



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES

Département de chimie

Master Sciences et Techniques

Chimométrie et Analyse Chimique : Application à la
gestion industrielle de la qualité



Projet de fin d'études

Sous Thème:

*Suivi et optimisation de la viscosité des jus de
fruits lactés par la méthodologie des plans
d'expériences*

Présenté par :

SRIFI Soukaina

Encadré par :

Mr Y. KANDRI RODI
Mr J. ALLAM

Année Universitaire : 2011-2012

1

Remerciement

Au terme de mon projet de fin d'étude en entreprise agroalimentaire, je tiens à exprimer ma profonde gratitude à Monsieur le Directeur général du Domaine Douiet Mr BENIS de m'avoir donné l'opportunité d'effectuer ce stage au sein de son établissement.

J'adresse aussi ma plus grande reconnaissance à Mr S.LOUDRHIRI le directeur de l'usine, M^{me} JIHANE BENSALD responsable qualité, Mr J. ALLAM responsable de recherche et développement pour leurs conseils judicieux, leur aide précieuse et leur soutien à toute épreuve.

J'exprime mes plus sincères remerciements à tous les enseignants de la Faculté des sciences et techniques de Fès, notamment à mon encadrant Mr Y. KANDRI RODI et Mr M. HADRAMI responsable de notre Master sciences et techniques.

Je remercie également Mr O.KAJJOUA et l'ensemble des techniciens du laboratoire en particulier Mr Y. EL AMRANI, M^{me} Kenza ABBADI qui ont soutenu ce travail et qui ont mis à ma disposition toutes les informations nécessaires.

Enfin je remercie tous les contremaîtres, techniciens et opérateurs des différents services qui se sont montrés coopératifs et serviables

Liste des tableaux

Tableau 1: Caractères physiques du lait.

Tableau 2 : Matrice d'expérience pour 2 facteurs.

Tableau 3 : Construction de la matrice d'HADAMARD.

Tableau 4 : Matrice de Box-Behnken pour 3 facteurs.

Tableau 5 : La collecte du lait.

Tableau 6 : Les mesures de la viscosité des jus.

Tableau 7 : Les niveaux des facteurs.

Tableau 8 : Matrice d'HADAMARD.

Tableau 9: Planification des expériences.

Tableau 10 : Caractéristique du problème.

Tableau 11 : Domaine expérimental.

Tableau 12: Plan d'expérimentation : viscosité

Tableau 13 : Analyse de la variance : réponse Y1 : Viscosité.

Tableau 14 : Estimations et statistiques des coefficients: réponse Y1:viscosité

Tableau 15 : Estimation des coefficients du modèle : viscosité

Tableau 16 : Plan d'expérimentation : goût.

Tableau 17 : Analyse de la variance : réponse Y2: goût.

Tableau 18 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2: goût.

Tableau 19 : Estimation des coefficients du modèle : goût.

Liste des figures

Figure 1 : Organigramme du département des produits laitiers.

Figure 2 : Système de type boîte noire.

Figure 3 : Emplacement des points expérimentaux dans le domaine expérimental

Figure 4 : Plan composite pour deux facteurs.

Figure 5 : Plan de Doehlert.

Figure 6 : Simplex initial pour deux facteurs.

Figure 7 : Plan de Box- Behnken pour trois facteurs.

Figure 8 : Diagramme de fabrication du jus lacté au fruit.

Figure 9 : Diagramme de fabrication du yaourt à boire.

Figure 10 : Diagramme de fabrication du yaourt brassé.

Figure 11 : Histogramme : viscosité des jus.

Figure 12 : Carte de contrôle de la moyenne pour la viscosité des jus.

Figure 13 : Carte de contrôle des étendus pour la viscosité des jus.

Figure 14 : Diagramme de Pareto.

Figure 15 : Etude des résidus de la réponse Y1 : viscosité.

Figure 16 : Variation de la réponse – Viscosité dans le plan : (temps, Température) facteurs fixes : Taux de la pectine = 2.2 %.

Figure 17 : Variation de la réponse - Viscosité dans le plan : (temps, Température) facteurs fixes : Taux de la pectine = 2.4 %.

Figure 18 : Etude des résidus de la réponse Y2 : goût.

Figure 20 : Variation de la réponse – goût dans le plan : (temps, Température) Facteur fixe : Taux de la pectine = 2.2 %.

Figure 21 : Variation de la réponse – goût dans le plan : (temps, Température) Facteur fixe : Taux de la pectine = 2.4 %.

Listes des abréviations

GAP : Bonnes pratiques agricoles.

HACCP : Analyse des dangers et points critiques pour leur maîtrise.

ISO : Organisation internationale de normalisation.

MP : matière première.

EMB : Emballage.

PF : Produit fini.

LSC : Limite supérieure de contrôle.

LIC : Limite Inférieure de Contrôle.

MG : Matière grasse.

EST : Extrait sec total.

MAP : Matière protéique.

| | |
|---|---|
| Introduction..... | 1 |
| Présentation de la société..... | 3 |
| 1. Historique :..... | 3 |
| 2. Présentation du Domaine :..... | 3 |
| 3. Organigramme des unités de transformation..... | 5 |

Partie 1 Etude bibliographie

Chapitre 1 : Le lait

| | |
|--------------------------------|---|
| I. Généralité sur le lait..... | 7 |
| 1. Définition du lait..... | 7 |
| 2. Composition du lait..... | 7 |
| 3. Caractères physiques..... | 8 |
| 4. Valeur nutritionnelle..... | 9 |

Chapitre 2:Présentation de la méthode des cartes de contrôles et plans d'expériences

| | |
|---|----|
| I. Carte de contrôle..... | 10 |
| 1. Carte de contrôle aux mesures..... | 10 |
| 2. Carte de contrôle aux attributs..... | 13 |
| II. Plans d'expériences :..... | 14 |
| 1. Introduction..... | 14 |
| 2. Domaine d'application..... | 14 |
| 3. Les objectifs..... | 15 |
| 4. Les étapes de la mise en place d'un plan d'expérience..... | 16 |
| 5. Les différents types des plans d'expériences..... | 17 |

Partie2 Etude expérimentale

Chapitre 1: procédés de fabrication des produits laitiers

| | |
|---|----|
| I. Etapes de fabrication des produits laitiers..... | 26 |
| 1. Réception du lait | 26 |
| 2. Standardisation..... | 27 |
| 3. Stockage..... | 27 |
| 4. Pasteurisation et homogénéisation..... | 27 |
| 5. La maturation..... | 28 |
| 6. Conditionnement..... | 28 |

| | |
|--|----|
| 7. Stockage/Expédition..... | 29 |
| II. Exemple de processus de fabrication..... | 29 |
| 1. Jus de fruits lactés..... | 29 |
| 2. Yaourt à boire | 30 |
| 3. Produits de la ligne yaourt..... | 31 |
| 1. | |
| Analyse de contrôle de qualité..... | 32 |

1.

2. Chapitre 3 : La mise en place de la carte de contrôle pour la viscosité des jus.

| | |
|---|----|
| I.La viscosité..... | 34 |
| II.Le suivi de la viscosité des jus de fruit lacté..... | 34 |
| 1. Tableau des mesures..... | 34 |
| 2. Résultats et discussion..... | 36 |
| 3. Interprétation..... | 39 |

3. Chapitre 4 : Etude de la viscosité des jus par la méthodologie des plans d'expérience

4.

Partie 1 : Criblage des facteurs

| | |
|---|-----------|
| <u>I.Objectif de l'étude.....</u> | <u>40</u> |
| 1. Etude de criblage..... | 40 |
| 2. Déterminer les niveaux des facteurs..... | 40 |
| 3. La matrice d'Hadamard..... | 45 |
| <u>II.Matériels et méthodes.....</u> | <u>41</u> |
| <u>III.Résultats obtenus.....</u> | <u>42</u> |

Partie 2 : Etude de la viscosité et le goût des jus

| | |
|----------------------------------|-----------|
| I.Objectif de l'étude..... | 45 |
| <u>II.Résultats obtenus.....</u> | <u>45</u> |
| III.Conclusion..... | 54 |
| Conclusion..... | 55 |
| Bibliographie..... | 58 |

I.

Introduction

Afin d'approfondir la dimension pratique des connaissances acquises durant ma formation en « Chimie et Analyses chimiques : Application à la Gestion Industrielle de la Qualité », j'ai eu l'opportunité d'effectuer ce stage d'application professionnelle dans une grande entreprise, leader dans le secteur agroalimentaire en l'occurrence le Domaine Royal Douiet.

Le sujet qui m'a été attribué durant ce stage est « **le suivi et l'optimisation de la viscosité des jus de fruits lacté par la méthodologie des plans d'expériences** ».

Les expériences réalisées dans le cadre de ces études d'optimisation ont été effectuées au sein du laboratoire de contrôle de la qualité du département des produits laitiers.

En 2011 le domaine de douiet a démarré une nouvelle usine dont le but est d'augmenter la capacité de production et d'améliorer la qualité de ses produits ; or ce changement de process avait un impact direct sur la qualité dans la mesure où les formules de la fabrication des produits dans l'ancienne usine devaient être revues pour s'adapter à la nouvelle usine. Pour le cas des jus de fruits lactés, et après le démarrage ; le nombre de réclamations remontait du marché concernant la viscosité des jus et de plus en plus important. Cette situation a obligé les services concernés à travailler sur la formulation en vue de proposer une formule qui permette d'avoir la qualité requise avec le nouveau process.

Pour cela l'étude a pour objectif :

- ✚ Le suivi statistique de la viscosité des jus de fruits lactés, et la mise en place de la carte de contrôle.
- ✚ Obtenir un jus de fruit lacté dont la valeur de la viscosité se trouve à l'intérieur de l'intervalle [15s ; 17s].
- ✚ Garantir des jus recelant la propriété de goût.

Dans ce rapport, nous développerons les thèmes suivants :

*** Présentation de la société.

***Une étude bibliographique contient des généralités sur le lait et une présentation de la méthode des cartes de contrôles et les plans d'expériences.

***Une étude expérimentale où nous traitons les différentes étapes de fabrication des produits laitiers et la mise en place des cartes de contrôle ainsi l'optimisation de la viscosité des jus de fruits lactés.

.....

Présentation de la société

1. Historique :

Les origines du **domaine Douiet** remonte aux années 70, plus exactement c'est en 1977 qu'a été créée la ferme mais dont la production a été destinée uniquement aux propriétaires. Et ce n'est qu'en 1997 qu'une nouvelle usine destinée à la production laitière a été créée dont le but essentiel était d'élargir le champ de commercialisation et de viser une nouvelle clientèle. Après un an, c'est-à-dire en 1998, la société a vu la création de trois départements distincts à savoir celui de l'élevage, l'horticulture, et les produits laitiers.

Afin de maîtriser au mieux les points critiques de chaque étape de production, la société a décidé en 2000 de mettre en place un système HACCP qui lui permettra de mener à bien cette mission. En 2003, le domaine de Douiet obtient une certification ISO 9001 qui le conduit à instaurer une boucle d'amélioration de tous les processus de l'entreprise afin de répondre aux besoins de ses clients. Et en 2007, la société obtient la certification ISO 22000.

En 2008, et pour mettre en œuvre la stratégie de développement de l'activité produits laitiers, la nouvelle usine d'OUAD NJA a été construite pour répondre au mieux aux exigences des consommateurs des produits chergui.

2. Présentation du Domaine :

Le **domaine Douiet** de Fès se caractérise par la diversité de ses activités productives en matière de fruits, légumes, transformation de viandes et produits laitiers. Il s'étend sur une superficie de 600 Hectares et emploie un effectif qui varie entre 700 et 1000 personnes selon les saisons.

Les activités que comprend le Domaine sont les suivantes :

- Elevage.
- Grandes cultures (alimentation)
- Horticulture.
- Produits laitiers.

✓ Département d'élevage

Le secteur d'élevage a deux activités principales: l'élevage des bovins (jeunes bovins, vache laitière, génisses) et des caprins. Ce secteur est considéré comme la base de la production laitière car le volume et la qualité des produits laitiers sont tributaires de la quantité et de la qualité du lait collecté par jour. Le secteur comprend deux complexes placés sous la responsabilité du chef du département.

✓ Département d'horticulture :

Le secteur d'horticulture certifié europGAP comprend quatre activités principales :

- Arboriculture (pêche, vigne,...)
- Floriculture
- Cultures sous serres

✓ Département des produits laitiers et fromagerie :

L'activité de transformation est étalée sur deux sites de production. L'usine de Douiet dédié pour la fabrication des fromages et produits spécifiques et l'usine OUAD NJA pour la fabrication des autres familles des produits CHEGUI à savoir :

➤ *Ligne carton :*

- Lait pasteurisé : entier et écrémé.
- Leben : nature, aromatisé et beldi.

➤ *Ligne yaourt :*

- Yaourt ferme : nature ,0% MG, chèvre et aromatisé.
- Yaourt brassé.
- Yaourt crème.

➤ *Ligne bouteilles :*

- Yaourt à boire. (vanille, amande, fraise et pêche).
- Jus de fruits au lait.

Cette usine est constituée d'une :

- Zone de réception du lait.
- Salle de préparation, où l'on réalise la préparation des Mix et leurs traitements thermiques
- Une salle de conditionnement.
- Des chambres froides où les produits laitiers sont stockés.
- Laboratoire d'analyse et contrôle qualité qui assure la maîtrise de la qualité microbiologique, physico-chimique, nutritionnelle et sensorielle des produits.

- Une zone d'expédition.

3. Organigramme des unités de transformation

L'organigramme est représenté dans la page suivante : (Figure1)

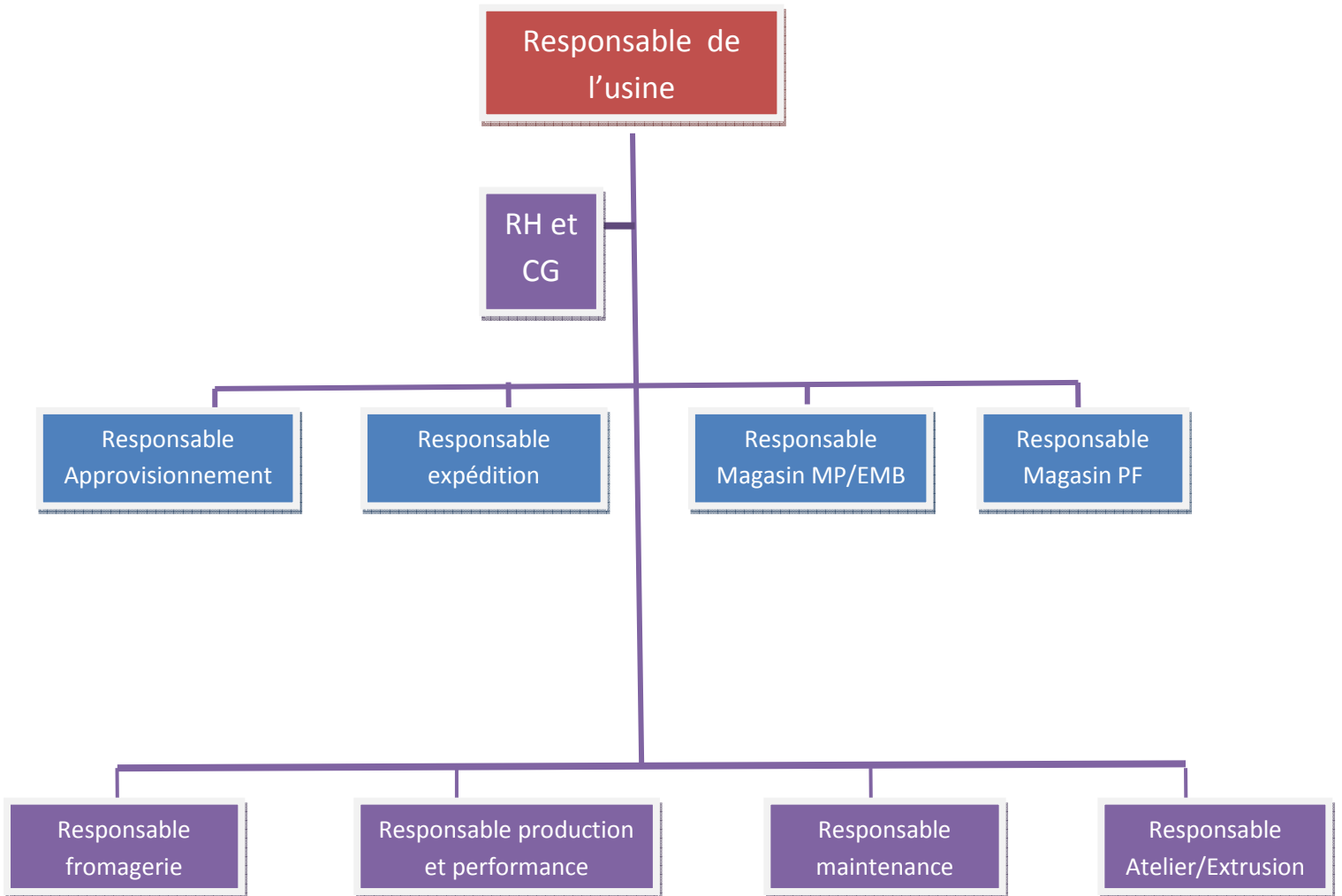


Figure 1: Organigramme du département des produits laitiers.

Partie 1

Etude bibliographique

Chapitre 1 : le lait

II. Généralité sur le lait

1. Définition du lait:

Le lait est un liquide blanc mat, légèrement visqueux, dont la composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, et même selon les races. Ces caractéristiques varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite ou de l'allaitement, du point de vue réglementaire il est défini comme étant :

« Le lait est le produit intégral de la traite totale et interrompu d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement, ne pas contenir de colostrum et conserver sa saveur agréable.»

Selon la Réglementation Marocaine (Décret n° 2-00-425 du 7 décembre 2000 relatif au contrôle de la production et de la commercialisation du lait et produits laitiers).

- Le lait est le produit de la sécrétion mammaire normale, obtenu par une ou plusieurs traites, sans aucune addition ou soustraction.
- La dénomination du lait, sans autre indication est réservée au lait de vache.
- Pour tout autre lait, cette dénomination doit être accompagnée de l'indication bien apparente de l'espèce animale dont il provient.
- Le colostrum est le produit éliminé par la mamelle pendant le 7^{ème} jour de la mise bas.

2. Composition du lait:

Le lait est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaires à l'alimentation humaine.

Dans un litre du lait, on trouve :

- 900g de l'eau.
- 50g des glucides.
- 32g de matières azotées.

- 40g de lipides.
- 7g de sels minéraux (calcium, phosphore, magnésium et fer).

- **La matière grasse** : C'est le constituant le plus variable du lait, constituée d'un mélange d'acides gras saturés et non saturés qui se trouvent en suspension dans le lait sous forme de minuscules gouttelettes (globules gras) et forme une émulsion.

- **Protéines** : On distingue deux groupes :

- ✚ les protéines de la caséine, qui représentent 80 % des protéines totales du lait et qui sont des polypeptides complexes, résultats de la polycondensation de différents acides aminés, dont les principaux sont la leucine, la proline, l'acide glutamique et la sérine.

- ✚ Les séroprotéines, minoritaires (20 %), mais qui possèdent une valeur nutritive plus élevée que les premières. Le lait est, parmi les liquides biologiques animaux, un de ceux qui contiennent la plus grande concentration d'acide citrique, c'est un anticoagulant et il s'oppose à la précipitation des protéines.

- **Le lactose** : C'est un sucre disaccharide qui se présente sous forme de solution et qui est généralement le principal élément solide du lait. Son pouvoir sucrant est six fois plus faible que celui du saccharose. Il peut provoquer certaines intolérances. Les micelles protéiques ont un diamètre de l'ordre de 0,1 μm .

- **Les composants secondaires** du lait sont constitués par les sels, les enzymes, les vitamines et les oligo-éléments. Sa richesse en calcium et en phosphore font du lait un aliment très adapté à la croissance des jeunes enfants. Le phosphore y est fixé sous forme de phosphates. Le calcium s'associe au phosphate et à la caséine pour donner le complexe phosphocaséinate de calcium et forme un colloïde. On y trouve également du magnésium, du potassium et du sodium mais il est, du moins pour le lait de vache, pauvre en oligoéléments.

3. Caractères physiques

Sur le plan physique, le lait à la fois une solution (lactose, sels minéraux), une suspension (matières azotées) et une émulsion (matières grasses) et qui possède les caractéristiques suivantes :

| Caractères | | Valeurs |
|--------------------------------|-------------|--------------------------|
| Ph | | 6.5 à 6.6 |
| Point de congélation | | -0.55 à -0.57°C |
| Acidité | | 16 à 18°D |
| Chaleur spécifique à 15°C | | 0.940 cal/g °C |
| Activité d'eau | | 0.995 |
| Viscosité dynamique à 25°C | | 2.20 Cp |
| Conductivité électrique à 25°C | | 45 * 10 ⁻⁴ mS |
| <i>Densité</i> | Lait entier | 1,032 |
| | Lait écrémé | 1,036 |

Tableau 1: Caractères physiques du lait

4. Valeur nutritionnelle

Aliment complet par excellence, le lait a été le premier aliment et médicament de l'être humain et reste au cœur de son alimentation tout au long de sa vie. Le lait d'origine animale, outre ses qualités nutritionnelles essentielles pour l'organisme humain, des méfaits qui font de plus en plus l'objet de recherches dans le domaine des biotechnologies alimentaires.

Il n'existe toujours pas de consensus parmi les chercheurs sur les qualités nutritionnelles du lait. D'un côté, certains affirment que le lait contient des lipides dangereux pour la santé, de l'autre, il est considéré comme un aliment de choix gorgé de bienfaits, qui assure le développement de la masse musculaire, la formation des dents et des os. Le calcium participe à la contraction musculaire et à la coagulation du sang, en plus de prévenir l'ostéoporose et l'hypertension artérielle. Les protéines empêchent les intoxications bactériennes.

Chapitre 2 : Présentation de la méthode des cartes de contrôles et les plans d'expériences

I. Carte de contrôle

Une carte de contrôle est un outil utilisé dans le domaine du contrôle qualité afin de maîtriser statistiquement les procédés de fabrication. Elle permet de déterminer le moment où apparaît une cause assignable entraînant une dérive du processus de fabrication. Ainsi, le processus sera arrêté au bon moment, c'est-à-dire avant qu'il ne produise des pièces non conformes (hors de l'intervalle de tolérance).

Suivant le type de la caractéristique contrôlée, il existe deux grandes familles de cartes de contrôle :

- **La carte de contrôle aux mesures** qui permet de suivre une caractéristique mesurable de façon continue, par exemple une dimension, un poids...
- **La carte de contrôle aux attributs** qui permet de suivre une caractéristique non mesurable ou contrôlée à l'aide de calibres, par exemple un contrôle visuel, un contrôle réalisé avec un calibre mini-maxi permettant de trier les pièces non conformes.

1. Carte de contrôle aux mesures (de la moyenne et de l'étendue).

Ce sont les cartes les plus utilisées. Ces cartes sont établies ensemble et interprétées ensemble.

Cette carte de contrôle permet de visualiser l'évolution et la variation de la valeur moyenne des dimensions fabriquées. Elle est tracée par points successifs représentant la valeur moyenne d'échantillon prélevés à intervalles réguliers.

Le but est de comparer les performances moyennes de production dans le temps à l'aide d'une carte qui caractérise la tendance de la valeur centrale. On effectue plusieurs observations individuelles sur plusieurs sous-groupes numérotés à une fréquence de temps donnée (toutes les heures, trois fois par jour ...). Sur chaque sous-groupe k chronologique on effectue n observations. On reporte sur la carte de moyenne la moyenne du sous-groupe en fonction de son numéro chronologique qui sera reporté sur l'axe horizontal des cartes de contrôle. En raison du théorème de la limite centrale, la moyenne des valeurs sur la carte de contrôle suit une loi normale que les observations soient normalement distribuées ou non.

Une production sera dite 'stable', si la tendance et la dispersion sont statistiquement constantes dans le temps. La carte de contrôle à la moyenne surveille le réglage du procédé, la carte des étendues surveille les dispersions.

On positionne les deux éléments suivants :

Les valeurs relevées ou calculées,

- La moyenne
- Limite de contrôle inférieure et supérieure résultant d'un calcul effectué à partir des valeurs relevées.

Ces deux valeurs sont les limites à l'intérieur desquelles le processus est sous contrôle. Les valeurs de la caractéristique contrôlée doivent se trouver à l'intérieur de ces limites, sinon ces valeurs sont hors contrôle et doivent être examinées.

➤ La moyenne \bar{X}

Dans le cas où une analyse sur un échantillon est répétée un certain nombre de fois (n) fois, La valeur moyenne de ces mesures est un nombre important, qui se calcule selon la formule suivante :

$$\bar{X} = \frac{\sum x_i}{n}$$

Avec: x est les mesures.

n est le nombre de mesures.

➤ L'étendue \bar{R}

L'étendue est la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale du caractère statistique.

$$\text{Étendue} = x_{\max} - x_{\min}$$

Ces deux paramètres (\bar{X} et \bar{R}) sont indépendants et complémentaires. La valeur moyenne peut varier sans que la dispersion ne varie et inversement.

Limites de contrôle pour la moyenne

L'écart type est connu

Le calcul des limites de la carte de moyenne diffère selon que l'écart-type est connu ou lorsque l'écart-type du processus est connu, les caractéristiques de la distribution normale permettent de calculer les limites du contrôle. L'intervalle $[\mu - 3\sigma; \mu + 3\sigma]$, contient 99,7 % des données et représente les limites LSC et LIC des cartes de contrôle.

$$\begin{aligned} \text{LSC} &= \mu + 3\sigma_{\bar{x}} \\ \text{LIC} &= \mu - 3\sigma_{\bar{x}} \end{aligned}$$

L'écart type est inconnu

Dans beaucoup de cas, l'écart type σ est inconnu et doit être estimé par t (loi de Student) au lieu de la loi normale standard. On se sert alors d'un coefficient A_2 qui dépend du nombre d'observations dans chaque échantillon et du type de carte utilisé. Les limites de contrôle sont estimées en utilisant l'étendue moyenne des observations à l'intérieur d'un sous-groupe comme mesure de variabilité.

$$\begin{aligned} \text{LSC} &= \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R} \\ \text{LIC} &= \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R} \end{aligned}$$

Avec:

$\bar{\bar{X}}$ La moyenne des moyennes.

\bar{R} Étendue moyenne dans l'échantillon.

Limite de contrôle pour l'étendue

$$\begin{aligned} \text{LSC} &= D_4 \bar{R} \\ \text{LIC} &= D_3 \bar{R} \end{aligned}$$

Avec A_2 , D_3 et D_4 sont les coefficients qui servent à calculer les limites de contrôle en fonction de la taille des échantillons et du type de carte en utilisant le tableau suivant :

| Taille | A2 | D3 | D4 |
|--------|-------|----|-------|
| 2 | 1,88 | 0 | 3,267 |
| 3 | 1,023 | 0 | 2,575 |
| 4 | 0,729 | 0 | 2,282 |
| 5 | 0,577 | 0 | 2,115 |
| 6 | 0,483 | 0 | 2,004 |

2. Carte de contrôle aux attributs

Les attributs sont des données fondées sur deux valeurs seulement (conforme/non conforme, succès/échec, passe/ne passe pas).

La technique des cartes de contrôle aux attributs, avec le même type de calcul des limites que les cartes aux mesures, est intéressante car elle permet de suivre les progrès réalisés en cours de production.

Par contre les cartes aux attributs ne donnent pas d'avertissement, en cas de changement dans le procédé, avant la production d'un nombre accru de non conformes.

De plus, pour obtenir une image significative de la production, des échantillons de grande taille sont nécessaires.

Il faut distinguer les produits non-conformes qui, soit ne respectent pas les spécifications techniques, soit présentent des défauts tellement graves qui sont rebutés, et d'autre part les non-conformités qui sont des défauts (apparences, rayures..) qui n'entraînent pas automatiquement la mise au rebut mais sont décomptés pour donner une mesure de la qualité de la production.

II. Plans d'expériences :

1. Introduction

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y , et des variables, x_i . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type $y=f(x_i)$.

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignement avec le minimum d'expérience. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette méthodologie seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

2. Domaine d'application

Le scientifique est souvent amené à comprendre comment réagit un système en fonction des facteurs susceptibles de le modifier (ce système connu sous le nom de boîte noire (figure 2)). Pour visualiser cette évolution, il mesure une réponse et va ensuite essayer d'établir des relations de cause à effet entre les réponses et les facteurs

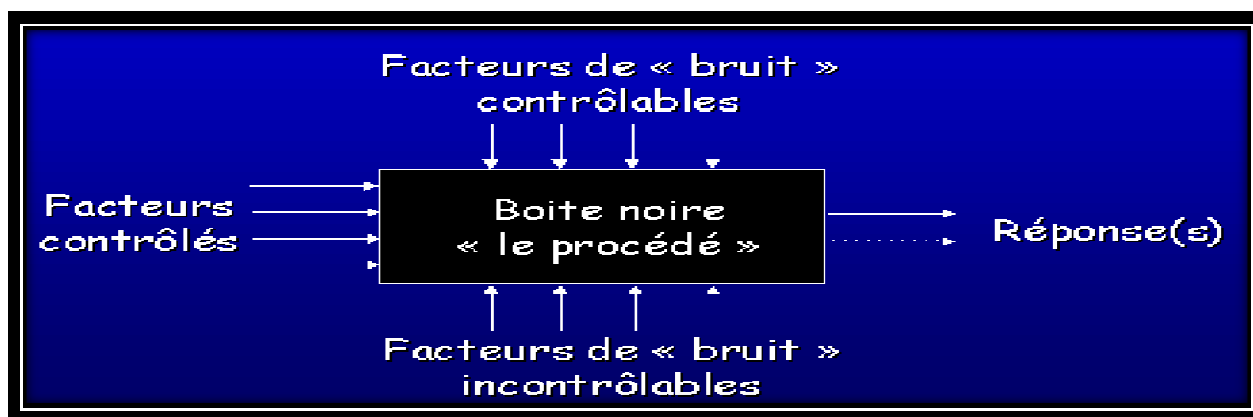


Figure 2 : Système de type boîte noire

Un facteur est une grandeur le plus souvent mesurable mais il peut s'agir d'une grandeur qualitative comme les différents lots d'une matière première.

Parmi les facteurs on distinguera:

- les facteurs contrôlables qui dépendent directement du choix du technicien (pression, température, matériau ...).

- les facteurs non contrôlables qui varient indépendamment du choix du technicien (conditions climatiques, environnement d'utilisation...).
- les facteurs d'entrée dont on cherche à analyser une influence (matière première, vitesse d'agitation, température, rendement ...) Les facteurs étudiés dans un plan d'expériences sont bien entendu les facteurs d'entrée.

La réponse est la grandeur mesurée à chaque essai; le plan vise à déterminer quels facteurs l'influencent ou quelle est son évolution en fonction de ceux-ci. Cette grandeur est le plus souvent mesurable mais elle peut également être qualitative.

Dans ce cas ce peut être par exemple une appréciation visuelle sur l'état d'une surface ou une appréciation bon, moyen ou mauvais sur un produit alimentaire.

Exemples des domaines d'application des plans d'expériences

- Formation d'un composé chimique, d'un aliment, d'un médicament...
- Détermination des facteurs clés dans la conception d'un nouveau produit ou d'un nouveau procédé.
- Optimisation des réglages d'un procédé de fabrication ou d'un appareil de mesure.
- Minimisation des défauts d'une machine...

3. Les Objectifs

Le succès de la démarche originale des plans d'expériences réside dans la possibilité d'interprétation de résultats expérimentaux avec un effort minimal sur le plan expérimental : la minimisation du nombre nécessaire d'expériences permet un gain en temps et en coût financier.

Pour ce faire, la méthode vise à optimiser la démarche expérimentale. Les points centraux de la méthode consistent à :

- ✓ Choisir le nombre n d'essais.
- ✓ Définir et mettre au point la matrice d'expérience (M) qui indique dans quelles conditions chacun des n essais doit être réalisé.
- ✓ Choisir le modèle de régression (E) qui dirigera la méthode d'interprétation.

(E) et (M) sont très liés, la nature du modèle a une influence sur n donc sur (M). La donnée d'un plan d'expérience est la donnée d'une matrice (M) (et donc de n), et d'un modèle (E).

4. Les étapes de la mise en place d'un plan d'expérience

L'originalité de la méthode des plans d'expériences est sa globalité dans le sens où elle commence au niveau 0 de l'expérimentation c'est-à-dire la position du problème ; elle contingente la réalisation des essais et se poursuit jusqu'à la conclusion de l'étude. On peut, pour mettre en place un plan d'expérience, considérer les étapes suivantes :

1. Instruction du problème.
2. Construction de la matrice d'expérience.
3. Préparation et réalisation des essais.
4. Analyse des résultats.
5. Conclusion.
6. Validation éventuelle de la conclusion.

a. Instruction du problème

La phase d'instruction du problème est fondamentale et radicalement différente des techniques statistiques usuelles. En effet, il s'agit de réfléchir avant d'agir (ce qui n'est pas toujours le cas). Elle vise à définir et à donner des informations afin de choisir le modèle (E), la matrice (M) et le nombre d'essais (n). Cette étape est l'occasion de rassembler tout le personnel intervenant sur le système. On peut caractériser les étapes suivantes :

1. Définir le problème.
2. Définir l'objectif.
3. Recenser les contraintes.
4. Définir la (ou les) réponse(s).
5. Définir les facteurs.
6. Définir les modalités ou niveaux des facteurs.
7. Pressentir les interactions.

b. Construire la matrice d'expériences

❖ Matrice d'expérience

Dans cette étape, il s'agit de bâtir la matrice d'expérience c'est-à-dire de définir chacune des expériences à mener. Cette construction se présente sous forme d'un tableau appelé matrice d'expérience.

La matrice d'expériences est le tableau qui indique le nombre d'expériences à réaliser avec la façon de faire varier les facteurs et l'ordre dans lequel il faut réaliser les expériences.

Ce tableau est donc composé de +1 et de -1. Soit, par exemple, la matrice d'expériences suivante :

| | | Expérience | X ₁ | X ₂ | d'expérience |
|---|----|--|----------------|----------------|--------------|
| | | Tableau 2 : matrice pour 2 facteurs | 1 | -1 | |
| 2 | +1 | | -1 | | |
| 3 | -1 | | +1 | | |
| 4 | +1 | | +1 | | |

Dans le cas où l'on ajoute à droite de la matrice d'expérience une colonne avec les réponses, on obtient la « matrice d'expériences et des réponses ».

5. Les différents types des plans d'expériences

Il existe actuellement un nombre important de plans différents. Chacun, par ses propriétés, permet de résoudre certains problèmes particuliers. On peut cependant diviser les plans d'expériences en deux grandes catégories :

- Les plans pour étudier (estimer et comparer) les effets des paramètres.
- Les plans pour régler les paramètres afin d'atteindre un optimum.

Le criblage des facteurs :

Rechercher rapidement, parmi un ensemble de facteurs potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement dans un domaine expérimental fixé.

Les études quantitatives des facteurs :

Etudier les facteurs retenus d'une façon plus fine: interactions possibles entre les différents facteurs.

Les études quantitatives des réponses :

- Rechercher l'optimum d'une ou plusieurs réponses expérimentales.
- Connaître en n'importe quel point du domaine expérimental d'intérêt la valeur d'une ou plusieurs réponses expérimentales.

✚ Les mélanges :

- Etude de l'influence des quantités relatives de plusieurs constituants sur les manifestations d'un phénomène physico-chimique.
- Connaissance d'une ou plusieurs propriétés, dépendant de la proportion de chaque constituant dans le mélange étudié.

a. Plan de Plackett et Bruman (Matrice d'Hadamard) :

❖ Matrice d'HADAMARD

Les matrices d'expériences d'Hadamard permettent d'estimer les "poids" (a_j) de k facteurs en N expériences, avec une variance :

$$\text{var}(a_j) = \sigma^2 / N$$

Les matrices d'Hadamard sont orthogonales et ont pour élément 1 ou -1.

Hadamard a démontré qu'elles n'existent que pour $N = 2$ et $N =$ multiple de 4 (2, 4, 8, 12, 16, 20,...).

$$\begin{array}{ccc}
 X = \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ 1 & -1 \end{pmatrix} & X = \begin{pmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \end{pmatrix} \\
 N=2 & N=4
 \end{array}$$

❖ Propriétés

- Economique, orthogonal et permet d'estimer les paramètres du modèle avec une précision optimale.
- Si le nombre d'essais est une puissance de 2, le plan est équivalent à un plan factoriel fractionnaire.

❖ Construction de la matrice d'HADAMARD

- Elles se construisent selon un algorithme qui donne la 1^{ère} ligne (ou la 1^{ère} colonne) de la matrice d'expériences, présentée ci-dessous,
- Les autres lignes sont générées par permutation circulaire horizontale (ou verticale) de cette ligne.
- La dernière ligne de la matrice d'Hadamard est toujours une ligne ne comportant que des signes (-).

| N | Premier essai du plan d'un plan de Plackett et Burman |
|----|---|
| 4 | +1 +1 -1 |
| 8 | +1 +1 +1 -1 +1 -1 -1 |
| 12 | +1 +1 -1 +1 +1 +1 -1 -1 -1 +1 -1 |
| 16 | +1 +1 +1 +1 -1 +1 -1 +1 +1 -1 -1 +1 -1 -1 -1 |
| 20 | +1 +1 -1 -1 +1 +1 +1 +1 -1 +1 -1 +1 -1 -1 -1 +1 +1 -1 |
| 24 | +1 +1 +1 +1 +1 -1 +1 -1 +1 +1 -1 -1 +1 +1 -1 -1 +1 -1 +1 -1 -1 -1 |

Tableau 3 : Construction de la matrice d'HADAMARD

b. Plans factoriels complets

Ce sont les plus utilisés car les plus simples et les plus rapides à mettre en œuvre.

Ils permettent de trouver:

- Les facteurs influents sur un phénomène.
- La valeur de l'influence.
- Les interactions entre les facteurs.

Un plan factoriel complet est un plan pour lequel toutes les combinaisons possibles aux limites du domaine d'étude auront été réalisées : c'est le nombre maximal d'essais pour un plan d'expériences factoriel. Le nombre d'essais N se calcule d'après la formule suivante :

$$N=2^k$$

Le principe consiste alors à répartir de façon optimale les essais dans le domaine expérimental. Soit par exemple un plan factoriel complet à 2 facteurs, noté : 2²

La meilleure stratégie consiste à choisir les points de mesures aux extrémités du domaine expérimental, ce qui accroît la précision du résultat et ne demande que 4 essais.

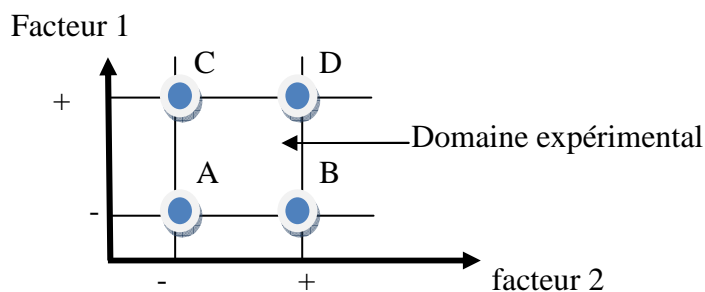


Figure 3 : Emplacement des points expérimentaux dans le domaine expérimental

Plan 2² : facteur A et B : 4 expériences

$$Y=a_0 + a_1.A + a_2.B + a_{12}.A.B$$

Plan 2^3 : facteur A, B et C : 8 expériences

$$Y = a_0 + a_1.A + a_2.B + a_3.C + a_{12}.A.B + a_{13}.A.C + a_{23}.B.C + a_{123}.A.B.C$$

Plus généralement, la matrice d'expérience comporte k colonnes pour les facteurs principaux et 2^k lignes soit 2^k essais. Elle se construit selon la règle suivante :

- Colonne du 1^{er} facteur : alternance de -1 et +1
- Colonne du 2^{ème} facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- Colonne du 3^{ème} facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
- Colonne du 4^{ème} facteur : alternance de -1 et +1 de 8 en 8

Expressions des résultats :

$$Y_1 = a_0 - a_1 - a_2 + a_{12}$$

$$E_1 = (+ y_1 + y_2 + y_3 + y_4)/4 = a_0$$

$$Y_1 = a_0 + a_1 - a_2 - a_{12}$$

$$E_1 = (-y_1 + y_2 - y_3 + y_4)/4 = a_1$$

$$Y_1 = a_0 - a_1 + a_2 - a_{12}$$

$$E_1 = (-y_1 - y_2 + y_3 + y_4)/4 = a_2$$

$$Y_1 = a_0 + a_1 + a_2 + a_{12}$$

$$E_1 = (+ y_1 - y_2 - y_3 + y_4)/4 = a_{12}$$

c. Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux

Les plans factoriels fractionnaires sont des plans factoriels qui permettent d'étudier tous les facteurs, mais dont le nombre d'essais est réduit par rapport aux plans factoriels complets. Un plan factoriel fractionnaire a 2 fois moins ou 4 fois moins ou 2^q fois moins d'essais que le factoriel complet correspondant.

À la fin d'un plan factoriel fractionnaire, on a un système de n équations à p inconnues avec p plus grand que n . On ne sait pas résoudre un tel système. Comme on ne peut pas augmenter le nombre d'équations, il faut diminuer le nombre d'inconnues. On y arrive en utilisant un artifice : on regroupe les inconnues et on résout le système pour ces groupes d'inconnus. On appelle ces groupes d'inconnues des contrastes et on dit que les inconnues sont aliasées dans les contrastes.

Notation des plans factoriels fractionnaires :

Pour k facteur prenant deux niveaux, le plan complet est noté 2^k .

Le plan fractionnaire, moitié du plan complet, possède $\frac{1}{2} \cdot 2^k$ ou 2^{k-1} essais. On peut donner une signification à chaque caractère de cette notation :

- ✓ Le k signifie qu'il y a k facteurs étudiés.
- ✓ Le 2 signifie que chaque facteur prend deux niveaux.
- ✓ Le 1 signifie que le nombre d'essais du plan a été divisé par 2^1 .

Un plan 2^{5-2} permet d'étudier cinq facteurs prenant chacun deux niveaux en 8 essais. Le plan complet a été divisé par $2^2 = 4$.

Un plan 2^{k-q} permet d'étudier k facteurs prenant chacun deux niveaux. Le plan complet a été divisé par 2^q .

d. Plan d'optimisation : méthodologie des surfaces de réponses :

Les plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré. Pour deux facteurs, on a :

$$Y = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_{12} X_1 X_2 + a_{11} X_1^2 + a_{22} X_2^2$$

Il existe plusieurs types de plans du second degré dont les principaux sont décrits ci-dessous :

❖ Les plans composites :

Un plan composite est constitué de trois parties :

- Un plan factoriel dont les facteurs prennent deux niveaux.
- Au moins un point expérimental situé au centre du domaine d'étude.
- Des points axiaux : Ces points expérimentaux sont situés sur les axes de chacun des facteurs.

La figure suivante représente un plan composite pour deux facteurs. Les points A, B, C et D sont les points expérimentaux d'un plan. Le point E est le point central. Ce point peut avoir été répliqué une ou plusieurs fois. Les points F, G, H et I sont les points axiaux. Ces quatre derniers points forment ce que l'on appelle *le plan en étoile*. On réalise 9 essais et 6 coefficients doivent être déterminés. Il faut donc résoudre un système de 9 équations à 6 inconnues.

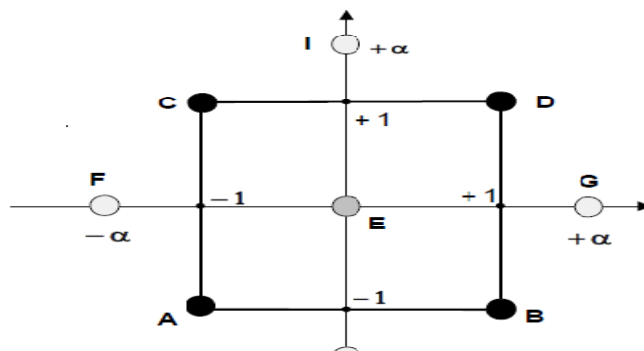


Figure 4 : Plan composite pour deux facteurs.

Le nombre total n d'essais d'un plan composite est donné par la relation :

$$N = 2^k + 2k + N_0$$

| | | | | |
|---|---|----|----|----|
| K | 2 | 3 | 4 | 5 |
| N | 9 | 15 | 25 | 27 |
| P | 6 | 10 | 15 | 21 |

Avec k : le nombre de facteurs

N : le nombre d'essais

P : le nombre de coefficients

$N_0 = 1$ (point au centre)

❖ **Plan de Doehlert**

La caractéristique principale des plans de Doehlert est d'avoir une répartition uniforme des points expérimentaux dans l'espace expérimental. La figure 5 donne la disposition de ces points pour un plan à deux facteurs (essais 1 à 7). Tous les points sont à la même distance du centre du domaine d'étude et sont situés sur le cercle trigonométrique. Ils forment un hexagone régulier.

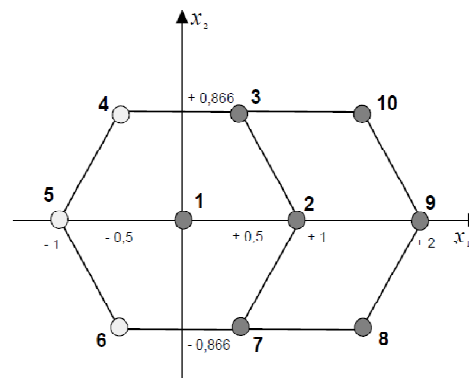


Figure 5: Plan de Doehlert.

Les points 1 à 7 illustrent un premier plan de Doehlert. Les trois points 8, 9 et 10 illustrent les expériences supplémentaires. Les points 2, 7, 8, 9, 10, 3 et 1 illustrent un deuxième plan de Doehlert.

Si l'expérimentateur désire explorer le domaine expérimental, il peut facilement ajouter des points d'expériences supplémentaires et retrouver une disposition identique à celle de départ.

Les plans de Doehlert se construisent à la base d'un simplexe.

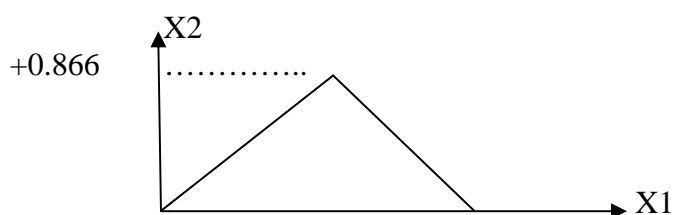
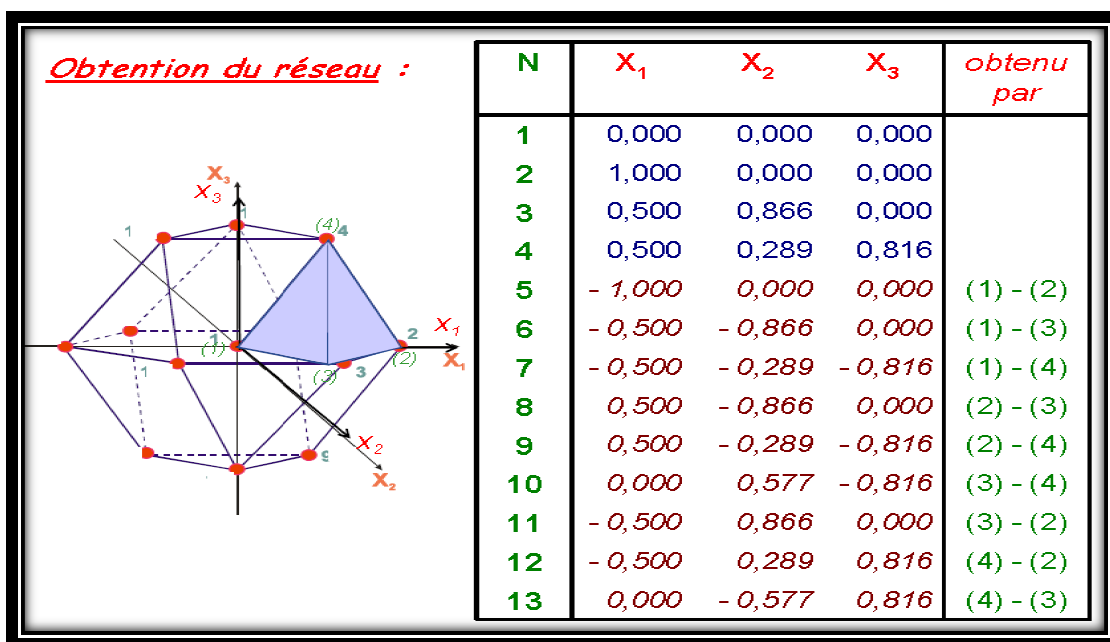


Figure 6: Simplex initial pour deux facteurs

Exemple d'un réseau obtenu pour 3 facteurs



❖ **Les plans de Box-Behnken**

Les points expérimentaux sont au milieu des arrêts de chacun des côtés du cube (Figure 7). Ce plan comporte douze essais auxquels on peut ajouter un (ou plusieurs) point central. La matrice du Tableau 4 indique ces douze essais accompagnés d'un seul point central. Dans la pratique on réalise souvent 3 ou 4 points au centre.

Les plans de Box-Behnken répondent à un critère d'optimisation particulier : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental. C'est le critère d'iso variance par rotation. Le plus connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs.

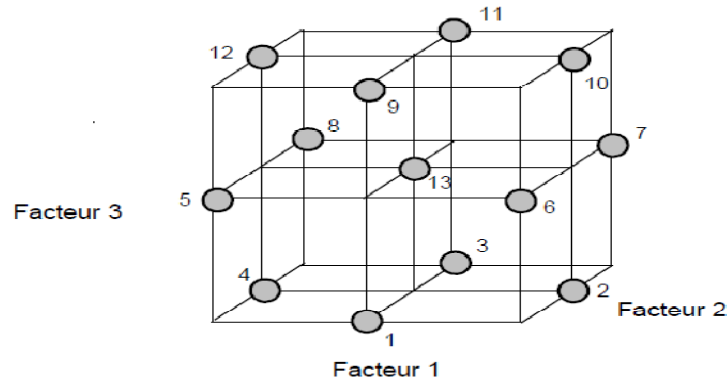


Figure 7 : Plan de Box- Behnken pour trois facteurs.

| n° essai | Facteur 1 | Facteur 2 | Facteur 3 |
|----------|-----------|-----------|-----------|
| 1 | 0 | - 1 | - 1 |
| 2 | + 1 | 0 | - 1 |
| 3 | 0 | + 1 | - 1 |
| 4 | - 1 | 0 | - 1 |
| 5 | - 1 | - 1 | 0 |
| 6 | + 1 | - 1 | 0 |
| 7 | + 1 | + 1 | 0 |
| 8 | - 1 | + 1 | 0 |
| 9 | 0 | - 1 | + 1 |
| 10 | + 1 | 0 | + 1 |
| 11 | 0 | + 1 | + 1 |
| 12 | - 1 | 0 | + 1 |
| 13 | 0 | 0 | 0 |

Tableau 4 : Matrice de Box-Behnken pour 3 facteurs

Partie 2

Etude expérimentale

Chapitre 1: procédés de fabrication des produits laitiers

I. Etapes de fabrication des produits laitiers

1. Réception du lait :

a. Collecte du lait

Les domaines de Douiet, Bouderra et Sid Lkamel assurent constamment, l'approvisionnement de l'unité de production laitière en matière de lait cru, moyennant des camions- citernes :

-Camion- citerne : 12 et 20 tonnes

| Origine | Volume | Fréquence |
|------------------------------|--------------------|---------------|
| Domaine de Douiet : C1 et C2 | 10000 litres | 2 fois/jour |
| Kouacem | 9000 litres | 1 fois/2jours |
| Bouderra et Sid Kamel | 19000-20000 litres | 1 fois/jour |
| Caprin Douiet | 1300 litres | 1 fois/jour |
| Caprin Ras maa | 700 litres | 1 fois/jour |

Tableau 5 : La collecte du lait

b. Tests:

Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait doit subir certains tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir :

- pH
- MG
- EST
- MAP
- Test d'inhibiteur (beta-star) Permet de contrôler l'aptitude fermentaire du lait destiné à la production de ses dérivés.
- Test organoleptique : Réalisé par la dégustation et aspect visuel.
- Température : C'est un test préliminaire et elle est mesurée par un thermomètre.

c. Refroidissement et stockage :

Après sa filtration, le lait subit un refroidissement à $4^{\circ}\text{C}\pm 2$ afin de limiter le développement des germes, puis stocké des cuves équipés d'agitateurs servant à homogénéiser la température du lait dans le bac.

2. Standardisation

Selon les besoins de la production, la salle de préparation reçoit, en début de la journée, un programme de fabrication journalier, dans laquelle sont indiquées toutes les préparations à faire pendant la journée.

On entend par la standardisation l'ajout des différents ingrédients entrant dans la composition du Mix ; que ce soit la poudre du lait 1% ou 26%, ainsi que le sucre, le texturant et les arômes (facultatifs).

3. Stockage

Le mix préparé est ensuite stocké dans des citernes où le produit va séjourner jusqu'à l'étape de pasteurisation.

4. Pasteurisation et homogénéisation

C'est une opération de stabilisation du produit pour augmenter sa durée de conservation et par le fait même, élargir les possibilités de commercialisation et de consommation, elle assure les fonctions suivantes :

- La destruction de 90% de la flore banale et tous les germes pathogènes.
- La formation de l'acide formique qui active les bactéries lactiques.
- Dénaturation maximale des protéines solubles pour éviter le phénomène de la synérèse.

Le lait passe par une vanne de dérivation pour boucler le lait s'il est pas bien pasteurisé, cette opération peut être automatique ou forcée.

Le Mix entre alors dans le pasteurisateur pour être préchauffé, au niveau de la deuxième section (section de réception de chaleur), il ressort du pasteurisateur pour pénétrer dans l'homogénéisateur ensuite il se fait projeter à travers un clapet de diamètre réglable à une grande pression (154 bar).

Cette opération a pour objet de réduire la taille des globules gras par un cisaillement poussé, afin de :

- Eviter la formation d'une couche de crème en surface de yaourt pendant l'incubation (yaourt ferme), garantir une distribution uniforme de la matière grasse dans le yaourt.
- Améliorer la consistance, la viscosité.
- Améliorer la rétention de sérum à l'intérieur du caillé.
- Donner un produit plus crémeux et plus onctueux.

A sa sortie de l'homogénéisateur, le Mix réintègrera le pasteurisateur au niveau de la troisième section (section de chauffage à l'eau chaude), en ressortira pour séjourner 4 à 5 min dans le chambreur, où il sera maintenu à une température de 95°C et pénétrera une troisième fois dans le pasteurisateur ; dans la deuxième section (section de récupération)

où il subira un léger refroidissement par le Mix entrant puis dans la première section (section de réception de chaleur) avant d'être refroidi par l'eau glacée au niveau de la section de refroidissement.

5. La maturation

Pendant cette étape le Mix pasteurisé subira de profondes modifications notamment sur le plan organoleptique (changement de texture, aromatisation ...) et physico –chimique (acidification du milieu et formation de coagulum). Ceci est dû à l'action conjuguée de deux souches de ferments lactiques, se développant en symbiose :

➤ **Streptococcus salivarius subsp thermophilus :**

C'est une bactérie micro -aérophile mésophile ; qui croît de façon optimale entre 42°C et 45°C. Elle est thermorésistante, pouvant survivre à des barèmes thermiques de 65°C / 30' ou bien 74°C / 15''. Moins acidifiant que Lactobacillus, il donne un caillé doux et fin.

➤ **Lactobacillus bulgaricus :**

C'est une bactérie micro aérophile mésophile; qui se développe de façon optimale entre 47°C et 50°C. Elle un pouvoir acidifiant important et permet d'obtenir un caillé de saveur acide.

Selon les caractéristiques qu'on souhaite obtenir – viscosité, consistance, acidité, saveur – on va jouer sur la proportion de ces deux microorganismes dans le levain. Donc, pour chaque produit existe un levain particulier, composés des mêmes souches de base, mais dans des proportions différentes.

6. Conditionnement

Le domaine de Douiet est équipé de six conditionneuses :

- RG 250, VPA et VPB : Pour le conditionnement de lebens, jus et yaourt à boire.
- Mini cross: pour le conditionnement des jus 280 g.
- ARCIL1 et ARCIL2 : pour le conditionnement des yaourts.

7. Stockage/Expédition

A la sortie de la machine le produit fini est collecté et encaissé, palettisé et stocké à 4°C jusqu'à sa livraison.

II. Exemple de processus de fabrication

2. JUS DE FRUITS LACTES

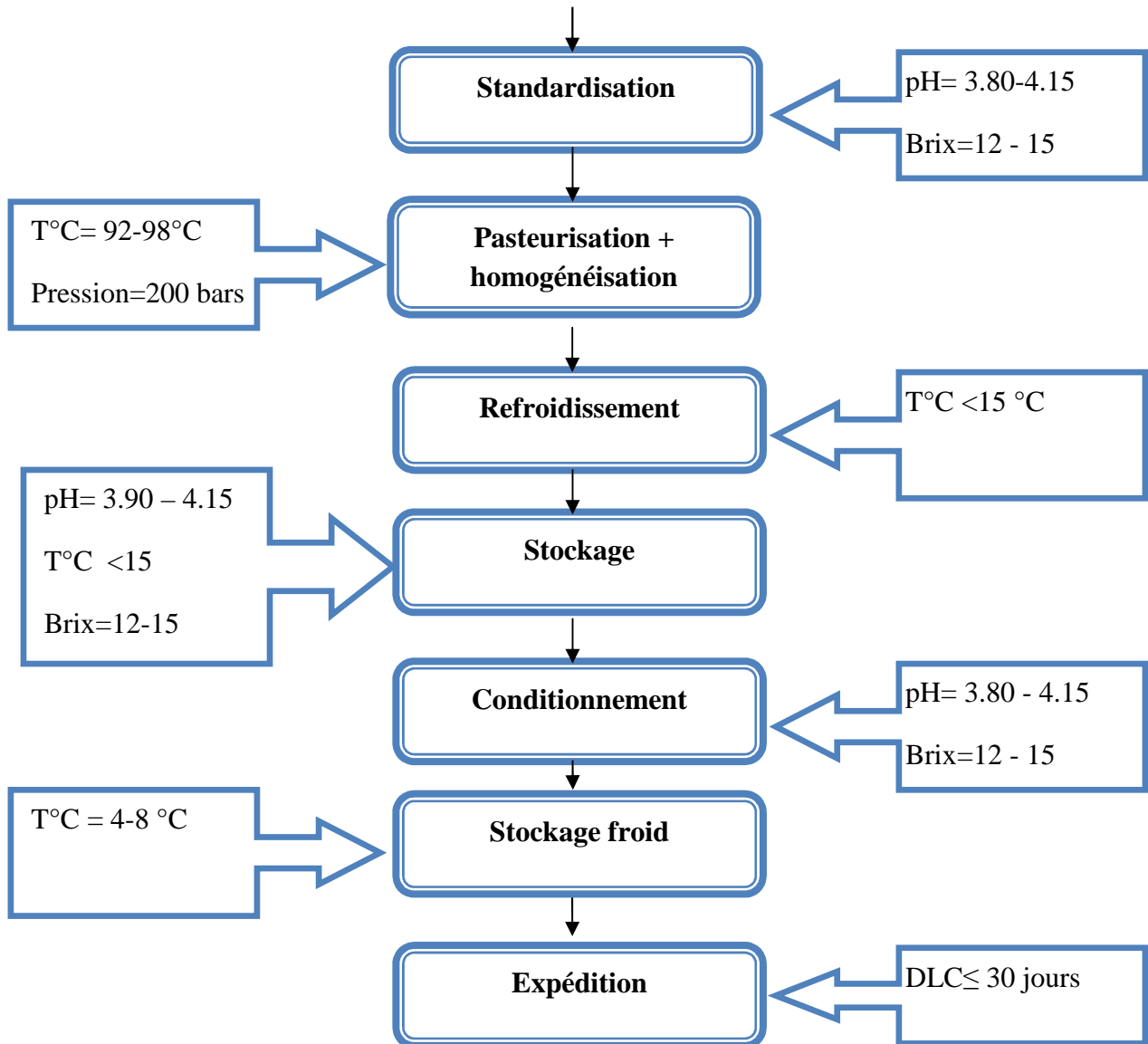
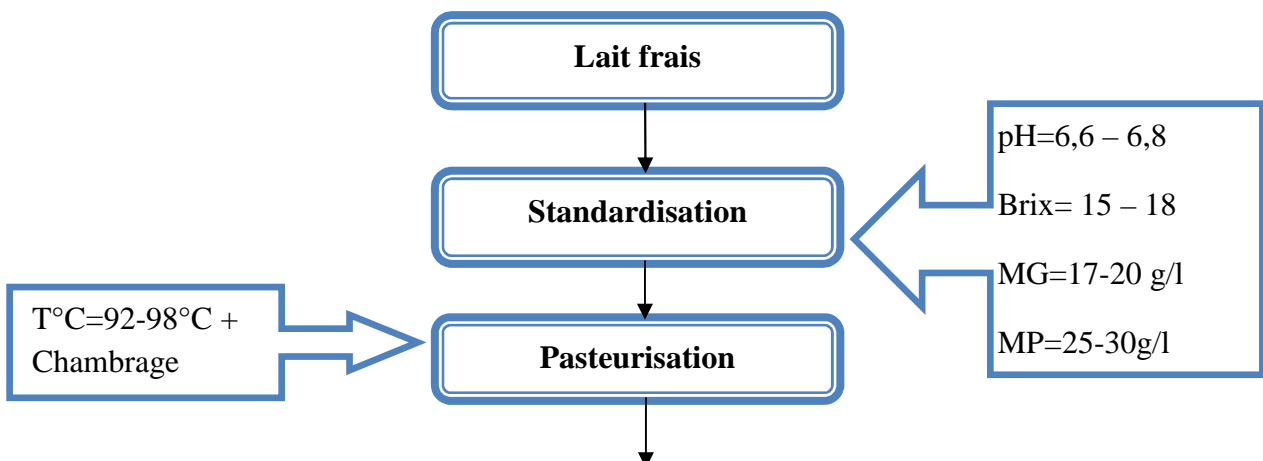


Figure 8: Diagramme de fabrication du jus de fruit lacté.

3. YAOURT A BOIRE :



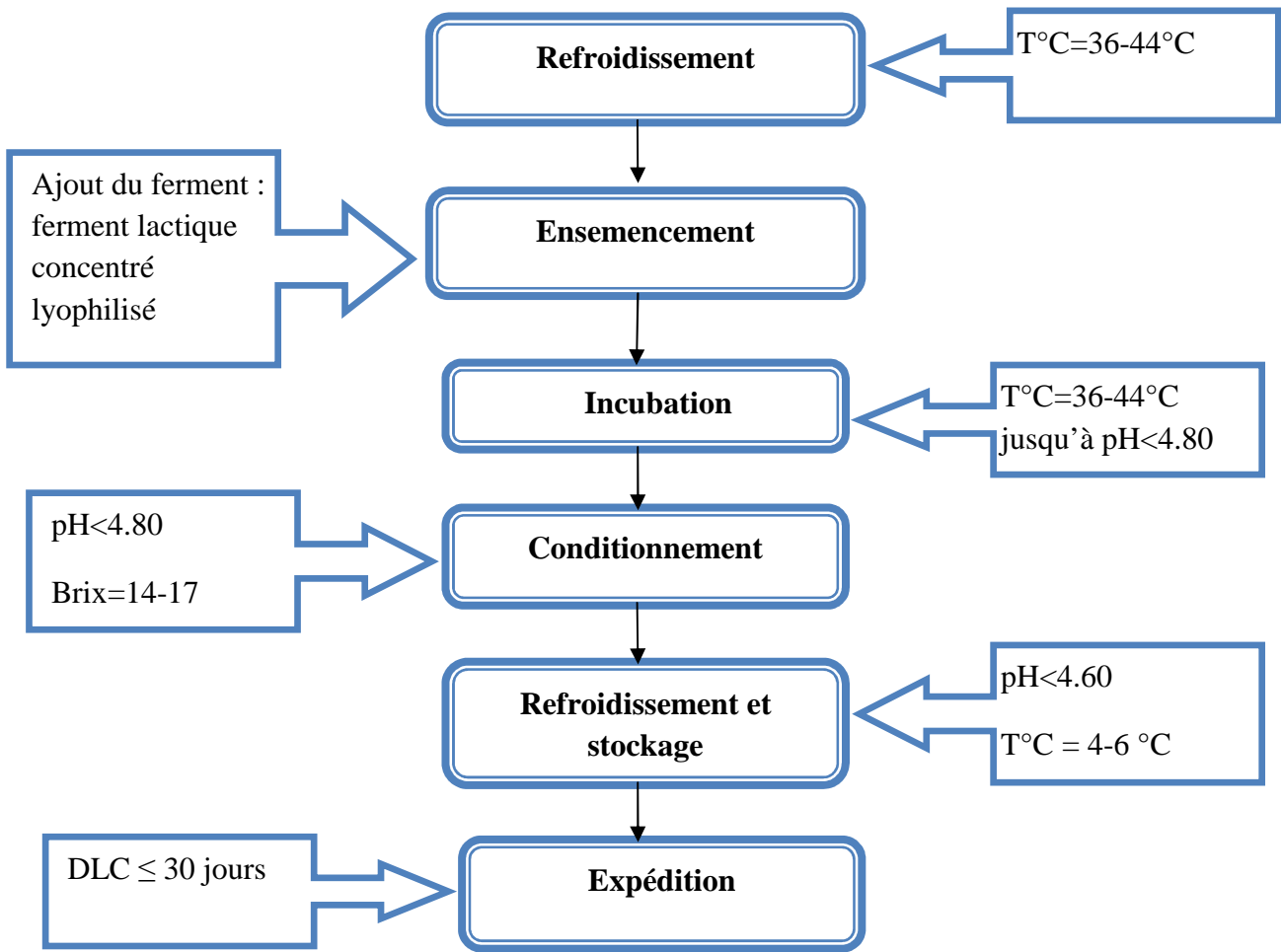
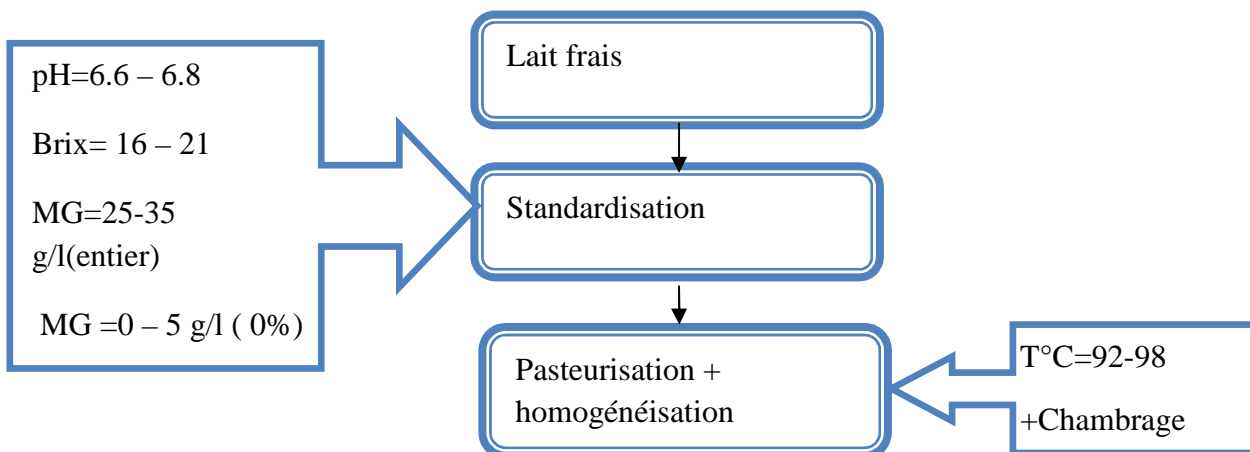


Figure 9 : Diagramme de fabrication du yaourt à boire

4. PRODUITS DE LA LIGNE YAOURT



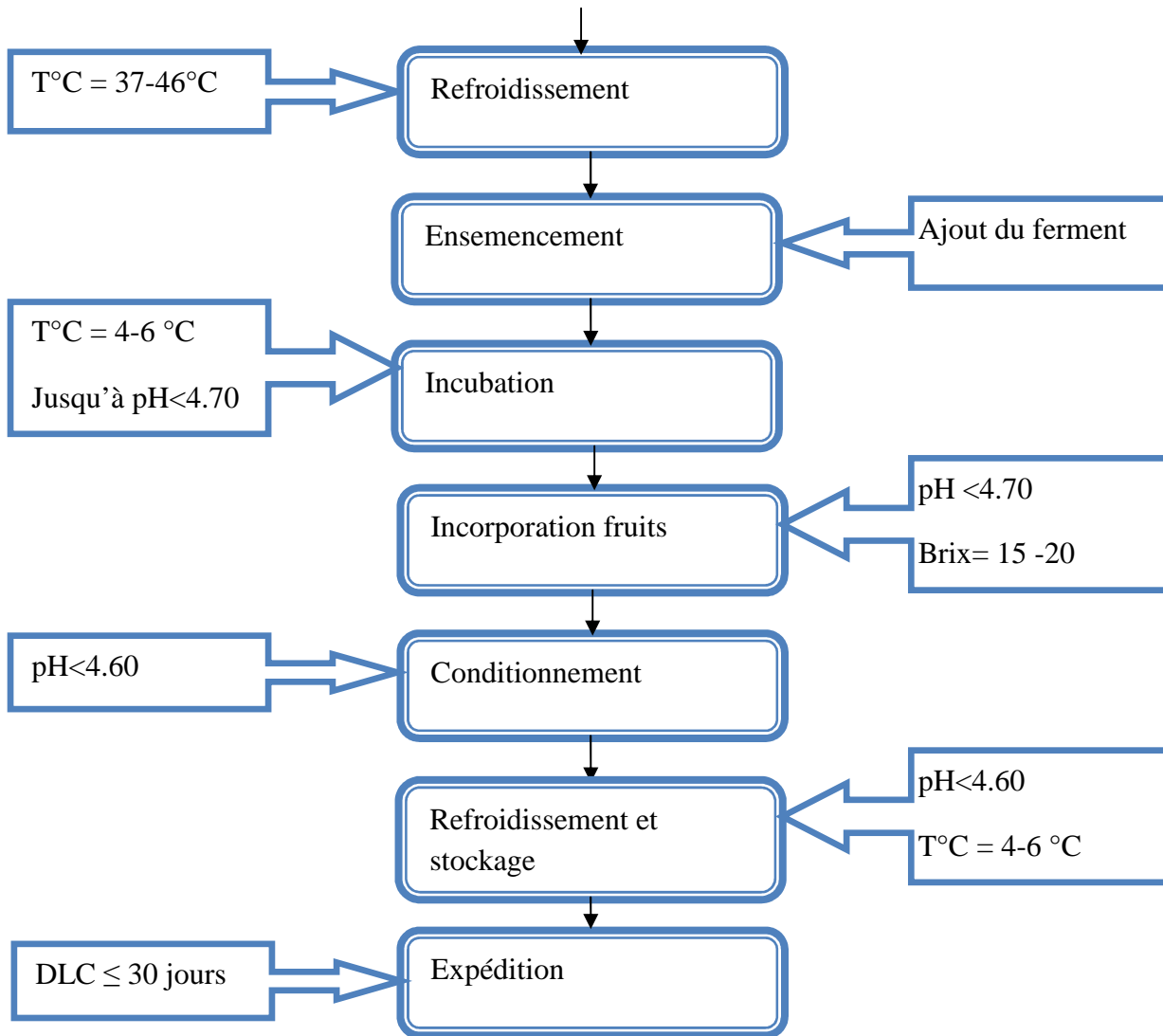


Figure 10 : Diagramme de fabrication du yaourt brassé

III. Analyse de contrôle qualité

Dans le cadre de sa politique d'assurance qualité et dans l'objectif d'être continuellement conforme aux normes nationales et internationales en matière d'hygiène et de qualité, le Domaine de Douiet dispose d'un laboratoire d'analyses physicochimiques et microbiologiques performant.

Ce laboratoire est équipé d'outils d'analyses de pointe. Il intervient au contrôle de réception de la matière première et des produits finis ainsi qu'au suivi des produits tout au long des processus de fabrication, dans le but de contrôler tous les points critiques

susceptibles de causer une contamination microbienne ou affecter la qualité nutritionnelle, physico-chimique ou organoleptique des produits.

Toutes ces analyses se font suivant un plan de contrôle et un plan d'échantillonnage qui doivent être respectés.

Toute anomalie constatée, doit faire l'objet de fiche de NC communiquée aux processus concernés, dans le cas de matière première non conforme, elle doit être directement retournée au fournisseur, alors que pour les produits finis non conformes, ils doivent faire l'objet d'un PV de destruction, cette opération doit être assistée par le responsable d'analyse qui signe la fiche en question et s'assure du bon déroulement de l'opération.

Egalement, en plus de sa mission de contrôle qualité, le laboratoire effectue des prestations pour les autres départements, notamment l'élevage culture pour l'analyse de Khliâa, des ensilages et des laits, l'horticulture, pour le contrôle MB des produits de la 4^{ème} gamme etc...

Les analyses que j'ai effectuées dans ce laboratoire de contrôle qualité sont réparties comme suite :

❖ **Analyses microbiologique :**

1. Recherche de La flores mésophiles aérobies total (FMAT).
2. Recherche des coliformes totaux et fécaux.
3. Recherche des levures et moisissures.

❖ **Analyses physicochimique :**

1. Mesures de pH.
2. Mesure de la viscosité.
3. Mesure des matières grasses par méthode Gerber.
4. Mesures de l'extrait sec total par étuvage selon norme.
5. Mesures du taux de sucre par réfractomètre.
6. Mesures de point de congélation (par cryoscopie).
7. Mesures de la matière azotée protéique (par un système d'ultrason).

❖ **Analyses sensorielles :**

1. Texture (ferme, liquide, irrégulière, pâteuse....selon les types de produits).

2. Gout.
3. Autres (synérèse, couleur, odeur).

❖ **Analyses de conditionnement :**

1. poids.
2. Scellage
3. Sécabilité des pots.
4. Qualité d'impression et d'emballage.

Chapitre 3 : La mise en place de la carte de contrôle pour la viscosité des jus

I. La viscosité

La mesure de la viscosité d'un fluide fait partie de la rhéologie, qui est la science des écoulements de la matière.

Plusieurs facteurs importants doivent être pris en compte dans la conception des usines alimentaires pour garantir la qualité des produits finis.

Dans l'industrie laitière, en particulier, les caractéristiques des produits laitiers peuvent être partiellement altérées si l'on ne maîtrise pas leur écoulement.

II. Le suivi de la viscosité des jus de fruit lacté

Tous les résultats sont traités par le logiciel STAT.GRAPHIQUE

1. Tableau des mesures :

| Echantillons | taille des échantillons | | | | moyenne | max | Min | étendue |
|--------------|-------------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-------|-------|----------------|
| | x ₁ | x ₂ | x ₃ | x ₄ | | | | |
| 1 | 13,53 | 14,05 | 12,65 | 12,88 | 13,27 | 14,05 | 12,65 | 1,4 |
| 2 | 14,06 | 14,25 | 13,69 | 13,55 | 13,88 | 14,25 | 13,55 | 0,7 |
| 3 | 12,32 | 12,18 | 12,15 | 13,01 | 12,41 | 13,01 | 12,15 | 0,86 |
| 4 | 14,10 | 13,85 | 14,06 | 12,81 | 13,70 | 14,1 | 12,81 | 1,29 |
| 5 | 13,21 | 13,25 | 12,85 | 14,02 | 13,33 | 14,02 | 12,85 | 1,17 |
| 6 | 14,05 | 14,00 | 14,10 | 16,02 | 14,54 | 16,02 | 14,00 | 2,02 |
| 7 | 14,58 | 15,03 | 15,02 | 12,55 | 14,29 | 15,03 | 12,55 | 2,48 |
| 8 | 12,69 | 12,56 | 13,05 | 13,08 | 12,84 | 13,08 | 12,56 | 0,52 |
| 9 | 13,05 | 13,07 | 13,02 | 13,15 | 13,07 | 13,15 | 13,02 | 0,13 |
| 10 | 13,05 | 13,12 | 13,05 | 13,03 | 13,06 | 13,12 | 13,03 | 0,09 |
| 11 | 13,68 | 14,16 | 13,42 | 14,16 | 13,85 | 14,16 | 13,42 | 0,74 |
| 12 | 13,05 | 12,69 | 12,69 | 12,72 | 12,78 | 13,05 | 12,69 | 0,36 |
| 13 | 13,06 | 12,88 | 12,94 | 13,00 | 12,97 | 13,06 | 12,88 | 0,18 |
| 14 | 14,65 | 15,00 | 14,88 | 13,66 | 14,54 | 15,00 | 13,66 | 1,34 |
| 15 | 14,05 | 14,20 | 13,75 | 13,71 | 13,92 | 14,20 | 13,70 | 0,5 |
| 16 | 13,02 | 13,00 | 12,77 | 13,05 | 12,96 | 13,05 | 12,77 | 0,28 |
| | | | | Moyenne | 13,4675 | | | 0,87875 |

Tableau 6 : Les mesures de la viscosité des jus

Une série de mesure d'une même grandeur, on cherche à savoir si l'on peut considérer que ces mesures représentent une population sur laquelle la caractèrè mesuré (viscosité) est une variable aléatoire qui suit une loi normale.

Deux tests seront présentés :

- ❖ Test visuel de normalité : Histogramme.
- ❖ Test de normalité : test de Shapiro et Wilk.

Principe du test visuel :

Le premier test grossier que l'on pourra faire avant d'effectuer un test plus rigoureux (Shapiro et Wilk). On fera un histogramme en regroupant les données en classes.

❖ Règles de décisions

Les graphiques étant fait on regarde si on enveloppe correspond approximativement à une courbe en cloche, si oui le caractèrè mesuré suit une loi normale donc l'hypothèse de

normalité est vérifiée. Si non le caractère mesuré ne suit pas une loi normale donc l'hypothèse de normalité n'est pas vérifiée.

✚ Principe du test Shapiro et Wilk :

On formule les deux hypothèses suivantes :

- ✓ H0 : les données X_i forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.
- ✓ H1 : la distribution est significativement différente d'une loi normale.

Le test est fondé sur :

- Le calcul d'une quantité W_{obs}
- La comparaison de cette W_{obs} pour un risque donnée à une valeur W_α .
- W_α sera lu sur la table de Shapiro et Wilk.
- W_{obs} se calcul de la manière suivante :
 - Il faut classer les n mesure X_i par ordre croissant.

$$X_1 < X_2 < X_3 < \dots < X_n$$

- On calcul toutes les différences suivantes :

$$d_1 = X_n - X_1$$

$$d_2 = X_{n-1} - X_2$$

$$d_3 = X_{n-2} - X_3$$

$$d_i = X_{n-i+1} - X_i$$

On calcul W_{obs} de la manière suivante :

- \bar{X} : Moyenne de mesures avec : a_j sont des coefficients lus sur la table des coefficients, pour n donnée.
- On choisit un risque α (5% ou 1%) et on lit dans la table de Shapiro et Wilk le tableau de $W(\alpha, n)$.

$$W_{obs} = \frac{(\sum_{j=1}^{j=p} a_j d_j)^2}{\sum_{i=1}^{i=n} (X_i - \bar{X})^2}$$

❖ Règles de décisions

Si $W_{obs} > W(\alpha, n)$: On accepte H0

Si $W_{obs} \leq W(\alpha, n)$: On rejette H0

2. Résultats et discussion

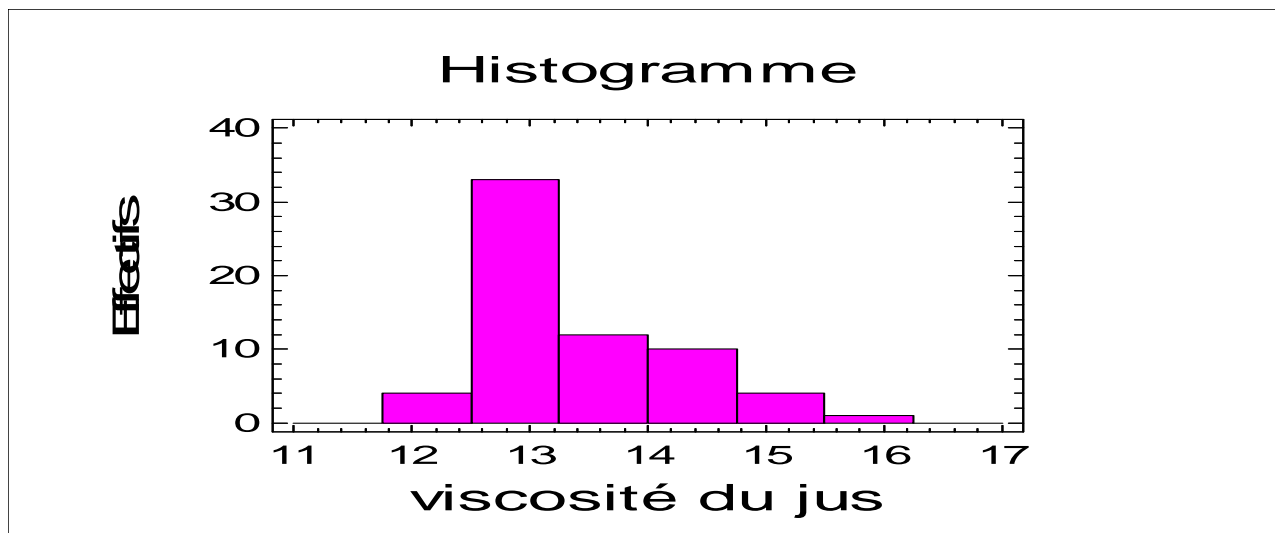


Figure 11 : Histogramme : viscosité des jus

L'histogramme est sous forme d'une cloche de Gauss on accepte l'hypothèse H0, la distribution des mesures n'est pas significativement différente d'une loi normale. Donc on peut effectuer la carte de contrôle.

❖ **Test Shapiro et Wilk**

On classe les données par ordre croissant :

12.41<12.78<12.84<12.96<12.97<13.06<13.07<13.27<13.33<13.70<13.85<13.92<14.29<14.54=14.54

$$\begin{aligned}
 d1 &= X_n - X_1 && \implies d1 = 14.54 - 12.41 = 2.13 \\
 d2 &= X_{n-1} - X_2 && \implies d2 = 14.54 - 12.78 = 1.76 \\
 d3 &= X_{n-2} - X_3 && \implies d3 = 14.29 - 12.84 = 1.45 \\
 d4 &= X_{n-1} - X_4 && \implies d4 = 13.92 - 12.96 = 0.96 \\
 d5 &= X_{n-2} - X_5 && \implies d5 = 13.85 - 13.06 = 0.79 \\
 d6 &= X_{n-1} - X_6 && \implies d6 = 13.70 - 13.07 = 0.63 \\
 d7 &= X_{n-2} - X_7 && \implies d7 = 13.33 - 13.27 = 0.06
 \end{aligned}$$

On a: $n = 15$

$$\bar{X} = 13.4675$$

Selon la table des coefficients (test de Shapiro et Wilk),

$$a1 = 0.5150$$

$$a_2=0.3306$$

$$a_3=0.2495$$

$$a_4=0.1878$$

$$a_5=0.1353$$

$$a_6=0.0880$$

$$a_7=0.0433$$

On calcul W_{obs}

$$W_{obs} = \frac{\varepsilon (0.5150+0.3306+0.2495+0.1878+0.1353+0.0880+0.0433)^2}{(12.41-13.46)^2 + (12.78-13.46)^2 + (12.84-13.46)^2 + (12.96-13.46)^2 + (12.97-13.46)^2 + (13.06-13.46)^2 + (13.07-13.46)^2 + (13.27-13.46)^2 + (13.33-13.46)^2 + (13.70-13.46)^2 + (13.85-13.46)^2 + (13.92-13.46)^2 + (14.29-13.46)^2 + (14.54-13.46)^2}$$

$$W_{obs} = \frac{2.4009}{(1.1025+0.4626+0.3844+0.25+0.24+0.16+0.1521+0.0361+0.0169+0.576+0.1521+0.2116+0.6889+1.08)}$$

$$W_{obs} = \frac{2.4009}{5.5132} \Rightarrow W_{obs} = 0.4354$$

Pour un risque $\alpha=5\%$, on lit dans la table de Shapiro et Wilk la valeur de $W(\alpha, 15)$: on trouve :

$$W(0.05, 15) = 0.835$$

Selon la règle de décision, on $W_{obs} > W(0.05, 15)$ donc on accepte l'hypothèse H_0 qui dit que les données forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.

Donc on peut effectuer la carte de contrôle.

❖ La carte de contrôle



Figure 12 : Carte de contrôle de la moyenne pour la viscosité des jus

✓ Calcul des limites de contrôles pour la moyenne :

$$\begin{aligned} \text{LSC} &= \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R} \\ \text{LIC} &= \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R} \end{aligned}$$

$\bar{\bar{X}} = 13.4675$ et $\bar{R} = 0.878$

Avec : $A_2 = 0.729$ selon la table des coefficients

Donc :

$\text{LSC} = 13.4675 + (0.729 * 0.878) \implies \text{LSC} = 14.11$

$\text{LIC} = 13.4675 - (0.729 * 0.878) \implies \text{LIC} = 12.83$

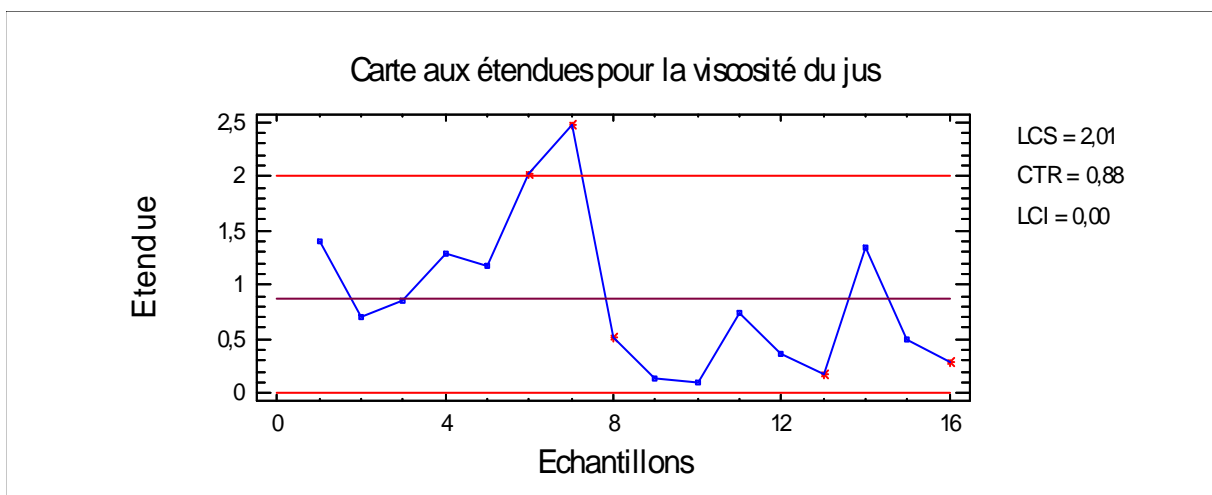


Figure 13 : Carte de contrôle des étendus pour la viscosité des jus

✓ Calcul des limites de contrôles pour l'étendue :

$$\begin{array}{l} LSC = D_4 \bar{R} \\ LIC = D_3 \bar{R} \end{array}$$

Avec $D_4 = 2.282$ et $D_3 = 0$

$$\begin{array}{ll} LSC = 2.282 * 0.878 & \Rightarrow LSC = 2.01 \\ LIC = 0 * 0.878 & \Rightarrow LIC = 0 \end{array}$$

3. Interprétation

- La viscosité moyenne est 13.47 s.
- La limite supérieure est 14.11 s.
- La limite inférieure est 12.83 s.

Le procédé de fabrication est donc sous contrôle

- L'étendue moyenne est 0.88 s.
- La limite inférieure est: 0 s.
- La limite supérieure est: 2.01 s.

Le procédé de fabrication est donc sous contrôle.

Chapitre 4 : Etude de la viscosité des jus par la méthodologie des plans d'expérience

Partie 1 : Criblage des facteurs

I. Objectif de l'étude

L'étude ici présentée est avant tout une étude dont l'objectif est de réduire les dimensions de l'espace étudié par la mise en œuvre de différentes techniques de criblage. Du jeu de données initial, 7 facteurs ont été retenus comme potentiellement influents sur les réponses, donc susceptibles de varier dans un intervalle d'intérêt, tous les autres facteurs étant fixés à leur valeur nominal. L'espace considéré dans cette étude comporte donc 7 dimension.

Les facteurs à étudiés sont :

- La nature du lait.
- La nature de la pectine.
- Le taux de la pectine.
- Température de la réhydratation.
- Temps de la réhydratation.
- Température de l'eau.
- Température de pasteurisation.

5. Etude de criblage

Rappelons qu'une étude de criblage peut être définie comme une étape permettant de repérer rapidement dans un grand nombre (k) de facteurs potentiellement influents, les quelques facteurs (f) qui le sont effectivement dans un domaine expérimental fixé.

Cette étude va permettre de déterminer le "poids" de chaque niveau de chaque facteur, pour ensuite les classer par ordre d'importance. Selon le principe de "Pareto".

6. Déterminer les niveaux des facteurs

| Facteurs | nature du lait | nature de la pectine | % de la pectine | T°C de réhydratation | temps de réhydratation | T°C de l'eau | T°C de pasteurisation |
|-------------|----------------|----------------------|-----------------|----------------------|------------------------|--------------|-----------------------|
| niveau (-1) | écrémé 0% | 1 | 2,1 | 70°C | 1h | 70°C | 85°C |
| niveau (+1) | lait en p 1% | 2 | 2,3 | 80°C | 3h | 80°C | 95°C |

Tableau 7 : Les niveaux des facteurs

La détermination des niveaux des facteurs est une opération délicate qui nécessite une connaissance assez élevée par rapport au processus de fabrication ainsi que les différentes caractéristiques du produit.

7. La matrice d'Hadamard :

Les matrices d'expériences de criblage les plus connues pour des facteurs à 2 niveaux sont les matrices d'Hadamard ou de Plackett et Burman (1946).

Dans notre cas, la matrice d'expériences de screening optimale, réalisée pour estimer les poids des 7 facteurs à 2 niveaux en un minimum d'essais, est une matrice d'Hadamard à

N = 8 expériences.

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|---|---|---|---|----|---|----|----|
| 1 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 | -1 |

| | | | | | | | |
|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 2 | -1 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 |
| 3 | -1 | -1 | 1 | 1 | 1 | -1 | 1 |
| 4 | 1 | -1 | -1 | 1 | 1 | 1 | -1 |
| 5 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 | 1 | 1 |
| 6 | 1 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 | 1 |
| 7 | 1 | 1 | -1 | 1 | -1 | -1 | 1 |
| 8 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 | -1 |

Tableau 8 : Matrice d'HADAMARD

II. Matériel et méthode

❖ Mode opératoire

✚ Préparation du jus

Dans un mélangeur mettre :

- ✓ Préparation de la solution hydrocoloidale:
 - **I2** 300g.
 - **I2** 6.8g
 - **I3** 7.5g
 - **I4** 15 g
- ✓ Préparation de la solution du fruit
 - **I1** 270g
 - **I4** 60g
 - **I5** 40g

Dans une carafe mettre 300 g du lait (écrémé 0% ou lait en poudre reconstitué 1%), ajouter la solution hydrocoloidale, en agitant, ajouter à la fin le mélange contenant le fruit.

Ajouter l'acide citrique jusqu'à l'obtention du pH=4.

✚ La pasteurisation

On met les carafes dans un bain-marie à la température voulue (85°C – 95°C) pendant 10min.

✚ Le refroidissement

Après la fin de la pasteurisation, on fait sortir les carafes et on les laisse refroidir au réfrigérateur à une température inférieure à 15°C.

La mesure de la viscosité

On utilise un viscosimètre qu'on remplit avec le produit et on mesure le temps d'écoulement à l'aide d'un chronomètre. On refait la mesure 3 fois et on prend la moyenne des résultats :

III. Résultats obtenus

Après avoir effectué les huit expériences et avoir mesuré soigneusement leurs réponses, on fait entrer ces dernières au plan d'expérimentation ou bien à la matrice d'expériences. Les résultats obtenus sont traité par le logiciel **Nemrodw**.

Le tableau ci-après représente la planification des expériences telle qu'elle à été donné par le logiciel, ainsi que les réponses enregistré :

❖ Plan d'expérimentation

Après avoir obtenu le plan d'expérimentation, on exécute les expériences en suivant le même mode opératoire précédemment cité et on enregistre les résultats au logiciel **Nemrodw**.

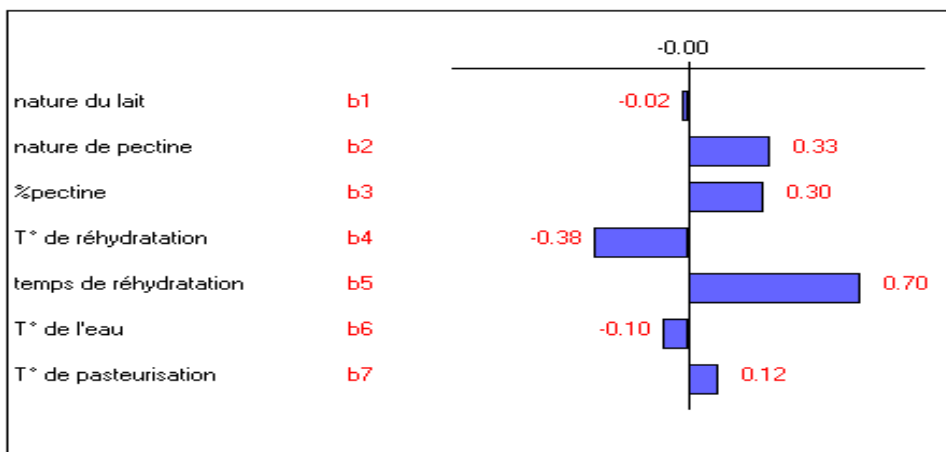
La répartition des expériences est donnée dans le tableau suivant :

| N°Ex p | nature du lait | nature de la pectine | Le taux de la pectine | T° de réhydratation | temps de réhydratation | T° de l'eau | T° de pasteurisation | Temps d'écoulement |
|--------|----------------|----------------------|-----------------------|---------------------|------------------------|-------------|----------------------|--------------------|
| 1 | lait en p 1% | 2 | 2,3 | 70 | 3h | 70 | 85 | 14s:35 |
| 2 | lait écrémé 0% | 2 | 2,3 | 80 | 1h | 80 | 85 | 12s:04 |
| 3 | lait écrémé 0% | 1 | 2,3 | 80 | 3h | 70 | 95 | 13s:22 |
| 4 | lait en p 1% | 1 | 2,1 | 80 | 3h | 80 | 85 | 12s:12 |
| 5 | lait écrémé 0% | 2 | 2,1 | 70 | 3h | 80 | 95 | 13s:83 |
| 6 | lait en p 1% | 1 | 2,3 | 70 | 1h | 80 | 95 | 12s:34 |
| 7 | lait en p 1% | 2 | 2,1 | 80 | 1h | 70 | 95 | 11s:83 |

| | | | | | | | | |
|---|----------------------|---|-----|----|----|----|----|--------|
| 8 | lait écrémé 0% | 1 | 2,1 | 70 | 1h | 70 | 85 | 11s:74 |
|---|----------------------|---|-----|----|----|----|----|--------|

Tableau 9: Planification des expériences

❖ Etude graphique des effets des facteurs



L'étude graphique montre que le temps de réhydratation est le facteur qui influe le plus la viscosité ($b_5 = 0.70$), suivi la température de réhydratation ($b_4 = -0.38$) ensuite la nature de la pectine ($b_2 = 0.33$), et le taux de la pectine ($b_3 = 0.30$).

Le diagramme de Pareto appuie les résultats donnés par le diagramme des effets en classant les facteurs selon leur contribution dans la variation de la réponse et permet de dégager les facteurs les plus influents.

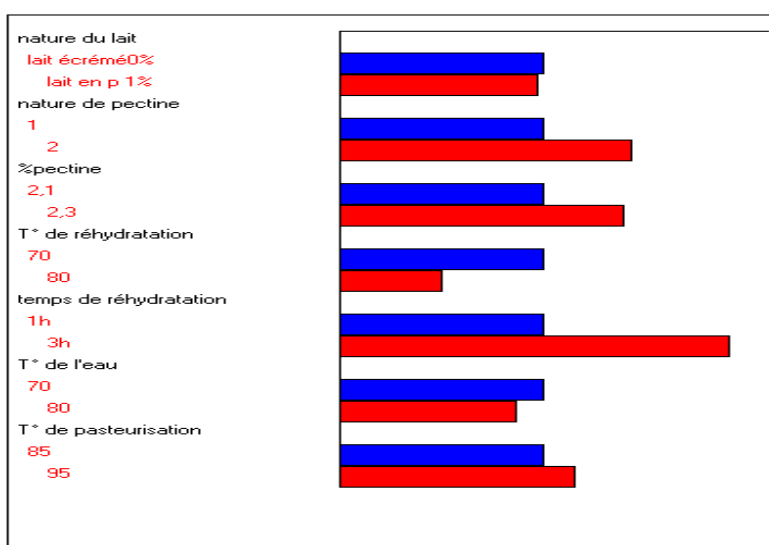
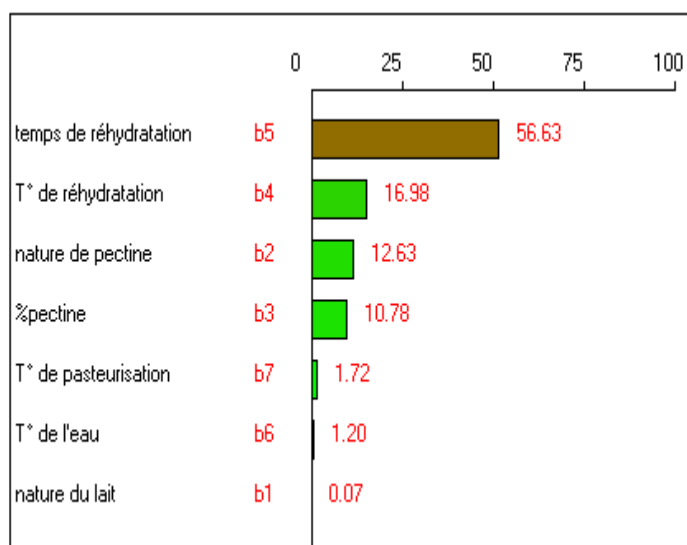


Figure 14 : Effets Pareto individuels et cumulés

La loi de Pareto dit que 80% des effets sont dus à 20% des causes. Ainsi, le temps de réhydratation, la température de réhydratation, la nature de la pectine et le taux de la pectine sont les facteurs qui influencent à plus de 80% la viscosité.

En se basant sur la loi de Pareto,

- Le temps de réhydratation.
- La température de réhydratation.
- La nature de la pectine.
- Le taux de la pectine.

S'avèrent être les facteurs qui influent le plus la viscosité.

Partie 2 : Etude de la viscosité et le goût des jus

La société cherche à améliorer la viscosité des jus, en utilisant une autre pectine moins chère et avec des concentrations inférieures à celle utilisées habituellement (la pectine 2), il est donc souhaitable d'étudier, comme paramètre le taux de la pectine qui entre dans la fabrication du jus.

Dans ce cas, on a choisi un plan de surface de réponse pour l'optimisation de la viscosité et le goût des jus.

Connaissant maintenant les facteurs influents, nous pouvons les étudier d'une façon plus fine. Dans le cas de notre étude, on a fait appel à un plan de Box-Behnken.

I. Objectif de l'étude

Etudier en détail les effets de trois facteurs potentiellement influents ainsi que les effets des différentes interactions sur la viscosité et le goût d'un jus de fruit lacté.

Pour le goût la réponse étant qualitative, la mesure doit se faire à l'aide d'un système de notation fait par un comité de dégustation constitué d'au moins 5 personnes qui donnent leurs avis indépendamment les uns des autres.

Ce qui nous intéresse, dans cette partie de l'étude, est de connaître en n'importe quel point du domaine expérimental d'intérêt la valeur de la réponse expérimentale.

Connaissant ceci, il est très facile ensuite de déterminer la zone la plus intéressante que nous désignons par le terme : **zone compromis acceptable**.

On cherche à pouvoir prévoir en tout point intérieur au domaine expérimental la valeur de la réponse sans être obligé d'effectuer l'expérience.

Cette partie de l'outil méthodologique est appelée **méthodologie des surfaces de réponse**.

III. Résultats obtenus

❖ Le modèle

$$Y = b_0 + b_1 \cdot X_1 + b_2 \cdot X_2 + b_3 \cdot X_3 + b_{11} \cdot (X_1 \cdot X_1) + b_{22} \cdot (X_2 \cdot X_2) + b_{33} \cdot (X_3 \cdot X_3) + b_{12} \cdot (X_1 \cdot X_2) + b_{13} \cdot (X_1 \cdot X_3) + b_{23} \cdot (X_2 \cdot X_3)$$

Il s'agit d'un modèle polynomial de deuxième degré

❖ Caractéristiques du problème

| Objectif de l'étude | Etude dans un domaine expérimental : surface de réponse |
|------------------------|---|
| Nombre de variable | 3 |
| Nombre d'expérience | 15 |
| Nombre de coefficients | 10 |
| Nombre de réponse | 2 |

Tableau 10 : Caractéristique du problème

Notre choix s'est porté sur le plan de Box-Behnken pour sa compatibilité avec les conditions expérimentales de notre étude ainsi que pour ses différents avantages notamment :

- Un nombre raisonnable d'expériences.
- Un réglage facile des différents paramètres.
- La possibilité de séquentialité.

L'étude porte sur trois facteurs, ce qui nécessite la réalisation de 15 essais (y compris 3 points au centre du domaine) pour la détermination des dix coefficients du modèle mathématique postulé.

❖ **Domaine expérimental**

| Facteur | Unité | Centre | Pas de variation |
|------------------------------|-------|--------|------------------|
| Taux de pectine | % | 2.2 | 0.2 |
| Temps de réhydratation | Min | 60 | 30 |
| Température de réhydratation | °C | 70 | 10 |

Tableau 11 : Domaine expérimental

Après avoir obtenu le plan d'expérimentation, on exécute les expériences en suivant le même mode opératoire précédemment cité et on enregistre les résultats au logiciel Nemrodw.

La répartition des expériences est donnée dans le tableau suivant :

❖ **Plan d'expérimentation**

| N°Exp | Temps | Température | Taux de la pectine | Temps d'écoulement | Gout |
|-------|-------|-------------|--------------------|--------------------|------|
| | Min | °C | % | Sec | |
| 1 | 30 | 60 | 2.2 | 9 | 4 |
| 2 | 90 | 60 | 2.2 | 16:14 | 5 |
| 3 | 30 | 80 | 2.2 | 11 | 3 |
| 4 | 90 | 80 | 2.2 | 13:95 | 3 |
| 5 | 30 | 70 | 2.0 | 9:60 | 3 |
| 6 | 90 | 70 | 2.0 | 15:03 | 3 |
| 7 | 30 | 70 | 2.4 | 12:42 | 5 |
| 8 | 90 | 70 | 2.4 | 17:15 | 5 |
| 9 | 60 | 60 | 2.0 | 10:10 | 3 |
| 10 | 60 | 80 | 2.0 | 20:85 | 3 |
| 11 | 60 | 60 | 2.4 | 16:31 | 5 |
| 12 | 60 | 80 | 2.4 | 15:63 | 3 |
| 13 | 60 | 70 | 2.2 | 20:21 | 4 |
| 14 | 60 | 70 | 2.2 | 19:58 | 4 |
| 15 | 60 | 70 | 2.2 | 19:24 | 4 |

Tableau 12: Plan d'expérimentation

❖ **Validation du modèle mathématique postulé**

✚ Pour la viscosité

➤ *L'analyse de la variance*

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

| | |
|-----------------------------|-------|
| Ecart Type de la réponse | 0.492 |
| R2 | 0.929 |
| R2A | 0.803 |
| Nombre de degrés de liberté | 5 |

- ✓ La variation due à la régression.
- ✓ Erreur expérimentale.

| Source de variation | Somme des carrés | Degrés de liberté | Carré moyen | Rapport | Signif |
|---------------------|------------------|-------------------|-------------|---------|---------|
| Régression | 205.5941 | 9 | 22.8438 | 94.3049 | 0.955** |
| Résidus | 15.5938 | 5 | 3.1188 | | |
| Validité | 15.1094 | 3 | 5.0365 | 20.7918 | 4.56* |
| Erreur | 0.4845 | 2 | 0.2422 | | |
| Total | 221.1879 | 14 | | | |

Tableau 13 : Analyse de la variance : réponse Y1 : Viscosité

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Le coefficient de détermination*

Tableau 14 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1 : viscosité

Le coefficient de détermination est égal à 0.929, ce qui signifie que 92.9% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable mais le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

➤ **Les résidus**

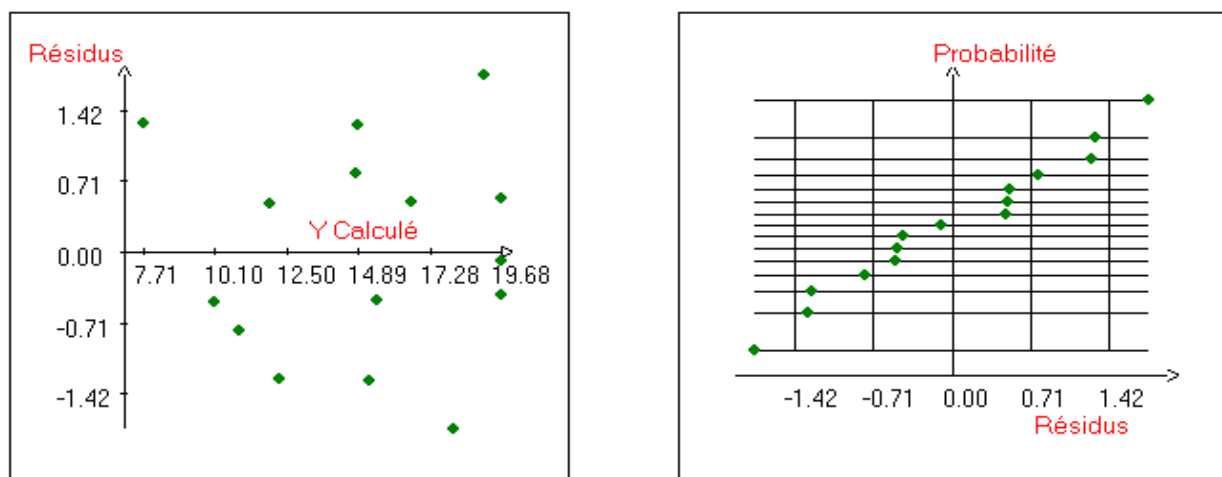


Figure 15 : Etude des résidus de la réponse Y1 : viscosité

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour de zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

❖ **La signification des coefficients du modèle**

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui sont significativement différents de zéro et qui reflètent les effets des facteurs correspondants.

| Nom | Coefficient | Ecart-Type | t.exp. | Signif. % |
|-----|-------------|------------|--------|------------|
| b0 | 19.677 | 0.284 | 69.25 | 0.0204 *** |
| b1 | 2.531 | 0.174 | 14.55 | 0.302 ** |

| | | | | |
|-----|--------|-------|--------|----------|
| b2 | 1.235 | 0.174 | 7.10 | 1.59 * |
| b3 | 0.741 | 0.174 | 4.26 | 4.84 * |
| b11 | -4.663 | 0.256 | -18.21 | 0.186 ** |
| b22 | -2.491 | 0.256 | -9.72 | 0.762 ** |
| b33 | -1.463 | 0.256 | -5.71 | 2.59 * |
| b12 | -1.048 | 0.246 | -4.26 | 4.85 * |
| b13 | -0.175 | 0.246 | -0.71 | 55.1 |
| b23 | -2.858 | 0.246 | -11.61 | 0.505 ** |

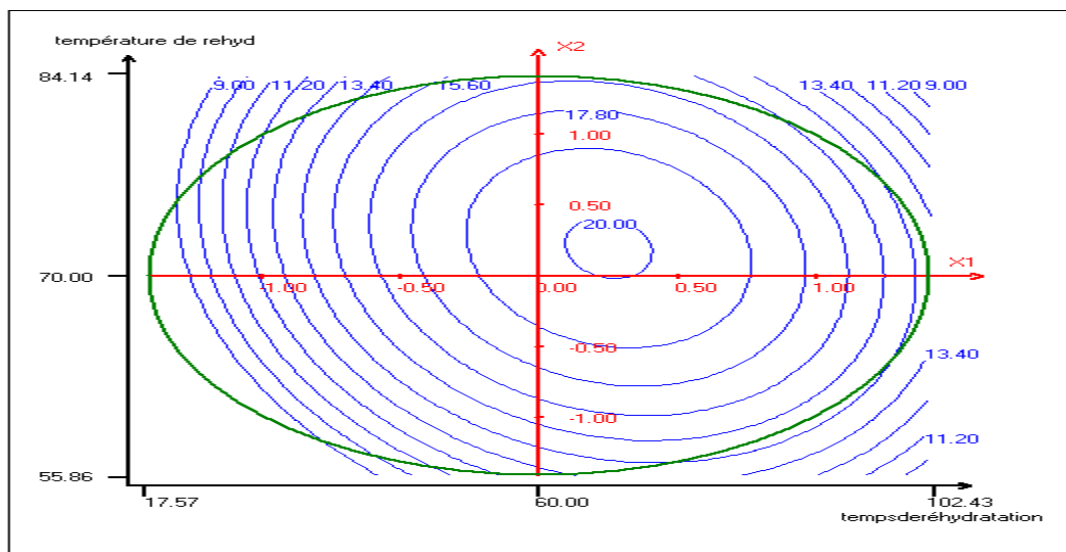
Tableau 15 : Estimation des coefficients du modèle

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

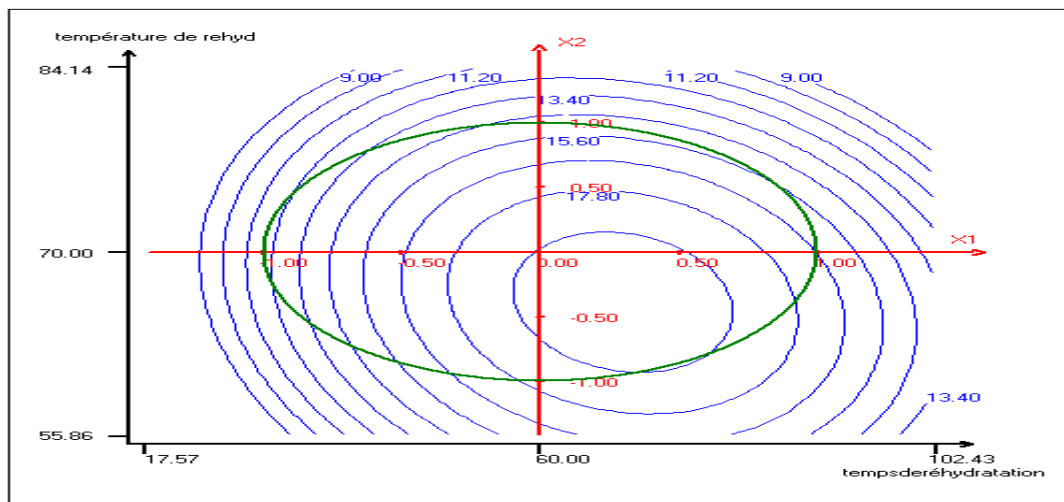
Les deux coefficients b1 et b2 sont significativement différents de zéro ; ces deux facteurs correspondants (la température de la réhydratation et le temps de réhydratation) sont influents sur le champ d'écoulement du produit.

Pour améliorer le modèle, il faut éliminer les coefficients qui ne sont pas significativement différents de zéro et vérifier la validité du modèle par la suite.

❖ Etude graphique en 2D



**Figure 16 : Variation de la réponse – Viscosité dans le plan : (temps, Température)
Facteur fixe : Taux de la pectine = 2.2 %**



**Figure 17 : Variation de la réponse - Viscosité dans le plan : (temps, Température)
facteur fixe : Taux de la pectine = 2.4 %**

Pour atteindre une viscosité optimale il faut mener le réglage à :

- Une température comprise entre 60°C et 70°C.
- Une durée de temps suffisante jusqu'à 90min.

✚ Pour le goût :

➤ *L'analyse de la variance*

| Source de variation | Somme des carrés | Degrés de liberté | Carré moyen | Rapport | Signif |
|---------------------|------------------|-------------------|-------------|---------|--------|
| Régression | 9.6500 | 9 | 1.0722 | 7.1481 | 2.34 * |
| Résidus | 0.7500 | 5 | 0.1500 | | |
| Total | 10.4000 | 14 | | | |

Tableau 17 : Analyse de la variance : réponse Y2 : goût

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

➤ *Le coefficient de détermination*

Tableau 18 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2: goût

Le coefficient de détermination est égal à 0.928, ce qui signifie que 92.8% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable mais le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

| | |
|-----------------------------|-------|
| Ecart Type de la réponse | 0.387 |
| R2 | 0.928 |
| R2A | 0.798 |
| Nombre de degrés de liberté | 5 |

➤ *Les résidus*

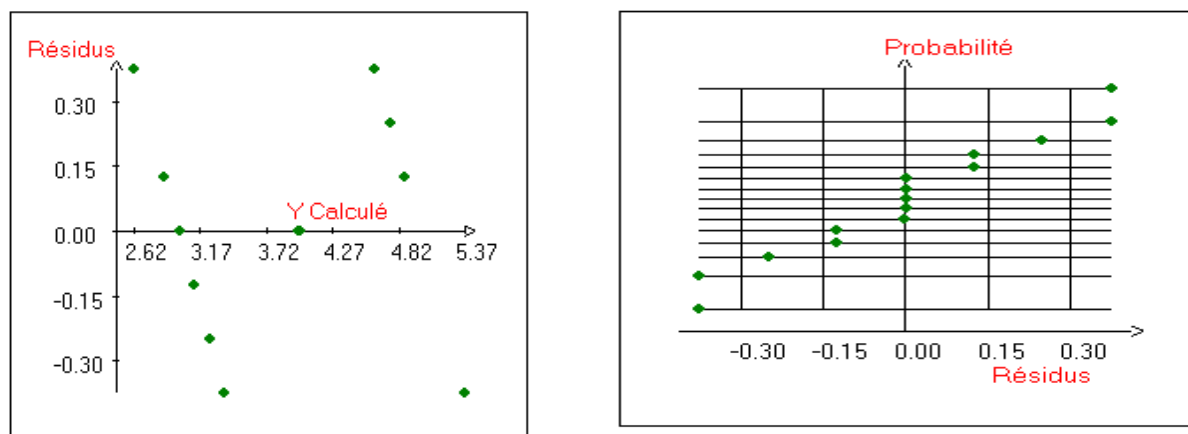


Figure 18: Etude des résidus de la réponse Y2 : goût

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autour de zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

❖ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui sont significativement différents de zéro et qui reflètent les effets des facteurs correspondants :

| Nom | Coefficient | Ecart-Type | t.exp. | Signif. % |
|-----|-------------|------------|--------|------------|
| b0 | 4.000 | 0.224 | 17.89 | < 0.01 *** |
| b1 | 0.125 | 0.137 | 0.91 | 40.6 |
| b2 | -0.625 | 0.137 | -4.56 | 0.662 ** |
| b3 | 0.750 | 0.137 | 5.48 | 0.331 ** |
| b11 | 0.125 | 0.202 | 0.62 | 56.6 |
| b22 | -0.375 | 0.202 | -1.86 | 12.0 |
| b33 | -0.125 | 0.202 | -0.62 | 56.6 |
| b12 | -0.250 | 0.194 | -1.29 | 25.3 |
| b13 | 0.000 | 0.194 | 0.00 | 100.0 |
| b23 | -0.500 | 0.194 | -2.58 | 4.88 * |

Tableau 19 :
Estimation des coefficients du modèle

D'après l'analyse de ce tableau, on

peut déduire que :

Le coefficient b3 est significativement différent de zéro ; ce facteur correspondant (le taux de pectine) est influent sur le goût des jus.

Pour améliorer le modèle, il faut éliminer les coefficients qui ne sont pas significativement différents de zéro et vérifier la validité du modèle par la suite.

❖ Etude graphique en 2D

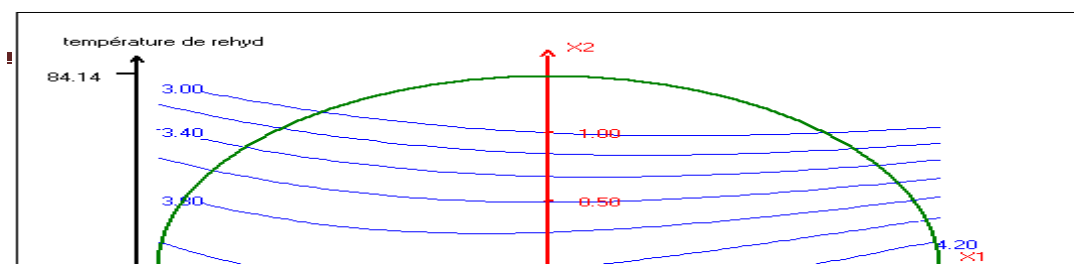


Figure 20 : Variation de la réponse – gout dans le plan : (temps, Température) Facteur fixe : Taux de la pectine = 2.2 %

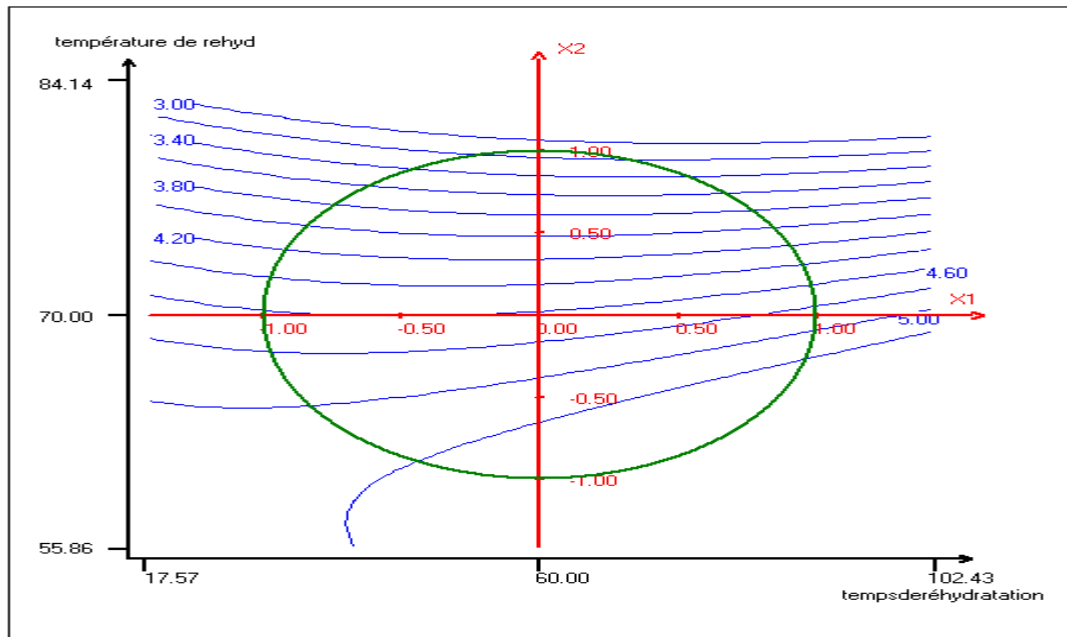


Figure 21 : Variation de la réponse – gout dans le plan : (temps, Température) Facteur fixe : Taux de la pectine = 2.4 %

IV. Conclusion

Pour atteindre l'objectif d'optimisation de la viscosité des jus de fruits lactés, il faut améliorer le modèle mathématique postulé.

Après la validation du modèle, l'utilisation d'un plan de surface de réponse permettra de :

- Déterminer la zone de compromis acceptable dans laquelle l'objectif est visé est atteint.
- Connaitre la valeur de la réponse en n'importe quel point du domaine expérimental.
- Prévoir, par la suite, la réponse expérimentale sans savoir effectuer l'expérience.

Le résultat final montre que la nouvelle pectine utilisé par la société donne les mêmes résultats que la pectine utilisé habituellement.

Conclusion

A l'issue de ce travail de terrain (stage en usine), les principaux résultats auxquels nous avons abouti, grâce à l'utilisation de la méthode des plans d'expériences, se présentent comme suit :

Tout d'abord nous avons réussi à déterminer les facteurs influençant sur la viscosité des jus en utilisant le plan de criblage.

L'étude nous a montré qu'il ya seulement trois facteurs influençant sur la viscosité des jus tel que :

- Le taux de la pectine,
- La température de réhydratation

- Le temps de réhydratation.

Ensuite, l'industrie a décidé d'utiliser une nouvelle pectine moins chère, ce qui nous a mené à la fabrication d'un jus de fruit lacté répondant aux exigences prédéfinies par l'industriel avec un temps d'écoulement appartenant à l'intervalle [15s ; 17s] et un goût appréciable.

C'est grâce au plan de surface de réponse comme autre outil d'analyse, on pourrait déterminer facilement les conditions opératoires (réglages) permettant d'atteindre la valeur du temps d'écoulement et le goût choisie comme réponses avec la pectine choisi par l'industrie.

Le réglage qui permet d'atteindre cet objectif est le suivant :

- Le taux de la pectine : 2.4%.
- Température de réhydratation : 60 à 70°C.
- Temps de réhydratation : 90min maximum.

L'avantage de la méthode poursuivie réside dans la possibilité de prévision des réponses expérimentales sans avoir réaliser des expériences.

Ces résultats obtenus peuvent permettre à la société :

- Un gain sur les prix de reviens en utilisant la formule optimisée, résultats de ce travail.
- Elaboration d'un diagramme de fabrication qui permet d'avoir une répétabilité de la qualité souhaitée.
- Réduction des non conformités internes dues au non maitrise de processus de fabrication du produit.
- Obtention d'un produit avec une texture et un goût meilleur.

Il faut signaler que ces résultats doivent être vérifiés à l'échelle du processus, car les conditions opératoires sont différentes de celle rencontrées au sein du laboratoire.

Nous pouvons conclure de ce travail que l'utilisation de la méthode des plans d'expériences a plusieurs avantages dont les principaux sont :

- ✓ Tirer le maximum d'informations à partir du minimum d'essais.
- ✓ Avoir une stratégie d'essais : essais planifiés.
- ✓ Précision et optimisation facile des résultats.
- ✓ Interprétation graphique simple.
- ✓ Révélation des interactions entre les paramètres.
- ✓ Conclusions fiables.
- ✓ Amélioration de la qualité des produits et des procédés.
- ✓ Optimisation du nombre, du temps et du cout des essais.
- ✓ Acquisition du savoir-faire.

Enfin au niveau de la qualification personnelle, le stage en entreprise est une occasion d'ouverture de l'université sur l'environnement économique et social. Il offre au stagiaire l'opportunité de confronter le savoir académique à la réalité du monde professionnel et des rapports sociaux.

D'une part, il permet au stagiaire de travailler d'une manière plus méthodique, l'initier à la maîtrise et à la gestion du temps et le qualifier par conséquent pour accéder au monde du travail dans des conditions plus avantageuses.

D'autre part, le travail au sein d'une équipe améliore considérablement les rapports d'échange et de communication.

Bibliographie

- http://eduscol.education.fr/rnchimie/math/triboulet/plans_experiences.pdf
- <http://www.modulad.fr/archives/numero-34/Goupy-34/goupy-34.pdf>
- <http://eduscol.education.fr/rnchimie/math/benichou/cours/part2/part2.htm>
- <http://www.scribd.com/doc/49326797/plan-d-experience-synthse>
- <http://juan.rosas.free.fr/pdfs/plan.pdf>
- http://archive.numdam.org/ARCHIVE/RSA/RSA_1990__38_4/RSA_1990__38_4_5_0/RSA_1990__38_4_5_0.pdf
- http://fr.wikipedia.org/wiki/Carte_de_contr%C3%B4le
- http://web-serv.univ-angers.fr/docs/etudquassi/MP07_12.pdf
- Cours plans d'expériences, Master Chimométrie et Analyses chimiques

- Introduction aux plans d'expérience par la méthode TAGUCHI de Maurice PILLET, deuxième édition, les éditions d'organisation 1994.
- Plan d'expériences pour surface de réponse de Jacques GOUPY, édition DUNOD 1999.
- Les plans d'expériences de l'expérimentation à l'assurance qualité de Giller SADO et Marie-christine SADO. Edition AFNOR Technique 1991.

Annexe

Coefficient du test de Shapiro & Wilk

| | | n | | | | | | | | |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--|
| i | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | |
| 1 | 0.7070 | 0.7071 | 0.6872 | 0.6646 | 0.6431 | 0.6233 | 0.3052 | 0.5888 | 0.5739 | |
| 2 | | 0.0000 | 0.1677 | 0.2413 | 0.2806 | 0.3031 | 0.3164 | 0.3244 | 0.3291 | |
| 3 | | | | 0.0000 | 0.0875 | 0.1401 | 0.1743 | 0.1976 | 0.2141 | |
| 4 | | | | | | 0.0000 | 0.0561 | 0.0947 | 0.1224 | |
| 5 | | | | | | | | 0.0000 | 0.0399 | |

| | | n | | | | | | | | | |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--|
| i | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | |
| 1 | 0.5601 | 0.5475 | 0.5359 | 0.5251 | 0.5150 | 0.5056 | 0.4968 | 0.4886 | 0.4808 | 0.4734 | |
| 2 | 0.3315 | 0.3325 | 0.3325 | 0.3318 | 0.3306 | 0.3290 | 0.3272 | 0.3253 | 0.3232 | 0.3211 | |
| 3 | 0.2260 | 0.2347 | 0.2412 | 0.2460 | 0.2495 | 0.2521 | 0.2540 | 0.2553 | 0.2561 | 0.2565 | |
| 4 | 0.1429 | 0.1586 | 0.1707 | 0.1802 | 0.1878 | 0.1939 | 0.1988 | 0.2027 | 0.2059 | 0.2085 | |
| 5 | 0.0695 | 0.0922 | 0.1099 | 0.1240 | 0.1353 | 0.1447 | 0.1524 | 0.1587 | 0.1641 | 0.1686 | |
| 6 | 0.0000 | 0.0303 | 0.0539 | 0.0727 | 0.0880 | 0.1005 | 0.1109 | 0.1197 | 0.1271 | 0.1334 | |
| 7 | | | 0.0000 | 0.0240 | 0.0433 | 0.0593 | 0.0725 | 0.0837 | 0.0932 | 0.1013 | |
| 8 | | | | | 0.0000 | 0.0196 | 0.0359 | 0.0496 | 0.0612 | 0.0711 | |
| 9 | | | | | | | 0.0000 | 0.0163 | 0.0303 | 0.0422 | |
| 10 | | | | | | | | | 0.0000 | 0.0140 | |

| | | n | | | | | | | | | |
|----|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--|
| i | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 | 26 | 27 | 28 | 29 | 30 | |
| 1 | 0.4643 | 0.4590 | 0.4552 | 0.4493 | 0.4450 | 0.4407 | 0.4366 | 0.4328 | 0.4291 | 0.4254 | |
| 2 | 0.3185 | 0.3156 | 0.3126 | 0.3098 | 0.3069 | 0.3043 | 0.3018 | 0.2992 | 0.2968 | 0.2944 | |
| 3 | 0.2578 | 0.2571 | 0.2563 | 0.2554 | 0.2543 | 0.2533 | 0.2522 | 0.2510 | 0.2499 | 0.2487 | |
| 4 | 0.2119 | 0.2131 | 0.2139 | 0.2145 | 0.2148 | 0.2151 | 0.2152 | 0.2151 | 0.2150 | 0.2148 | |
| 5 | 0.1737 | 0.1764 | 0.1787 | 0.1807 | 0.1822 | 0.1836 | 0.1848 | 0.1857 | 0.1864 | 0.1870 | |
| 6 | 0.1399 | 0.1443 | 0.1480 | 0.1512 | 0.1539 | 0.1563 | 0.1584 | 0.1601 | 0.1616 | 0.1630 | |
| 7 | 0.1092 | 0.1150 | 0.1201 | 0.1245 | 0.1283 | 0.1316 | 0.1346 | 0.1372 | 0.1395 | 0.1415 | |
| 8 | 0.0804 | 0.0878 | 0.0941 | 0.0997 | 0.1046 | 0.1089 | 0.1128 | 0.1162 | 0.1192 | 0.1219 | |
| 9 | 0.0530 | 0.0618 | 0.0696 | 0.0764 | 0.0823 | 0.0876 | 0.0923 | 0.0965 | 0.1002 | 0.1036 | |
| 10 | 0.0263 | 0.0368 | 0.0459 | 0.0539 | 0.0610 | 0.0672 | 0.0728 | 0.0778 | 0.0822 | 0.0962 | |
| 11 | 0.0000 | 0.0122 | 0.0228 | 0.0321 | 0.0403 | 0.0476 | 0.0540 | 0.0598 | 0.0650 | 0.0697 | |
| 12 | | | 0.0000 | 0.0107 | 0.0200 | 0.0284 | 0.0358 | 0.0424 | 0.0483 | 0.0537 | |
| 13 | | | | | 0.0000 | 0.0094 | 0.0178 | 0.0253 | 0.0320 | 0.0381 | |
| 14 | | | | | | | 0.0000 | 0.0084 | 0.0159 | 0.0227 | |
| 15 | | | | | | | | | 0.0000 | 0.0076 | |

Valeur critique de SHAPIRO-WILK

| n | 1 - α | | | | | | | | |
|----|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.10 | 0.50 | 0.90 | 0.95 | 0.98 | 0.99 |
| 3 | 0.753 | 0.756 | 0.767 | 0.789 | 0.959 | 0.998 | 0.999 | 1.000 | 1.000 |
| 4 | 0.687 | 0.707 | 0.748 | 0.792 | 0.935 | 0.987 | 0.992 | 0.996 | 0.997 |
| 5 | 0.686 | 0.715 | 0.762 | 0.806 | 0.927 | 0.979 | 0.986 | 0.991 | 0.993 |
| 6 | 0.713 | 0.743 | 0.788 | 0.826 | 0.927 | 0.974 | 0.981 | 0.986 | 0.989 |
| 7 | 0.730 | 0.760 | 0.803 | 0.838 | 0.928 | 0.972 | 0.979 | 0.985 | 0.988 |
| 8 | 0.740 | 0.770 | 0.810 | 0.851 | 0.928 | 0.970 | 0.976 | 0.981 | 0.985 |
| 9 | 0.748 | 0.778 | 0.815 | 0.858 | 0.928 | 0.970 | 0.976 | 0.981 | 0.985 |
| 10 | 0.753 | 0.783 | 0.818 | 0.863 | 0.928 | 0.970 | 0.976 | 0.981 | 0.985 |

| | | | | | | | | | |
|----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 44 | 0,924 | 0,933 | 0,944 | 0,952 | 0,973 | 0,985 | 0,987 | 0,990 | 0,991 |
| 45 | 0,926 | 0,934 | 0,945 | 0,953 | 0,973 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |
| 46 | 0,927 | 0,935 | 0,945 | 0,953 | 0,974 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |
| 47 | 0,928 | 0,936 | 0,946 | 0,954 | 0,974 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |
| 48 | 0,929 | 0,937 | 0,947 | 0,954 | 0,974 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |
| 49 | 0,929 | 0,937 | 0,947 | 0,955 | 0,974 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |
| 50 | 0,930 | 0,938 | 0,947 | 0,955 | 0,974 | 0,985 | 0,988 | 0,990 | 0,991 |