

# Licence Sciences et Techniques (LST) Technique d'Analyse et Contrôle de Qualité « TACQ »

# PROJET DE FIN D'ETUDES

Contrôle de qualité et suivi d'analyses physicochimiques et bactériologiques effectuées sur l'aliment de volaille et de bétail au sein de la société SAVOB

# Présenté par :

Ahlam El Achbor

# **Encadré par :**

- ◆ Pr. Farah Abdellah (FST)
- ♦ Mme. Hajar Arybou (SAVOB FES)

# Soutenu à FST Fès, Le 4 Juillet 2022 devant le jury composé de :

- Pr. Farah Abdellah
- Pr. Chaougi Mohamed
- Pr. Skalli Mohamed khalid

Stage effectué à SAVOB

Année Universitaire 2021 / 2022

**FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES** 

■B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES

**≦** Ligne Directe: 212 (0)535 61 16 86 − Standard: 212 (0)535 60 82 14

Site web: http://www.fst-usmba.ac.ma





# **Dédicaces**

J'ai le grand plaisir de dédier ce travail à :

### Mes très chers parents :

Grâce à votre tendresse, votre encouragement et vos grands sacrifices vous avez pu créer le climat affectueux, propice à la poursuite de mes études.

Aucune dédicace ne saurait exprimer à la juste valeur mon profond amour familial et ma profonde reconnaissance pour tous les sacrifices et tous les efforts que vous avez consentis pour assurer mon avenir.

Je prie dieu de vous bénir, de vous prêter longue vie, j'espère que vous serez toujours fiers de moi.

### Mes enseignants:

Votre générosité et votre soutien m'obligent à vous prendre en considération sur cette dédicace.

### Mes amis (es):

Trouvez ici le témoignage d'une fidélité et de mes sentiments d'amitié les plus sincères.

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Merci infiniment.





# REMERCIEMENTS

Tout d'abord je remercie Dieu, le tout Puissant qui m'a donné le courage, la volonté et la force pour achever ce travail.

Je tiens à remercier dans un premier temps, toute l'équipe pédagogique de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès.

Je remercie également le professeur **Farah Abdellah** pour l'aide et les conseils concernant les missions évoquées dans ce rapport, qu'il m'a apporté lors des différents suivis.

Mes remercient vont aussi aux membres du jury à savoir, Mr. Le professeur **Skalli Mohamed khalid**, et Mr. le professeur **Mohammed Chaouqi**, de m'avoir fait l'honneur d'accepter de juger mon travail.

Je tiens à remercier toutes les personnes qui ont contribué au succède mon stage et qui m'ont aidé lors de la rédaction de ce rapport.

Au terme de ce travail, Je tiens à remercier **Mr Mohammed El Hallaoui** directeur technique de la société **SAVOB** qui a eu l'amabilité de m'accueillir comme stagiaire au sein de sa société.

J'adresse mes remerciements à **Mme Hajar Arybou** la responsable de Qualité pour l'aide et les Conseils concernant les missions évoquées dans ce rapport qu'il m'a apporté lors de différents suivis.

Mes remerciements de même **Mr.Fayçal Chabab** responsable production et **Mme Najoua El Harrass** responsable laboratoire pour ses patientes et ses disponibilités et pour avoir répondus à mes nombreuses questions.





# Liste des Abréviations

AB52 : Aliment de bovin (engraissement normal)

Aw : Activity water (activité de l'eau )

BP : Bennes peseuses

CP: Cellules de presses

CV : Cellule de vidange

Conf : Conforme

M.M : Matière Minérale

MP: Matière Première

PF: Produit fini

PPB : Une partie par milliard, souvent représentée par le sigle ppb (abréviation de l'anglais « part per billion », c'est-à-dire « partie par milliard »)

SAVOB : Société d'aliment de volailles et de bétails





# Liste des tableaux

Tableau 1:Fiche technique de la société	3
Tableau 2:Quelques exemples de matières premières de la société	
Tableau 3 :Les produits de la société, leur destination selon le type d'animal pendant les	
différentes phases de sa vie	5
Tableau 4:Les différentes spécifications concernant le test pratiqué sur le soja	13
Tableau 5 : Résumé de la production Elisa abraquant mycotoxines	23
Tableau 6 :Les résultats d'analyse d'humidité du maïs (MP) et AB52(PF)	24
Tableau 7:Les résultats d`analyse de l`activité d`eau du AB52 (PF) et Maïs (MP)	24
Tableau 8:Teneur en matière minérale du AB52 (PF) et Maïs (MP)	
Tableau 9:Teneur en protéines brute du AB52 (PF) et Maïs (MP)	25
Tableau 10:Résultats d'analyse de la solubilité des protéines dans KOH (tourteaux de soja)	26
Tableau 11:Résultats d'analyse du Maïs (MP) selon la méthode ELISA.	26
Tableau 12 :Résultats d'analyse du AB52 (PF) selon la méthode ELISA.	

# Liste des figures

Figure 1 : Organigramme de la société	2
Figure 2 : Processus de granulation, transformation de matières premières en granulés	6
Figure 3 : Photo de la fosse	7
Figure 4: Photo du magasin	7
Figure 5 : Photo des silos	7
Figure 6:Photo de la presse	8
Figure 7: Photo d'un refroidisseur	9
Figure 8 : Distribution en vrac	9
Figure 9 : Ensachage	9
Figure 10 : Vitesses de dégradation des aliments en fonction de l'activité d'eau	10
Figure 11: Analyseur d'eau dans l'aliment	17
Figure 12: Four à moufle	18
Figure 13:Le minéralisateur	20
Figure 14: Le distillateur	20
Figure 15: Titrage	20
Figure 16: Centrifugeur	22





# Sommaire

Dédica	ces	I
REMER	CIEMENTS	II
Liste de	es Abréviations	III
Liste de	es tableaux	IV
Liste de	es figures	IV
Introdu	uction Générale	1
PARTIE	1 : PARTIE THEORIQUE	2
l. Pr	ésentation de la société	2
1.1	Information sur la société	2
1.2	Organigramme	2
1.3	Fiche technique de la société	3
1.4	Activités de la société	3
1.5	Les produits de la société	3
A.	Matières premières (MP)	4
В.	Produits finis (pf)	5
II. Pr	ocessus de fabrication	6
II.1	Réception Matières Premières	6
11.2	Stockages	7
11.3	DOSAGE	8
11.4	Broyage	8
11.5	Mélange	8
11.6	Distribution	8
11.7	Granulation	8
11.8	Refroidissement	9
11.9	Emiettage	9
II.10	Tamisage	9
II.11	Expédition :	9
III. Co	ontrôle qualité au laboratoire de la société	10
III.1	Détermination de la teneur d'humidité d'un produit	10
III.2	Activité de l'eau AW	10
III.3	Détermination des cendres brutes	11
III.4	Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl	11
A.	Définition	11
В.	Principe	11
III.5	Tests indicateurs de la qualité de cuisson	12





	A.	Définition de facteur antinutritionnel	12
	В.	Objectif de la technique	13
Ш	1.6	Recherche des mycotoxines dans les céréales	13
	A.	Définition des mycotoxines	13
	В.	Les types des mycotoxines qui affectent les céréales	13
	C.	Principe générale	14
Part	ie 2 :	partie expérimentale	16
Mat	ériel	s et méthodes	16
l.	Prod	cessus d'échantillonnage	16
1.3	1	Objet	16
1	2	Domaine d'application	16
1.3	3	Equipement d'échantillonnage	16
II.	Les	analyses physico-chimiques et bactériologiques	16
11.	.1	Détermination de la teneur d'humidité d'un produit	16
	A.	Matériel	16
	В.	Mode Opératoire	17
	C.	Méthode de calcul :	17
П.	.2	Détermination de l'activité de l'eau	17
11.	.3	Détermination des cendres brutes	18
	A.	Matériel :	18
	В.	Mode opératoire	18
	C.	Méthode de calcul	18
11.	.4	Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl	19
	A.	Réactifs :	19
	В.	Mode opératoire	19
	C.	Méthode de calcul	20
П.	.5	Détermination de la solubilité des protéines dans KOH	21
	A.	Matériel	21
	В.	Réactifs :	21
	C.	Mode opératoire :	21
	D.	Méthode de calcul :	22
П.	.6	La détection des Mycotoxines par la Méthode ELISA	22
	A.	Mode opératoire :	22
Rési	ultats	et interprétations	24
l.	Déte	ermination de la teneur d'humidité d'un produit	24
II.	Déte	ermination de l'activité de l'eau	24
III.	Déte	ermination des cendres brutes	25
IV.	Déte	ermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kieldahl	25





٧.	Détermination de la solubilité des protéines dans KOH	26
VI.	Détection des Mycotoxines par la Méthode ELISA	26
Con	clusion Générale	20





## **Introduction Générale**

La nécessité de fournir des produits de qualité supérieure et d'assurer l'innocuité alimentaire sont une exigence du marché actuel.

Le terme qualité pour les produits alimentaires regroupe différentes composantes : qualité nutritionnelle, sanitaire et organoleptique. Le secteur alimentaire agit donc sur ces trois dimensions essentielles de la qualité des aliments consommés par l'être vivants.

Les valeurs nutritionnelles et énergétiques de l'aliment utilisé pour l'élevage des animaux dépendent principalement de sa composition en nutriments et de la nature des matières premières utilisées. Les lipides, les sucres, les vitamines et les protéines jouent des rôles essentiels au sein de l'organisme animal.

La sécurité des aliments pour animaux est une condition indispensable pour la fabrication de denrées alimentaires sures et saines. La mise en œuvre de la qualité est également synonyme de confiance : une condition indispensable pour assurer un bon avenir à la production animale au Maroc.

Mais malheureusement, les céréales sont menacées par plusieurs agents de détérioration tels que les moisissures. Les moisissures altèrent la qualité des aliments pour animaux en dégradant des substances et en formant des métabolites toxiques « Mycotoxines » qui nuisent aux performances et à la santé des animaux.

La détermination des mycotoxines dans les céréales a pour objectif de pouvoir faire une estimation des teneurs finales en mycotoxines présentes dans l'aliment composé pour ensuite si nécessaire modifier le taux d'incorporation des céréales et dérivés dans la formulation afin d'arriver à des teneurs en toxines acceptables dans le produit fini. Donc les mycotoxines sont régulièrement recherchées afin de garantir la qualité des aliments pour animaux.

Ce travail a pour objectif de suivre et contrôler la qualité d'aliment par différentes analyses physicochimiques et bactériologiques nécessaires pour assurer un produit fini de bonne qualité.

Ce travail sera donc repartit en trois parties, initié par la partie théorique ou nous apportons une présentation de la société SAVOB de Fès, une description de la fabrication de l'aliment des volailles et bétails et une synthèse bibliographique, qui rassemble des données sur le contrôle qualité au laboratoire de la société. La partie pratique qui présente les méthodes utilisées pour la réalisation de ce travail. Enfin, l'illustration des résultats obtenus et leur interprétation.





# PARTIE1: PARTIE THEORIQUE





## I. Présentation de la société

### I.1 Information sur la société

La société SAVOB de l'alimentation animale est une société anonyme crée en 1995, elle est considérée comme une des principales industries agricoles à Fès. Sa production peut atteindre 200 Tonnes par jour et un capital social de 15.000.000 DH.

La société **SAVOB** est constituée de trois grandes unités :

- Production : c'est la fabrication d'aliments composés, suivant différentes étapes et les transformés en farine, granulés ou miettes afin d'être adaptés à chaque type d'animaux.
- Laboratoire : à haut niveau pour la réalisation des analyses bactériologiques et physicochimiques.
- département de maintenance : qui s'occupe des actions de dépannage et de réparation, de réglage, de révision, de contrôle et de vérification des équipements matériels (machines, véhicules, Les camions, etc.).

## I.2 Organigramme

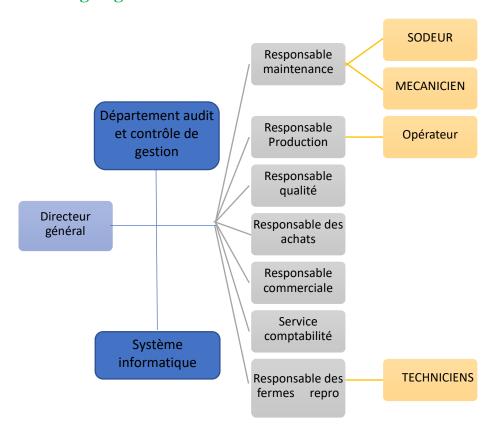


Figure 1 : Organigramme de la société





# I.3 Fiche technique de la société

Cette fiche représente une idée globale sur la société SAVOB :

Tableau 1: Fiche technique de la société

Dénomination sociale	Société d'aliment de volailles et de bétails		
Statut juridique	Société à responsabilité limité (SARL)		
Date de création	1995		
Activité principale	Production d'aliments de bétails et volailles		
Capital social	15.000.000 DH		
Capacité de production installée	17 Tonnes par heure  7T/h pour les produits de volaille  10T/h pour les produits de bétail		
Siège sociale	Zone Industrielle Ben Souda, Lot 159 Annama, Fès 30000uartier industriel Bensouda		
<b>Destination des produits</b>	Fermes propres à l'entreprise, éleveurs et revendeurs		
Coordonnées	TEL :0535655032 FAX :0535655587		
Logo	SAVOB ALIMENT VOLAILLE ET BETAIL		

### I.4 Activités de la société

La société SAVOB a pour activité :

La fabrication d'aliments de composés équilibrés au plan nutritionnel et étudiés pour chaque type d'animal tel que Farine, Miette et Granulés.

# I.5 Les produits de la société

L'alimentation animale fait appel à deux matières premières principales : les céréales et les sous-produits industriels.





### A. Matières premières (MP)

La totalité des céréales et surtout le Maïs proviennent de l'étranger d'Amérique et d'Argentine Etats-Unis etc.

Pour les matières premières on distingue :

- Les céréales (le maïs le plus utilisé, l'orge, le blé ...)
- Les tourteaux issus de la transformation des graines oléagineuses (soja, tournesol...)
- Les sous-produits : Son de riz, sons de blé ...
- Les huiles et graisses, les complexes de minéraux, les vitamines, les additifs ...etc. sont utilisés en pourcentages minimes.

Ce tableau représente les exemples des matières premières utilisé dans la société

Tableau 2: Quelques exemples de matières premières de la société

Matière première	EXEMPLE		
Céréales	Maïs, orge, Blé		
Sous céréales	-Son de riz -Son de blé		
	Tourteaux de Soja 47 %PB Tourteaux de Soja 35%PB		
	Tourteaux de tournesol 35% - Tourteaux de tournesol 38,8 PB%		
Tourteaux	Tourteaux de tournesol 36% PB		
	Tourteaux de colza TC		
	Farine de poisson FP 55% - Farine de poisson FP 65%		
	Magnésie - Oxyde de manganèse - Carbonate de cobalt - Carbonate de		
	Fer, sulfate de sodium - Iodate de calcium - Oxyde de zinc - Sélénium		
Oligoéléments	de sodium - Sulfate de cuivre bicarbonate de sodium - Phosphate		
	Monocalcique - Phosphate Bicalcique - Urée - Sel(NaCL) - Carbonate		
	decalcium CC - Bicarbonate de sodium – Mélasse-chlorure de choline		
¥7:4	Vitamine A - Vitamine D3 - Vitamine E - Vitamine K3 - Vitamine H		
Vitamines	Vitamines: B1, B2, B3, B5, B6, B9, B12		
Acides aminés	L-thréonine, lysine monochl, DL-méthionine		
Additifs	Liquide (huile de soja, choline, eau)		





### **B.** Produits finis (pf)

Les produits finis (PF) de la société SAVOB sont sous forme de :

- farines. - granulés. - Miette.

Ces produits sont fabriqués de telle façon à fournir aux animaux les besoins nutritionnels selon l'espèce, l'âge etc.

Le tableau 3 résume les produits de la société, ainsi que leur destination selon le type d'animal. :

<u>Tableau 3 :Les produits de la société, leur destination selon le type d'animal pendant les différentes phases de sa vie</u>

Famille	Présentation du PF	Type d'aliment		
Poulet de chair				
Pré démarrage	Farine Homogène	Aliment complet équilibré		
Démarrage	Farine ou Miette	Aliment complet équilibré		
Croissance	Miette ou Granulé	Aliment complet équilibré		
Finition	Granulé	Aliment complet équilibré		
Poule reproductrice				
Démarrage	Farine Homogène	Aliment complet équilibré		
Elevage	Farine ou Miette	Aliment complet équilibré		
Pré ponte Miette ou Granulé		Aliment complet équilibré		
Période de Reproduction	Granulé	Aliment complet équilibré		
Coq				
Coq de reproduction	Farine ou Miette	Aliment complet équilibré		
Bovin				
Bovin démarrage	Granulé	Aliment complémentaire équilibré		
Bovin d'engraissement	Granulé	Aliment complémentaire équilibré		
Vaches laitières	Granulé	Aliment complémentaire équilibré		
Ovin				
Ovin démarrage	Granulé	Aliment complémentaire équilibré		
Ovin d'embouche	Ovin d'embouche Granulé Aliment complémentair			
Brebis Granulé Aliment complémentaire		Aliment complémentaire équilibré		





### II. Processus de fabrication

La fabrication d'un aliment composé consiste en une série d'opérations (Figure 2) dont le but est d'associer plusieurs matières premières simples (céréales, tourteaux...), des minéraux, des vitamines et des additifs divers dans des proportions fixées à l'avance et correspondant à un objectif nutritionnel précis.

Les ingrédients se trouvent au départ sous des formes différentes (graines, liquide).

La première opération est le pesage de quantités précises. Les éléments les plus grossiers sont broyés pour réduire l'hétérogénéité. L'ensemble est ensuite mélangé pour être homogène.

L'utilisation est sous forme de farine, de granulés ou de miettes selon la demande.

Cette figure suivante représenté les Processus de fabrication d'aliments composés :

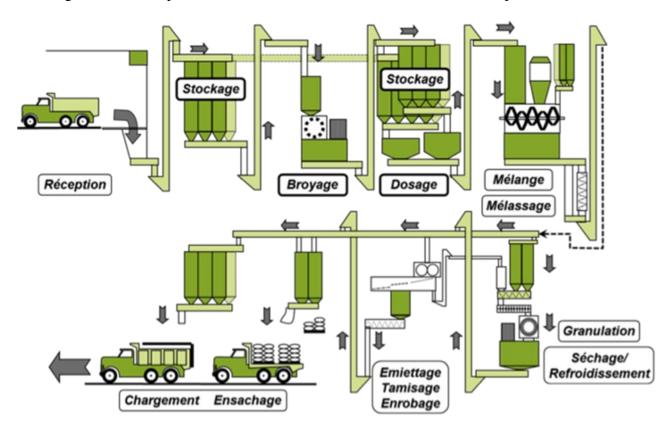


Figure 2 : Processus de granulation, transformation de matières premières en granulés

### **II.1 Réception Matières Premières**

Les matières premières seront stockées dans des silos (céréales) ou dans des locaux (autres MP)

En principe la société doit réaliser un contrôle de réception impliquant :

✓ Un contrôle du poids à l'aide d'un pont bascule pour s'assurer du poids net.





- ✓ Des analyses visuelles et olfactives (odeur, couleur, structure...).
- ✓ Un prélèvement d'échantillons destinés aux analyses de laboratoire
  - -Les matières premières réceptionnées en vrac, le prélèvement s'effectue à l'aide d'une sonde d'échantillonnage dans des points différents du camion.
  - -Ceux réceptionnées en sac, le prélèvement s'effectue à l'aide d'une canne à sonde en fonction du nombre de sacs.

## II.2 Stockages

Le contenu des camions est déchargé en vrac dans fosse, ensuite la matière première est transportée par des élévateurs et transporteurs vers des silos (cellule de stockage) de stockage de capacité différente, d'autres matières premières sont stockées dans locaux de stockage.



Figure 3: Photo de la fosse



Figure 4: photo du magasin



Figure 5 : Photo des silos





### II.3 DOSAGE

Permet de mesurer la quantité et la création de la formulation de base de matière première à incorporer dans l'aliment.

L'usine dispose de trois bennes peseuses « BP1 et BP2 et BP3 », la première Correspond aux matières vrac, la deuxième correspond aux matières sac et la troisième correspond aux vitamines.

Une fois qu'elles sont dosées, elles sont dirigées vers une grande trémie pour un premier mélange grossier, appelé prémélange.

## II.4 Broyage

La matière ainsi dosée et prémélange subit un broyage mécanique qui permet de réduire les matières premières à une granulométrie plus petite afin de réaliser des mélanges homogènes et ceci à l'aide du broyeur à marteaux.

## II.5 Mélange

Au cours de cette étape les matières premières broyées partent vers une mélangeuse qui reçoit des vitamines, les ingrédients sont mélangés de manière à obtenir une bonne répartition de tous les ingrédients dans la masse du mélange.

### **II.6** Distribution

Selon le type de produit fini désiré « Granulé ou Farine », le mélange est stocké soit directement dans les trémies (cellule de vidange (CV)) sous forme de farine destinée à la reproductrice, soit stockés dans les deux cellules de presses (CP)

### **II.7** Granulation

Le produit Granulé arrive à la presse est mélangé à la vapeur d'eau à température 76 °C puis il est pressé, la taille des granulés en sortie de la presse dépend de la filière utilisée. Cette étape permet d'humidifier les particules granulées.



Figure 6: Photo de la presse





### II.8 Refroidissement

Cette étape permet de diminuer la température et l'excès d'eau des granules sortant de la presse pour éviter la condensation lors de stockage.



Figure 7: Photo d'un refroidisseur

# II.9 Emiettage

Il s'effectue à l'aide d'un émetteur qui sert à casser les granulés en particules de taille variante (grande, moyenne, petite miette) selon la nature de produit voulu.

## II.10 Tamisage

L'étape de tamisage qui s'effectue à l'aide du tamiseur à l'intérieur duquel s'installent 3 grilles de dimension décroissante qui permet d'éliminer des particules fines ou de sélectionner des particules selon leur taille.

Les grands granulés retournent à l'émetteur pour être cassés de nouveau alors que les fines passent vers la presse en suivant les étapes de granulation.

# II.11 Expédition:

Les produits finis seront expédiés soit :

- ✓ En sac de 50Kg, à l'aide d'une ensacheuse : à l'arrivée du produit au conditionneur l'employé place le sac (en papier fibres naturel) de 50kg pour qu'il puisse être rempli. Le sac rempli avance sur un tapie roulant à fin d'être fermé et étiqueté.
- ✓ En vrac, directement dans des camions citernes à partir des cellules de vidange (



Figure 8 : Distribution en vrac



Figure 9: Ensachage





# III. Contrôle qualité au laboratoire de la société

Le contrôle de la qualité fait partie des bonnes pratiques de fabrication ; il concerne l'échantillonnage, les spécifications, le contrôle, ainsi que les procédures d'organisation, de documentation et de libération qui garantissent que les analyses nécessaires et appropriées ont réellement été effectuées et que les matières premières, et les produits finis ne sont pas libérés pour l'utilisation, la vente ou l'approvisionnement sans que leur qualité n'ait été jugée satisfaisante.

La qualité des matières premières et des produits finis est contrôlée en permanence. Ces contrôles peuvent porter sur la qualité des produits finis, ou celle des matières premières utilisées, les différentes analyses de contrôle de qualité du laboratoire sont les suivantes :

## III.1 Détermination de la teneur d'humidité d'un produit

La teneur en humidité est généralement déterminée selon une approche thermogravimétrique, c'est-à-dire par perte à la dessiccation. Dans ce cas, l'échantillon est chauffé et la perte de poids due à l'évaporation de l'humidité est enregistrée.

### III.2 Activité de l'eau AW

Cette opération consiste à déterminer l'eau libre dans les échantillons, la mesure se fait par un analyseur.

L'excès d'eau dans un produit peut entraîner une augmentation du régime de l'accroissement microbien et sont donc plus sensibles à la dégradation

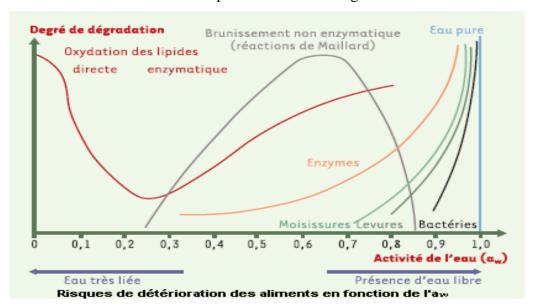


Figure 10 : Vitesses de dégradation des aliments en fonction de l'activité d'eau





L'importance de aw pour la stabilité des denrées alimentaires lors des traitements et l'entreposage est illustrée d'une manière très évidente sur la figure 10 :

La croissance des bactéries est généralement impossible lorsque l'aw < 0,90. Les moisissures et les levures sont inhibés respectivement vers une aw de 0,7 et 0,8 sauf certaines moisissures et levures qui peuvent se développer jusqu'aux des aw de 0,6. Dans un aliment, une aw de 0,7 est considérée comme une limite inférieure présentant les garanties de stabilité microbienne.

### III.3 Détermination des cendres brutes

La méthode permet de déterminer la teneur en cendres brutes des aliments des animaux, le principe de cette méthode est la destruction de la matière organique par incinération et ensuite pesée du résidu obtenu (matière minérale) car l'apport de micronutriments (minéraux, vitamines, oligo-éléments) en grande quantité n'est pas anodin, et peut même être toxique à long terme : risques d'affections et d'irritations du bas appareil urinaire ainsi que formation de calculs.

# III.4 Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl

#### A. Définition

Méthode d'analyse chimique inventée en 1883 par le chimiste danois J. G. Kjeldahl (1849-1900) pour doser l'azote des composés organiques.

### **B.** Principe

La 1re étape est la minéralisation selon Kjeldahl est basée sur le principe selon lequel l'échantillon est détruit par oxydation avec de l'acide sulfurique concentré et bouillant. L`azote transformé complètement en azote d'ammonium inorganique. Après la réaction de minéralisation, la totalité de l'azote de l'échantillon est présente sous forme d'azote d'ammonium.

En présence d'un mélange de catalyseurs (**K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** et **CuSO<sub>4</sub>**) permet d'avoir une minéralisation plus rapide :

**K₂SO**₄ permet d'élever la température d'ébullition de l'acide sulfurique ; on peut ainsi effectuer la minéralisation à ces températures sans avoir de pertes trop importantes d'acide sous forme de vapeurs.





CuSO<sub>4</sub> est le catalyseur de minéralisation proprement dit : il augmente la vitesse de la minéralisation.

$$(CHNO)(s) + H_2SO_4(l) -> CO_2(g) + SO_2(g) + H_2O(g) + (NH_4)_2SO_4(aq)$$

La 2e étape est la distillation

• Alcalinisation (élévation du PH) pour former de l'ammoniac NH3 volatil.

$$(NH_4)_2SO_4(aq) + 2 NaOH (aq) -> Na_2SO_4(aq) + 2 NH_3(g) + 2 H_2O (l)$$

• Entrainement à la vapeur de NH3 et piégeage dans une solution d'acide borique.

$$B(OH)_3 + NH_3 \rightarrow NH_4H_2BO_3$$

La 3e étape est titrage :

Le borate d'ammonium est dosé par l'acide chlorhydrique 0.1 en présence d'un indicateur coloré.

$$NH_4H_2BO_3 + HCl \rightarrow HCOH_3 + NH_4Cl$$

### III.5 Tests indicateurs de la qualité de cuisson

Dans la plupart des aliments destinés à l'alimentation animale, le tourteau de soja constitue la principale source d'acides aminés alimentaires. Par conséquent il est primordial d'utiliser, un tourteau de très bonne qualité. Ces tourteaux doivent être traité par la chaleur afin de diminuer ou d'éliminer la présence de facteurs anti-nutritionnelles.

La qualité des protéines de tourteau de soja est liée à la réduction des facteurs antinutritionnels, et l'optimisation de la digestibilité des protéines.

### A. Définition de facteur antinutritionnel

On appelle facteur antinutritionnel une protéine contenue dans un ingrédient alimentaire qui en diminue la digestibilité.

Il faut donc détruire cet inhibiteur en traitant thermiquement le soya pour éviter une baisse de la performance de l'animal.

Parmi les méthodes d'analyse de la qualité de cuisson des tourteaux de soja : La solubilité des protéines dans la solution de potasse à 0.2%.





### B. Objectif de la technique

La méthode permet de déterminer la Solubilité des protéines de tourteaux de soja dans le KOH 0.2%. En générale est compris entre 70% et 85% (tableau 4).

Tableau 4: Les différentes spécifications concernant le test pratiqué sur le soja

Critères	% sol. KOH
Soja cru	90 à 99
Soja insuffisamment cuit	Sup. à 85
Soja correctement cuit	70 à 85
Soja sur-cuit	inf. à 70

# III.6 Recherche des mycotoxines dans les céréales

### A. Définition des mycotoxines

Les mycotoxines sont des composés chimiques toxiques produits par des champignons spécifiques qui infectent les récoltes.

Différentes espèces de champignons produisent des mycotoxines de toxicité très variée pour les humains et les animaux.

Ainsi, il existe des limites légales liées à certaines mycotoxines dans les céréales destinées à la consommation humaine et animale.

### B. Les types des mycotoxines qui affectent les céréales

Il existe plusieurs mycotoxines qui affectent les céréales, dans la société SAVOB ils font des analyses sur les six mycotoxines suivantes :

### L'aflatoxine

L'aflatoxine est une mycotoxine produite par des champignons proliférant sur des graines conservées en atmosphère chaude (température entre 25 et 40 °C) et humide (l'activité en eau entre 0,84 à 0,86). Les aflatoxines les plus rencontrées dans la nature sont : AFB1, AFB2, AFG1, AFG2 et AFM1

Les Aflatoxines sont retrouvées principalement dans les céréales, le maïs, l'arachide, les graines de coton et les noix.





### Ochratoxines:

C'est une Mycotoxine produite par plusieurs champignons microscopiques, naturellement présente dans de nombreux produits végétaux du monde entier, tels que les céréales, les grains de café, le cacao et les fruits séchés et sont des composés cancérogènes pour l'Homme.

### La DON:

Le déoxynivalénol (DON), mycotoxine de Fusarium probablement la plus répandue, contamine diverses céréales, en particulier le maïs et le blé

### La toxine T-2:

La T-2 toxine : est produite par des champignons du genre Fusarium, Cette mycotoxine survient dans les céréales comme le blé, le maïs, l'orge, le riz. Les effets de la T-2 toxine pour les animaux comprennent une perte de poids et une baisse de la production (œufs, lait etc).

### La zéaralénone:

La zéaralénone(ZON) : est produite par les champignons Aspergillus . Le grain infecté par cet organisme aura toujours une couleur rosée en raison d'un pigment qui est probablement et simultanément produit avec la Zéaralénone. Dans la plupart des cas, la Zéaralénone est retrouvée dans le maïs.

### Les fumonisines :

Les fumonisines : récemment découverts, sont un groupe des métabolites toxiques structurellement proches et produits par plusieurs espèces de champignons. Qui est un contaminant du Maïs dans de nombreuses parties du monde. Les trois plus importants fumonisine sont les FB1, FB2 et FB1.

### C. Principe générale

Le principe de la détermination des mycotoxines est basé sur leur extraction à partir des différents échantillons de sous-produits de céréales par un solvant approprié et leur dosage en utilisant la technique (ELISA) immunoenzymatique qui permet de visualiser une réaction antigène-anticorps grâce à une réaction colorée produite par l'action sur un substrat d'une enzyme préalablement fixée à l'anticorps.





# i. Avantages de la technique

- Rapidité des résultats
- Coût en investissement matériel faible
- Simple d'utilisation pour du personnel qualifié avec entraînement
- Dosages de plusieurs échantillons simultanés

### ii. <u>Inconvénients de la technique :</u>

- Précision inférieure aux techniques de référence de laboratoire
- Un kit entamé doit être utilisé rapidement
- Elimination des déchets et résidus





# Partie 2 : partie expérimentale





# Matériels et méthodes

# I. Processus d'échantillonnage

## I.1 Objet

L'échantillonnage représente l'ensemble des opérations qui ont pour objectif de prélever un échantillon représentatif.

# I.2 Domaine d'application

Lors de mon stage j'ai fait l'échantillonnage à partir de :

- \* matières premières
- produits finis

## I.3 Equipement d'échantillonnage

Les équipements utilisés pour ce processus sont divisés selon la nature de la matière à prélever :

- Pelle à main pour l'échantillonnage des produits finis.
- Les matières premières en vrac, le prélèvement s'effectue à l'aide d'une sonde d'échantillonnage dans des points différents du camion.
- Les matières premières en sac, le prélèvement s'effectue à l'aide d'une canne à sonde en fonction du nombre de sacs.

# II. Les analyses physico-chimiques et bactériologiques

# II.1 Détermination de la teneur d'humidité d'un produit

### A. Matériel

- Broyeur
- Balance analytique
- Etuve
- Dessiccateur
- Nacelle en aluminium avec couvercle





Cuillère

## B. Mode Opératoire

- ✓ Peser le poids de la nacelle vide déjà séchée à l'étuve
- ✓ Tarer la masse de la nacelle et peser en (g) la masse de l'échantillon finement broyé et homogénéisée.
- ✓ Peser la masse de la nacelle avec l'échantillon
- ✓ Porter à l'étuve à la température demandée et a la durée spécifique de chaque échantillon
- ✓ Placer la nacelle daris le dessiccateur pour refroidir Peser rapidement après refroidissement.

### C. Méthode de calcul:

$$Humidit è\% = \frac{P_1 - P_2}{P_1 - P_3} \times 100$$

Avec:

- P1= Poids de la nacelle + échantillon
- P2= Poids après étuvage (Nacelle + échantillon)
- P3 = Poids de la nacelle vide

### II.2 Détermination de l'activité de l'eau

La méthode Consiste à déterminer l'eau libre dans l'échantillon à l'aide d'un Analyseur d'eau dans l'aliment figure 11.



Figure 11: Analyseur d'eau dans l'aliment





## II.3 Détermination des cendres brutes

### A. Matériel:

Broyeur:

Balance analytique;

Plaque chauffante;

Four à moufle électrique avec thermostat 550 ° c

Creusets à incinération ou capsule en porcelaine ;

Etuve réglée à 103+2 ° C; Dessiccateur.

### B. Mode opératoire

Cette opération consiste à incinérer un échantillon à 550°C pour éliminer toute la matière organique et ne laisser que la matière minérale.

On a pesé 5g de l'échantillon à étudier sont mis dans des creusets et placés dans un four à moufle (figurec12) à550°C pendant 2h30. Après leur sortie du four, les creusets sont placés dans un dessiccateur.



Figure 12: Four à moufle

### C. Méthode de calcul

Exprimer le résultat en % de l'échantillon

$$\textit{MM}\% = \frac{P \times 100}{PE}$$





### Avec:

• MM : matière minérale

• P : masse en gramme des cendres

• PE : masse en gramme de la prise d'essai

# II.4 Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl

### A. Réactifs :

✓ La soude caustique (NaOH) : 32 %

√ Catalyseur

✓ L'acide sulfurique : 98%

✓ L'acide borique : 4%

✓ L'acide chlorhydrique : 0.1 mol

✓ Méthanol : 70 %

✓ Les indicateurs colorés

✓ L'eau distillée

### B. Mode opératoire

### 1. La minéralisation.

- ✓ Peser 1g d'échantillon frais homogénéisé avec un papier exempt d'azote comme support et le place dans un réacteur de minéralisation.
- ✓ Un essai à blanc doit être effectué en ajoutant le papier exempt d'azote vide.
- ✓ Ajouter 2 tablettes de catalyseur.
- ✓ Ajouter 20 ml d'acide sulfurique 98 %.
- ✓ Allumer le minéralisateur, choisir le mode Feed TKN dans le réacteur de. Minéralisation avec une température de 400 ° C et une durée de 2h50min. Eteindre le minéralisateur, laisser refroidir pendant 30 min puis distiller.

### 2. La distillation

✓ Mesurer 2L de NaOH 32 %.





- ✓ Mesurer 2L d'eau distillé.
- ✓ Mesurer 600 ml d'acide borique 4 %.
- ✓ Mesurer 15 ml indicateur colore.
- ✓ Allumer le Distillateur, choisir le mode Feed TKN l'étape de distillation peut être raccourcie à moins de quatre minutes en utilisant de la vapeur d'eau comme support.
- ✓ Le distillat est recueilli dans une fiole d'Erlenmeyer remplie d'environ 70 ml d'acide borique coloré, à l'arrière de l'appareil.

### 3. Titrage.

- On titre la solution obtenue lors de la distillation avec l'acide chlorhydrique 0.1.
- On fait un essai à blanc en mettant tous les réactifs sauf l'échantillon, pour déterminer VBL (consommation solution étalon pour blanc).



Figure 13 : Le minéralisateur

Figure 14: Le distillateur

Figure 15: Titrage

### C. Méthode de calcul

À partir de la consommation de solution étalon (H+) lors du titrage de l'excès d'acide borique, on obtient par simple conversion la teneur d'azote de l'échantillon initial, en pourcentage.

On utilise pour cela l'équation suivante :

$$N\% = \frac{Ceq(V \times - VBL) \times M \times 100 \times 6,25}{E}$$

Avec:

• **ceq** : concentration équivalente de solution étalon[mol/l]





• V : consommation solution étalon échantillon [1]

• VBL : consommation solution étalon pour blanc [l]

M : masse molaire azote [g/mol]

• **E** : poids net de l'échantillon [g]

### Et on obtient:

$$\%P = \%N \times 6,25$$

Le facteur 6.25 est utilisé pour convertir l'azote de Kjeldahl en protéines brutes (100 g de protéines brutes égale à 16 g d'azote de Kjeldahl) (Tirés de l'ISO 16634-1:2008)

# II.5 Détermination de la solubilité des protéines dans KOH

### A. Matériel

- Broyeur
- Balance analytique
- Un agitateur magnétique
- Une centrifugeuse tournant à 2700tr/min, garnie de tubes de 50 ml ou équivalent
- Un équipement Kjeldahl standard

### B. Réactifs:

- Solution d'hydroxyde de potassium KOH 0.2 %.
- Les réactifs standards de la méthode Kjeldahl pour l'analyse des protéines.

### C. Mode opératoire :

- ✓ Placer environ 1,5 g d'échantillon dans un bécher de 250 ml, puis ajouter 75 ml de la solution d'hydroxyde de potassium KOH 0.2 %.
- ✓ Agiter le mélange pendant 20 minutes à 75% de la vitesse maximum de l'agitateur magnétique avec un barreau de 3,6 cm de longueur.
- ✓ Au bout de 20 minutes, environ 50 ml de liquide est recueilli dans des tubes de centrifugation. Puis centrifuge à 2700 tr/min pendant 10 minutes.
- ✓ Avec la pipette, prélever 15 ml du surnageant et le verser dans un matras de Kjeldahl et suivre la procédure de Kjeldahl afin de déterminer la quantité d'azote.







Figure 16: Centrifugeur

### D. Méthode de calcul:

Le pourcentage de protéines soluble dans la potasse :

$$\%P = \frac{(V \times N \times 0.014 \times 100 \times 6.25)}{0.3}$$

#### Avec:

V : volume du titrage en ml de l'échantillon testé selon la méthode Kjeldahl.

N : la normalité de la solution du titrage dans la méthode Kjeldahl.

**6.25** : facteur de conversion de l'azote en protéine. (Tirés de l'ISO 16634-1 :2008)

0, 3 : en gramme c'est la quantité du produit dans 15ml de KOH à 0, 2 %

### L'indice de solubilité dans une solution de potasse à 0.2 % :

L'indice de solubilité = 
$$\frac{\% protéine solubles dans KOH \times 100}{\% protéines totales}$$

# II.6 La détection des Mycotoxines par la Méthode ELISA

### A. Mode opératoire :

Un échantillon représentatif est soigneusement broyé et mélangé, avant de procéder à l'extraction des mycotoxines.

Le tableau 6 représenté le mode opératoire pour la détection des mycotoxines par le test ELISA dans les échantillons :





# <u>Tableau 5 : Résumé de la production Elisa abraquant mycotoxines</u>

	Résumé de la production Elisa abraquant mycotoxines					
Kit	aflatoxin	Ochratoxin	Fumonisin	T-2toxin	Zearalenone	Deoxynivaleol
Extraction	20 g dans 100 ml de méthanol/H <sub>2</sub> O 70/30 (V/V)					
Dilution de l`échantillon	Non	Non	(0,1 ml +1,9 ml H <sub>2</sub> O)	Non	(1ml +4ml 70% méthanol)	(1ml +3ml H <sub>2</sub> O)
Etapes	I	I		I	I	I
Ajouter le conjugate						
Echantillon/ standard	Ajouté 100µl des Echantillons/Enzymes dans chaque puits de dilution contenant le conjugue.					
Transfert du mélange	Bien mélanger par une pipette multicanaux avant de transférer 100µl dans le puits recouvert d'anticorps					
1ere incubation	15 min	10 min	15 min	10 min	10 min	15 min
Lavage	Laver 5*avec de l`eau distillée					
Ajout substrat 2 -ème incubation	Ajouté 100μl de substrat et incuber pendant 5min					
Ajouter la stop- solution	Ajouté la solution Stop 100μl qui arrête les réactions					
Lire avec le lecteur Elisa	À 450nm; recommandé avec un filtre différentiel de 630nm					

23



# Résultats et interprétations



Pour pouvoir évaluer la qualité d'aliment de volaille et de bétail au sein de la société SAVOB, nous avons effectué des analyses quotidiennes sur les matières premières et les produit finis, les résultats sont comparés aux seuils d'acceptations pour assurer que ce produit est de bonne qualité nutritionnelle.

# I. Détermination de la teneur d'humidité d'un produit

Nous avons effectué 2 essais et les résultats trouvés sont mentionnées dans le tableau cidessous :

Tableau 6 : Les résultats d'analyse d'humidité du maïs (MP) et AB52(PF)

Echantillons	Poids de la	Poids après étuvage	Poids de la	Résultat	Limite d'action
	nacelle +	(Nacelle +	nacelle vide	en %	
	échantillon P 1	échantillon) P 2	P 3	en 70	
Maïs (MP)	25 g	24,3585g	20g	12,83	12%Min-13,8%Max
AB52 (PF)	25 g	24,382g	20g	12,36	

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que ces 2 valeurs trouvées sont conformes aux valeurs normalisées qui sont compris entre 12 et 13,8.

Donc les teneurs de l'humidité dans les deux cas n'affecteront pas la durée de conservation, la fonctionnalité et la qualité du produit.

### II. Détermination de l'activité de l'eau

Nous avons effectué 2 essais et les résultats trouvés sont mentionnées dans le tableau cidessous :

Tableau 7 : Les résultats d'analyse de l'activité d'eau du AB52 (PF) et Maïs (MP)

AW (PF) AB52	AW (MP) Maïs	Limite d'action
0,571	0,545	0,67%Max

D'après le tableau ci-dessus :

On peut conclure que la valeur d'AW dans les deux échantillons ne permet pas à ces microbes de vivre dans cette condition car l'aw < 0,67.

Les moisissures et les levures sont inhibés respectivement vers une aw de 0,7 et 0,8 (figure 10).

Dans un aliment, une activité de l'eau de 0,67 est considérée comme une limite inférieure présentant toutes les garanties de stabilité microbienne.





# III. Détermination des cendres brutes

Nous avons effectué 2 essais et les résultats trouvés sont mentionnées dans le tableau cidessous :

Tableau 8 : Teneur en matière minérale du AB52 (PF) et Maïs (MP)

Echantillon	Masse des	Masse de la prise	Matière minérale	Limite d'action
	cendres (P)	d'essai (PE)	en % (MM%)	
Maïs (MP)	0,06(g)	5(g)	1,2%	1,5%Max
AB52 (PF)	0,32 (g)	5(g)	6,46%	8%Max

D'après les résultats obtenus, nous constatons que :

La matière minérale est une source énergétique importante pour la croissance des animaux mais il faut prendre en considération que la quantité de La matière minérale ne doit pas passer une valeur de 1,5% comme une valeur max pour le maïs et une valeur de 8% pour le AB52 afin d'éviter les risques d'affections et d'irritations du bas appareil urinaire ainsi que formation de calculs.

# IV. Détermination de la teneur en protéine brute selon la méthode de Kjeldahl

Nous avons effectué 2 essais et les résultats trouvés sont mentionnées dans les tableaux ci-dessous :

Tableau 9 : Teneur en protéines brute du AB52 (PF) et Maïs (MP)

Echantillons	Maïs (MP)	<b>AB52</b> ( <b>PF</b> )
Masse (g)	1,0122	1,0032
Consommation solution étalon échantillon [ml](V)	12	24,5
Consommation solution étalon pour blanc [ml] (VBl)	1	1
Concentration équivalente de solution étalon[mol/l] (Ceq)	0,1	0,1
Masse molaire d`azote g/mol	14	14
Pourcentage d'azote dans l'échantillon %N	1,52219917	3,28114533
Facteur de conversion de l'azote en protéine	6,25	6,25
Pourcentage DE Protéine brute %P	9,51374481	20,5071583
Limite d'action	7,51% Min	14% Min





D'après les résultats obtenus, nous constatons que :

Dans l'échantillon de maïs ; le pourcentage de protéine obtenu est supérieur de 7,51% le min toléré donc on a une bonne valeur nutritionnelle.

Dans l'échantillon de AB52 (PF) ; le pourcentage de protéine obtenu est supérieur de 14 % le min toléré donc on a une bonne valeur nutritionnelle.

# V. Détermination de la solubilité des protéines dans KOH

Nous avons effectué 2 essais pour assure la qualité de cuisson de tourteaux de soja et les résultats trouvés sont mentionnées dans les tableaux ci-dessous :

Tableau 10 : Résultats d'analyse de la solubilité des protéines dans KOH (tourteaux de soja)

	Echantillon 1	Echantillon 2	
N (normalité de HCl) en mol/L	0,1	0,1	
V (volume du titrage) en ml	12	11,5	
%P Totale	45,59	48,41	
%P soluble dans KOH	35	32,66	
Indice de solubilité (%)	76,77	71,64	
Limite d'action	70%Min-85%Max		

D'après les résultats obtenus, nous constatons que :

L'indice de solubilité des protéines dans la solution de potasse à 0.2% dans les deux échantillons varie entre 70% et 85%, ces valeurs sont dans les normes.

Alor les tourteaux de Soja sont correctement cuit ce qui indique que les facteurs antinutritionnels sont peu nombreux.

# VI. Détection des Mycotoxines par la Méthode ELISA

La détection des mycotoxines par le test ELISA dans les échantillons a montré les résultats dans les tableaux suivants :

A. Résultats d'analyse des échantillons du Maïs.

Tableau 11: Résultats d'analyse du Maïs (MP) selon la méthode ELISA.

Type des	Ochratoxin	Zéaralénon	Aflatoxin	Don	T-2	Fumonisin
mycotoxins					toxin	
Mycotoxins en ppb	1,61 Conf	27,32 Conf	1,32 Conf	420 Conf	12,14 Conf	<200 Conf
Le max toléré d`après	40 ppb	1000 ppb	20 ppb	5000 ppb	500 ppb	5000 ppb
les normes						





### D'après les résultats obtenus :

Les résultats montrent que l'échantillon est non contaminé par les mycotoxines car il contienne des concentrations inférieures au maximum toléré.

On peut expliquer ces résultats par les raisons suivantes :

- Une bonne gestion de la matière première pendant la récolte est cela par l'utilisation des fongicides qui luttent contre le développement des moisissures et par conséquence la production des mycotoxines.
- Le respect des conditions d'hygiène durant le transport
- B. Résultats d'analyse des échantillons du AB52 (PF)

Tableau 12 : Résultats d'analyse du AB52 (PF) selon la méthode ELISA.

Type des	Ochratoxine	zearalenone	Aflatoxin	Don	T-2	Fumonisin
mycotoxins					toxin	
Mycotoxins en ppb	2,84 Conf	<20 Conf	2,36 Conf	640 Conf	33,98 Conf	210 Conf
Le max toléré d`après	40 ppb	1000 ppb	20 ppb	5000 ppb	500 ppb	5000 ppb
les normes						

### D'après les résultats obtenus :

Les résultats montrent que l'échantillon est non contaminé par les mycotoxines car il contienne des concentrations inférieures au maximum toléré.

On peut déduire ces résultats aux raisons suivantes :

- La conformité du produit est due à la qualité de la matière première et aux bonnes conditions du stockage.
- Les conditions d'hygiène de la fabrication sont bien respectées.





### Conclusion Générale

Le stage effectué au sien du SAVOB m'a permis d'avoir un contact avec le milieu industriel et de connaître les différentes étapes de production des produits d'aliments de Bétails et volaille ainsi que les installations nécessaires pour ce type de fabrication, nous avons travaillé sur le suivi et les analyses physico-chimiques et bactériologiques des matières premières de l'aliment de volaille et de bétail et aussi les produit finis afin de garantir la qualité de cette dernière.

Les résultats d'analyses ont montré que les échantillons sont conformes car les concentrations en mycotoxines inférieurs aux taux maximales tolérés, et aussi tous les résultats des analyses physico-chimiques sont conformes aux seuils d'acceptations. Donc on constate que ce produit est de bonne qualité nutritionnelle et sanitaire.

Finalement Je tiens à exprimer ma satisfaction d'avoir pu travailler dans de bonnes conditions matérielles et un environnement agréable et d'avoir des riches contacts humains avec tout le personnel professionnel de la société. Sera, sans doute, une énorme opportunité pour mon futur parcours professionnel.





# **Annexe**

Produit	Critère	Limite d'action
	Humidité	12%Min-13,8%Max
Mais	Matière minérale	1,5%Max
	Protéines	7,51% Min
	Activité d'eau	0,67%Max
Tourteaux de Soja	Solubilité des protéines dans le KOH	70%Min-85%Max
	Protéines	31%Min
Bovin engraissement nor- mal (AB52)	Humidité	13,8%Max
	Matière minérale	8%Max
	Protéines	14% Min
	Activité d'eau	0,67%Max





# **Bibliographie:**

- Processus de fabrication (société).
- Procédure d'échantillonnage (société).
- Lees modes opératoires des analyses physicochimiques et battologique (société).
- Norme de la qualité des matières premières (société).
- Normes françaises et européennes Aliments des animaux Dosage des cendres brutes
   (NF V 18-101 OCTOBRE 1997

# Webographie:

- <a href="https://scientecal.com/cours/eau-dans-les-aliments">https://scientecal.com/cours/eau-dans-les-aliments</a> Soumis par M. EL ATYQY le lundi 22/10/2018 15:17
- https://www.larousse.fr/dictionnaires/francais/m%C3%A9thode\_de\_Kjeldahl/45593
- https://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/400373/Tal1de1.pdf?sequence=2
- http://www.onssa.gov.ma/images/PST\_08.0.278.pdf