous, sous forme notamment de phosphates, de citrates et de chlorures de calcium, magnésium, potassium et sodium.

e) Gaz Dissous :

Le lait contient des gaz dissous, essentiellement du dioxyde de carbone (CO₂), du di azote (N₂) et du dioxygène (O₂). Outre ces composants, le lait contient également des substances secondaires, telles que des enzymes, des vitamines, des hormones ...

2. Les différents types du lait

1. Selon la teneur en matières grasses :

La crème est séparée du lait par centrifugation, elle sera ensuite réintroduite ou non, en quantité choisie selon le type de lait souhaité, on peut distinguer trois types de laits dont les teneurs en matières grasses sont les suivantes :

- O Le lait entier qui contient au moins 3,5% de MG
- O Le lait demi-écrémé contenant au moins 1,5% et au plus 1,8% de MG
- O Le lait écrémé qui ne contient au maximum que 0,3% de MG

2. Selon le traitement thermique :

Le lait est un matériau biologique fragile. Il faut rapidement le stabiliser car ses composants ont une tendance naturelle à se séparer. Les traitements appliqués au lait pour le conserver sont des procédés physiques, essentiellement thermiques, qui préserveront les qualités biologiques de la matière première-lait.

- **colostrum** : le produit éliminé par la mamelle pendant les 7 jours suivant la mise bas ;

- **produit laitier** : le produit dérivé exclusivement du lait soit par préparation ou transformation, soit par traitement thermique ou mécanique, soit par concentration ou évaporation, soit par coagulation ou fermentation, soit par refroidissement ou congélation, soit par l'adjonction d'autres substances, soit par la soustraction d'un ou plusieurs constituants ;

- **laits traités** : les laits qui ont été traités thermiquement à savoir le lait pasteurisé, le lait stérilisé et le lait stérilisé à ultra haute température (U.H.T.).

* **lait pasteurisé** : le lait ayant subi un traitement thermique approprié, permettant la destruction totale des germes pathogènes et la presque totalité de la flore banale qu'il contient tout en préservant au maximum ses caractéristiques physico-chimiques, organoleptiques et sa valeur nutritive ;

* **lait stérilisé** : le lait débarrassé de tous germes vivants, toutes toxines microbiennes, toutes enzymes microbiennes dont la présence ou la prolifération pourrait altérer ou rendre impropre à la consommation humaine le produit maintenu dans son emballage étanche ;

* **lait stérilisé U.H.T (Ultra-haute-Température)** : le lait stérilisé qui a été soumis pendant un temps très court en débit continu à une température permettant la destruction totale des enzymes, micro-organismes et leurs toxines puis a été conditionné sous atmosphère sceptique dans des emballages stériles et qui n'a subi qu'une modification minimale de ses caractéristiques physiques et organoleptiques suite au traitement thermique nécessaire à la stérilisation ;

* **lait aromatisé** : est réservé aux boissons stérilisées ou stérilisées UHT préparées à l'avance, constituées de lait écrémé ou non, sucré ou non, additionné de substances aromatisées ou de préparations aromatisants autorisées.

- **lait pour enfants** : le produit spécial dont la composition est variable, destiné à l'alimentation des enfants et mis en vente avec une étiquette indiquant la nature exacte du produit ;

- **lait reconstitué** : le produit obtenu par addition d'eau à la poudre de lait dans la proportion nécessaire pour rétablir le rapport spécifié eau / solides laitiers ;

- **lait fermenté** : le produit laitier préparé avec des laits traités (écrémé ou non) ou des laits concentrés ou en poudre (écrémés ou non) enrichi ou non de constituants de lait, ayant subi la pasteurisation, homogénéisés ou non,ensemencés avec des bactéries lactiques appartenant à l'espèce ou aux espèces caractéristiques de chaque produit.

- **lait concentré** : le produit provenant de la concentration du lait propre à la consommation. La concentration du lait peut se faire avec ou sans addition du sucre (saccharose) ;

- **lait en poudre**, lait partiellement écrémé en poudre, lait écrémé en poudre : le produit provenant de la dessiccation du lait entier ou de lait partiellement écrémé ou de lait écrémé propre à la consommation humaine ;

- **beurre** : le produit obtenu exclusivement par le barattage soit du lait, de la crème ou de leur mélange, soit du petit lait séparé du caillé au cours de la fabrication du fromage, soit du liquide riche en graisse retiré de ce petit lait. Il doit contenir au moins 82% de matière grasse et 18 % au maximum de matière non grasse, dont 16% maximum d'eau. Les autres dénominations du beurre doivent répondre aux définitions fixées par le décret n° 2-93-179 du 19 rejeb 1416 (12 décembre 1995), tel qu'il a été complété et modifié ;

- **crème** : le lait contenant au moins 30 g de matière grasse.

L'addition du lait à la crème n'est pas considérée comme une opération frauduleuse à la condition que la crème ainsi diluée renferme encore pour 100 g au minimum 15 g de matière grasse et qu'elle soit mise en vente sous la dénomination de demi-crème.

- **fromage** : le produit fermenté ou non, frais ou affiné, solide ou semi-solide, obtenu par la coagulation du lait entier, lait écrémé, lait partiellement écrémé, crème, crème de lactosérum ou babeurre, seuls ou en combinaison et par égouttage partiel du lactosérum résultant de cette coagulation, additionné ou non des colorants et aromates autorisés.

VII. Les taches personnelles effectuent

1. HISTAMINE

INTRODUCTION :

Cette molécule, découverte en 1910 par Akerman, est un neuromédiateur largement impliqué dans les phénomènes inflammatoires et allergiques. Dans notre corps, elle est synthétisée à partir d'un acide aminé : l'histidine. Elle est stockée principalement dans les cellules immunitaires, les mastocytes, qui la libèrent lorsqu'ils sont stimulés par la présence d'une molécule étrangère comme un allergène. L'histamine appartient aux amines biogènes qui se définissent comme des molécules biologiquement actives sur le système nerveux central et sur le système vasculaire. Dans le domaine alimentaire l'acception du terme "amines biogènes" correspond en fait aux amines non volatiles.

L'**histamine** se développe dans la chair de plusieurs espèces de poisson suite à la décarboxylation de l'histidine. Cette réaction de décarboxylation est catalysée par l'enzyme histidine-décarboxylase présente chez certaines bactéries.

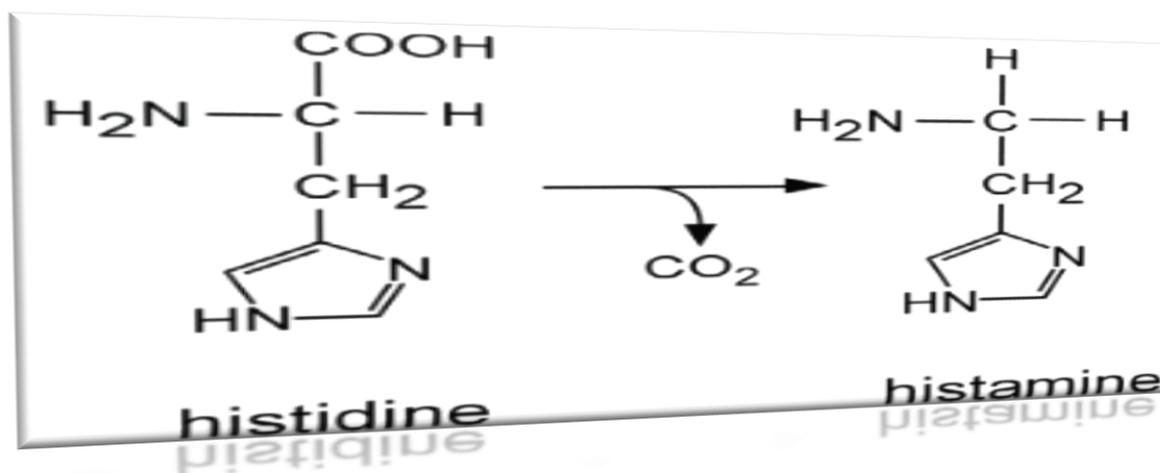


Figure 3: réaction de décarboxylation de l'histidine

L'ingestion de poisson contenant des doses élevées en histamine provoque une intoxication scombroidique. A cet égard, la teneur en histamine de certains poissons doit être contrôlée pour éviter ce type d'intoxication chez le consommateur.

Le Règlement CE 2073/2005 recommande la détermination de l'histamine par chromatographie liquide haute performance (HPLC) suivant la méthode de Duflos et al (1999)

Les méthodes de référence utilisées actuellement dans la plupart des laboratoires à travers le monde sont des méthodes **spectrofluorimétriques**.

Celles-ci sont au nombre de 3 :

- ◆ **la méthode de Lerke & Bell (1976)** adoptée dans plusieurs pays européens tels que la France et l'Allemagne ;
- ◆ **la méthode de l'AOAC (1980)** adoptée aux Etats-unis d'Amérique et dans plusieurs pays scandinaves ;
- ◆ **la méthode par chromatographie liquide haute performance (HPLC)**

2. METHODE SPECTROFLUORIMETRIQUES DE LERKE & BELL (1976)

- Objet et domaine d'application

Cette méthode de dosage de l'histamine est applicable à tous les produits de la pêche quelque soit leur mode de présentation ou de préparation.

- Principe de la méthode

Cette méthode procède par l'extraction de l'histamine par une solution d'acide trichloracétique puis la fixation sur une colonne remplie de résine échangeuse d'ions. L'élution par l'acide chlorhydrique et le dosage par fluorimétrie après addition d'orthophtalaldéhyde (OPA).

Réactifs :

Tous les réactifs doivent être de quantité analytique. L'eau doit être distillé ou déminéralisée. Les réactifs à préparer sont :

- Solution d'acide trichloracétique à 10% (10 g/100ml) ;
- Tampon acétate 0.2 N préparé en dissolvant 8.05g d'acétate de sodium anhydre (PM = 82g) ou 13.66g d'acétate de sodium tri hydraté (PM = 136.08g) dans quelque ml d'eau. Puis en ajoutant 5.9ml d'acide acétique cristallisable et en complétant à un litre avec de l'eau ; le ph est ajusté à 4.62 ;
- Solution d'acide chlorhydrique 0.2 N ;
- Solution d'acide chlorhydrique 0.7 N ;
- Solution d'hydroxyde de sodium 1 N (40 g/litre) ;
- Solution d'O-phtalaldéhyde (OPA) à 1g/100ml d'alcool méthylique ;
- SM : à 1g/1000ml préparée en dissolvant 0.1656g de chlorhydrate d'histamine dans 100ml d'acide chlorhydrique 0.1N ;
- SE : à 0.02g/1000ml préparée en introduisant 2ml de la solution d'histamine à 1g/1000ml (SM) dans une fiole jaugée de 100ml et en complétant avec de l'acide trichloro-acétique à 10g/100ml ; cette solution est stable plusieurs semaines au réfrigérateur ;
- Résine amberlite CG 50 type 1.75 à 150 microns 100 à 200 mesh ;

Appareillage :

On doit disposer du matériel suivant :

- Colonne de verre de 150 * 9 mm (d .i) munies d'un robinet et d'un réservoir de 250ml environ ;
- Spectrofluorimètre ;
- pH-mètre au centième ;
- Hachoir pour homogénéiser l'échantillon de poisson (pour les poissons en conserve, l'homogénéisation est réalisée manuellement après épouttage) ;
- Mixeur à grande vitesse ;
- Système de filtration (entonnoirs) avec des filtres plissés
- Balance analytique

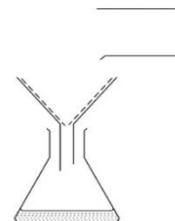
➤ Préparation de l'échantillon :

Étape 1 :

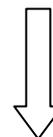
- en prélève 5g d'échantillon (muscle de poisson) et en ajoute 45.0 ml de solution trichloracétique et en homogénéisé le mélange dans un mixeur (ultrathuras) pendant 2 minutes Puis la filtration du mélange obtenu



Figure 4: Ultrathuras



la filtration du mélange



On obtient Extrait trichloracétique



Cet extrait peut être gardé pendant 7 jours à une température entre 2°C et 6°C

Étape 2 :

- Mettre en suspension 1g environ de résine (Amberlite CG 50) dans la quantité nécessaire et suffisante de tampon acétate pour maintenir le pH à 4.62. Transférer dans la colonne (figure 4).

Étape 3 :

- * Injecter 0.2ml d'extrait trichloro-acétique dans la colonne de chromatographie
- * Remplie d'environ 20ml de tampon acétate (acétate de sodium + acide acétique) de pH = 4,6 et Faire écouler le liquide
- * Laver la colonne avec 100ml de tampon acétate et Eliminer les solutions de lavage.



Élimination des impuretés



Figure 5 : la colonne de chromatographie

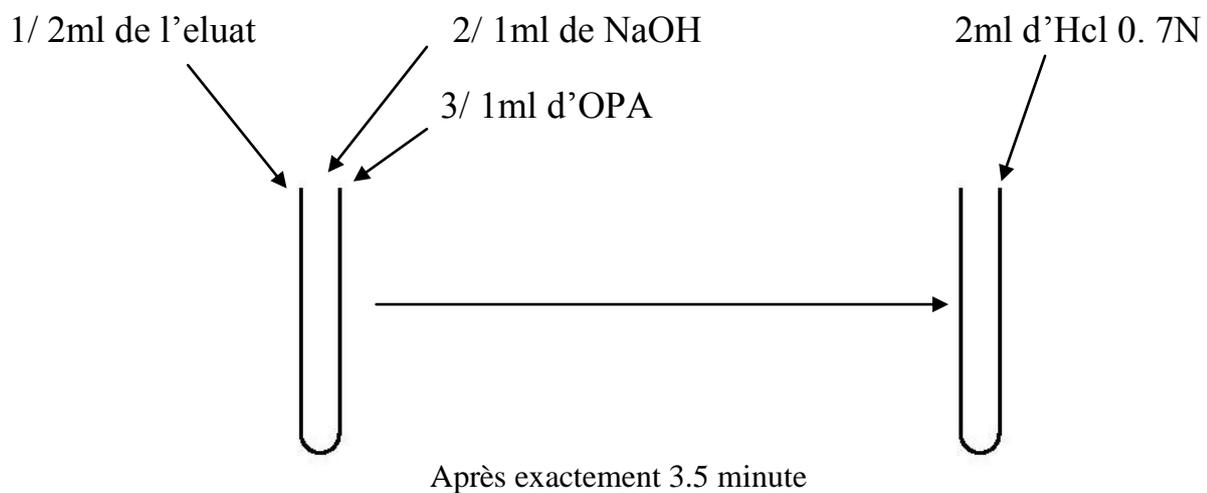
Étape 4 :

- Eluer l'histamine de la colonne avec 20ml d'acide chlorhydrique 0.2N



Extrait trichloro-acétique Histamine pure (Eluat)

- Préparation de la solution étalon SE :



L'ajoute de l'OPA avec l'eluat (histamine pure) donne une réaction de complexation His-OPA

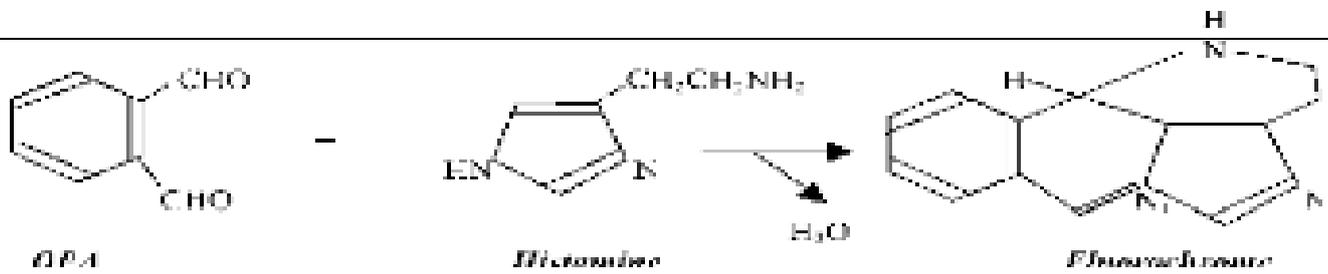


Figure 6 : Schéma de la réaction de complexation

Le complexe fluorescent est relativement instable en milieu basique, c'est pour cette raison, on ajoute 2 ml d'HCl (0,7 N) pour le stabiliser.

➤ Préparation d'un essai à blanc :

Les mêmes conditions en remplaçant les 2ml de l'éluât par 2ml d'HCL 0.2 N

La mesure de la fluorescence par la spectrofluorimétrie :

On mesure la fluorescence à des longueurs d'onde d'émission et d'excitation respectives de 450nm et 360nm des 3 solutions qui sont préparés (la solution étalon (SE) et de l'échantillon, un essai à blanc) par la spectrofluorimétrie



Figure 7 : la spectrofluorimétrie

Enfin, on obtient un échantillon fluorimètre et échantillon d'étalon fluorimètre et un essai à blanc après en calcul la teneur en histamine en mg/100g poisson par la relation suivant :

$$\text{Le taux d'histamine en mg d'histamine /100g de poisson} = \frac{F1 - F2}{F3 - F2}$$

F1 : fluorescence de l'échantillon.

F2 : fluorescence du blanc.

F3 : fluorescence de l'étalon

3. Résultats et discussion :

Mécanisme His-OPA proposé :

En milieu basique, l'histamine réagit avec l'OPA, pour conduire à la formation du produit (A) qui subit un réarrangement pour former le produit (B). Par élimination d'un proton on obtient le produit (C). En milieu acide on aura élimination de deux molécules d'eau par attaque nucléophile de l'azote primaire d'une part, et d'autre part la desaromatisation du benzyle pour aboutir au produit (D) qui se condense avec une 2^{ème} molécule d'OPA. Ce qui nous permet d'obtenir le complexe His-OPA.

Le mécanisme de complexation de l'histamine avec OPA (orthophthalaldéhyde) en milieu basique est schématisé ci-dessous.

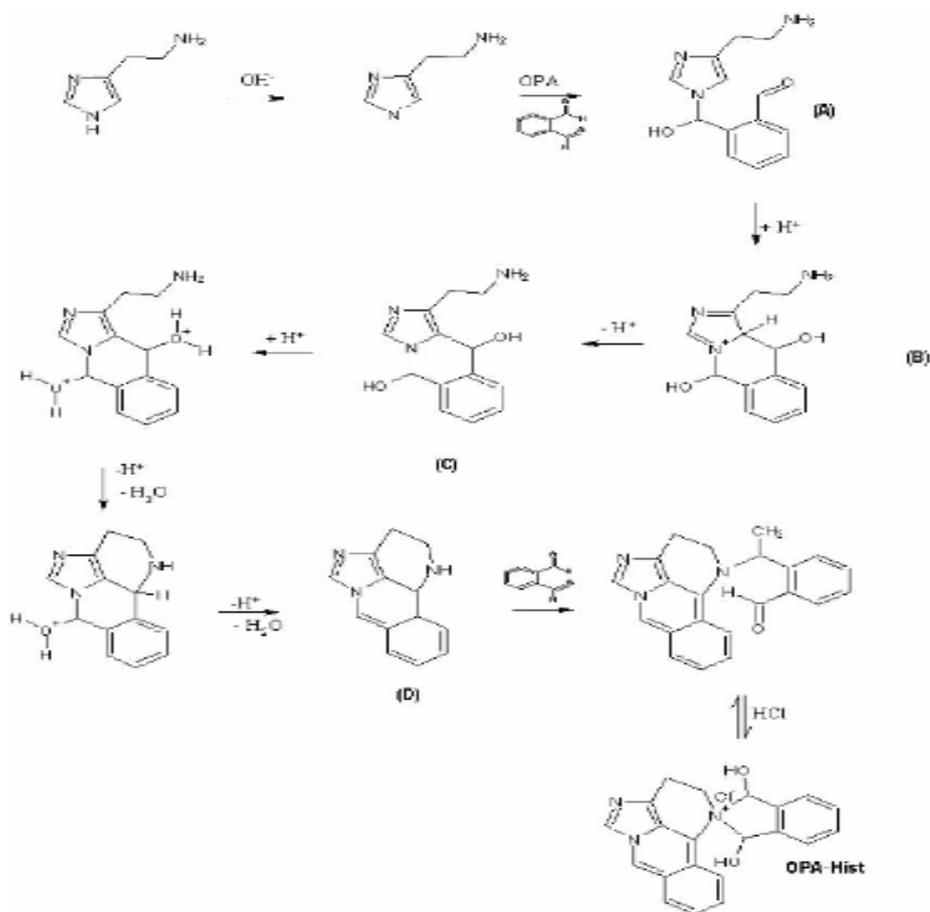


Figure 8: Mécanisme His-OPA

4. Résultats analytiques

Les analyses effectuées lors de ce stage ont été choisies selon des critères bien définis à savoir le taux de consommation et le lieu de pêche. Les poissons ainsi analysés sont les plus consommés à l'échelle nationale et internationale, et analysés dans leur états frais.

Ces analyses ont portées d'une part sur la détermination de la teneur en histamine pour le cas des sardines, des maquereaux, des anchois et du merlan.

Afin d'alléger ce manuscrit, nous avons opté de représenter l'ensemble de nos résultats sous forme de tableaux et les comparer aux valeurs recommandées par l'Union Européen (Deux directives 91/492/CEE et 91/493/CEE).

a. Analyse

Le tableau 6 regroupe l'ensemble de nos valeurs obtenus et analysés à différentes dates sous les mêmes conditions.

* en ppm (mg/kg chair), un échantillon : 500 g de chacune des espèces

| N° échantillons | Espèces | Histamine * | Limites * |
|-----------------|-----------|-------------|-----------|
| 1 | Sardine | 23 | = 50 |
| | Anchois | 22 | |
| | Maquereau | 17 | |
| | Merlan | 14 | |
| 2 | Sardine | 33.7 | = 50 |
| | Anchois | 26.2 | |
| | Maquereau | 22 | |
| | Merlan | 27 | |
| 3 | Sardine | 15 | = 50 |
| | Anchois | 18 | |
| | Maquereau | 19 | |
| | Merlan | 15 | |
| | Chinchard | 18 | |
| 4 | Sardine | 23 | = 50 |
| | Anchois | 20 | |
| | Maquereau | 18.6 | |
| | Merlan | 15 | |
| | Chinchard | 14 | |

Tableau 6 : Récapitulatif des analyses effectuées sur cinq espèces halieutiques.

5. Interprétation des résultats

Au vu des résultats concernant l'analyse, on peut remarquer que les valeurs des taux de l'histamine pour l'ensemble des échantillons restent largement en dessus des normes fixées par les organismes internationaux. Par conséquent, ces produits de pêche sont déclarés de bonne qualité.

Comme il a été signalé auparavant, les poissons sont analysés dans leur état frais sans subir aucun processus de glaçage. Ce dernier constitue en fait un moyen efficace pour fixer la teneur en histamine et ainsi garder la fraîcheur des poissons pour une période encore plus longue (Taylor, 1986).

Conclusion générale

Son objectif principal est de faire des analyses physicochimiques dans le domaine de l'agro-alimentaire ; il s'agit de l'évaluation du paramètre le plus déterminant de la qualité des produits halieutiques à savoir : le dosage de l'Histamine.

Dans un premier temps, notre travail est orienté vers le mécanisme de la réactivité de l'histamine par OPA puisque c'est une étape qui n'est pas encore bien établie. Nous avons donc proposé un nouveau mécanisme qui apporterait certainement des informations capitales pour comprendre et résoudre les nombreuses insuffisances souvent observées lors du dosage de l'Histamine via sa réactivité par OPA.

Dans un deuxième temps, nous avons effectué l'analyse sur l'histamine pour cinq échantillons des marchés. Pour l'histamine, les analyses d'échantillons ont permis de détecter des teneurs en histamine comprises entre 14 - 34 ppm. Ces valeurs sont largement en dessous du seuil de tolérance en histamine dans les produits halieutiques et leurs dérivés (100 à 200 ppm, selon la nature de l'échantillon et selon la législation des Etats).

Références Bibliographiques

Communication orale fournie par mon encadrant de stage

http://www.onssa.gov.ma/fr/index.php?option=com_content&view=artice&id=225&Itemid=178

<http://www.wikipedia.org>

Official Methods of Analysis of AOAC international (AOAC 16th ed.), Method 977.13: *Histamine in seafood, Fluorimetric method*. Sec.35.1.32. (1995) 6-17. P.A. Cunniff Edition, AOAC International Gaithersburg, MD

Ohashi M., Numura F., Suzuki M., Otsuka M., Adachi O., Arakawa N., *Jour. Food Sci.* (1994) 59, 519-522;

ONDEP : *Office Nationale de pêche*, Maroc, (2003).

Lieber E.R., Taylor S.L., *Jour. Chromatogr* (1978) 153, 143-152.

Lerke P.A., Werner S.B., Taylor S.L., Guthertz L.S., *West Jour. Med* (1978)129. 381-386

Lopez-Sabater E.I., JJ. Rodriguez- Jerez, A.X. Roig-Sagues, M.A.T. Mora- Ventura, *Bacteriological quality of tunafish (Thunnus) destined for canning : effect of tuna handling on presence of histidine decarboxylase bacteria and histamine level*, *J. Food-Prot* (1994), 57 (4) 318-323.

IFREMER b, *département technique CSRU, identification et dosage des conservateurs et autres additifs dans les produits de la pêche*. Norme AFNOR V03-060-Mai. (1975).

Food and Drug Administration (FDA). *Decomposition-related Hazards, Chap.8 (In Fish and Fisher Products. Hazards and controls Guidance)*, FDA 3rd edition (2001), Washington D.C.

Frank H.A., Yoshinaga D.H., *Histamine production in Tuna. Seafood toxins.ACS symposium series N°.262*. American Chem. SOC., Pp. 443-451. E.P. Ragelis edition (1984), Washington, D.C.

Frank H.A., D.H. Yoshinaga, and W.K. Nip, *Histamine formation and honeycombing during decomposition of skipjack tuna, Katsuwonus pelamis, at elevated temperature*; *Marine Fisheries Review*; Vol.43 N° 10 (1981) 9-14

AOAC : *Association of Official Analytical Chemists*. Official methods of analysis, 13th ed. Washington, DC, (1984), 296 pp.

Arnold S.H., Brown W.D., *Adv. Food Res* (1978) 24, 113-154.

Baranowsky J.D., Frank A.H., Brust A.P., Chongsiriwatana. M., Premaratne J.R., *Jour. Food protec* (1990) 53 (3), 217-222.