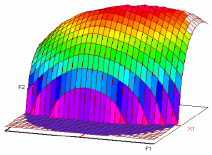
Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma

Année Universitaire : 2009-2010



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Evaluation et comparaison statistique de deux méthodes d'analyse microbiologique
Etude statistique du procédé mouture des graines de caroube

Présenté par:

AGOURAM Naima

Encadré par:

- Mme SABLAOU Laila	**SBI MAROC**
- Mme EZZAKI Fatima	**FST Fès**

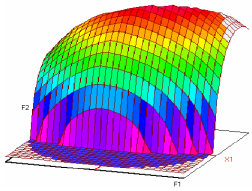
Soutenu Le 22 Juin 2010 devant le jury composé de:

-Mme F. EZZAKI	PES FST Fès
-Mr. M. IJJAALI	PES FST Fès
- Mr. E. H. ALILOU	PES FST Fès
-Mr. A. LHASSANI	PES FST Fès
- Mr. A. LAZRAK	Directeur Général SBI
- Mme L. SABLAOU	Responsable Qualité SBI

Stage effectué à : SBI MAROC

Faculté des Sciences et Techniques - Fès
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82 14

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: AGOURAM Naima

Année Universitaire : 2009/2010

Titre: Evaluation et comparaison statistique de deux méthodes d'analyse microbiologique. Etude statistique du procédé mouture des graines de caroube.

Résumé

Ce rapport présente le travail que j'ai effectué lors de mon stage au sein de la société Systems Bio-Industries SBI MAROC. Il s'agit de deux sujets différents, d'une comparaison statistique entre deux méthodes d'analyse microbiologique et d'une étude statistique du procédé mouture des graines de caroube.

Le premier sujet est basé dans un premier temps sur la comparaison des écarts types de huit niveaux de contamination, suivie d'une comparaison des écarts de répétabilité des deux méthodes et dans un second temps sur la comparaison de leurs moyennes appariées. Les comparaisons effectuées sont :

- Une comparaison entre la méthode utilisée par le laboratoire et la méthode ISO pour le dénombrement des levures et moisissures.
- Une comparaison entre la méthode utilisée par le laboratoire et la méthode ISO pour le dénombrement de la flore totale.
- Une comparaison entre la méthode utilisée par le laboratoire et la méthode JECFA pour le dénombrement des levures et moisissures.

Le deuxième sujet consiste à vérifier le fonctionnement des moulins du procédé mouture des graines de caroube tout en contrôlant la granulométrie de la farine de caroube et à chercher s'il y en a corrélation avec l'humidité et l'ampérage.

Mots clés:

Corrélation, comparaison statistique, mouture, granulométrie, tests statistiques, humidité, ampérage, analyse microbiologique.

Faculté des Sciences et Techniques - Fès
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82 14

SOMMAIRE

Introduction…… 1
Chapitre I : Description du lieu du stage
I. Présentation du groupe Cargill …… 2
II.Présentation de l'entreprise S.B.I …….. 2
Chapitre II : Production
I.Généralités sur le caroubier …….. 4
II.Procédé de fabrication de la gomme de caroube …….. 4
1. Concassage …… 4
2. Traitement chimique…… 5
3. Broyage ……... 6
4. Mouture ……... 6
III.Description du laboratoire de contrôle de qualité …… 8
Chapitre III : Rappel statistique
1. Moyenne et variance ……... 9
2. Test de normalité …… 9
i. Tests graphiques …….... 9
ii. Tests paramétriques ……... 10
3. Recherche de valeurs aberrantes ……... 11
4. Comparaison de plusieurs variances …….. 12
5. Comparaison de deux variances, Test de Fischer ……... 12
6. Comparaison statistique de deux échantillons appariés …… 13
7. Test de corrélation …… 14
Chapitre IV : partie expérimentale
Evaluation et comparaison statistique de deux méthodes d'analyse Microbiologique
I.Méthodologie de travail …… 15
II.Protocole du travail …… 15
III.Comparaison entre la méthode ISO et la méthode utilisée par le laboratoire……. 18
III.1 Comparaison dans le cas des levures et moisissures …… 18
1. Méthode usuelle …… 18
2. Méthode de référence …… 20
3. Tests des différences appariées …… 21
4. Analyse de la variance du niveau 1 au niveau 5 …… 22
III.2 Comparaison dans le cas de la flore totale …… 24
1. Méthode usuelle …… 24
2. Méthode de référence …… 26
3. Test des différences appariées ……... 27
IV.Comparaison statistique de la méthode usuelle et la méthode JECFA pour le dénombrement des levures et moisissures …… 28
1. La méthode usuelle ……..... 28
2. La méthode JECFA …….. 28
Etude statistique du processus mouture
I. Principe …….. 30

II. Méthodologie de travail ……. 30
III. Corrélation ……. 34
Conclusion générale……. 42
Annexe……... 43
Bibliographie et webographie……. 50

Remerciement

A l'issue de ce travail, je tiens à exprimer ma gratitude, ma profonde reconnaissance et mon respect à M. Azzedine LAZRAK Directeur Général du SYSTEMS BIO-INDUSTRIES (SBI) pour m'avoir permis d'effectuer mon stage au sein de son organisme.

Je remercie également Mme Leila SABLAOU Responsable Qualité et chef du laboratoire de contrôle, en témoignage de son encadrement, ses précieux conseils et la confiance qu'elle m'a accordée dès mon arrivée dans l'entreprise.

Je suis reconnaissante à Mme Fatima EZZAKI, mon encadrante à la FSTF, des discussions stimulantes que j'ai pu avoir avec elle, de son aide dans l'accomplissement de ce travail, de ses encouragements bienveillants et les efforts fournis en vu du bon déroulement de mon stage.

Je tiens à remercier particulièrement M. El Mestafa EL HADRAMI Responsable du MASTER CAC Agiq, qui m'a permis d'effectuer ma formation.

Mes remerciements s'adressent à M. Aziz FAZGHOUN Responsable Production et M. Hassan SODKI Responsable Maintenance, pour leur collaboration et leur aide.

Je remercie chaleureusement tous les assistants qualité et production, pour avoir cru en mon projet de mémoire, et avoir mis à ma disposition tous les éléments nécessaires à l'élaboration de ce document.

Mes sincères remerciements vont également à tous les membres du jury : Mr. M. IJJAALI, Mr. E.H. ALILOU et Mr. A. LHASSANI qui m'ont fait l'honneur d'assurer l'examen de ce travail.

Enfin, je remercie tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

A ma très chère mère
Affable, honorable, aimable : Tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du dévouement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi. Ta prière et ta bénédiction m'ont été d'un grand secours pour mener à bien mes études.

A mon Père
Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le dévouement et le respect que j'ai toujours eu pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon éducation et mon bien être. Ce travail est le fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation.

A mon mari
Qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études. Que Dieu réunisse nos chemins pour un long commun serein.

A mon frère
En témoignage de l'attachement, de l'amour et de l'affection que je porte pour toi.

***A tous les membres de ma famille, petits et grands**,*
Veuillez trouver dans ce modeste travail l'expression de mon affection.

Introduction

L'étude statistique constitue aujourd'hui un enjeu important pour les industries dans la gestion de la qualité. Le SYSTEMS BIO-INDUSTIES est l'une des sociétés qui cherche à se développer jour après jour et dont la satisfaction du client constitue le majeur intérêt de la société. D'où il cherche à employer des méthodes qui fournissent des résultats utiles pour une prise de décision et dans lesquels on peut avoir confiance.

Ma formation « chimiométrie et analyse chimique : application à la gestion industrielle de la qualité » m'a permis d'appliquer plusieurs outils statistiques ce qui m'a aidé à obtenir le maximum d'informations à partir des données et par la suite améliorer la qualité des produits finis.

Le caroubier fournit deux produits distincts : la farine de caroube obtenue à partir des graines de caroubes contenues dans la gousse et la poudre de caroube obtenue à partir de la pulpe des gousses. Ces deux produits sont utilisés dans l'industrie agro-alimentaire où la qualité microbiologique des produis finis est une composante essentielle. L'emploi des méthodes alternatives internes posent plusieurs contraintes au niveau de la satisfaction du client d'où il faut les évaluer par rapport aux méthodes de référence par une comparaison statistique, une procédure permettant la comparaison d'une méthode alternative à une méthode de référence.

La qualité du processus de la mouture des graines de caroube est liée à la finesse, celle-ci est bien définie selon la qualité désirée de la farine, le travail effectué s'agit des coupes granulométriques des différentes étapes du processus permettant de contrôler le fonctionnement de tous ses appareils et par la suite de la mouture.

Mon stage effectué à SBI Maroc était une opportunité précieuse pour moi, il m'a donné l'occasion de travailler sur le procédé de production de la caroube et pratiquer des méthodes techniques en appliquant mes connaissances acquises au cours de ma formation en chimiométrie et analyse chimique en général et en statistique en particulier.

Dans ce sens, j'ai procédé comme suit :

- Dans la première partie j'ai donné une présentation de la société.
- Dans la deuxième partie j'ai décrit le processus de production de la farine de caroube.
- La troisième partie, je l'ai consacrée au rappel statistique.
- Dans la quatrième partie j'ai détaillé les deux problèmes suivants :

1. Evaluation et comparaison statistique de deux méthodes d'analyses microbiologiques de la farine de caroube.
2. Etude statistique du procédé mouture des graines de caroube.

Chapitre I :

Description du lieu du stage

I/ Présentation du Groupe Cargill :

Aujourd'hui, Cargill conduit ses activités sur les 5 continents, dans 61 pays. 124,000 personnes dans le monde participent au développement des savoir-faire Cargill, dans 4 grands secteurs d'activité : l'agriculture, l'agroalimentaire, le négoce et la finance.

Toutes ces activités nourrissent la nouvelle ligne stratégique du groupe : exploiter les compétences originelles de Cargill sur toute la chaîne logistique afin d'offrir à ses clients des solutions intégrées et innovantes.

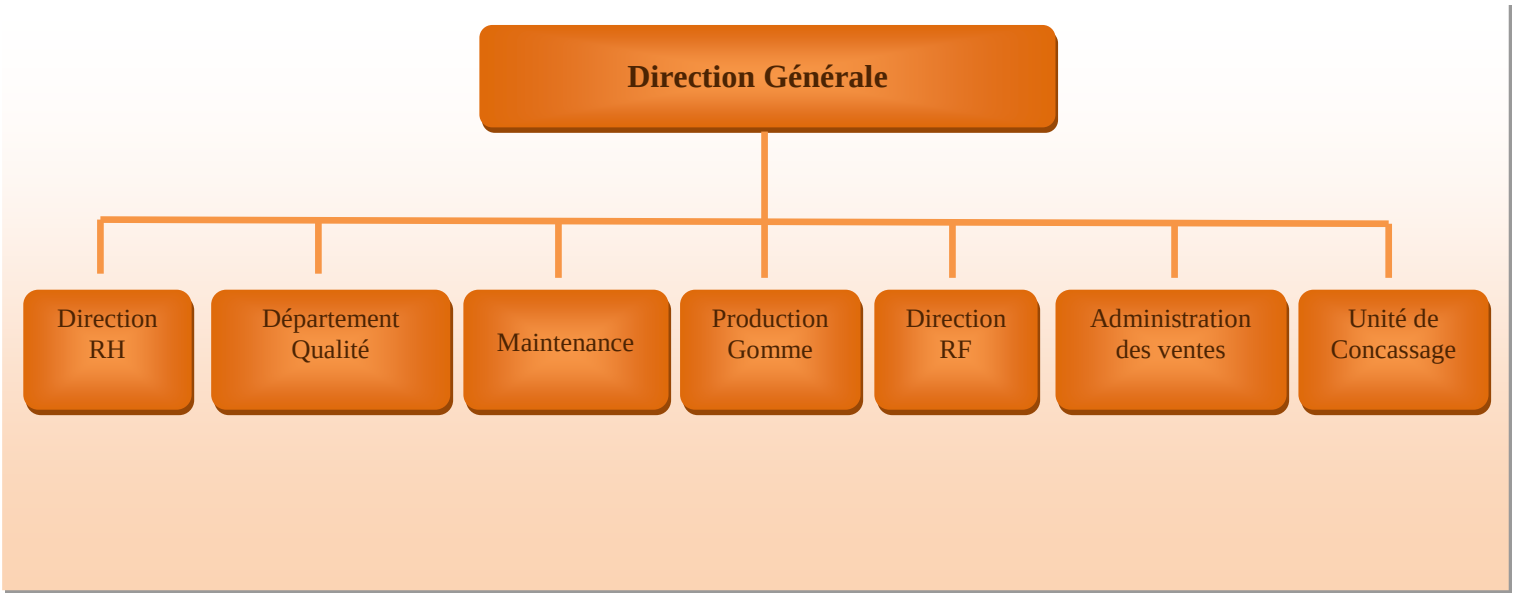
II/ Présentation de l'entreprise S.B.I :

Fiche signalétique :

-Raison sociale	**: Systems Bio Industries SBI (Maroc)**
-Forme juridique	**:** Société anonyme de droit privé marocain
-Date de création	**:** 1985
-Activité	**:** Fabrication de gomme alimentaire à base de graines de Caroube
-Classement	**:**Deuxième producteur mondial en gomme de caroube
-Capital social	**:** 35.750.300 DH
-Capacité de production	**:** 3000TM/an.
-Effectif	**:** 100
-Directeur Général	**:** LAZRAK Azzedine
-Siège social	**:** Q.I BENSOUDA – Fès
-Téléphone	**:** 0535.65.51.80
-Fax	**:** 0535.65.50.88
-Implantation des usines	**:** Fès, Essaouira

SBI MAROC (SYSTEMS BIO INDUSTRES) est une filiale du Groupe CARGILL, Groupe Américain géant de l'agroalimentaire.
SBI MAROC est certifiée ISO 9001/2008 par AFAQ AFNOR France depuis 2001 et ISO 22000/2005 en 2007.
SBI MAROC, Unité de Fès, est sise au quartier industriel BENSOUDA Fès. Cette ville possède une tradition séculaire dans l'usage de la caroube et se situe au carrefour de régions, riches en caroubier. Son accessibilité géographique permet un approvisionnement aisé pour les fournisseurs tant concasseurs (livrant de la graine) que paysans ou intermédiaires (livrant de la gousse).
La société **SBI MAROC** possède aussi une unité de concassage au sud du Maroc, dans la ville d'ESSAOUIRA. Cette double situation géographique permet un accès aisé à des variétés de matière première précédemment décrites tout en permettant une stratégie de marché plus flexible.
SBI MAROC Fès est constituée de deux unités :
***Unité 1* :** unité de concassage qui a pour activité la réception de la matière première sous forme de graines de caroube ou de gousses, le concassage de la gousse de caroube, la séparation graine - pulpe, le triage des graines et la livraison de la graine à l'unité 2.
***Unité 2* :** unité de production de gomme alimentaire (farine de la caroube) pour exportation à l'étranger.

Organigramme de l'entreprise S.B.I Maroc (site Fès)



Chapitre II :

Production

V. Généralités sur le caroubier :

Le caroubier est un arbre poussant sur le pourtour méditerranéen et mesurant de 5 à 7 mètres de hauteur. Les fruits, appelés « caroubes », sont des gousses pendantes de 10 à 30 cm de longueur sur 1,5 à 3 cm de largeur, d'abord vertes, elles deviennent brun foncé à maturité, en juillet de l'année suivante.

Les graines de caroube sont brunes, de forme ovoïde aplatie, biconvexes et très dures. Elles contiennent un endosperme blanc et translucide qui agit comme épaississant. Elles sont séparées les unes des autres par des cloisons pulpeuses. On en compte de 15 à 20 par gousse. Le caroubier fournit deux produits bien distincts, soit la poudre de caroube, semblable au cacao, obtenue à partir de la pulpe des gousses et la gomme de caroube obtenue à partir des graines de caroube contenues dans la gousse et plus particulièrement de l'endosperme blanc et translucide de la graine.

La caroube est utilisée dans l'industrie alimentaire comme substitut du cacao et comme additif, pour ses propriétés stabilisantes, liantes et gélifiantes, dans l'industrie pharmaceutique (principalement contre les diarrhées), textile et cosmétique.

VI. Procédé de fabrication de la gomme de caroube :

La production de la farine de caroube se réduit schématiquement aux quatre opérations suivantes:

- Concassage.
- Traitement chimique.
- Broyage.
- Mouture.

Depuis le concassage des gousses de caroube jusqu'à la distribution, la production de la farine est réalisée suivant différentes étapes qui sont des transformations physiques et chimiques.

5. Concassage :

La récolte de caroube commence du mois de juillet jusqu'au mois de septembre. La matière première est ramenée à l'usine de concassage sous forme de gousses ou de graines. Cette opération est effectuée par des broyeurs où les gousses subissent des actions mécaniques afin de séparer la pulpe des graines. Le mélange passe ensuite par une bluterie pour le tamisage qui filtre les graines. Elles seront ensuite récupérées dans des cyclones de stockage.

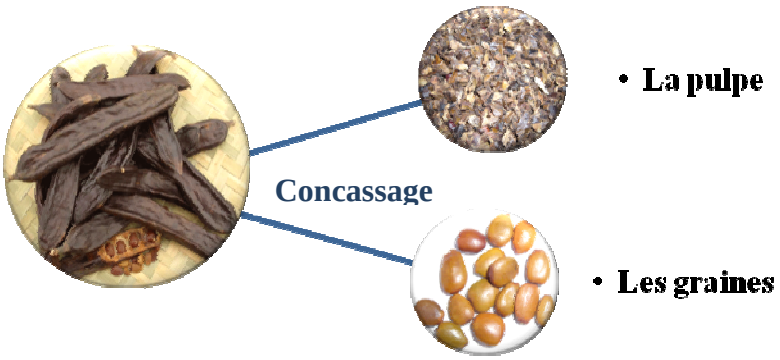


Figure II.1.1 concassage des gousses de caroube

Le triage sépare les corps étrangers (roches et débris de toutes sortes) à l'aide d'un aspirateur, tandis que la torréfaction, une étape très importante, permettant le développement de la saveur de la pulpe, ce qui éventuellement déterminera la saveur et la couleur du produit final; selon l'usage prévu et la variété de la pulpe, la torréfaction peut être plus ou moins importante en fonction du degré de torréfaction.
Les gousses sont ensuite broyées et on obtient la poudre de caroube semblable au cacao.

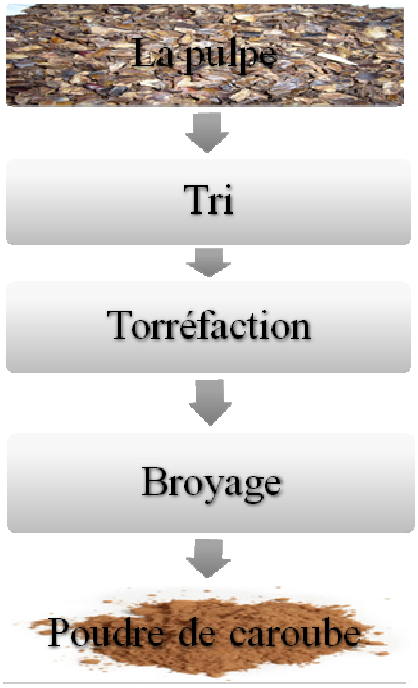


Figure II.1.2 De la pulpe à la poudre de caroube

6. Traitement chimique:

Traitement acide :

Le traitement à l'acide sulfurique a pour but de retirer l'écorce

Les gousses

(tégument) qui entoure chaque graine.

Les graines sont traitées dans un réacteur pendant une durée limitée, avec de l'acide sulfurique. La neutralisation est effectuée par la chaux (CaO).

Lavage & Séchage :

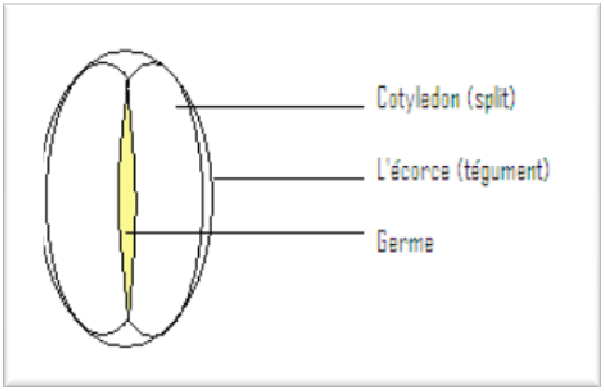
Les graines sont ensuite lavées à l'eau, égouttées, séchées puis refroidies jusqu'à obtenir des graines décortiquées propres ;

Tri optique :

Chaque graine est ensuite triée pour éliminer ou recycler les graines abîmées ou teintées dans la masse (mauvaise graine, traitement acide trop fort ou insuffisant...). Ce tri est en général un tri optique réalisé à l'aide d'appareillage de type trieuse optoélectronique chromatique (tri Sortex).

Le tri optique permet de mettre à part les graines mal décortiquées recouvertes par des fractions d'écorce encore importantes pour un recyclage.

7. Broyage :



Les graines sont ensuite traitées dans un broyeur de manière à séparer physiquement l'endosperme de la graine en ses deux cotylédons, appelés "splits", et à libérer le germe central.

Après tamisage, les splits et le germe passent par un deuxième tri séparément.

Figure. II.3.1 Graine de caroube

Le schéma suivant regroupe toutes les étapes citées pour l'obtention du « split » :

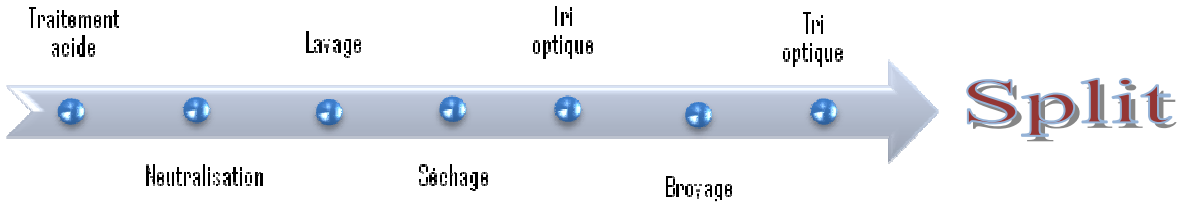
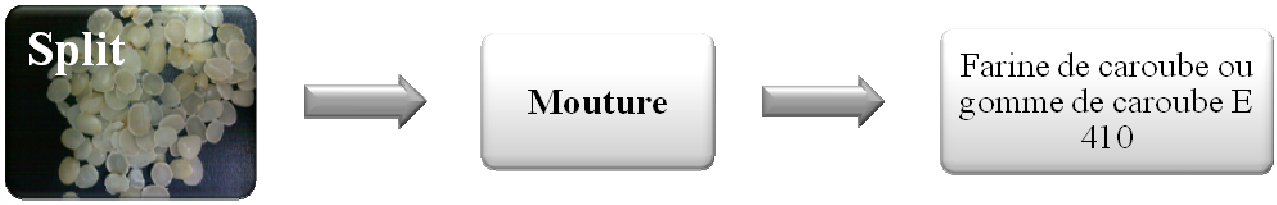
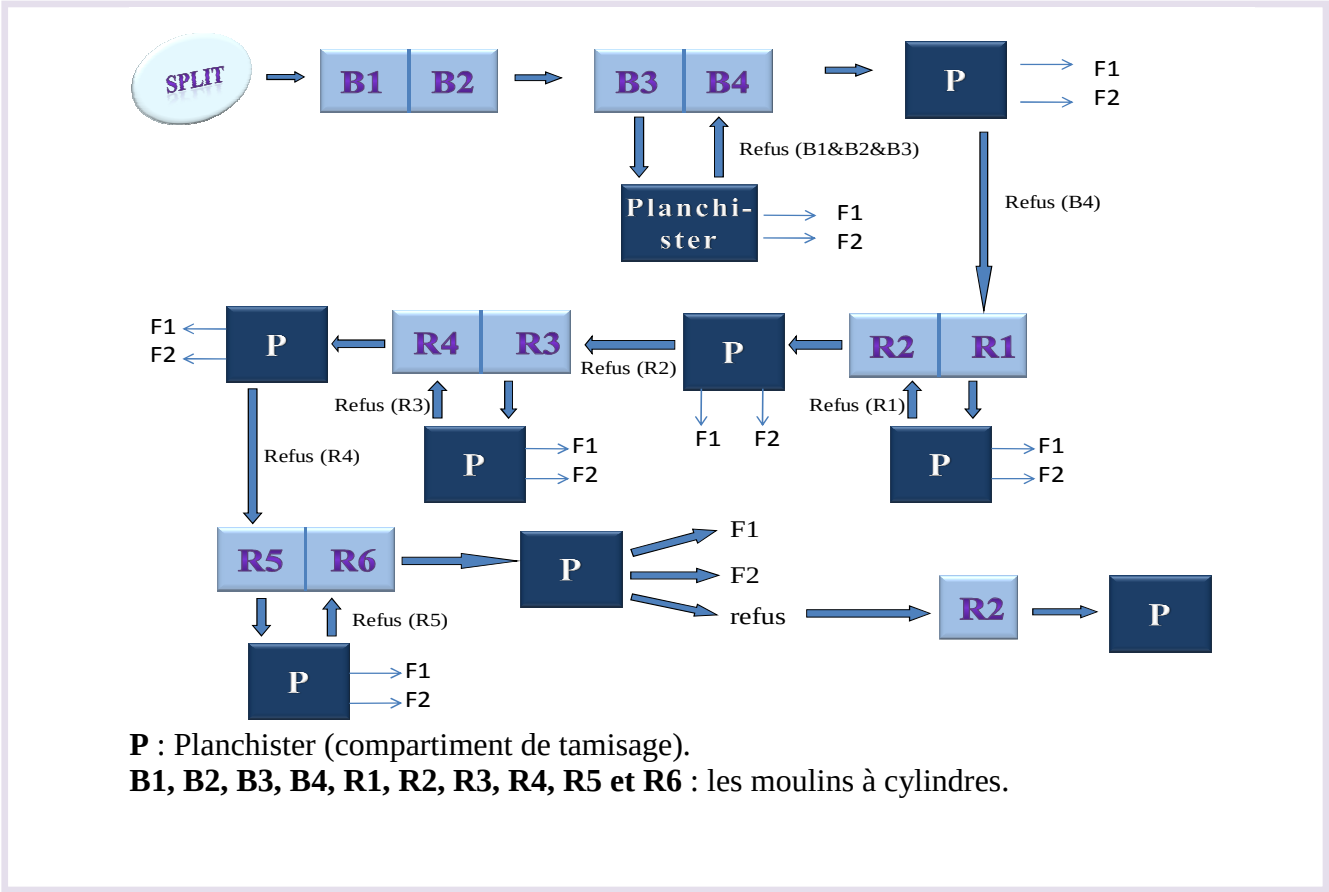


Figure. II.3.2 Production du « split »

8. Mouture :





P : Planchister (compartiment de tamisage).
B1, B2, B3, B4, R1, R2, R3, R4, R5 et R6 : les moulins à cylindres.

Figure II.4.1 Procédé mouture

Le split passe par six compartiments de broyage, chacun contient deux moulins à cylindres. A chaque passage entre les cylindres, le produit est acheminé vers un tamiseur pour une classification du produit en fonction de la granulométrie.

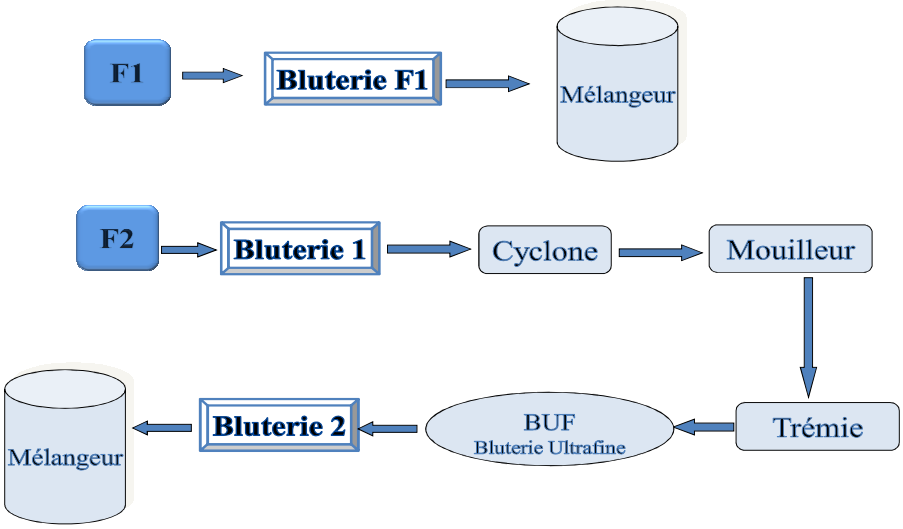


Figure II.4.2 Suite du procédé mouture

VII. Description du laboratoire de contrôle de qualité :

Le laboratoire a pour but le contrôle de qualité du produit semi-ouvré et du produit fini. Il vérifie la conformité des produits par rapport à des spécifications par des analyses physico-chimiques, bactériologiques et rhéologiques et juge si le produit est conforme, acceptable ou non conforme.

En cas de non conformité, il alerte le responsable compétent (responsable production, responsable qualité) afin de mettre en œuvre les mesures correctives pour rectifier la non conformité et éventuellement bloquer les produits non conformes qui seront traités à part.

Chapitre III :

Rappel statistique

3. Moyenne et variance :

La moyenne arithmétique ou moyenne empirique $\bar{X}$ d'une série statistique est la moyenne ordinaire, c'est-à-dire le rapport de la somme d'une distribution d'un caractère statistique quantitatif discret par le nombre de valeurs dans la distribution n.

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + ... + x_n}{n} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n} x_i$$

La variance (V ou encore notée S^2) mesure la dispersion d'une série de valeurs autour de leur moyenne. Elle est définie comme la moyenne des carrées des écarts à la moyenne. Sa racine carrée est appelée écart type σ.

$$S^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n}(Xi - \bar{X})^2}{n-1}$$

4. Test de normalité :

Les tests de normalité permettent de vérifier si des données réelles suivent une loi normale ou non.

i. Tests graphiques :

a. Boite à moustache :

Une boîte à moustaches permet de visualiser rapidement la symétrie de la distribution des données réelles et la présence de valeurs atypiques.

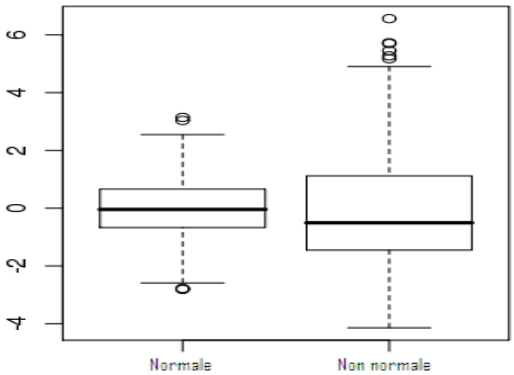


Figure 5.i.a Tracé de boite à moustache

b. Droite d'HENRY :

Si les données sont compatibles avec la loi normale, elles forment une droite, dite droite de Henry, alignés sur la diagonale principale.

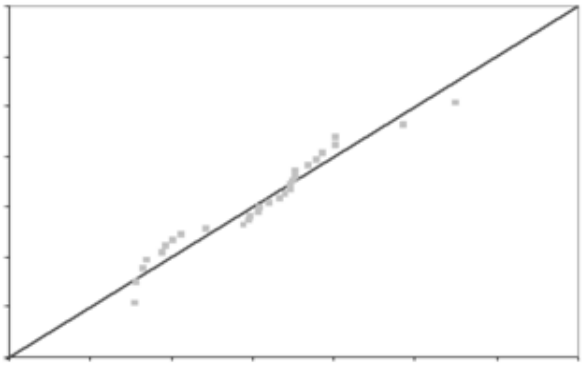


Figure 5.i.b Tracé de la droite d'Henry

ii. Tests paramétriques :

1. Test de Shapiro-Wilk :

La méthode développée par Shapiro-Wilk est dans bien des cas, la plus puissante, en particulier lorsque l'échantillon provient d'une distribution asymétrique. Cette méthode implique l'emploi de tables, actuellement calculées pour une taille d'échantillon comprise entre 5 et 50 ($5 \leq n \leq 50$). Comme dans tout autre test, il faudra déterminer à l'avance un risque de rejeter l'hypothèse nulle alors que celle-ci est vraie (α).

Le test de Shapiro-Wilk est basé sur le rapport W de deux estimations liées à la variance de la population.

Le rapport W sera comparé à une valeur théorique $W_{1-\alpha,n}$.

En effet les étapes de réalisation du test de Shapiro-Wilk sont les suivantes:

1. Classer les n observations par ordre de grandeur croissante :

$$x_1 \leq x_2 \leq \ldots \leq x_j \leq \ldots \leq x_{n-1} \leq x_n$$

2. Calculer la ***S***omme des ***C***arrés des ***É***carts:

$$SCE = \sum (x_i - \overline{x})^2 = (n-1)S^2$$

3. Calculer les différences :

$d_1 = x_n - x_1$

$d_2 = x_{n-1} - x_2$

$d_3 = x_{n-2} - x_3$

...

Calculer :

$$b = \sum a_i d_i$$

Les coefficients a_i sont donnés dans une table en fonction de n et i.

4. Calculer :

$$W = \frac{b^2}{SCE}$$

5. Comparer W à $W_{1-\alpha,n}$:

$W_{1-\alpha,n}$ est trouvé dans la table de Shapiro-Wilk en fonction du risque d'erreur α et de la taille de l'échantillon (le nombre d'observations) n.

Finalement,
si $W < W_{1-\alpha,n}$ la distribution NE SUIT PAS UNE LOI NORMALE
si $W \geq W_{1-\alpha,n}$ la distribution SUIT UNE LOI NORMALE

2. Test de Khi-2 :

On calcule la moyenne et l'écart-type. Les données sont segmentées en classes de longueur égale. Pour chaque classe on compte le nombre d'éléments la composant. On compare ce nombre au nombre correspondant pour la même étendue pour une loi normale de paramètres la moyenne et l'écart-type mesuré. On calcule :

$$\chi^2 = (n_i - n_{iprévu})^2 / n_{iprévu} \qquad \text{pour chaque classe i.}$$

$$n_{i\ prévu} = n \,.\, P(x<X<x+\Delta x)$$

Avec : X et $x+\Delta x$ sont les bornes des classes

$n = \sum ni$

La somme de ces écarts au carré est comparée à une valeur du Khi2 tabulée à n-1 ddl.

Pour ne pas tomber sur des données non interprétables, cette méthode n'est valable qu'à partir de 5 éléments par classe.

3. Recherche de valeurs aberrantes :

L'analyse statistique de données tient compte d'erreurs aléatoires, mais il faut être conscient, du fait que pratiquement tout jeu de données contient également des erreurs d'un autre genre. Des mesures sont parfois complètement fausses, des chiffres dans une base de données sont transmis ou copiés avec des fautes, une expérience est effectuée avec les fausses valeurs des facteurs, etc.

Il convient alors d'éliminer ces valeurs qui, si elles sont prises en compte dans le calcul des paramètres statistiques, fausseraient la validité du résultat.

Définition :

Une valeur aberrante est une valeur qui diffère de façon significative de la tendance globale des autres observations quand on observe un ensemble de données ayant des caractéristiques communes.

Soit *x(1), x(2),..., x(n)* les données ordonnées dans l'ordre croissant. Les valeurs *x(1)* et *x(n)* sont respectivement l'observation extrême inférieure et supérieure.

Propriétés :

- Les valeurs extrêmes peuvent être ou ne pas être des valeurs aberrantes.
- Une valeur aberrante est toujours une valeur extrême de l'échantillon.

a. Test de student :

Le test de student permet de savoir si les valeurs extrêmes sont aberrantes.

Valeur maximale : $T_{max} = \frac{Ymax - \bar{Y}}{S}$

Valeur maximale : $T_{min} = \frac{\bar{Y} - Ymin}{S}$

Le principe est de comparer les statistiques calculées T_{max} et T_{min} à la valeur critique de la table de student

Si $T_{critique} \leq T_{observé}$ la valeur n'est pas aberrante.

Si $T_{critique} < T_{observé}$ la valeur est aberrante.

b. Test de Dixon :

Principe :

Le test de DIXON consiste à comparer la distance entre les points les plus éloignés du modèle et les points immédiatement plus voisins à l'étendue totale des résidus. Le test de Dixon sera pratique si $n \leq 30$.

On commence à classer les résidus par ordre croissant :

A la suite de ce classement, les points aberrants se trouvent soit en R_1 soit en R_n. On calcule alors les rapports :

Si $3 \leq n \leq 7$ $\quad Q_1 = \frac{R_2 - R_1}{R_n - R_1}$ et $Q_2 = \frac{R_n - R_{n-1}}{R_n - R_1}$

Si $8 \leq n \leq 12$ $\quad Q_1 = \frac{R_2 - R_1}{R_{n-1} - R_1}$ et $Q_2 = \frac{R_n - R_{n-1}}{R_n - R_2}$

Si $n > 12$ $\quad Q_1 = \frac{R_3 - R_1}{R_{n-2} - R_1}$ et $Q_2 = \frac{R_n - R_{n-2}}{R_n - R_3}$

Les valeurs de Q_1 ou Q_2 sont d'autant plus élevées que les points extrêmes sont plus aberrants. Ces valeurs sont comparées à des valeurs limites QL qui dépendent du seuil de risque considéré (5% et 1 %), voir table de DIXON. Le test se pratique de la manière suivante:

Q_1 ou Q_2 > QL (1%) R_1 ou R_n sont aberrants

QL (5 %) < Q_1 ou Q_2 < QL (1 %) R_1 ou R_n sont douteux

Q_1 ou Q_2 < QL (5 %) R_1 ou R_n ne sont pas aberrants

4. Comparaison de plusieurs variances :

Le test de Bartlett est couramment utilisé en vue de contrôler l'égalité des variances de plusieurs populations. Il s'applique à des échantillons d'effectifs égaux ou inégaux.

Pour p populations, l'hypothèse nulle s'écrit :

$$H_0 : \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \ldots = \sigma_p^2$$

La réalisation du test implique tout d'abord le calcul des différentes variances estimées ou, si les effectifs sont égaux, simplement le calcul des différentes sommes des carrées des écarts :

$$\hat{\sigma}_i^2 = SCE / (n_i - 1) \qquad (\text{pour } i = 1, \ldots, p)$$

Ce test exige aussi la détermination d'une somme des carrées des écarts et d'une variance estimée globales :

$$SCE = \sum_{i=1}^{p} SCE_i \quad \text{et} \quad \hat{\sigma}^2 = SCE / (n-p),$$

n désignant l'effectif total : $n = \sum_{i=1}^{p} n_i$

L'expression relative à ce test est alors :

$$X^2_{obs} = \frac{(n-p)\log\hat{\sigma}^2 - \sum_{i=1}^{p}\left[(n_i-1)\log\hat{\sigma}_i^2\right]}{1+\frac{1}{3(p-1)}\left(\sum_{i=1}^{p}\frac{1}{n_i-1}-\frac{1}{n-p}\right)}$$

Cette quantité est approximativement une valeur observée d'une variable X^2 à p-1 degré de liberté, et le rejet de l'hypothèse nulle intervient quand : $\chi^2_{obs} \geq \chi^2_{1-\alpha}$

5. Comparaison de deux variances, Test de Fischer:

a) Test unilatéral :

On se place par exemple dans le cas de la comparaison de deux méthodes :

Méthode 1 : n_1 mesures, écart-type s_1

Méthode 2 : n_2 mesures, écart-type s_2

Il faut d'abord classer les deux indices de façon que $s_1 \geq s_2$

On calcule ensuite le rapport des deux variances :

$$\mathbf{F = \left(\frac{S1}{S2}\right)^2 \quad avec\ F \geq 1}$$

et on compare cette valeur à une valeur test F à υ_1 et υ_2 degrés de liberté et au seuil de risque α.

Comme on a classé les deux méthodes par variance décroissante on effectue un test unilatéral au seuil de risque α :

$$\mathbf{F \geq F(\upsilon 1, \upsilon 2, 1 - \alpha)}$$

Dans ce cas la variance s_1^2 est significativement supérieure à s_2^2 .

b) Pratique du test bilatéral :

Le test de Fisher est le plus souvent utilisé de manière unilatéral et on parle souvent faussement « d'égalité de variances » alors qu'on teste $V_1 > V_2$. On peut également tester une véritable égalité en opérant de la même manière, mais en prenant un seuil de risque bilatéral.

Si F (υ1, υ2, α/2) ≥ F ≥ F (υ1, υ2, 1 - α/2) les variances sont égales, autrement elles sont significativement différentes.

Remarque : il faut que la variance la plus élevée soit au numérateur.

6. Comparaison statistique de deux échantillons appariés :

Ce cas se présente chaque fois que l'on compare deux méthodes de mesures (ou deux séries de mesures différées dans le temps) en soumettant les mêmes individus à ces 2 méthodes. A chacune des méthodes correspond alors une population de mesures, mais ces populations et les échantillons que l'on peut en extraire ne sont pas indépendants.

La méthode paramétrique usuelle pour analyser deux échantillons non indépendants (appariés) est le test du t de Student.

La comparaison de la moyenne de deux échantillons appariés est fondée sur l'analyse des différences observées pour chacune des *n* paires d'observations *i*, $\boldsymbol{d_i = (x_{i1} - x_{i2})}$.

• L'échantillon des *n* valeurs d_i a une moyenne $\bar{d}$ et un écart type S_d.

• La variable aléatoire $\bar{d}$ a elle-même une moyenne

$$\mu_{\bar{d}} = \mu_1 - \mu_2$$

(la moyenne des différences est égale à la différence des moyennes) et une erreur type

$$s_{\bar{d}} = s_d / \sqrt{n}$$

• On utilisera pour le test la variable centrée réduite

$$T = (\bar{d} - \mu_d) / S_{\bar{d}}$$

qui obéit à une loi de Student à (*n* – 1) degrés de liberté où *n* est le nombre de paires d'observations.

Hypothèse alternative	Règle de décision
$H_0 : \mu_d = 0$ $H_1 : \mu_d \neq 0$	Rejeter H_0 si $T > t_{\alpha/2,n-1}$ ou $T < -t_{\alpha/2,n-1}$
$H_1 : \mu_d > 0$ $H_1 : \mu_d < 0$	Rejeter H_0 si $T > t_{\alpha,n-1}$ Rejeter H_0 si $T < -t_{\alpha,n-1}$

7. Test de corrélation :

Le but est de décider si une corrélation observée entre deux caractères statistiques, mesurés sur les mêmes individus, est ou non significative.

Pour le modèle probabiliste, les observations proviennent d'un échantillon $((X_1,Y_1),\ldots,(X_n,Y_n))$ d'une loi normale bidimensionnelle, d'espérance (μ_x, μ_y) .

C'est la loi d'un couple de variables, dont les espérances respectives sont μ_x et μ_y et les variances σ^2_x et σ^2_y, le coefficient de corrélation étant ρ. L'estimateur naturel de $\boldsymbol{\rho}$ est le coefficient de corrélation empirique, à savoir la variable aléatoire **R** suivante :

$$R = \frac{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X})(Y_i - \overline{Y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(X_i - \overline{X})^2}\sqrt{\sum_{i=1}^{n}(Y_i - \overline{Y})^2}},$$

où $\overline{X}$ et $\overline{Y}$ désignent les moyennes empiriques des X_i et des Y_i respectivement. L'hypothèse nulle

que l'on souhaite tester est :

$$\mathbf{H_0 : \ \rho = 0}$$

On utilise pour cela le résultat suivant :

Si H_0 est vraie, alors la statistique : $T = \frac{R}{\sqrt{\frac{1-R^2}{n-2}}}$

suit la loi de Student avec n-2 ddl.

Règle de décision :

Hypothèse	T de student
$H_0 : \rho = 0$ $H_1 : \rho \neq 0$	Rejeter H_0 si $T>t_{\alpha/2,n-2}$ ou $T<-t_{\alpha/2,n-2}$
$H_0 : \rho = 0$ $H_1 : \rho > 0$	Rejeter H_0 si $T>t_{\alpha/2,n-2}$
$H_0 : \rho = 0$ $H_1 : \rho < 0$	Rejeter H_0 si $T<-t_{\alpha/2,n-2}$

Chapitre IV :

Partie expérimentale

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma

EVALUATION ET COMPARAISON STATISTIQUE DE DEUX METHODES D'ANALYSES MICROBIOLOGIQUES

Faculté des Sciences et Techniques - Fès
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
212 (0) 35 60 29 53 Fax : 212 (0) 35 60 82 14

IV. Méthodologie de travail :

Huit échantillons sont prélevés avec soin par une technique aseptique visant à prévenir la contamination de l'échantillon et mis dans un flacon stérile. Ces huit échantillons correspondent à huit niveaux de contamination et pour chaque niveau j'ai réalisé dix mesures avec deux répétitions pour chaque mesure. J'ai calculé ensuite la moyenne de ces deux répétitions.

V. Protocole du travail :

1. Préparation de la dilution pour examen microbiologique :

Objet :

La méthode donne les directives générales pour la préparation de l'échantillon en vue d'analyses microbiologiques.

Diluant :

Eau peptonée pour la méthode ISO et l'eau distillée pour la méthode usuelle.

Appareillage et verrerie :

Matériel courant de laboratoire de microbiologie et notamment :

- Appareil pour stérilisation en chaleur humide : autoclave pour maintenir une température de 121°C pendant 30 mn.
- Appareillage pour homogénéisation : homogénéisateur stomacher avec des sacs stériles en plastique, avec ou sans filtre, et support de sac.
- Flacons de capacité suffisante pour contenir 200 ml de diluant.
- Balance portée 2000g. Sensibilité 0,01 g.
- Hotte stérile.
- Baguettes de fermeture de sacs stomacher (ou soude sac).

Mode opératoire :

Préparation du diluant :

Répartir l'eau distillée à raison de 100 ml +/- 2 ml, dans des flacons de capacité appropriée. Stériliser à l'autoclave à 121°C pendant 30 mn.

Préparation de l'échantillon pour la pesée :

Nettoyer les flacons d'échantillon avant la pesée avec une lingette désinfectante pour éliminer les contaminations dues aux nombreuses manipulations avant analyse (prélèvement usine, transport, enregistrement, etc).

Prise d'essai :

Dans un flacon stérile peser 1g de l'échantillon à l'aide d'une cuillère stérile.

Dilution :

- Introduire la prise d'essai dans le sac stomacher stérile par rotation lente du flacon (pas de tapotage qui entraîne d'éventuelles poussières résiduelles dans le sac).
- Ajouter le diluant, et fermer le sac à l'aide des barrettes.

- Mettre dans le stomacher pour l'homogénéisation et faire fonctionner 1 à 2mn.
- Laisser gonfler 2 à 3 mn, et homogénéiser à nouveau 1 à 2 mn si nécessaire jusqu'à dissolution complète de façon à obtenir une répartition aussi uniforme que possible des microorganismes contenus dans la prise d'essai.

Durée des opérations :

La mise en solution doit être suivie immédiatement de l'analyse à effectuer.

Le temps qui s'écoule entre la fin de la mise en solution et le moment où l'inoculum entre en contact avec le milieu de culture ne doit pas dépasser 30 mn.

2. Dénombrement des levures et moisissures :

Objet:

La procédure décrit la méthode de dénombrement des levures et moisissures.

Matériel :

Matériel courant de laboratoire de microbiologie et notamment :

- Appareil pour la stérilisation en chaleur humide : autoclave pour maintenir une température de 121°C pendant 15 min.
- Balance de portée 200 g, sensibilité 0,1mg.
- Flacons 250 ml.
- Bain d'eau bouillante.
- Bain-marie thermostaté à 45°C.
- Pipettes graduées stériles 5 ou 10 ml, à usage unique.
- Boîtes de Petri plastiques stériles, diamètre 90 mm, à usage unique.
- Incubateur permettant de maintenir une température de 22°C+/-1°C.
- Compteur de colonies.
- Enceinte refrigérée à 4°C+/-2°C.

Milieu de culture :

Gélose pour le dénombrement des levures et moisissures : gélose de SABOURAUD

- Dissoudre le milieu déshydraté dans de l'eau distillée, selon les indications du fournisseur.
- Répartir le milieu en flacons.
- Stériliser à l'autoclave à 121°C +/- 1°C pendant 15 mn.
- Si le milieu est utilisé extemporanément, le refroidir à 45°C dans un bain thermostaté, sinon le conserver à l'obscurité à 4°C +/- 2°C pendant un mois au maximum, (le milieu est daté du jour de la stérilisation) pour toute modification de sa composition.

Au moment de l'emploi, faire fondre complètement le milieu gélosé au bain d'eau bouillante puis le refroidir dans un bain-marie thermostaté à 45°C.

Mode opératoire :

- Préparation de la solution.
- Ensemencement : prendre 2 boîtes de pétri stérile, transférer dans chacune de ces boîtes la quantité de la solution à tester correspondant à 1 ml à l'aide d'une pipette stérile.
- Couler dans chaque boîte 12 à 15 ml du milieu SABOURAUD Agar maintenu à 45°C.

- Mélanger soigneusement l'inoculum avec le milieu par rotation lente (minimum 20 secondes) sans que le milieu ne déborde pas, et laisser solidifier sur une surface plane et fraîche.
- Incubation : après solidification complète, retourner les boîtes et les placer fermées dans une étuve à 22°C pendant 7 jours.
- Dénombrement des levures et moisissures : procéder au comptage des colonies à l'aide d'un compteur après 7 jours.

Expression des résultats :

Exprimer le résultat en nombre de levures + moisissures par gramme de produit :
Faire la somme des colonies trouvées sur les 2 boîtes, soit x colonies.
Calculer :

$$\frac{(X) \times 100}{2 \times 1} = CFU/g$$

Si le nombre de colonies sur les deux boites est égale à zéro, donner le résultat:100 CFU/g

Recommendations pour des microbes:

- Les boîtes ne doivent pas être bougées pendant la période d'incubation pour éviter la croissance secondaire des spores.
- Afin de respecter une bonne répartition de la température pour toutes les boîtes il est recommandé de ne pas mettre plus de 6 boîtes par tas.

3. Dénombrement de la flore totale:

Objet :

La procédure décrit la méthode de dénombrement des microorganismes par comptage des colonies obtenues en milieu solide après incubation à 30°C.

Principe :

- Ensemencement de la solution-mère dans le milieu de culture approprié.
- Incubation des boites pendant 72 heures à 30°C.
- Calcul du nombre de germes totaux par gramme de produit.

Appareillage et verrerie:

Même matériel nécessaire pour le dénombrement des levures et moisissures avec incubateur permettant de maintenir une température de 30°C+/-1°C

Milieu de culture:

Gélose pour le dénombrement de la flore totale : PCA (Plate Count Agar)

- Dissoudre le milieu déshydraté dans de l'eau distillée, selon les indications du fournisseur.
- Répartir le milieu en flacons ou en tubes.
- Stériliser à l'autoclave à 121°C +/- 1°C pendant 15 mn.
- Si le milieu est utilisé extemporanément, le refroidir à 45°C dans un bain thermostaté, sinon le conserver à l'obscurité à 4°C +/- 2°C pendant un mois au maximum, (le milieu est daté du jour de la stérilisation) pour toute modification de sa composition.

Au moment de l'emploi, faire fondre complètement le milieu gélosé au bain d'eau bouillante puis le refroidir dans un bain-marie thermostaté à 45°C.

Mode opératoire:

Ensemencement :

- Prendre 2 boîtes de Petri stériles, y introduire 1 ml de la solution.
- Couler dans chaque boite 12 à 15 ml du milieu PCA maintenu à 45°C.
- Mélanger soigneusement l'inoculum avec le milieu par un mouvement de rotation, sans que le milieu ne déborde pas.
- Laisser solidifier sur une surface plane et fraîche.

Incubation :

Après solidification complète, retourner les boîtes et les placer dans une étuve à 30°C pendant 72 heures.

Comptage des colonies:

Procéder au comptage des colonies à l'aide du stylo-compteur ou du compteur de colonies.

Expression des résultats:

Exprimer le résultat en nombre de CFU par gramme de produit :
Faire la somme des colonies trouvées sur les 2 boîtes, soit X colonies.
Calculer:

$$\frac{(X) \times 100}{2 \times 1} = CFU/g$$

Si le nombre de colonies sur les deux boites est égale à zéro, donner le résultat:100CFU/g

VI. Comparaison entre la méthode ISO et la méthode utilisée par le laboratoire:

Les deux méthodes sont appliquées de la même façon, dans les mêmes conditions et sur les mêmes échantillons, la seule différence qui existe est dans le diluant. Comme déjà cité dans la préparation de la dilution, le diluant utilisé est l'eau peptonée pour la méthode ISO et l'eau distillée pour la méthode usuelle.

III.1 Comparaison dans le cas des levures et moisissures :

3. Méthode usuelle : (Eau distillée)

Mesures	Niveaux							
	Niveau 1	**Niveau 2**	**Niveau 3**	**Niveau 4**	**Niveau 5**	**Niveau 6**	**Niveau 7**	**Niveau 8**
1	100	100	100	200	250	1200	900	800
2	100	100	150	300	200	350	600	850
3	100	150	100	350	200	750	550	650
4	100	100	150	200	150	550	600	350

5	100	100	100	100	250	700	650	650
6	150	150	150	250	400	950	600	400
7	100	150	150	250	150	800	600	750
8	100	100	100	150	300	600	550	700
9	100	100	150	200	100	750	700	800
10	100	100	150	100	300	600	650	800

a. Adéquation à une loi normale :

Test de Normalité : CHI2

Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Regroupement demandé:	Regroupement effectué:
353,7500	281,6964	Non	Non
Nombre de Classes	Largeur(classe)	Statistique Calculée	
9	122,2222	30,1695	
D.D.L.:	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
6	CHI²	99,9964	0,0036
La distribution est significativement différente d'une loi normale.			

Dans les analyses physico-chimiques, les résultats sont en général répartis normalement, mais en microbiologie la distribution normale est rare. Pour cette raison, dans ce qui suit nous allons considérer des populations des résultats qui sont répartis selon une loi normale.

b. Détermination des valeurs aberrantes :

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum:	Maximum:	Etendue	Médiane
100,0000	1200,0000	1100,0000	200,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,9008	3,0041	95,0000	3,1300
Aucun extrême n'est aberrant.			

c. Comparaison des écarts types des huit niveaux :

Bartlett : Modalités d'une qualitative.

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
8	117,2604	72	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
83,2077	7	100,0000	0,0000

Il y a au moins un Ecart-Type différent des autres.
Les Ecarts-Types ne sont donc pas fusionnables.

Les écarts types ne sont pas fusionnables, donc la dispersion de la variable mesurée est différente d'un niveau à l'autre.

d. Ecart type de répétabilité :

S_{r1} = 117,2604 ddl = 72

4. Méthode de référence : (Eau peptonnée)

Mesures	Niveaux							
	Niveau 1	**Niveau 2**	**Niveau 3**	**Niveau 4**	**Niveau 5**	**Niveau 6**	**Niveau 7**	**Niveau 8**
1	100	100	100	150	200	350	400	300
2	100	100	100	300	250	450	400	850
3	100	100	100	350	100	500	450	300
4	100	100	150	100	100	500	450	500
5	100	100	250	100	100	500	600	550
6	100	100	200	250	150	300	450	850
7	100	100	250	150	200	450	450	600
8	100	100	100	150	250	500	500	750
9	100	100	100	200	200	700	450	450
10	100	100	150	250	100	650	550	750

a. Adéquation à une loi normale :

Test de Normalité : CHI2

Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Regroupement demandé:	Regroupement effectué:
283,1250	209,2699	Non	Non
Nombre de Classes	Largeur(classe)	Statistique Calculée	
9	83,3333	25,2638	
D.D.L.:	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
6	CHI²	99,9695	0,0305
La distribution est significativement différente d'une loi normale.			

b. Détermination des valeurs aberrantes :

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum:	Maximum:	Etendue	Médiane

100,0000	850,0000	750,0000	200,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,8751	2,7088	95,0000	3,1300
Aucun extrême n'est aberrant.			

c. Comparaison des écarts types des niveaux :

Bartlett : Modalités d'une qualitative.

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
8	97,4858	72	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
30,8741	7	99,9934	0,0066
Il y a au moins un Ecart-Type différent des autres. Les Ecarts-Types ne sont donc pas fusionnables			

Les écarts types sont différents, la dispersion des valeurs n'est pas la même pour les huit niveaux.

d. Ecart type de répétabilité :

S_{r2} = 97,4858 ddl = 72

e. Comparaison des écarts types de répétabilité des deux méthodes :

Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Statistique Calculée	Loi	Ecart-type 1 S_{r1}
107,8274	144	1,4468	FISHER	117,2604
Confiance %	Risque (Alpha)%	D.D.L.1.	D.D.L.2.	Ecart-type 2 S_{r2}
94,0304	5,9696	72	72	97,4858
Les 2 Ecarts-Types ne sont pas significativement différents.				

Les dispersions de la variable mesurée de la méthode usuelle et la méthode ISO sont équivalentes.

5. Tests des différences appariées :

Niveau de Confiance défini : 95,00 %.

Comparaison d'une Moyenne / Standard

Statistique Calculée	Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Nbr d'Obs défini
3,5845	0,0000	Non défini.	80
Confiance %	Risque (Alpha)%	Loi	D.D.L.
99,9417	0,0583	STUDENT	79
Les deux séries sont significativement différentes.			

Les variances des deux méthodes sont égales mais leurs moyennes sont différentes donc les deux méthodes ne sont pas équivalentes.

Nous allons comparer la grandeur de ces deux moyennes :

Niveaux	**m (ED) - m (EP)**
1	5
2	15
3	-20
4	10
5	65
6	235
7	170
8	85

Comparaison d'une Moyenne / Standard

Statistique Calculée	Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Nbr d'Obs défini
2,2250	0,0000	Non défini.	8
Confiance %	Risque (Alpha)%	Loi	D.D.L.
96,9289	3,0711	STUDENT	7
La moyenne est significativement supérieure au standard.			

C'est-à-dire que : $m(ED) - m(EP) > 0$

$$\mathbf{m(ED) > m(EP)}$$

La méthode usuelle donne une moyenne des résultats plus grande que la méthode ISO.

Nous allons réduire le domaine d'application des deux méthodes par une nouvelle comparaison :

6. Analyse de la variance du niveau 1 au niveau 5 :

- **Test des différences appariées :**

Comparaison d'une Moyenne / Standard

Statistique Calculée	Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Nbr d'Obs défini
0,6088	0,0000	Non défini.	7

Confiance %	Risque (Alpha)%	Loi	D.D.L.
42,4439	57,5561	STUDENT	4
La moyenne n'est pas significativement différente du standard.			

Les deux moyennes sont équivalentes.

- **Analyse de la variance de la méthode usuelle (ED) :**

Bartlett : Modalités d'une qualitative

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
5	56,4702	45	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
36,0480	4	100,0000	0,0000
Il y a au moins un Ecart-Type différent des autres. Les Ecarts-Types ne sont donc pas fusionnables.			

S_{rD} = 56,4702 ddl = 45

- **Analyse de la variance de la méthode ISO (EP) :**

Bartlett : Modalités d'une qualitative.

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
5	54,8229	45	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
1,4740	4	16,8764	83,1236
Les Ecarts-Types ne sont pas significativement différents. Ils sont donc fusionnables.			

S_{rP} = 54,8229 ddl = 45

- **Comparaison des écarts de répétabilité :**

Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Statistique Calculée	Loi	Ecart-type 1 S_{r1}
55,6526	90	1,0610	FISHER	56,4702
Confiance %	Risque (Alpha)%	D.D.L.1.	D.D.L.2.	Ecart-type 2 S_{r2}

57,8275	42,1725	45	45	54,8229
Les 2 Ecarts-Types ne sont pas significativement différents.				

Les écarts de répatabilité de la méthode usuelle et la méthode ISO sont équivalents.

Conclusion :

Du niveau 1 au niveau 5 les deux méthodes sont **équivalentes**, les moyennes sont **égales**, ainsi que les écarts de répétabilité. La méthode ISO a une meilleure dispersion relativement à la méthode usuelle. Les écarts types de la méthode ISO sont homogènes et par suite fusionnables, ce qui n'est pas le cas pour la méthode usuelle.

L'application de la méthode usuelle semble meilleure que la méthode ISO; Elle apparaît donc comme la plus appropriée à l'utilisation sur le terrain.

La différence entre ces deux méthodes est que l'eau peptonée utilisée dans la méthode ISO est remplacée par l'eau distillée dans la méthode usuelle. L'eau peptonée est composée de l'eau distillée, le peptone et le sel, donc la différence entre les deux méthodes est dans le peptone et le sel. Mais la gélose utilisée dans les deux méthodes contient aussi du peptone donc ce dernier est présent dans les deux méthodes. De ce fait la seule différence qui existe entre la méthode ISO et la méthode usuelle est le sel, et on sait très bien que le sel retarde la croissance des microbes mais à un pourcentage supérieure à 20%, c'est pour cette raison que la méthode ISO qui emploi l'eau peptonée donne des résultats de moyenne inférieure à la moyenne de la méthode usuelle, et elle permet le dénombrement des levures et moisissures car le pourcentage de sel est faible (1,5%).

Les deux méthodes sont équivalentes du niveau 1 à niveau 5 (niveaux de contamination répondant aux normes) où la contamination est faible. L'effet du sel n'est pas significatif du niveau 1 à niveau 5, le domaine où les deux méthodes sont équivalentes.

III.2 Comparaison dans le cas de la flore totale :

2. Méthode usuelle : (Eau distillée)

Mesures	Niveaux							
	Niveau 1	**Niveau 2**	**Niveau 3**	**Niveau 4**	**Niveau 5**	**Niveau 6**	**Niveau 7**	**Niveau 8**
1	100	100	850	1150	1300	1100	500	1350
2	150	100	950	850	1450	1400	750	1750
3	150	150	1050	1000	700	1150	450	2150
4	150	100	850	700	900	1450	250	1750
5	100	100	150	350	800	1350	650	3200
6	100	100	200	750	800	1850	1100	1450
7	400	100	1100	400	200	2000	600	2500
8	350	150	150	100	350	2600	450	2950
9	100	100	1050	450	3850	1350	700	2400
10	200	100	550	650	4100	1500	850	3100

a. Test d'adéquation à une loi normale :

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,8271	NORMALE	100,0000	0,0000
La distribution est significativement différente d'une loi normale.			

b. Détermination des valeurs aberrantes :

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum:	Maximum:	Etendue	Médiane
100,0000	4100,0000	4000,0000	725,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,9246	3,4716	95,0000	3,1300
Le maximum est aberrant.			

- **Elimination du point aberrant :**

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum:	Maximum:	Etendue	Médiane
100,0000	3850,0000	3750,0000	700,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,9516	3,5020	95,0000	3,1250
Le maximum est aberrant.			

- **Elimination du point aberrant :**

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum :	Maximum :	Etendue	Médiane
100,0000	3200,0000	3100,0000	700,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,9825	3,0069	95,0000	3,1210
Aucun extrême n'est aberrant.			

c. Analyse de la variance :

niveaux	**Effectif**	**Moyenne**	**Variance**	**Ecart-type**
nv 1	10	180,0	11777,8	108,525
nv 2	10	110,0	444,444	21,0819

nv 3	10	690,0	154333,0	392,853
nv 4	10	640,0	102111,0	319,548
nv 5	8	812,5	179107,0	423,211
nv 6	10	1575,0	207361,0	455,369
nv 7	10	630,0	57333,3	239,444
nv 8	10	2260,0	462111,0	679,788
Total	78	863,462	603810,0	777,052

Tests des variances :

Test C de Cochran : 0,393427 Proba. = 0,00121595
Test de Bartlett : 2,75472 Proba. = $3{,}74778^{E}$-12

Cette statistique teste l'hypothèse nulle que les écarts-types de chacune des 8 niveaux sont les mêmes. Comme la valeur de probabilité est inférieure à 0,05, **il y a une différence statistiquement significative entre les écarts-types au niveau de confiance de 95,0%.**

d. Ecart type de répétabilité :

Analyse de variance

Source	**Somme des carrés**	**Ddl**	**Carré moyen**	**F**	**Proba.**
Inter-groupes	$3{,}62804^{E}7$	7	$5{,}18291^{E}6$	35,52	0,0000
Intra-groupes	$1{,}0213^{E}7$	70	145900,0		
Total (Corr.)	4,64934E7	77			

$$S_{r1} = \sqrt{V_{int}}$$

S_{r1} = 381,968585 ddl = 70

3. Méthode de référence : (eau peptonnée)

Mesures	Niveaux							
	Niveau 1	**Niveau 2**	**Niveau 3**	**Niveau 4**	**Niveau 5**	**Niveau 6**	**Niveau 7**	**Niveau 8**
1	150	100	600	250	500	1800	1800	1750
2	200	100	650	400	500	1650	1000	1700
3	100	100	550	150	1050	1800	1850	2200
4	100	100	500	100	1200	1950	900	1350
5	100	100	150	150	1000	1500	500	2150
6	100	100	150	350	1550	2100	650	2400
7	250	100	750	100	750	1700	900	1550
8	150	200	250	100	750	1400	600	1250
9	100	100	100	150	1350	2500	450	2400

10	150	100	300	1250	2050	1600	800	1750

a. Adéquation à une loi normale :

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,8410	NORMALE	100,0000	0,0000
La distribution est significativement différente d'une loi normale.			

b. Détermination des points aberrants :

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum :	Maximum :	Etendue	Médiane
100,0000	2500,0000	2400,0000	575,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,9782	2,2515	95,0000	3,1300
Aucun valeur n'est aberrant.			

c. Test des variances :

N°	Libellé	Moyenne	Ecart-Type	Nbre Obs
1	NV1 – NV1	140,0000	51,6398	10
2	NV2 – NV2	110,0000	31,6228	10
3	NV3 – NV3	400,0000	236,8778	10
4	NV4 – NV4	300,0000	350,3966	10
5	NV5 – NV5	1070,0000	488,3077	10
6	NV6 – NV6	1800,0000	320,5897	10
7	NV7 – NV7	945,0000	497,4658	10
8	NV8 – NV8	1850,0000	416,3332	10

Bartlett : Modalités d'une qualitative.

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
8	343,6174	72	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
65,4796	7	100,0000	0,0000
Il y a au moins un Ecart-Type différent des autres. **Les Ecarts-Types ne sont donc pas fusionnables.**			

d. Ecart type de répétabilité :

S_{r2} = 343,6174 ddl = 72

e. Comparaison des écarts types de répétabilité :

Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Statistique Calculée	Loi	Ecart-type 1 S_{r1}
363,0296	142	1,2357	FISHER	343,6174
Confiance %	Risque (Alpha)%	D.D.L.1.	D.D.L.2.	Ecart-type 2 S_{r2}
81,3019	18,6981	72	70	381,9686
Les 2 Ecarts-Types ne sont pas significativement différents.				

La distribution est la même pour les deux méthodes.

4. Test des différences appariées :

Comparaison d'une Moyenne / Standard

Statistique Calculée	Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Nbr d'Obs défini
0,9499	0,0000	Non 40efine.	80
Confiance %	Risque (Alpha)%	Loi	D.D.L.
65,4866	34,5134	STUDENT	77
Les deux séries ne sont pas significativement différentes.			

Les moyennes des deux méthodes ne sont pas significativement différentes, elles sont donc équivalentes.

Conclusion :

Il n'ya pas de différence entre la méthode usuelle et la méthode ISO pour le dénombrement de la flore totale.

VIII. Comparaison statistique de la méthode usuelle et la méthode JECFA pour le dénombrement des levures et moisissures :

La méthode JECFA est une norme japonaise pour le dénombrement des levures et moisissures, le protocole de travail est le même, la différence est dans la température et le durée d'incubation qui sont de 25°C pendant 5 jours au lieu de 22°C pendant 7 jours de la méthode usuelle.

3. La méthode usuelle (22°C) :

Ecart type de répétabilité : (déjà calculé dans la comparaison de la méthode ISO et la méthode usuelle)

S_{r1} = 117,2604 ddl = 72

4. La méthode JECFA 25°C :

a. Adéquation à une loi normale :

Test de Normalité : CHI2

Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Regroupement demandé:	Regroupement effectué:
300,6250	261,1433	Non	Non
Nombre de Classes	Largeur(classe)	Statistique Calculée	
9	111,1111	44,3139	
D.D.L.:	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
6	CHI²	100,0000	0,0000
La distribution est significativement différente d'une loi normale.			

b. Détermination des points aberrants :

Test sur Valeurs Aberrantes : Student

Minimum:	Maximum:	Etendue	Médiane
100,0000	1100,0000	1000,0000	150,0000
Stat. Minimum:	Stat. Maximum:	Confiance %:	Seuil:
0,7683	3,0611	95,0000	3,1300
Aucun extrême n'est aberrant.			

c. Comparaison des écarts types:

Bartlett : Modalités d'une qualitative.

Nombre d'Echantillons	Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Loi
8	102,7233	72	CHI²
"E" de Bartlett	D.D.L.	Confiance %	Risque (Alpha)%
39,9214	7	99,9999	0,0001
Il y a au moins un Ecart-Type différent des autres. Les Ecarts-Types ne sont donc pas fusionnables.			

d. Ecart type de répétabilité :

S_{r2} = 102,7233 ddl = 72

e. Comparaison des écarts types de répétabilité :

Ecart-Type Fusionné	D.D.L. Fusionné	Statistique Calculée	Loi	Ecart-type 1 S_{r1}
110,2318	144	1,3031	FISHER	117,2604
Confiance %	Risque (Alpha)%	D.D.L.1.	D.D.L.2.	Ecart-type 2 S_{r2}
86,8127	13,1873	72	72	102,7233
Les 2 Ecarts-Types ne sont pas significativement différents.				

f. Test des différences appariées :

Comparaison d'une Moyenne / Standard

Statistique Calculée	Moyenne Standard	Ecart-Type Standard	Nbr d'Obs défini
2,4624	0,0000	Non 42efine.	80
Confiance %	Risque (Alpha)%	Loi	D.D.L.
98,4022	1,5978	STUDENT	79
Les deux séries sont significativement différentes.			

Les deux méthodes ne sont pas équivalentes.

Tests d'hypothèses :

Moyenne de l'échantillon = -53,7975
Médiane de l'échantillon = 0,0

test t :

Hypothèse nulle : moyenne = 0,0
Alternative : inférieur à
Statistique t calculée = -2,46339
Proba. = 0,0079826
Rejet de l'hypothèse nulle pour alpha = 0,05.
C'est-à-dire que **m(25°C) – m(22°C) < 0** ⇨ **m(22°C) > m(25°C)**

Conclusion :

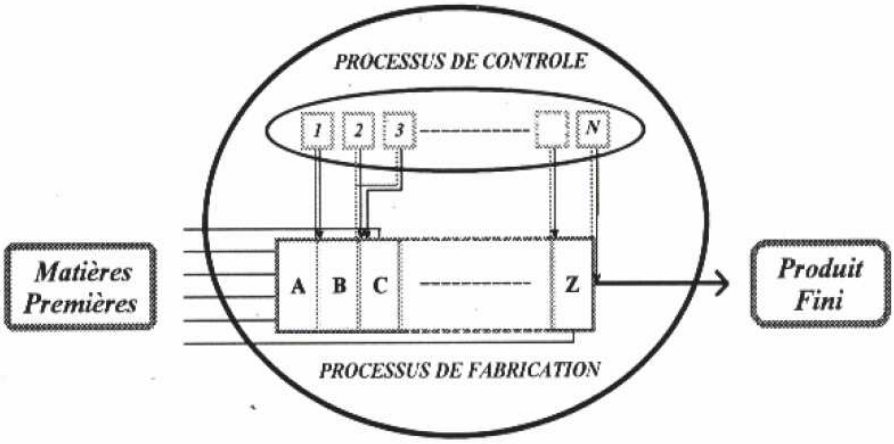
Les deux méthodes usuelle et JECFA sont différentes. Une incubation à 22°C pendant 7 jours donne une moyenne plus grande qu'une incubation à 25°C pendant 5 jours.

ETUDE STATISTIQUE DU PROCESSUS MOUTURE

II. Principe :

Un processus de production est l'ensemble de processus de fabrication et processus de contrôle.

Processus mouture



Le processus de la production de la farine des graines de caroube est lié à son contrôle tout en vérifiant le fonctionnement des différents moulins et du planchister de la mouture en réalisant des coupes granulométriques des différentes sorties des moulins et du planchister.

J'ai choisi la granulométrie comme critère de contrôle car c'est une caractéristique fondamentale qui est en relation directe avec le broyage, ainsi toute autre opération possible de mélange ou transfert.

Comme référence j'ai le tableau de bord suivant réalisé par un expert :

	Moulin B1	Moulin B2	Moulin B3	Moulin B4	Moulin R1	Moulin R2	Moulin R3	Moulin R4	Moulin R5	Moulin R6
<200µ	0,60%	5,58%	13,81%	30,03%	48,93%	50,23%	50,32%	51,15%	55,60%	61,80%
>= 200µ et <300µ	0,39%	8,24%	20,05%	29,13%	31,93%	34,90%	33,24%	36,63%	37,82%	29,62%
>300µ	97,57%	85,02%	64,31%	44,23%	18,99%	14,50%	16,87%	13,00%	6,85%	7,80%

III. Méthodologie de travail :

Mesure 1 :

A la sortie de chaque moulin j'ai pris un échantillon dont j'ai prélevé 4 sous échantillons. Chacun de ces derniers est tamisé à part puis la moyenne est calculée.

Mesure 2 :

A chaque heure, j'ai pris un échantillon de chaque moulin. L'ampérage est pris, l'humidité et la granulométrique sont mesurées. Au total j'ai pu prendre six échantillons pour chaque moulin. La moyenne est calculée par la suite.

1. Granulométrie :

But :

Détermination du pourcentage de la farine inférieur à la taille des mailles des tamis de 300 et 200µ.

Mode opératoire :

- Peser avec précision, une prise d'essai de 10g.
- Tamiser manuellement la prise d'essai en prenant soin de récupérer toutes les particules.
- Peser la quantité trouvée.

2. Humidité :

But :

Détermination de la teneur en eau qui se trouve dans la farine de caroube.

Mode opératoire:

- Mesurer environ de 2g de la farine.
- Etaler la farine sur le plateau en aluminium pour obtenir une couche mince.
- Attendre à fin de la réaction.
- Lire l'humidité en % H2O.

3. Comparaison des mesures avec le standard :

	Moulin B1			Moulin B2		
	Standard	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**
<200µ	0,60%	16,32%	20,88%	5,58%	20,19%	21,48%
<300µ	0,39%	32,60%	35,55%	8,24%	27,61%	35,83%

	Moulin B3			Moulin B4		
	Standard	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**
<200µ	13,81%	47,52%	34,94%	30,03%	48,93%	7,44%
<300µ	20,05%	71,74%	53,53%	29,13%	85,15%	24,58%

	Moulin R1			Moulin R2			Moulin R3		
	Standard	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**
<200µ	48,93%	28,29%	35,07%	50,23%	71,66%	47,38%	50,32%	50,77%	42,27%
<300µ	31,93%	69,92%	72,29%	34,90%	89,23%	83,02%	33,24%	85,26%	82,13%

	Moulin R4			Moulin R5			Moulin R6		
	Standard	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**	**Standard**	**Mesure 1**	**Mesure 2**
<200µ	51,15%	86,84%	40,23%	55,60%	56,17%	45,37%	61,80%	56,12%	42,95%
<300µ	36,63%	96,63%	80,88%	37,82%	93,16%	86,87%	29,62%	88,63%	86,96%

4.1. Granulométrie inférieure à 300µ :

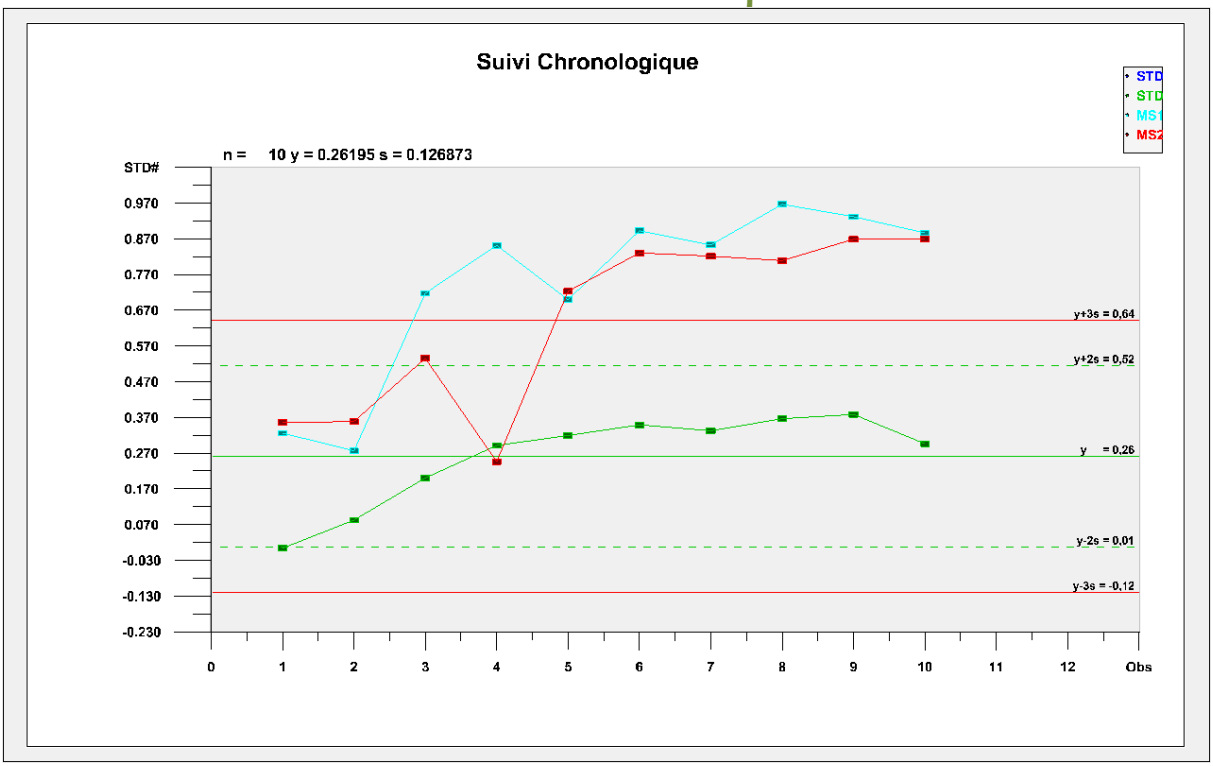


Figure III.1 Suivi de la granulométrie inférieure à 300µ des différents moulins

4.2. Granulométrie inférieure à 200µ :

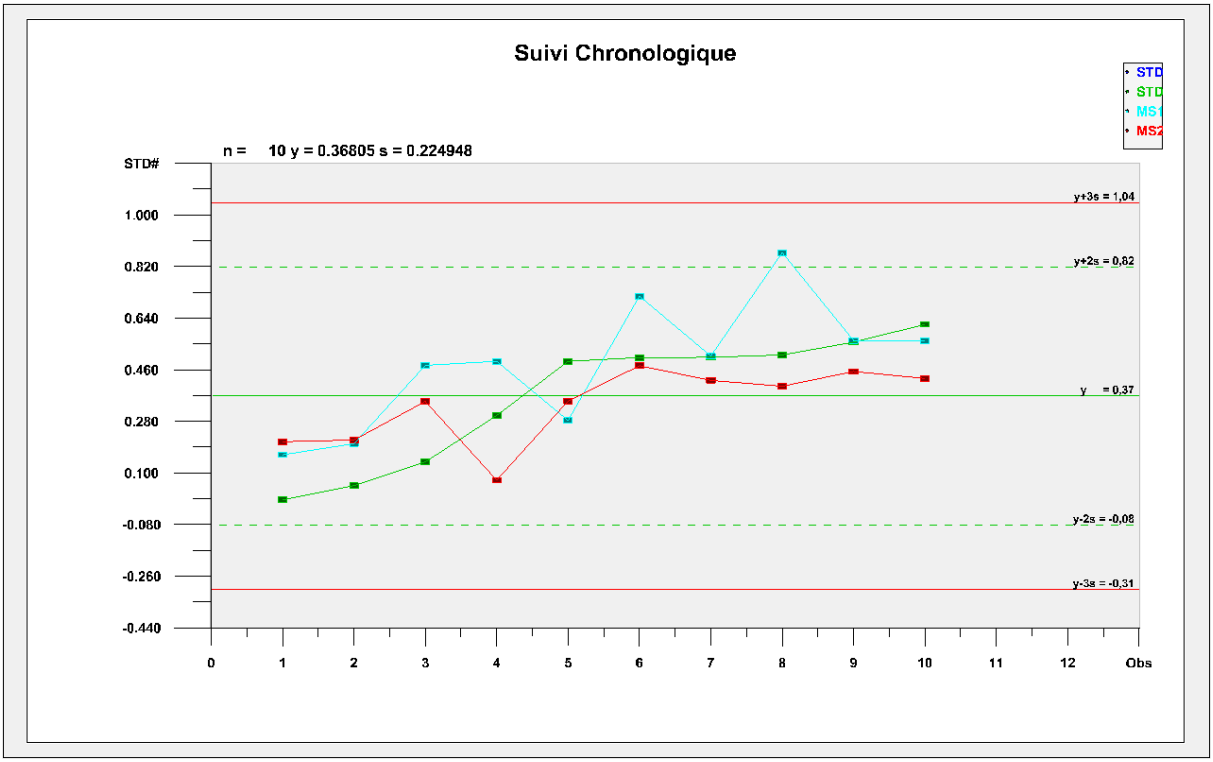


Figure III.2 Suivi de la granulométrie inférieure à 200µ des différents moulins

Dans ce tableau je compare d'après les graphes la granulométrie de la dernière mesure effectuée, c'est-à-dire la mesure 2 par rapport au standard et mesure 1.

Moulins	Granulométrique < 300µ	Granulométrique < 200µ
B1	Augmentation par rapport au standard.	Augmentation par rapport au standard.
B2	• Augmentation par rapport au standard et à la mesure 1. • Stabilisation par rapport au moulin B1 (mauvais écrasement).	• Augmentation par rapport au standard et à la mesure 1. • Stabilisation par rapport au moulin B1 (mauvais écrasement).
B3	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport à la mesure 1.	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport à la mesure 1.
B4	• Diminution par rapport à la mesure 1 et même par rapport au standard.	• Diminution par rapport à la mesure 1 et même par rapport au standard.
R1	• Augmentation par rapport au standard. • Stabilité par rapport au standard 1.	• Diminution par rapport au standard.
R2	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport au standard 1.	• Diminution par rapport au standard et à la mesure 1.
R3	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport à la mesure 1.	• Diminution par rapport au standard et à la mesure 1.

R4	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport à la mesure 1.	• Diminution par rapport au standard et à la mesure 1.
R5	• Augmentation par rapport au standard. • Diminution par rapport à la mesure 1.	• Diminution par rapport au standard et à la mesure 1.
R6	• Augmentation par rapport au standard. • Stabilisation par rapport à la mesure 1.	• Diminution par rapport au standard et à la mesure 1.

- **Granulométrie inférieure à 300µ :**

Mesure 1 : le pourcentage de la granulométrie de tous les moulins est supérieur au standard.

Mesure 2 : nous remarquons que le pourcentage de la granulométrie est supérieur au standard pour tous les moulins sauf B4 mais on a comme même des diminutions par rapport à la première mesure.

- **Granulométrie inférieure à 200µ :**

Mesure 1 : le pourcentage de la granulométrie est inférieure au standard pour les moulins R1 et R6.
Mesure 2 : A partir du moulin B4 le pourcentage de la granulométrie est inférieur au standard.

Conclusion :

Ces résultats indiquent un déréglage des moulins.
Pour pousser l'étude plus loin, j'ai choisi de mesurer d'autres facteurs qui peuvent avoir influence sur la granulométrie. Les facteurs choisis sont l'ampérage et l'humidité.

III. Corrélation :

1. Corrélation entre la granulométrie et l'ampérage :

But : Déterminer s'il existe une corrélation significative entre la granulométrie et l'ampérage.

J'ai choisi de vérifier la normalité pour les moulins où il y a la normalité pour que l'étude soit plus significative.

Moulin R5:

Moulin	Ampérage	<300	<200
R5	24,4	86,41	46,37
	22,5	86,29	46,92
	21,5	89,61	46,11
	21,6	90,17	49,39
	22,7	82,25	40,3
	25	86,51	43,15

D'abord je vérifie la normalité :

- **Ampérage :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9111	NORMALE	52,1495	47,8505
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie <300µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,8924	NORMALE	64,8040	35,1960
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 200µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9368	NORMALE	31,9731	68,0269
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

Toutes les variables suivent une loi normale.

a. Corrélation entre l'ampérage et granulométrie < 300µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : -0,4087

R = -0,4087 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit : $T = \frac{-0,4087}{\sqrt{\frac{1-0,167}{4}}}$

T = -0,8956
$-t_{0,025\,;\,4} = -2,7764$
$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$
C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

b. Corrélation entre ampérage et granulométrie < 200µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00 %.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : -0,3913

R = -0,3913 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit : $T = \frac{-0,3913}{\sqrt{\frac{1-0,1531}{4}}}$

T = -0,8504

$-t_{0,025\,;\,4} = -2,7764$

$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$

C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

Prenant un autre exemple :

Moulin R2 :

Moulin	Ampérage	<300	<200
R2	11,2	88,8	11,2
	10,26	89,74	10,26
	10	90	10
	10	90	10
	10,22	89,78	10,22
	11,4	88,6	11,4

Tests de normalité:

- **Ampérage :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,8182	NORMALE	92,4043	7,5957
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 300µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9502	NORMALE	21,5383	78,4617
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 200µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9468	NORMALE	24,0727	75,9273
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

Toutes les variables suivent une loi normale.

a. Corrélation entre l'ampérage et granulométrie < 300µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : -0,0035

R = -0,0035 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$
L'écart réduit :

$$T = \frac{-0{,}0035}{\sqrt{\frac{1-1{,}22\,.10^{-5}}{4}}}$$

T = -0,007

$-t_{0{,}025\,;\,4} = -2{,}7764$

$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$

C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

b. Corrélation entre ampérage et granulométrie < 200µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00 %.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : -0,0543

R = -0,0543 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit :

$$T = \frac{-0{,}0543}{\sqrt{\frac{1-0{,}005}{4}}}$$

T = -0,1087

$-t_{0{,}025\,;\,4} = -2{,}7764$

$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$

C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

Conclusion :

Il n'existe pas de corrélation significative entre l'ampérage et la granulométrie.

4.3. Corrélation entre l'humidité et la granulométrie :

Moulin R1 :

Moulin	Humidité	<300	<200
R1	10,88	89,12	10,88
	11,3	88,7	11,3
	11,18	88,82	11,18
	10,98	89,02	10,98
	11,9	88,1	11,9
	11,52	88,48	11,52

Test d'adéquation à une loi normale :

- **Humidité :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9583	NORMALE	15,7416	84,2584
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 300µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9050	NORMALE	56,5166	43,4834
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 200µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9877	NORMALE	1,6810	98,3190
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

a. Corrélation entre l'humidité et la granulométrie < 300µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : 0,5149

R = 0,5149 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$
L'écart réduit :

$$T = \frac{0{,}5149}{\sqrt{\frac{1-0{,}2651}{4}}}$$

T = 1,2013
$-t_{0{,}025\,;\,4} = -2{,}7764$

$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$
C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

b. Corrélation entre l'humidité et la granulométrie < 200µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 6
Coefficient de Corrélation : 0,8801

R = 0,8801 n = 6
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit :

$$T = \frac{0{,}8801}{\sqrt{\frac{1-0{,}7746}{4}}}$$

T = 3,706
$-t_{0{,}025\,;\,4} = -2{,}7764$

T ne se trouve pas dans l'intervalle $-t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, $t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on rejette l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$
C'est-à-dire que la corrélation est significative entre l'humidité et la granulométrie < 200µ pour le moulin R1.

Prenant un autre exemple : **Moulin B2**

Moulin	Humidité	<300	<200
B2	14,1	36,52	21,04
	14,8	49,62	30,96
	15,92	33,82	20,51
	17,49	31,2	18,47
	17,6	34,06	20,35
	15,98	29,76	17,54

Test d'adéquation à une loi normale :

Après élimination du point aberrant de la granulométrie < 300µ :

Moulin	Humidité	<300	<200
B2	14,1	36,52	21,04

	15,92	33,82	20,51
	17,49	31,2	18,47
	17,6	34,06	20,35
	15,98	29,76	17,54

- **Humidité :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9015	NORMALE	51,8563	48,1437
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 300µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,9656	NORMALE	7,1642	92,8358
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

- **Granulométrie < 200µ :**

Test de Normalité : SHAPIRO ET WILK

Statistique Calculée	Loi	Confiance %	Risque (alpha)%
0,8997	NORMALE	53,2014	46,7986
La distribution n'est pas significativement différente d'une loi normale.			

c. Corrélation entre l'humidité et la granulométrie < 300µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 5
Coefficient de Corrélation : -0,5139

R = -0,5139 n = 5
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit :

$$T = \frac{-0,5139}{\sqrt{\frac{1-0,2640}{3}}}$$

T = -1,0376

$-t_{0,025\,;\,3} = -3,182$

$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$

C'est-à-dire que la corrélation est non significative entre les variables.

d. Corrélation entre l'humidité et la granulométrie < 200µ :

Niveau de Confiance défini : 95,00%.
Nbre d'Observations : 5
Coefficient de Corrélation : -0,3775

R = -0,3775 n = 5
$H_0 : \rho = 0$
$H_1 : \rho \neq 0$

L'écart réduit : $$T = \frac{-0,3775}{\sqrt{\frac{1-0,1426}{3}}}$$

T = -0,7060
$-t_{0,025\,;\,3} = -3,182$
$T > -t_{\alpha/2\,,\,n-2}$, donc on garde l'hypothèse nulle $H_0 : \rho = 0$

Conclusion :

Il n'existe pas de corrélation entre l'humidité et la granulométrie.

Pour mieux visualiser la non corrélation entre les variables, je les ai présenté dans le même graphe :

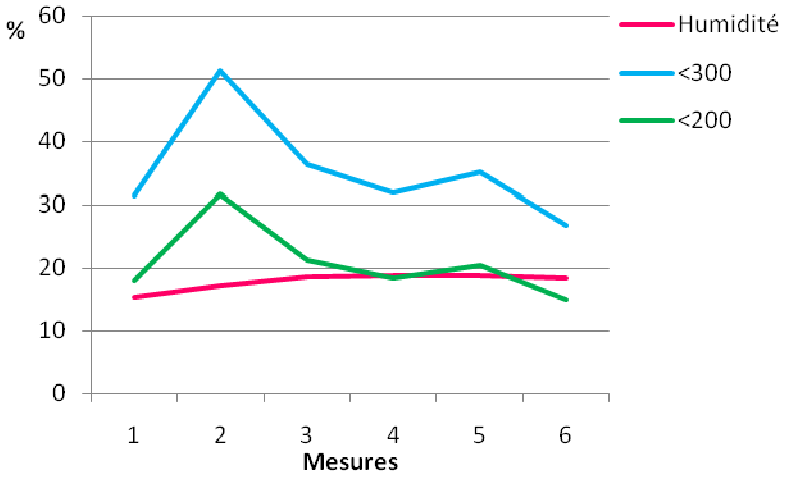


Figure 4.2.1 non corrélation entre l'humidité et la granulométrie du moulin B1

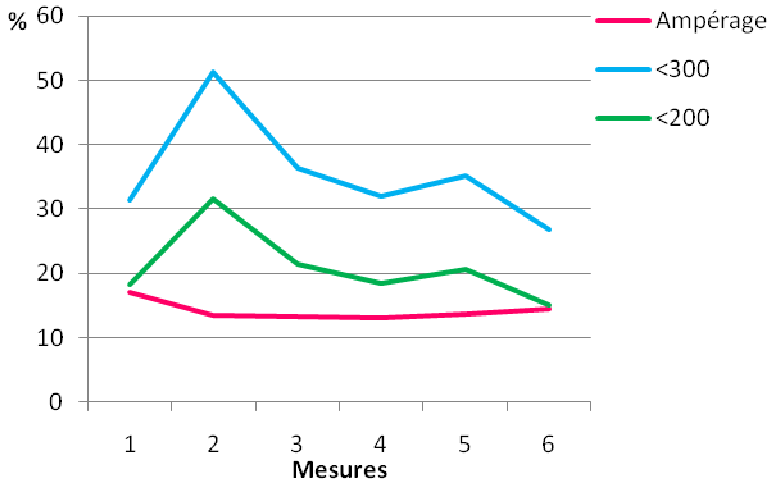


Figure 4.2.2 non corrélation entre l'ampérage et la granulométrie du moulin B1

Les graphes montrent très bien qu'il n'existe pas de relation entre les variables, ni entre la granulométrie et l'ampérage, ni entre la granulométrie et l'humidité.

Conclusion générale

Ce stage au sein de la société Systems Bio-Industries (SBI) a été très formateur, il m'a donné l'opportunité de développer mes connaissances sur le plan pratique ainsi que théorique.

Lors de ce stage, j'ai traité deux sujets indispensables au contrôle de la bonne marche du procédé de la production de la farine des graines de caroube.

Le premier sujet étudie le fonctionnement des moulins du processus mouture. Les résultats ont montré un déréglage des moulins. Donc la nécessité de prendre les précautions possibles qui aboutissent au bon fonctionnement.

Le deuxième sujet a pour but de comparer deux méthodes d'analyses microbiologiques de la farine des graines de caroube. Les résultats ont montré une différence significative entre la méthode utilisée par le laboratoire et la méthode ISO, et la méthode JECFA.

Les deux sujets traités sont intéressants pour s'assurer de la bonne marche du procédé de fabrication et de contrôle et faire des optimisations en se basant sur les résultats obtenus.

Annexe

	Seuil de probabilité				
ddl	***0,10***	***0,05***	***0,025***	***0,01***	***0,001***
1	2,71	3,84	5,02	6,63	10,83
2	4,61	5,99	7,38	9,21	13,82
3	6,25	7,81	9,35	11,34	16,27
4	7,78	9,49	11,14	13,28	18,47
5	9,24	11,07	12,83	15,09	20,52
6	10,64	12,59	14,45	16,81	22,46
7	12,02	14,07	16,01	18,48	24,32
8	13,36	15,51	17,53	20,09	26,12
9	14,68	16,92	19,02	21,67	27,88
10	15,99	18,31	20,48	23,21	29,59
11	17,28	19,68	21,92	24,72	31,26
12	18,55	21,03	23,34	26,22	32,91
13	19,81	22,36	24,74	27,69	34,53
14	21,06	23,68	26,12	29,14	36,12
15	22,31	25,00	27,49	30,58	37,70
16	23,54	26,30	28,85	32,00	39,25
17	24,77	27,59	30,19	33,41	40,79
18	25,99	28,87	31,53	34,81	42,31
19	27,20	30,14	32,85	36,19	43,82
20	28,41	31,41	34,17	37,57	45,31
21	29,62	32,67	35,48	38,93	46,80
22	30,81	33,92	36,78	40,29	48,27
23	32,01	35,17	38,08	41,64	49,73
24	33,20	36,42	39,36	42,98	51,18
25	34,38	37,65	40,65	44,31	52,62
26	35,56	38,89	41,92	45,64	54,05
27	36,74	40,11	43,19	46,96	55,48
28	37,92	41,34	44,46	48,28	56,89
29	39,09	42,56	45,72	49,59	58,30
30	40,26	43,77	46,98	50,89	59,70

pour un degré de liberté supérieur à 30 la variable u :
u = racine(2*Khi2) – racine(2*ddl – 1)
suit une loi Normale réduite

Annexe 1 : Table de la loi de khi-deux

				α		
0.40	**0.25**	**0.10**	**0.05**	**0.025**	**0.01**	**0.005**
324920	1.000000	3.077684	6.313752	12.70620	31.82052	63.65674
288675	0.816497	1.885618	2.919986	4.30265	6.96456	9.92484
276671	0.764892	1.637744	2.353363	3.18245	4.54070	5.84091
270722	0.740697	1.533206	2.131847	2.77645	3.74695	4.60409
267181	0.726687	1.475884	2.015048	2.57058	3.36493	4.03214
264835	0.717558	1.439756	1.943180	2.44691	3.14267	3.70743
263167	0.711142	1.414924	1.894579	2.36462	2.99795	3.49948
261921	0.706387	1.396815	1.859548	2.30600	2.89646	3.35539
260955	0.702722	1.383029	1.833113	2.26216	2.82144	3.24984
260185	0.699812	1.372184	1.812461	2.22814	2.76377	3.16927
259556	0.697445	1.363430	1.795885	2.20099	2.71808	3.10581
259033	0.695483	1.356217	1.782288	2.17881	2.68100	3.05454
258591	0.693829	1.350171	1.770933	2.16037	2.65031	3.01228
258213	0.692417	1.345030	1.761310	2.14479	2.62449	2.97684

257885	0.691197	1.340606	1.753050	2.13145	2.60248	2.94671
257599	0.690132	1.336757	1.745884	2.11991	2.58349	2.92078
257347	0.689195	1.333379	1.739607	2.10982	2.56693	2.89823
257123	0.688364	1.330391	1.734064	2.10092	2.55238	2.87844
256923	0.687621	1.327728	1.729133	2.09302	2.53948	2.86093
256743	0.686954	1.325341	1.724718	2.08596	2.52798	2.84534
256580	0.686352	1.323188	1.720743	2.07961	2.51765	2.83136
256432	0.685805	1.321237	1.717144	2.07387	2.50832	2.81876
256297	0.685306	1.319460	1.713872	2.06866	2.49987	2.80734
256173	0.684850	1.317836	1.710882	2.06390	2.49216	2.79694
256060	0.684430	1.316345	1.708141	2.05954	2.48511	2.78744
255955	0.684043	1.314972	1.705618	2.05553	2.47863	2.77871
255858	0.683685	1.313703	1.703288	2.05183	2.47266	2.77068
255768	0.683353	1.312527	1.701131	2.04841	2.46714	2.76326
255684	0.683044	1.311434	1.699127	2.04523	2.46202	2.75639
255605	0.682756	1.310415	1.697261	2.04227	2.45726	2.75000
253347	0.674490	1.281552	1.644854	1.95996	2.32635	2.57583

Annexe 2 : Tableau de la loi de student

2	3	4	5	6	7	8	9	10
99,5	215,7	224,6	230,2	234	236,8	239	240,5	241,9
19	19,16	19,25	19,3	19,33	19,35	19,4	19,38	19,4
9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79
6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6	5,96
5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74
5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,1	4,06
4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64
4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,5	3,44	3,39	3,35
4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14
4,1	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98
3,98	3,59	3,36	3,2	3,09	3,01	2,95	2,9	2,85
3,89	3,49	3,26	3,11	3	2,91	2,85	2,8	2,75
3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67
3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,7	2,65	2,6
3,68	3,29	3,06	2,9	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54

3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	
3,59	3,2	2,96	2,81	2,7	2,61	2,55	2,49	2,45	
3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	
3,52	3,13	2,9	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	
3,49	3,1	2,87	2,71	2,6	2,51	2,45	2,39	2,35	
3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	
3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,4	2,34	2,3	
3,42	3,03	2,8	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	
3,4	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,3	2,25	
3,39	2,99	2,76	2,6	2,49	2,4	2,34	2,28	2,24	
3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	
3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,2	
3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	
3,33	2,93	2,7	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	
3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	

Annexe 3 : Tableau de la loi de student pour $\alpha = 0,05$

n	2	3	4	5	6	7	8	9	10	
J										

1	0.7071	0.7071	0.6872	0.6646	0.6431	0.6233	0.6052	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	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
J										
1	0.5601	0.5475	0.5359	0.5251	0.5150	0.5056	0.4963	0.4886	0.4808	0.4734
2	0.3315	0.3325	0.3325	0.3318	0.3306	0.3290	0.3273	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	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
J										
1	0.4643	0.4590	0.4542	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	0.1736	0.1764	0.1787	0.1807	0.1822	0.1836	0.1848	0.1857	0.1064	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	0.0862
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

Annexe 4 : Table des coefficients de la loi de Shapiro et Wilk

N	Risque 5%	Risque 1%
5	0.762	0.686
6	0.788	0.713
7	0.803	0.730
8	0.818	0.749
9	0.829	0.764
10	0.842	0.781
11	0.850	0.792
12	0.859	0.805
13	0.856	0.814
14	0.874	0.825
15	0.881	0.835
16	0.837	0.844
17	0.892	0.851
18	0.897	0.858
19	0.901	0.863
20	0.905	0.868
21	0.908	0.873
22	0.911	0.878
23	0.914	0.881
24	0.916	0.884
25	0.918	0.888
26	0.920	0.891
27	0.923	0.894
28	0.924	0.896
29	0.926	0.898
30	0.927	0.900

31	0.929	0.902
32	0.930	0.904
33	0.931	0.906
34	0.933	0.908
35	0.934	0.910
36	0.935	0.912
37	0.936	0.914
38	0.938	0.916
39	0.939	0.917
40	0.940	0.919
41	0.941	0.920
42	0.942	0.922
43	0.943	0.923
44	0.944	0.924
45	0.945	0.926
46	0.945	0.927
47	0.946	0.928
48	0.947	0.929
49	0.947	0.929
50	0.947	0.930

Annexe 5 : Table des valeurs limites de Shapiro et Wilk

Composition de l'eau peptonée :

Peptone……... 10g/l

Chlorure de sodium…… 5g/l
Phosphate disodique…….. 1,5g/l
Phosphate monopotassique…… 1,5g/l
Eau distillée…… 1000ml

Composition du milieu Sabouraud :

Peptone…….. 10g/l
Glucose……. 20g/l
Agar-Agar…….. 15g/l
Eau distillée……... 1000ml

Composition du milieu PCA :

Peptone…….. 5,0 g/l
Extrait de levure……... 2,5 g/l
Glucose…….. 1,0 g/l
Agar-Agar…….. 15,0 g/l
Eau distillée……... 1000ml

Annexe 6 : Composition des milieux de culture et de l'eau peptonée

Bibliographie et webographie:

- Polycopié statistique appliquée à l'analyse physicochimique-Master CAC Agiq : Mme EZZAKI Fatima
- Chimiométrie : Yves Lijour
- Validation des méthodes d'analyse : Jacques LESAINT
- Validation des méthodes d'analyse - La mesure - une approche de l'assurance qualité au laboratoire - Max FEINBERG
- Introduction à la statistique - troisième édition revue et augmentée : Stephan Morgenthaler
- Statistique théorique et appliqué 2.inférence statistique à une et à deux dimensions 2ème édition Pierre DAGNELIE
- Validation externe des méthodes d'analyse : Max FEINBERG et Girard LAMARQUE
- http://www.caroube-dz.com
- http://www.inra.fr/