

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Année Universitaire : 2009-2010

Filière Ingénieurs Industries Agricoles et Alimentaires



Rapport de stage de fin d'études

La maîtrise statistique de la qualité des produits semi-finis et tronc communs de la raffinerie COSUMAR par la mise en place des plans d'échantillonnage par mesure

Réalisé par l'élève-ingénieur:

ADDAOUI Faiza

Encadré par:

- Mr. BEN LEMLIH Abdelatif, Raffinerie COSUMAR de CASABLANCA
- Mr. ALILOU El Houssine, FST Fès

Présenté le 28 Juin 2010 à 8^h30, devant le jury composé de:

- Pr. ALILOU El Houssine : Président
- Pr. BOUKIR Abdellatif : Examineur
- Pr. BOUAYAD Abdessalam : Examineur
- Pr. EL FARICHA Omar : Examineur
- Pr. BENCHEIKH Rachid : Examineur

Stage effectué à :  Raffinerie COSUMAR de CASABLANCA

Stage effectué à : Raffinerie COSUMAR de CASABLANCA



Filière Ingénieurs IAA

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat

ADDAOUI Faiza

Année Universitaire : 2009/2010

Titre: La maîtrise statistique de la qualité des produits semi-finis et tronc communs de la raffinerie COSUMAR par la mise en place des plans d'échantillonnage par mesure

Résumé

Leader sur le marché marocain au niveau du secteur agroalimentaire en production sucrière, la COSUMAR vise à conserver et consolider sa position.

Pour atteindre ce but, la COSUMAR a adopté une politique d'amélioration continue par son engagement dans une démarche qualité en se basant sur les standards internationaux, en l'occurrence :

- * L'accréditation du laboratoire selon la norme **ISO 17025** (prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais) qui vise principalement à accroître la satisfaction envers ses clients.
- * Pour répondre aux exigences de cette présente norme, le laboratoire doit disposer d'un plan d'échantillonnage basé sur des méthodes statistiques appropriées afin de maîtriser la variation des processus, d'améliorer ses performances et notamment d'assurer la validité des résultats des essais.

Pour cela, mon projet de fin d'étude porte sur **la mise en place des plans d'échantillonnage** représentatifs des populations étudiées au cours du processus de fabrication, au niveau de la **station d'épuration** et la **station de cristallisation** récemment implantée **STG2**. Tout en suivant un ensemble d'étapes en accord avec les principes de la norme française **NF-X06 023** des plans d'échantillonnage par mesure.

Dans ce rapport, nous avons essayé de donner les démarches et les étapes poursuivies pour la mise en œuvre de ces plans de contrôle.

L'instauration de ces plans était d'une grande importance pour la société. Nous avons pu assurer la représentativité des échantillons, détecter le passage des produits non conformes et enfin suivre la marche du procédé de fabrication pour contrôler sa déviation et sa dérive, tout en se basant sur les cartes de contrôles par mesure mises en œuvre.

Mots clés : Qualité, norme, plans d'échantillonnage par mesure, cartes de contrôles.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

* *Ma chère maman*

* *Mon père*

* *Mon cher frère bien aimé ABDEREZZAK*

* *Mes frères et sœurs*

* *Mes ami(e)s*

* *Tout le personnel de la société COSUMAR*

* *Au corps professoral de la FST de FES.*

Remerciements

Mes remerciements s'adressent en premier lieu :

- A Mr. FIKRAT Mohamed directeur générale de la RAFFINERIE DE CASABLANCA qui a répondu favorablement à ma demande de stage.
- A mon maitre du stage : Mr BEN LEMLIH Adelatif chef du laboratoire et responsable de la qualité, pour sa disponibilité son soutien, pour m'avoir laissé une très grande autonomie durant mon stage.
- A mon encadrant Mr. ALILOU El Houssine pour ces directions, ces remarques, ces suggestions d'or, et ces conseils judicieux pour compléter mon travail.
- Aux membres de jury : Mr. BOUKIR, Mr. BOUAYAD, Mr. ELFARICHA et Mr. BENCHEIKH qui ont accepté d'évaluer mon travail et de me faire part de leurs remarques pertinentes pour contribuer au perfectionnement du présent travail.
- A Mr. ELHADRAMI et Mr. LEZREK responsables de la filière ainsi que tout le corps professoral de la FST FES.

Notation

x	: Caractère mesuré
X	: Résultat d'une mesure X sur un lot
\bar{x}	: Moyenne des valeurs individuelles d'un échantillon issu d'un lot
\bar{x}_j	: Moyenne des valeurs individuelles de l'échantillon du lot
\bar{X}_{max}	: Valeur maximale de la moyenne d'un échantillon pour l'acceptation d'un lot
\bar{X}_{min}	: Valeur minimale de la moyenne d'un échantillon pour l'acceptation d'un lot
σ	: Ecart –type intra-lot inconnu
S	: Estimation de l'écart-type intra- lot inconnu
S_j	: Estimation de l'écart-type intra-lot inconnu du lot « j »
S_{max}	: Estimation de la valeur acceptable de l'écart-type, méthode « s », tolérances séparées
ETME	: Estimation de l'écart-type maximale des échantillons, méthode « σ », tolérances Combinées.
σ_{max}	: Valeur maximale de la production, méthode « σ », tolérance séparées
ETMP	: Ecart-type maximale de la production, méthode « σ », tolérances combinées
T_s	: Tolérance supérieure de X en valeur individuelle
T_i	: Tolérance inférieure de X en valeur individuelle
NQA	: Niveau de qualité acceptable
n	: Effectif d'échantillon
Ds	: Rapport de discrimination
PA	: Pourcentage de valeurs non conformes d'un lot qu'on a la probabilité A% d'accepter
K	: Constante d'acceptation
Ap	: Aptitude spécifique à des tolérances
Qs	: Indice de qualité par rapport à Ts
Qi	: Indice de qualité par rapport à Ti
Fs	: Coefficient pour le calcul de l'ETME, méthode σ , tolérance combinées.

Listes des figures

Figure 1 : Organigramme de l'organisation hiérarchique de la raffinerie de CASABLANCA

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

- Figure 2 : Diagramme du raffinage du sucre
Figure 3 : Schéma de chaudières de carbonatation
Figure 4 : Produits finis de la raffinerie COSUMAR CASABLANCA
Figure 5 : Schéma du raffinage du sucre de COSUMAR CASABLANCA
Figure 6 : Organigramme de passage du contrôle normal au contrôle réduit ou renforcé (Norme AFNOR X 06-023)
Figure 7 : Cas d'une tolérance supérieure
Figure 8 : Cas d'une tolérance inférieure
Figure 9 : Graphique de la zone d'acceptation et des rejets, cas de deux tolérances séparées
Figure 10 : Graphique de la zone d'acceptation et des rejets, cas de deux tolérances combinées.
Figure 11 : Fiche signalétique d'un échantillon
Figure 12 : Schéma de lieu de prélèvement de la commune filtrée
Figure 13 : Schéma indiquant le lieu de prélèvement des échantillons au niveau de la STG2
Figure 14 : Fonction de répartition de la loi normale
Figure 15 : Histogramme de normalité du brix liqueur R4
Figure 16 : Carte de contrôle écart type du brix liqueur R4
Figure 17 : Histogramme de normalité de la coloration de la liqueur R4
Figure 18 : Carte de contrôle de l'écart-type de la coloration de la liqueur R4
Figure 19 : Histogramme de normalité de la pureté de la liqueur R 4
Figure 20 : Histogramme de normalité du brix de la masse cuite R4
Figure 21 : Carte de contrôle de l'écart-type du brix de la masse cuite R4
Figure 22 : Histogramme de normalité de la coloration de la masse cuite R4
Figure 23 : Carte de contrôle de l'écart-type de la coloration la masse cuite R4
Figure 24 : Histogramme de normalité de la pureté de la masse cuite R4
Figure 25 : Carte de contrôle de l'écart-type de la pureté de la masse cuite R4
Figure 26 : Histogramme de normalité de l'humidité du sucre R4
Figure 27 : Carte de contrôle de l'écart-type de l'humidité sucre R4
Figure 28 : Carte de pourcentage inférieur de hors tolérance du brix de la liqueur R4
Figure 29 : Carte de contrôle de la moyenne du brix de la liqueur R4
Figure 30 : Carte de contrôle de l'écart-type du brix de la liqueur R4
Figure 31 : Carte de pourcentage de hors tolérance coloration de la liqueur cuite R4
Figure 32 : Carte de la moyenne de la coloration de la liqueur R4
Figure 33 : Carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la liqueur R4

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

- Figure 34 : Carte contrôle de pourcentage de hors tolérance pureté liqueur R4
- Figure 35 : Carte de contrôle de la moyenne de la pureté liqueur R4
- Figure 36 : Carte de contrôle de l'écart type de la pureté liqueur
- Figure 37 : Carte de la moyenne de du brix masse cuite R4
- Figure 38 : Carte de l'écart type du brix masse cuite R4
- Figure 39 : Carte de contrôle du pourcentage de hors tolérance du brix masse cuite R4
- Figure 40 : Carte de contrôle de la moyenne de la coloration de la masse cuite R4
- Figure 41 : Carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la masse cuite R4
- Figure 42 : Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance de l'humidité du sucre R4
- Figure 43 : Carte de contrôle de la moyenne de l'humidité du sucre R4
- Figure 44 : Carte de contrôle de l'écart type de l'humidité sucre R4
- Figure 45 : Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance du brix de la commune filtrée
- Figure 46 : Carte de contrôle de la moyenne du brix de la commune filtrée
- Figure 47 : Carte de contrôle de l'écart-type du brix de la commune filtré
- Figure 48 : Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance de la pureté de la commune filtrée
- Figure 49 : Carte de contrôle de la moyenne de la pureté de la commune filtrée
- Figure 50 : Carte de contrôle de l'écart-type de la pureté de la commune filtré
- Figure 51 : Carte de contrôle du pourcentage de hors tolérance du pH de la commune filtrée
- Figure 52 : Carte de contrôle de l'écart-type du pH de la commune filtrée
- Figure 53 : Carte de pourcentage de hors tolérance de la coloration de la commune filtrée
- Figure 54 : Carte de contrôle de la moyenne de la coloration de la commune filtrée
- Figure 55 : Carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la commune filtrée.

Listes des tableaux

Tableau 1: Règles de décision de pilotage des cartes de contrôle

Tableau 2: Analyse réalisé du brix de la liqueur R4

Tableau 3: Calcul de pourcentage hors tolérance au niveau du brix de la liqueur R4

Tableau 4: Calcul des limites de contrôle de la moyenne et de l'écartype du brix de la liqueur R4

Tableau 5: Production de la commune filtrée par poste de travail.

Sommaire

Notation.....	1
Listes de figures.....	2
Listes de tableaux.....	4
Sommaire.....	5
Introduction.....	7
PARTIE 1 : Présentation de la société	
I- Présentation de la COSUMAR.....	8
1. Historique de la COSUMAR.....	8
2. Données générales.....	8
3. Présentation de la raffinerie de CASABLANCA.....	9
3.1 Fiche d'identité.....	9
3.2 Organigramme de la société.....	9
4. Présentation du service laboratoire.....	11
4.1 Rôle et importance du laboratoire.....	11
4.2 Analyses effectuées.....	11
PARTIE 2 : Procédé du raffinage	
I- l'activité raffinage.....	12
1. Stockage de sucre brut.....	12
2. Affinage.....	13
3. Épuration.....	13
3.1 Fonte du sucre affiné.....	13
3.2 Carbonatation.....	13
4. Filtration.....	14
5. Décoloration.....	14
6. Evaporation.....	15
7. Cristallisation.....	15
7.1 Fondements.....	15
7.2 La cuite.....	16
7.3 Conduite de la cuite.....	16
7.4 Malaxage.....	16
7.5 Turbinage.....	17
8. Le conditionnement.....	17
Partie 3 : Etude bibliographique	
I- Plans d'échantillonnage.....	19
1. Introduction.....	19
2. Définition et objectifs d'un plan d'échantillonnage.....	19

du

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

3. Types de plans d'échantillonnage	20
4. Exigences normatives de plans d'échantillonnage	20
5. Présentation des plans d'échantillonnage par mesure selon la norme NF X 06-023.....	21
5.1. Domaine d'application	21
5.2. Efficacité d'un plan d'échantillonnage.....	21
5.3. Niveau de qualité acceptable NQA.....	22
5.4. Tolérances « séparées » et tolérances « combinées ».....	22
5.5. Les méthodes de plans d'échantillonnage par mesure.....	22
5.6 Les différents types de contrôle.....	23
6. Plan d'échantillonnage dans le cas d'un contrôle normal écart-type connu (méthode « σ »)	24
6.2. Présentation du plan.....	24
6.3. Choix du plan à partir de l'effectif des lots et du NQA.....	24
6.4. Plan d'échantillonnage dans le cas d'une seule tolérance.....	24
6.5. Cas de deux tolérances séparées	25
6.6. Cas de deux tolérances combinées.....	26
7. Contrôle de la stabilité de la fabrication.....	26
7.2. Principe de la carte de contrôle par mesure	27
7.3. Etude préliminaires pour la construction d'une carte de contrôle.....	27
7.4. Construction de la carte de contrôle par mesure.....	28
a. Contrôle de la tendance centrale	28
b. Contrôle de la dispersion	28
c. Interprétations des cartes de contrôles	28
Partie 4 : Matériel et Méthodes	
I - Méthodologie de travail	30
1. Populations étudiées et stratégie de prélèvement.....	30
1.1. Station d'épuration	32
1.2 Station de la cristallisation (STG2).....	32
2. L'étude des caractères des populations.....	33
2.1 Identification des caractères	33
2.2 La vérification de l'hypothèse de normalité	34
a. La normalité d'une population	34
b. Notion d'homogénéité de la population.....	34
c. Tests de normalité	34
Partie 5 : Résultats et discussions	
I - Application des plans d'échantillonnages	36
1. Au niveau de la STG2.....	36
1.1. L'analyse	<i>statistique</i> <i>préliminaire</i>
1.1.1. Test de normalité des caractères étudiés et calcul de (tolérances, écartype cible et moyenne cible de chaque population).....	36
a) Cuite R4.....	36
❖ liqueur d'alimentation.....	36
❖ Masse cuite R4	40
❖ Sucre humide	43

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

2.2. Application des plans d'échantillonnage au niveau des populations de la cuite R4.....	44
2.2.1. Liqueur R4	44
a) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever.....	44
b) Réalisation des analyses et interprétations des résultats	45
2.2.2. Masse cuite R4.....	51
a) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever.....	51
b) Réalisation des analyses et interprétations des résultats	51
2.2.3. Sucre humide R4.....	54
a) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever.	54
b) Réalisation des analyses et interprétations des résultats	55
2. Au niveau de la station d'épuration (commune filtrée)	57
2.1. L'analyse statistique préliminaire	57
2.2. Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever	57
2.3. Réalisation des analyses et interprétations des résultats.....	57
Conclusion.....	63
Référence.....	64
Annexes.....	65

Introduction

La qualité est un sujet vaste qui fait intervenir beaucoup de méthodes pour la planifier, la maîtriser et surtout, pour l'améliorer.

Depuis toujours les **méthodes statistiques** de la qualité occupent une place centrale et importante dans l'ensemble des moyens dont dispose le concepteur et le producteur pour assurer et améliorer la qualité de ses produits et services. Plusieurs méthodes statistiques ont été conçues et développées à l'origine pour comprendre la qualité des fabrications. En particulier, les cartes de contrôle et les plans d'inspection de lots par échantillonnage furent développés dans les années 1920- 45 en réponse à des besoins spécifiques de maîtrise de la qualité.

L'utilisation de ces techniques pour conduire un processus de fabrication permet :

- de prévenir les effets de dérèglages au lieu de les subir et de trier la production a postériori;
- d'éviter le contrôle à 100 % (contrôle de toutes les unités produites) ;
- de rationaliser les plans d'échantillonnage (nombre et fréquence des contrôles) plutôt que de les choisir « par expérience » (souvent à l'inspiration).

Conscient de l'importance de l'échantillonnage, le laboratoire de la raffinerie nous a confié l'implantation des plans d'échantillonnage basés sur des tests statistiques et des méthodes normatives plus conformes, pour compléter la partie d'échantillonnage qui manque au niveau de l'accréditation. A savoir que le laboratoire d'exploitation de la COSUMAR est accrédité selon la norme ISO 17 025.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Notre formation en ingénierie Industrielle Agricole et Alimentaire nous a permis d'avoir un bagage théorique et pratique qui touche plusieurs spécialités dans le milieu professionnel. On peut dire que c'est la matière première de base que nous avons essayé de la façonner durant ce stage professionnel.

Ainsi pour l'introduction du contrôle statistique en cours de fabrication, en prenant comme base les résultats d'analyse après l'instauration des plans d'échantillonnage adéquats au niveau des différentes stations (épuration et STG 2) ont nécessité un passage par deux stades :

- (a) l'analyse statistique préliminaire de la fabrication ;
- (b) le choix des plans d'échantillonnage et leurs applications.

Pour cela, notre étude a été répartie en quatre parties. La première traite une présentation générale de la COSUMAR et particulièrement la raffinerie de CASABLANCA. La deuxième concerne l'étude des différentes étapes de raffinage du sucre. On a consacré la troisième partie pour une étude bibliographique des plans d'échantillonnage, mettant l'accent sur le plan de contrôle par mesure. Finalement, la dernière partie est une partie pratique, au niveau de laquelle l'exposition des démarches et les résultats de l'étude étaient les plus exhaustifs possibles.

I-Présentation de la COSUMAR

COSUMAR « Compagnie Sucrière Marocaine et de Raffinage », filiale du Groupe ONA « Omnium Nord Africain », est une société anonyme Leader sur le marché national du sucre. Elle comporte la raffinerie de Casablanca, la sucrerie de Sidi Bennour et le centre de conditionnement de Zemamra ayant comme métiers principales :

- * Extraction du sucre à partir des plantes sucrières.
- * Raffinage du sucre brut.
- * Conditionnement du sucre.

1. Historique de la COSUMAR

- ⇒ Fondée en avril 1929, sous le sigle « COSUMA », par la compagnie sucrière de SAINT LOUIS (MARSEILLE), la compagnie sucrière marocaine fut créée pour une capacité de production de 100 tonnes de sucre par jour. Elle en produit actuellement 2700 tonnes par jour.
- ⇒ En 1967, l'État marocain devient actionnaire à 50% du capital de COSUMA d'où le nom COSUMAR.
- ⇒ En 1985, prise de contrôle du capital COSUMAR par le Groupe ONA et introduction en Bourse.
- ⇒ En 1993, COSUMAR intègre, par fusion, les sucreries de Zemamra et de Sidi Bennour.
- ⇒ En 2005, COSUMAR acquiert 4 sucreries : SURAC, SUTA, SUCRAFOR & SUNABEL.

2. Données générales

- **Production annuelle** : avec la commercialisation d'un tonnage de 600000 tonnes par an, la COSUMAR contribue à la satisfaction d'environ 70% des besoins du marché national.
- **Sources énergétiques** : la vapeur d'échappement produite au niveau de la centrale thermique, portée à haute pression fait tourner des turbines alternateurs à grande vitesse et produisant ainsi une quantité importante d'énergie électrique.
- **Les produits** : le sucre raffiné de la COSUMAR est présenté sous diverses formes pour la vente :
 - Pains de sucres de 2Kg en cartons de 20 et 24kg.
 - Sucre en lingots en boîtes de 1 kg ou en fardeaux de 5kg.
 - Sucre granulé en sachets de 1ou 2kg ou en sacs de 50kg.
- **Les sous produits** : on trouve :
 - Bagasse : environ 60000 tonnes/an.
 - La mélasse : 48000 tonnes/an.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Les projets de la COSUMAR

La politique évolutive de la COSUMAR lui a permis de lancer un vaste programme INDIMAGE « Intégration, Développement Industriel et Mise a Niveau Globale » dès l'acquisition des sucreries nationales.

Les projets de modernisation concernent toutes les sociétés du Groupe, en citant comme exemple :

Projet de mise à niveau et extension de la raffinerie de Casablanca à une production de 3 000 T/J. Produire deux qualités de sucre blanc :

- ❖ Produit de base à 45 UI (unité ICUMSA), destinée au consommateur.
- ❖ Produit spécial à 20 UI (destinée aux industriels et produits à valeur ajoutée).
- ❖ Installer des silos de stockage de sucre en vrac pour découpler la production du Conditionnement.
- ❖ **Etat d'avancement:**
 - **Atelier livré et mis en exploitation :** STG2 comprenant le processus de (cristallisation, condensation, séchage et Refroidissement de sucre).
 - **Ateliers en cours de montage :** deux silos de Stockage de sucre blanc en vrac :
 - Silo de 10 000 T pour produit de base 45 UI.
 - Silo de 3 500 T pour produit spécial 20 UI.

3. Présentation de la raffinerie de CASABLANCA

La raffinerie de sucre de Casablanca effectue depuis 80 ans environ le raffinage du sucre brut de canne. Jusqu'ici, elle transformait environ 2300 T/J de sucre brut de canne soit en pains de sucre (environ 55 % de la production) soit en sucre raffiné (environ 45 %).

3.1. Fiche d'identité

Raison Social	: Raffinerie de COSUMAR
Directeur Général	: M. Mohamed FIKRAT
Adresse siège	: Rue EL Mouatamid ibnou Abbad B.P.3098 Roches-Noires Casablanca. Maroc
Capital social	: 419.105.700 de dirhams
Nature juridique	: société anonyme
Téléphone	: 212 (22) 67 83 83
Fax	: 212 (22) 24 10 71
Site web	: www.cosumar-ona.com

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

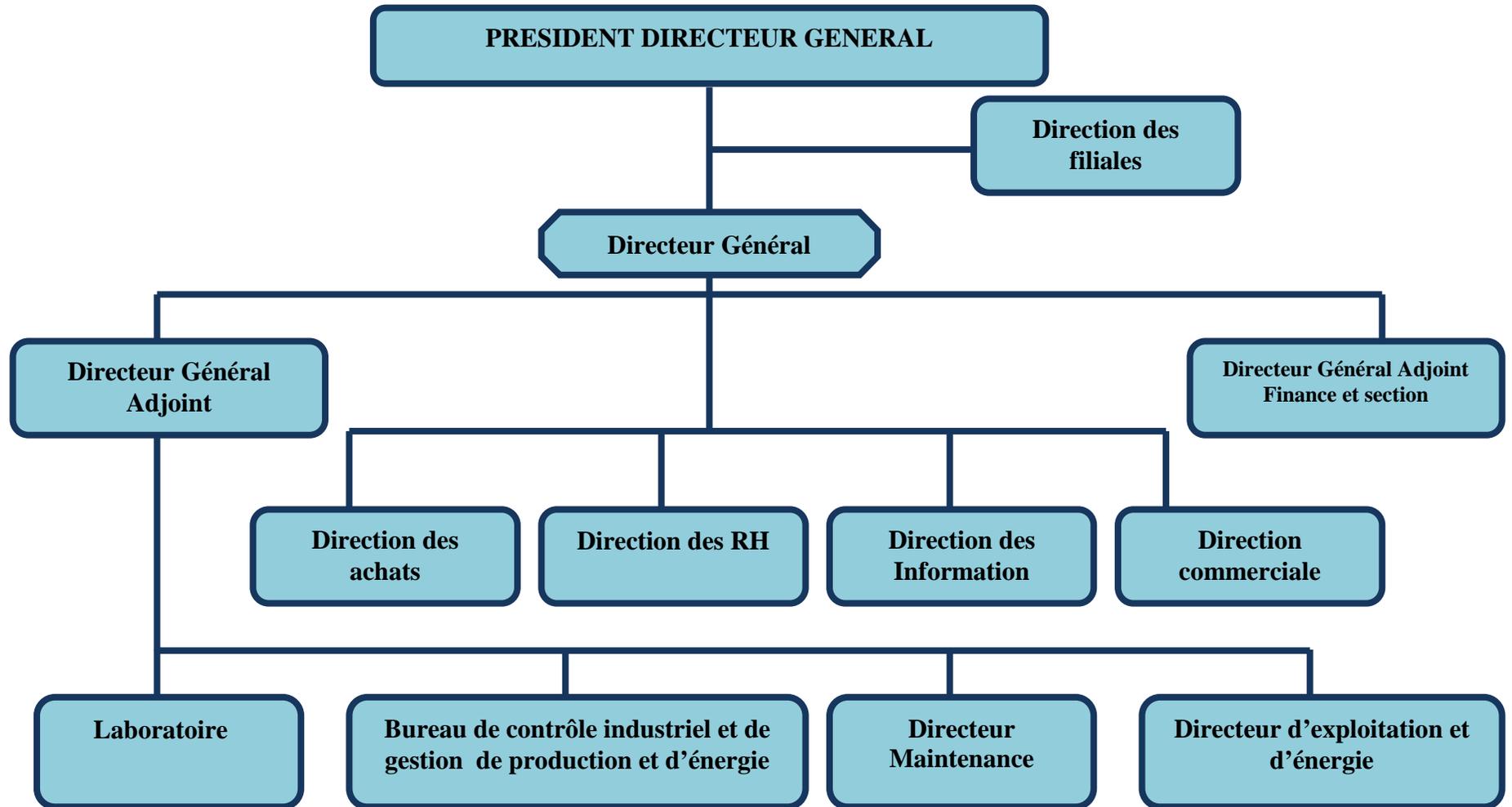


Figure 1: Organigramme de l'organisation hiérarchique de la raffinerie de CASABLANCA

4. Présentation du service laboratoire

4.1. Rôle et importance du laboratoire

Le laboratoire joue un rôle dynamique au sein de l'usine en dirigeant plusieurs paramètres rentrant dans la production pour garantir au client un produit de qualité.

la COSUMAR a équipé depuis ses premières années d'activité de son unité de production, d'un service laboratoire en vue d'un contrôle rigoureux.

L'activité de contrôle s'effectue soit de manière directe et touche les différentes étapes du raffinage allant du sucre brut jusqu'au sucre raffiné en passant par les produits intermédiaires (sirop, commune, masse cuite etc.....) soit de manière indirecte exerçant sur d'autres produits dont la non conformité aux exigences peut avoir des répercussions sur le produit fini tel que l'eau et la chaux, ou encore sur l'hygiène tel que les produits de désinfection. Ce contrôle s'exerce également sur tous les produits fournis à la COSUMAR et ce dans un but de s'assurer de leur correspondance aux conditions préétablis dans le contrat.

4.2. Analyses effectuées

Afin de suivre la qualité du sucre dans ses différentes étapes de transformations, le laboratoire est amené à faire un certain nombre d'analyses qui concernent le sucre brut pour prévoir la qualité du sucre blanc qu'il donnera et déterminer son prix d'achat, on analyse notamment : la polarisation, le taux de cendre, le taux de réducteurs, la coloration, le pH, le taux de dextrane, le taux d'amidon et l'humidité.

➤ Les produits intermédiaires sont suivis de près par les laborantins, ils contrôlent ainsi le brix, le pH, la coloration, la pureté, les cendres et le glucose.

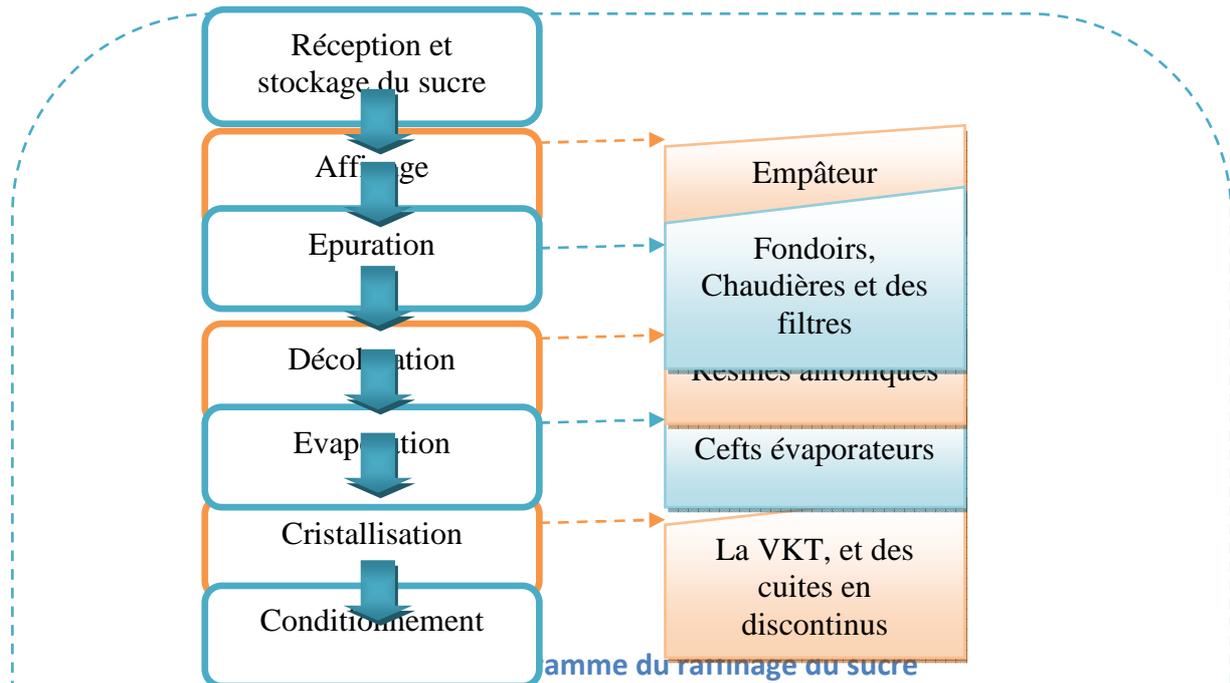
Ces produit sont : égout riche d'empattage, masse cuite d'empattage, commune avant carbonatation, commune filtrée, commune décolorée ou raffinade, raffinade concentrée, masse cuite, sirop 1, le sucre humide et la mélasse.

➤ Le sucre raffiné : que ce soit les pains de sucre, morceaux ou sucre granulé, ils sont tous sujets à divers contrôles qui sont : la coloration, la teneur en SO₂, les cendres, le glucose, la pureté, l'humidité, le pH et la granulométrie.

raffinage

Le raffinage est le procédé qui permet d'obtenir, à partir du sucre brut, un sucre raffiné au maximum et une mélasse contenant le maximum d'impuretés et le minimum de sucre. Ceci dans les conditions les plus satisfaisantes, tant sur le plan de l'énergie, de l'emballage, des autres matières consommables, que du rendement du sucre.

Le processus de raffinage comprend un certain nombre d'opérations (figure 2), que nous pouvons décrire plus en détail dans ce qui suit.



1. Stockage de sucre brut

Le sucre brut constitue la matière première de la raffinerie, il est stocké dans les grands magasins "silos" dont la capacité est de 78 000 tonnes.

Le sucre est transféré vers la station d'affinage grâce à des bandes transporteuses en passant par deux servo-balances, un aimant pour éliminer les métaux ferreux et un tamis pour isoler les grosses impuretés.

Le sucre brut est constitué des cristaux de saccharose enrobés d'un film de sirop contenant la majorité des impuretés tant au point de vue matières organiques (acides organiques et composés azotés) que matières minérales. Pour enlever ces impuretés, on a accès à l'affinage. Ce dernier constitue la première étape du raffinage du sucre.

2. Affinage

Au moment de l'affinage, on procède à l'étape de l'empattage **qui** permet de ramollir la gangue (les impuretés extérieures) entourant le sucre brut. Il consiste à mélanger une quantité d'égout d'empattage (eaux sucrées recyclées) et de sucre brut pour obtenir un mélange appelé : **masse cuite d'empattage** de brix de 89% à une température de 45 à 50°C.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Au cours de cette opération, les non-sucres contenus dans la gangue à une concentration supérieure à celle de l'égout d'emballage vont diffuser dans cet égout.

3. Épuration

L'épuration a pour but d'éliminer les impuretés incluses dans le système cristallin de sucre affiné. Cette opération se fait en deux étapes

3.1. Fonte du sucre affiné

C'est la dissolution du sucre affiné afin de défaire le système cristallin pour attaquer ses impuretés.

Cette opération s'effectue dans des fondoirs où le sucre est mélangé avec les eaux sucrées sous-saturées qui ne contiennent pas de sels minéraux solubles, qui risquent d'augmenter la concentration de la fonte en cendres. Le sirop de la fonte obtenu est appelé **Commune non carbonatée ou bien fonte commune**.

3.2. Carbonatation

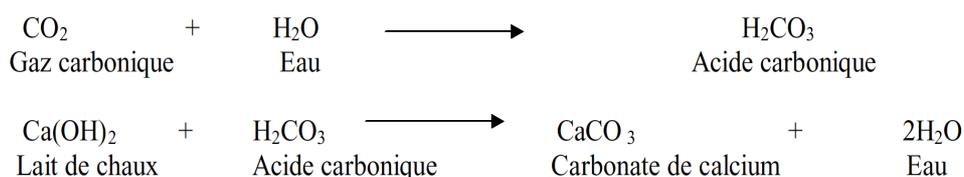
La carbonatation est le procédé de précipitation du carbonate de calcium dans la fonte. Ce précipité est volumineux et gélatineux, il présente une grande surface active et permet ainsi d'absorber les impuretés internes dans les cristaux.

La fonte commune est mélangée au lait de chaux « **chaulage** » en teneur de 5g/l environ, obtenu par la réaction suivante :



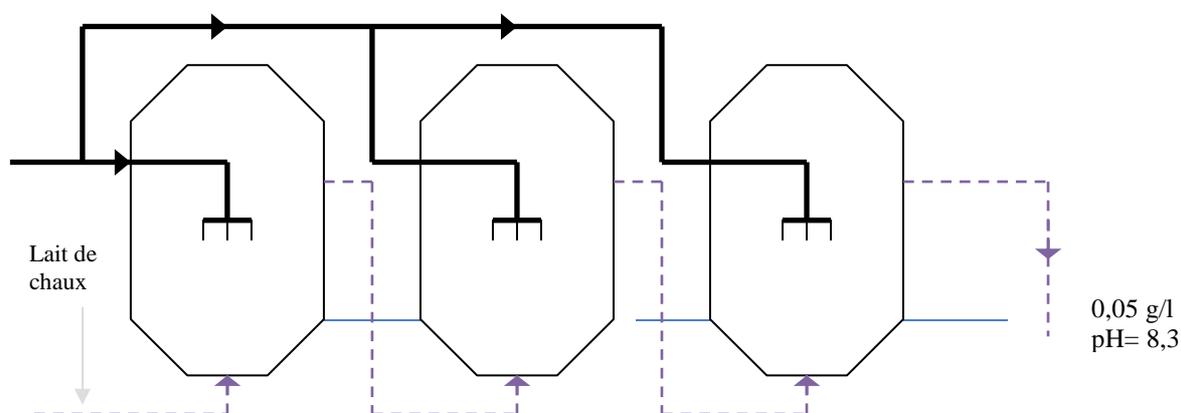
Après le

chaulage, on procède à l'ajout du gaz carbonique CO_2 à travers une vanne de régulation située en haut de la chaudière, on obtient donc un barbotage. Le rôle du gaz est de former un précipité de carbonate de calcium qui permet d'absorber les colorants, suivant les réactions suivantes:



Le CO_2 utilisé provient des chaudières de la centrale. Avant son utilisation, il passe par un dépoussiéreur puis subit un lavage à l'eau courante pour le débarrasser des matières indésirables.

Pour une bonne carbonatation, on fait entrer à la première chaudière 5.6 g/l de lait de chaux, on doit le faire sortir de la deuxième chaudière avec une concentration de l'ordre de 0.05 à 0.1 g/l et de la troisième avec 0 g/l sous un pH entre 8.3 et 8.4.



4. Filtration

La filtration permet l'élimination des précipités formés contenus dans la commune filtrée. Cette opération s'effectue dans une installation de six filtres de type **Diastars** contenant 80 poches dont chacune est enveloppée d'une toile qui laisse passer le sirop seulement, alors que le carbonate de calcium s'accumule autour de la toile, en formant un gâteau d'une certaine épaisseur, qui facilite d'avantage la filtration, on obtient donc un sirop limpide, qui est envoyé vers le bac de la commune filtrée puis vers les colonnes de décoloration.

5. Décoloration

Les colorants dans la commune filtrée sont principalement des Mélanoïdines (produits finaux de la réaction de MAILLARD), des produits de dégradation alcaline des hexoses (PDAH), des caramels et d'autres complexes. Pour atteindre l'objectif de la coloration, on utilise souvent la résine comme adsorbant de ces colorants.

Pour avoir des bonnes conditions de décoloration, la station de la **COSUMAR** renferme deux sous stations : une comporte trois colonnes échangeuses (anioniques fortes) reliées en série et avec un débit de **35 m³/h** et l'autre sous station est formée de trois colonnes reliées en parallèle avec un débit de **70 m³/h**.

- Chaque colonne est divisée en deux compartiments dont chacun contient deux types de résines anioniques fortes et inertes ; la résine anionique a pour rôle d'éviter le blocage des crépines (buses).
- L'alimentation des colonnes en sirop se fait du bas vers le haut. Pendant la phase de décoloration, la résine se charge en anions divers, elle se sature au cours du temps. C'est pour cela qu'il est nécessaire d'extraire les impuretés ainsi retenues par une régénération de la colonne.
- Lors de la **régénération**, une solution saturée de chlorure de sodium basique permet de retirer les matières colorantes qui ont été captées par les résines au contact avec le produit final. Un rinçage en fin de la phase élimine l'excédent en saumure de régénération

Remarque :

*La commune filtrée passe par deux filtres de sécurité, qui ont pour rôle de retenir les traces de carbonates de sodium échappés à la filtration.

*Le taux de décoloration apporté par le traitement est de l'ordre de 80 à 90% suivant la nature du sirop à traiter ainsi que l'âge des résines.

6. Evaporation

La claire ou raffinade à la sortie de décoloration a une pureté de l'ordre de 99,5% et le Brix de 65. A ce niveau, la raffinade est prête à cristalliser, mais il est toutefois intéressant dans un souci d'économie de calories de la réchauffer et de l'évaporer avant de l'envoyer à la station de cristallisation. [1]

Le réchauffage se fait dans un échangeur- un faisceau tubulaire – que l'on appelle réchauffeur, dans lequel le fluide chauffant et le fluide froid sont séparés par une surface d'échange. En se condensant sur la paroi, la vapeur cède sa chaleur latente de vaporisation

au fluide froid. La raffinade qui sort de l'évaporation a un Brix de 70 à 75, et une pureté supérieure à 99,5%. Elle est prête à être cristallisée. Cette opération se fait dans des Corps d'Evaporation à Flot Tombant (CEFT). Ces derniers sont alimentés par la vapeur parvenue du bouilleur.

7. Cristallisation

7.1. Fondements

La cristallisation du sucre est l'opération technologique décisive pour extraire le saccharose contenu en solution dans le jus concentré.

Elle permet de réaliser une excellente séparation du sucre et des non-sucre et la production d'une masse cristalline à faible pourcentage de congglomérés et de faux grains.

A la sortie de l'évaporation, la raffinade est à 70 – 75 brix .Si on continue de concentrer la raffinade on arrivera à la saturation, puis à la sursaturation et des grains vont apparaître et la masse se transforme. Elle passe de l'état liquide à un état mi-liquide mi-solide appelé **masse cuite**.

7.2. La cuite

Le terme cuite est utilisé en raffinerie pour désigner la cristallisation d'un sirop (alors que l'évaporation avait comme objectif la concentration du sirop et augmenter son brix, la cuite est une concentration plus poussée). [2]

Dans l'appareil à cuire, le sirop continue de s'évaporer. Au fur et à mesure de sa concentration, le sirop s'épaissit, devient visqueux ; le moment de formation des cristaux est conditionné par l'instant où le sirop atteint un certain degré de sursaturation.

Industriellement, pour que les cristaux se forment dans la cuite, il est indispensable qu'il y ait une sursaturation notable. On distingue généralement 3 zones dans la phase sursaturée. [3]

- **La zone métastable** : la plus voisine de la sursaturation, les cristaux existants s'accroissent mais il ne peut s'en former de nouveaux.
- **La zone intermédiaire** : il peut se former de nouveaux cristaux, mais seulement en présence de cristaux existants
- **La zone labile** : les cristaux existent grossissent et il s'en forme en même temps de nouveaux

L'expérience indique le moment propice pour provoquer la cristallisation, c'est-à-dire amorcer le grainage. A COSUMAR ils utilisent le grainage par ensemencement qui se fait par introduction d'une quantité importante de petits cristaux de sucre très pur. Les grains introduits forment le point de départ de la formation des cristaux ; ce sont des germes. Le sucre introduit doit être bien sec. Humide, il formerait de petits grumeaux.

7.3. Conduite de la cuite

Une cuite comprend 4 phases principales :

1. **Concentration** : Après confection du pied de cuite sous vide, le produit d'alimentation est entièrement dans l'appareil, il est concentré jusqu'à atteindre la sursaturation à une température donnée.
2. **Grainage par ensemencement** : Le grainage favorise la formation des grains .On procède à un ensemencement des cristaux finement broyés dans de l'alcool (éthanol ou isopropanol), c'est à dire on introduit un nombre connu de germes pour obtenir en fin de cuisson le nombre correspondant de cristaux.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

3. **Montée de la cuite** : Après ensemencement, on alimente en raffinade concentrée, sirop ou égouts l'appareil à cuire progressivement tout en maintenant la sursaturation constante. Les cristaux grossissent, on obtient un mélange de cristaux et eau-mère.
4. **Serrage de la cuite** : On arrête l'alimentation en raffinade. On augmente la concentration jusqu'à atteindre un certain brix par évaporation d'eau. La cuisson se fait sous vide de 500 à 600 mm Hg à température constante 80 à 82 C. A la fin de cette phase, la teneur en cristaux est élevée à l'ordre de 40 à 60 %. Quand la cuite est serrée au maximum, on la lâche on cassant le vide et on ouvre la vanne de vidange de l'appareil vers les malaxeurs.

7.4. Malaxage

Le malaxage est une opération qui consiste à agiter pendant un certain temps la masse cuite sortie des appareils à cuire, avant de la turbiner, et qui a pour but de compléter la formation des cristaux et de pousser l'épuisement de l'eau mère. [4]

La masse cuite, après son passage au malaxage, est envoyée au turbinage afin de séparer le sucre de l'égout.

7.5. Turbinage

Le cycle du turbinage se caractérise par une succession d'opérations permettant une séparation de la phase liquide (égout) et de la phase solide (sucre affiné).

Lors du travail des égouts successifs, au fur et à mesure qu'il y a cuisson, malaxage, turbinage, la pureté diminue. Cette diminution est consécutive de l'épuisement en sucre.

A COSUMAR la station de cristallisation STG2 comporte un système de cristallisation en continue, implanté récemment (VKT le sigle est formé à partir des premières lettres de Verdampfungs-Kristallisations Turm, terme allemand dont la traduction est « tour de cristallisation par évaporation »), relié avec un système de cristallisation en discontinu comprenant plusieurs jets (Un jet est un ensemble constitué par : Une cristallisation / un malaxage/ un essorage). (Voir figure 4)

Après le turbinage on obtient un sucre humide qui va subir d'autres transformations technologiques, à savoir :

➤ **Séchage**

Dans un sécheur tambour, le sucre est séché à contre courant par rapport à l'air de séchage. Le sucre séché doit encore recevoir un traitement de refroidissement dans un refroidisseur à lit fluidisé.

➤ **Refroidissement**

A l'intérieur du refroidisseur, le sucre est fluidisé à l'aide de l'air de refroidissement, ainsi au moyen des plaques tubulaires intégrées refroidies par l'eau.

Après, le produit final se dirige pour alimenter les différentes stations de conditionnement.

8. Le conditionnement

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

- Conditionnement pains de sucre : le sucre humidifié est coulé dans des moules coniques. On obtient des pains de sucre, qui sont démoulés (lochage), séchés (étuvage), puis mis au poids commercial (fraisage) habillés et mis en sacs.
- Conditionnement en morceaux: le sucre humide est comprimé dans des mouleuses, en donnant des lingots de sucre, qui sont ensuite étuvés.
- Conditionnement en sucre granulé :

Le sucre sorti du refroidisseur est ensaché dans des sacs de 2 kg ou de 50 kg.

Figure 4: Produits finis de la raffinerie COSUMAR CASABLANCA



PLANS D'ECHANTILLONNAGE

SCHÉMA DE RAFFINAGE DE COSUMAR CASABLANCA

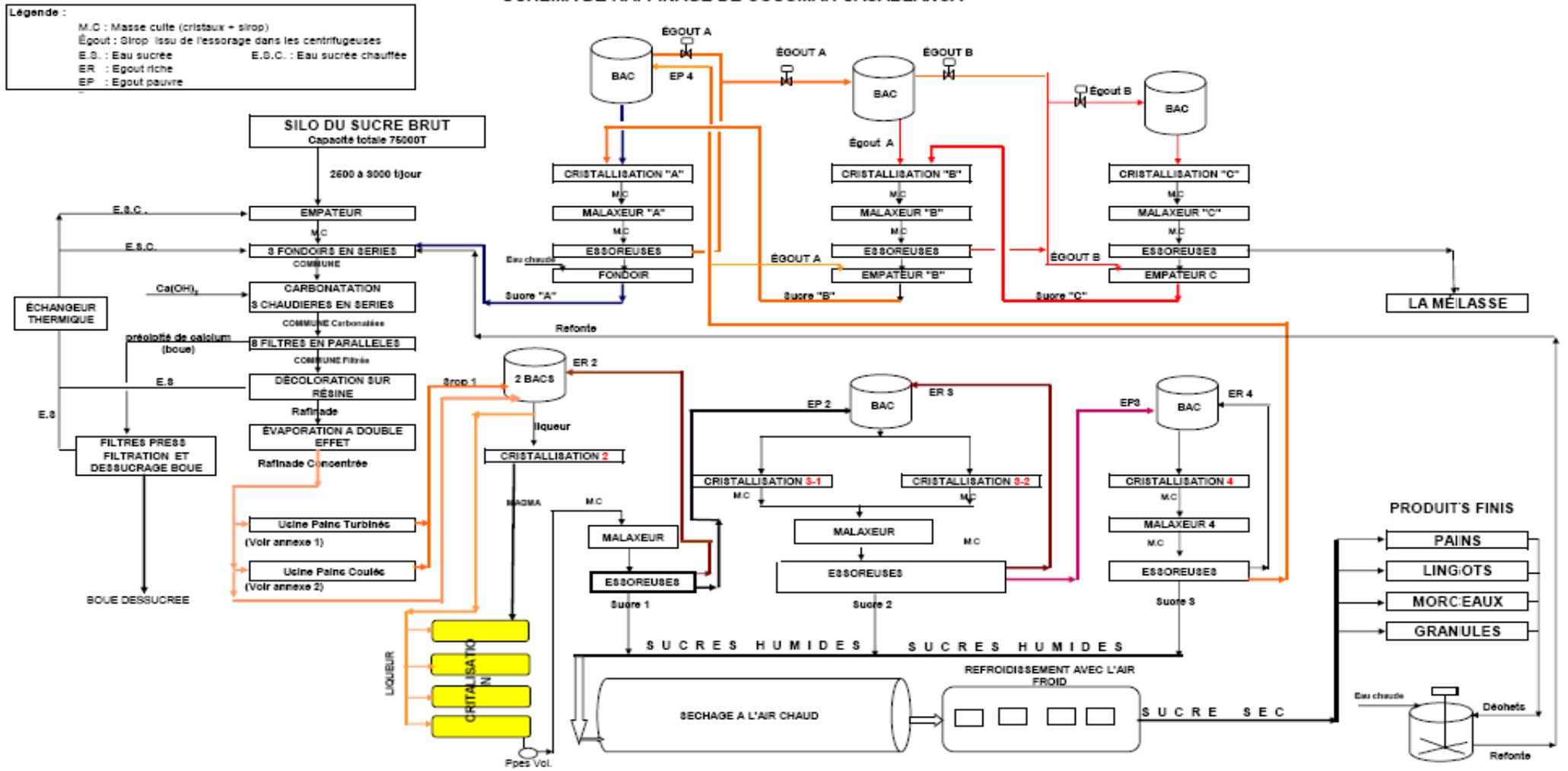


Figure 5: Schéma du raffinage du sucre de COSUMAR CASABLANCA

I- Plans d'échantillonnage

1. Introduction

L'utilisation de l'inspection par échantillonnage est traditionnellement employée en cours de réception des marchandises. Elle est aussi employée en cours de fabrication à l'usine. Les arguments en faveur de cette pratique :

- Quand le produit est assujéti à un test destructif, l'échantillonnage est de toute évidence absolument essentiel.
- La production des mélanges homogènes dans l'industrie alimentaire ou dans l'industrie chimique favorise le prélèvement d'échantillons pour vérifier les propriétés du produit.
- En certaines circonstances l'inspection par échantillonnage est un moyen tout indiqué pour protéger le client. Par exemple, lorsque la livraison du produit est retardée ou se fait dans des conditions de transport inférieures aux standards. De même, lorsque le produit est exposé à des conditions environnementales hasardeuses pouvant accélérer sa détérioration.
- L'échantillonnage peut s'avérer une méthode appropriée pour évaluer les fournisseurs dans un programme de certification. Cette activité permet d'établir la performance historique de qualité du fournisseur.
- L'inspection par échantillonnage peut être employée dans des activités d'audit qualité, en particulier pour des évaluations spontanées de la qualité d'un produit.

Tous ces arguments poussent les industriels à adopter une méthode d'échantillonnage adéquate tout en assurant l'efficacité et bien évidemment le coût de contrôle.

Mais comment définir un plan d'échantillonnage, quelles sont ces principaux objectifs et quelles sont les exigences normatifs au niveau du laboratoire d'analyse ?

2. Définition et objectifs d'un plan d'échantillonnage

L'échantillonnage est une procédure définie par laquelle une partie d'une substance, matériau ou produit, est prélevée pour fournir, à des fins d'essais ou d'étalonnage, un échantillon représentatif de la totalité. [5]

On distingue trois types distincts d'objectifs lorsque l'on veut effectuer des prélèvements dans une population donnée :

1- Connaissance du niveau moyen de la qualité et de sa dispersion :

L'expérimentateur souhaite dans ce cas disposer d'une évaluation de la qualité moyenne et de la dispersion d'un ensemble défini d'objets produits dans des conditions déterminées. Les éléments déterminants du choix de l'échantillonnage, dans ce cas, sont :

- Les dispersions désirées sur le résultat (exprimées par exemple en termes d'intervalle de confiance à 95 ou 99,7 %).
- La dispersion de la méthode de mesure (supposée connue).
- L'hétérogénéité de la population à évaluer (en général non connue).
- Le nombre d'individus à prélever.
- **Le résultat de l'échantillonnage se traduit par un encadrement de la valeur « vraie » de la moyenne et de la dispersion.**

2- Suivi de la production en cours de fabrication :

L'objectif de l'échantillonnage est de vérifier que la production en cours est conforme à des normes préétablies de qualité. Le résultat de l'échantillonnage se traduira éventuellement par une action ou un réglage de la production par l'opérateur, dans le cas où celui-ci mettrait en évidence un écart significatif par rapport à la cible visée.

L'échantillonnage et les règles d'interventions sur le processus doivent être menés de façon à :

- minimiser les interventions inutiles : régler le processus alors que ce n'était pas nécessaire.
- minimiser le taux de production non conforme ; ne pas régler le processus alors que celui-ci a dérivé.

3- Accéptation ou refus d'un lot de production:

L'objectif de l'échantillonnage est de permettre de prendre la décision d'accéptation ou de refus d'un lot bien déterminé de produit. Cette décision doit être prise en tenant compte de deux risques :

- **Le risque client (β)** : accépter un lot alors que celui-ci est non conforme au niveau de la qualité spécifiée.
- **Le risque fournisseur(α)**: refuser un lot alors que celui-ci est conforme aux spécifications.

L'échantillonnage concerne différents aspects de la relation fournisseur-client (ce dernier étant interne ou externe), comme par exemple :

- la réception d'un lot de matières premières qui seront mises en œuvre dans une fabrication.
- l'accéptation d'unités intermédiaires fabriquées à un stade du processus, avant leur incorporation au cours du stade suivant.
- l'accéptation d'une fabrication avant expédition.
- la réception d'une fabrication par le client externe.

3. *Types de plans d'échantillonnage*

Il existe deux types de plans de contrôle :

- **Le contrôle de la proportion d'individus non conformes par comptage (ou contrôle par attribut)** : Une ou plusieurs caractéristiques de type qualitatif sont contrôlées sur chaque individu dans le but de le classer conforme ou non conforme suivant certains critères. La décision est prise d'après le nombre d'individus non conformes trouvés dans le (ou les) échantillons prélevés.
- **le contrôle de la proportion d'individus non conformes par mesurage (contrôle par mesure)** : Une caractéristique est mesurée sur chaque individu d'un échantillon et la décision est prise en fonction de la moyenne et de la dispersion de la caractéristique calculée sur l'ensemble des individus prélevés.

4. Exigences normatives de plans d'échantillonnage

Selon la norme NF EN ISO CEI 17025: Cette norme définit les exigences générales permettant de connaître un laboratoire d'essais ou d'étalonnage comme compétant et fiable, afin de faciliter son accréditation, d'établir la confiance entre les laboratoires et de favoriser les échanges internationaux. [6]

- a) Le laboratoire doit disposer **d'un plan d'échantillonnage** et de procédure d'échantillonnage lorsqu'il procède à l'échantillonnage de substances, de produits destinés à des essais. Le plan d'échantillonnage ainsi que la procédure d'échantillonnage doivent être disponibles sur les lieux où l'échantillonnage est effectué : les plans de contrôles doivent se baser sur des méthodes statistiques appropriées. Le procédé d'échantillonnage doit tenir compte des facteurs qu'il convient de maîtriser afin d'assurer la validité des résultats d'essai.

- b) Le laboratoire doit avoir des procédures d'enregistrement des données pertinentes et des opérations se rapportant à l'échantillonnage qui fait partie des travaux d'essai ou d'étalonnage entrepris. Ces enregistrements doivent notamment indiquer **la procédure d'échantillonnage** utilisée, **l'identification des échantillonneurs**, **les conditions ambiantes** (s'il ya lieu) et **les diagrammes** ou autres moyens équivalents **permettent d'identifier le lieu d'échantillonnage** et s'il ya lieu, **les statistiques sur lesquelles s'appuient les procédures d'échantillonnage**.

Au niveau du laboratoire de la raffinerie, le plan d'échantillonnage qu'il faut établir est un plan de contrôle par mesure. Puisque tous les caractères sont quantitatifs et nécessitant pour leurs mesures des analyses et des essais. Mais à quoi consiste ce plan de contrôle ?

5. Présentation des plans d'échantillonnage par mesure selon la norme NF X 06-023

5.1. Domaine d'application

La norme est applicable pour tout caractère contrôlé sur la même unité, lorsque les conditions suivantes sont remplies :

- a) *Le caractère X est une grandeur continue mesurable ; le résultat de la mesure et désigné par X. la dispersion des résultats de mesure comprend donc la dispersion réelle des unités contrôlées et la dispersion due à l'opération de mesure.*
- b) *Le caractère est distribué suivant une loi normale ou voisine d'une loi normale.*
- c) *Il existe une ou deux tolérances permettant de classer chaque unité en « conforme » ou « non conforme ». [7]*

5.2. Efficacité d'un plan d'échantillonnage

Pour caractériser l'efficacité d'un plan d'échantillonnage, on choisit le plus souvent les niveaux de qualité « particuliers » suivants, exprimés en pourcentage d'unités estimées non conformes :

- Niveau de qualité pour lequel la probabilité d'acceptation est de 95% : ce niveau de qualité, noté p_{95} , correspond à un risque α de 5% de refuser un lot qui devrait être accepté (risque fournisseur).
- Niveau de qualité pour lequel la probabilité d'acceptation n'est que de 10% : il est noté p_{10} et correspond à un risque β de 10% d'accepter un lot qui devrait être refusé (risque client).
- La distinction entre lots acceptables et lots inacceptables est mesurée par le rapport de discrimination DS :

$$DS = \frac{P_{10}}{P_{95}}$$

Cette discrimination est d'autant meilleure que DS est petite.

- Niveau de qualité P_{50} pour lequel la probabilité d'acceptation est de 50% : ce niveau de qualité indique le pourcentage d'unités estimées non conformes qui conduit en moyenne une fois sur deux au rejet du lot et une fois sur deux à son acceptation. [8]

5.3. Niveau de qualité acceptable NQA

Dans l'esprit de la norme internationale ISO 3534-2, le NQA est le pourcentage d'unité non conformes qui ne doit pas être dépassé pour qu'une production, contrôlée sur une série de lots, puisse être considérée, en moyenne, comme satisfaisante.

Les plans donnés dans cette norme comportent une sélection de « NQA recommandées ». [9]

5.4. Tolérances « séparées » et tolérances « combinées » [10]

- a. Deux tolérances (inférieure T_i , et supérieures T_s) sont considérées comme « séparées » si le critère de qualité choisi (par exemple le NQA) s'applique indépendamment à chacune d'elles. Dans ce cas, un lot peut être accepté pour une tolérance et refusé pour l'autre : il est alors refusé. Un lot n'est accepté que s'il est, séparément, pour chaque tolérance.
- b. Deux tolérances sont dites « combinées » si le critère de qualité (par exemple P_{10}) est fixé pour l'ensemble des deux tolérances, indistinctement l'une de l'autre. Un lot est dans ce cas accepté ou rejeté en fonction de ce critère unique de qualité.
- c. On conseille de considérer les tolérances comme séparées lorsque le coefficient d'aptitude spécifique A_p d'un plan d'échantillonnage est supérieur à 1,33 et comme combinées lorsque A_p est inférieur à 1,33 ; le coefficient d'aptitude spécifique se calcule par :

$$A_p = \frac{T_s - T_i}{2K \cdot \sigma}$$

5.5. Les méthodes de plans d'échantillonnage par mesure

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Il existe deux méthodes de plan d'échantillonnage [11] :

- Méthode S** : utilisée lorsque l'écart type intra-lot moyen σ des lots est inconnu : l'écart type est dit inconnu lorsqu'il s'agit de lots fournis par un nouveau fournisseur. Cette méthode est plus onéreuse en contrôle que la méthode σ , c'est pourquoi, lorsqu'on établit avec suffisamment de précision que ce nouveau fournisseur livre des lots dont les dispersions intra-lot S_j sont stables, on estime l'écart type σ moyen d'un lot à partir des écarts types S_j des premiers lots et on passe à la méthode σ plus économique.
- Méthode σ** utilisée lorsque l'écart type intra lot moyen σ est connu. Cette méthode est plus économique que la méthode S. cependant on doit vérifier sur chaque lot reçu que la dispersion intra lot ne dérive pas.

Dans cette partie bibliographique en va traiter que la méthode σ , du fait que cette dernière qu'on va utiliser pour la détermination des plans d'échantillonnage au niveau des différentes stations de COSUMAR.

5.6. Les différents types de contrôle [12]

- Le contrôle normal** : est adopté au début du contrôle d'une série de lots.
- Le contrôle renforcé** : est un contrôle plus strict que le contrôle normal. Il est instauré par le réalisateur du contrôle lorsque les résultats du contrôle normal lui donnent de sérieuses raisons de penser que la qualité des lots n'est plus ce qu'il était en droit d'attendre (rejet du lot).
- Le contrôle réduit** : est un contrôle plus économique que le contrôle normal (faible effectif d'échantillons). Il peut être décidé par l'auteur du contrôle lorsque sur les échantillons précédemment contrôlés et tous acceptés, sont réunies des conditions qui lui permettent d'estimer que la qualité des livraisons est régulière et très satisfaisante compte tenue des objectif recherchés.

Les conditions de passage du contrôle normal au contrôle renforcé ou au contrôle réduit sont données dans la figure ci-dessous.

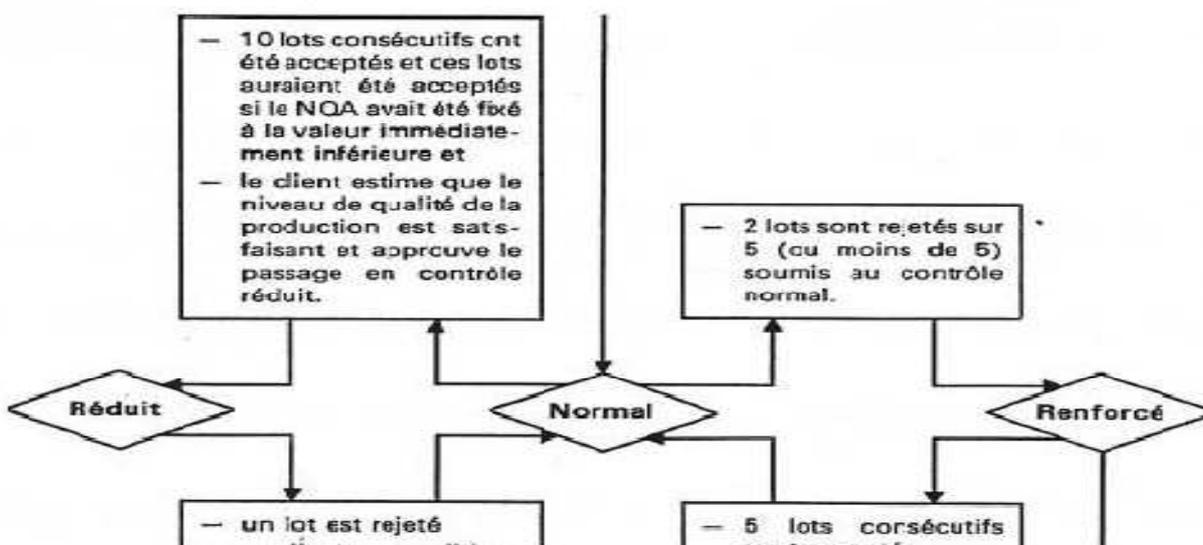


Figure 6: Organigramme de passage du contrôle normal au contrôle réduit ou renforcé (Norme AFNOR X 06-023)

6. Plan d'échantillonnage dans le cas d'un contrôle normal écart-type connu (méthode « σ »)

6.1. Présentation du plan [13]

A partir des valeurs S_j obtenues sur les échantillons de r lots ($j=1,2,\dots,r$), on calcule σ

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum S_j^2}{r}} \quad \text{Si les effectifs } n_j \text{ des échantillons sont identiques.}$$

Ou

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum [(n_j - 1) \cdot S_j^2]}{\sum (n_j - 1)}} \quad \text{Si les effectifs } n_j \text{ des échantillons sont différents}$$

Avec dans les deux cas :

$$\sum n_j \geq 100$$

6.2. Choix du plan à partir de l'effectif des lots et du NQA

La table A.1 (voir annexe) donne des lettres-codes utilisées en fonction de la taille N des lots (à noter que celle-ci fixent en conséquence l'effectif des échantillons). [14]

A la ligne repérée par la lettre-code conseillée et pour la colonne correspondant au NQA souhaité, la table A.2 donne dans un cartouche : l'effectif n des échantillons, la valeur de la constante d'acceptation K , les valeurs de P_{10} , P_{50} et P_{95} et le facteur de discrimination DS .

Les critères les plus importants pour la détermination d'un plan d'échantillonnage efficace sont :

- Le NQA : le niveau de qualité acceptable
- P_A : le pourcentage de valeur non conformes d'un lot qu'on a $A\%$ de risque d'accepter.
- L'effectif n des échantillons : cout de contrôle.
- On pourra revenir au choix des deux critères NQA et l'effectif n des échantillons si elles conduisent à une valeur non souhaitée du P_A .

6.3. Plan d'échantillonnage dans le cas d'une seule tolérance

Sur l'échantillon d'un lot « j » à contrôler, on calcul l'indice de qualité :

$$\text{Ou } \left\{ \begin{array}{l} (Qs)_j = \frac{(Ts - \bar{x}_j)}{\sigma} \\ (Qi)_j = \frac{(\bar{x}_j - Ti)}{\sigma} \end{array} \right.$$

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Les conditions d'acceptation peuvent s'écrire :

$$\bar{x}_j \leq T_s - K \cdot \sigma$$

Comme T_i ou T_s , K et σ sont connues avant l'exécution du contrôle, il suffit de calculer à l'avance :

$\bar{x}_{max} = T_s - K \cdot \sigma$ On accepte le lot « J » si : $\bar{x}_j \leq \bar{x}_{max}$
 Ou $\bar{x}_{min} = T_i + K \cdot \sigma$ Ou $\bar{x}_j \geq \bar{x}_{min}$

Pour chaque lot, on peut de plus estimer le pourcentage de valeurs dépassant la tolérance considérée à l'aide de la loi normale réduite.

$$U = \frac{\bar{x} - T_i}{\sigma} \cdot \sqrt{\frac{n}{n-1}}$$

On prélève à partir de la table de la loi normale réduite la probabilité P des valeurs hors tolérance.

En écrivant les conditions limites d'acceptation sous la forme $[\bar{x}_j \leq T_s - K \cdot \sigma]$ ou $[\bar{x}_j \geq T_i + K \cdot \sigma]$, on voit que, dans un système d'axes où les valeurs de σ sont portées en abscisse et les valeurs de \bar{x} en ordonnée, la droite $[\bar{x} = T_s - K \cdot \sigma]$, passant par le point $(\bar{x} = T_s ; \sigma = 0)$ et de pente $(-k)$, ou la droite $[\bar{x} = T_i + K \cdot \sigma]$, passant par le point $(\bar{x} = T_i ; \sigma = 0)$ et de pente $(+k)$ séparant le plan en « région d'acceptation » et « région de rejet », conformément au figure ci-dessous. Ces droites sont tracées au début du contrôles, à chaque lot reçu, il suffit de placer sur le graphique le point de coordonnées $(\bar{x} ; \sigma)$ pour voir pouvoir juger le lot (accepter ou rejeter) .[15]



Figure 7 : Cas d'une tolérance supérieure

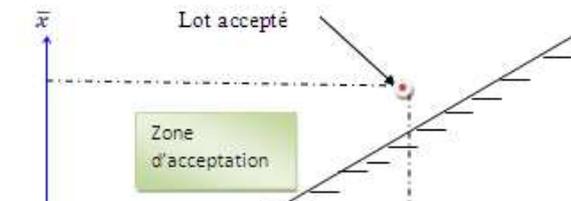


Figure 8: Cas d'une tolérance inférieure

6.4. Cas de deux tolérances séparées

On admet qu'on attache la même importance au franchissement de chaque limite. Le même critère de qualité s'applique indépendamment à chaque tolérance. [16]

On fixe les T_s et T_i , les conditions d'acceptation s'écrit :

$$\bar{x}_{min} \leq \bar{x}_j \leq \bar{x}_{max} \text{ Avec } \begin{cases} \bar{x}_{max} = T_s - K \cdot \sigma \\ \bar{x}_{min} = T_i + K \cdot \sigma \end{cases}$$

Pour qu'un intervalle d'acceptation des valeurs d'échantillons existe, il faut que σ soit suffisamment petit par rapport à l'intervalle $(T_s - T_i)$: on peut calculer une valeur maximale de l'écart type σ_{max} au delà de laquelle il n'est pas possible de trouver un intervalle

d'acceptation. On peut également calculer un écart-type limite σ_L au delà duquel il n'est pas possible de respecter le critère de qualité P_{95} :

$$\begin{cases} \sigma_{\max} = \frac{(Ts - Ti)}{2K} \\ \sigma_L = \frac{(Ts - Ti)}{2UL} \end{cases}$$

Dans un système d'axe où la valeur de σ est portée en abscisse et les valeurs de \bar{X}_j en ordonnée, la plage d'acceptation est la région intérieure au trapèze inscrit dans le triangle $[Ts - Ti - \sigma_{\max}]$ et borné par σ_L . Pour une valeur déterminée de σ , la région d'acceptation se réduit au segment d'acceptation SA d'abscisse σ . (voir figure ci-dessous).

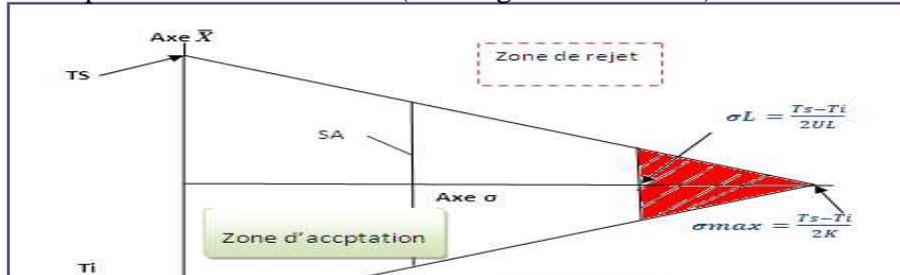


Figure 9: Graphique de la zone d'acceptation et des rejets, le cas de deux tolérances séparées

6.5.

On fixe les tolérances T_s et T_i , la condition d'acceptation s'écrit également dans ce cas :

$$\bar{x}_{\min} \leq \bar{x}_j \leq \bar{x}_{\max}$$

Pour qu'un intervalle d'acceptation des valeurs d'échantillons existe, il faut que σ soit suffisamment petit par rapport à l'intervalle $(T_s - T_i)$. On peut calculer une valeur maximale ETPM de l'écart-type au delà de laquelle il est impossible de trouver un intervalle :

$$ETPM = f_{\sigma} \cdot (T_s - T_i)$$

f_{σ} : Coefficient donnée par des tables

La région d'acceptation exacte est représentée au niveau de la figure.

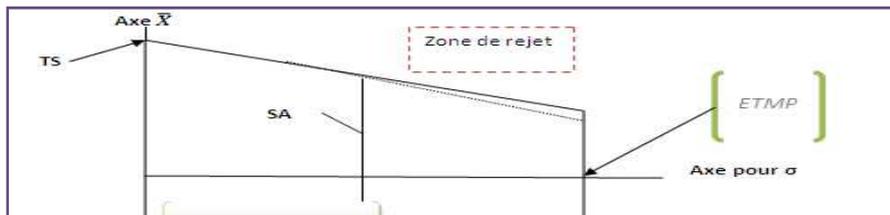


Figure 10: Graphique de la zone d'acceptation et des rejets, le cas de deux tolérances combinées.

Le contrôle en cours de fabrication de zones critiques d'élements produits en série se fait généralement à partir des prélèvements dont chacun est soumis à un essai. L'ensemble des résultats obtenus sur un même prélèvement donne lieu au calcul d'une « statistique » telle que moyenne, étendue... les valeurs sont reportées, dans l'ordre chronologique, sur cette carte dite « carte de contrôle », et interprétées d'après leurs position par rapport à des limites tracées en avance sur la carte. Il est ainsi possible d'intervenir rationnellement dans le processus de fabrication pour maintenir la qualité au niveau désiré.

7.1. Principe de la carte de contrôle par mesure

Pour la carte de contrôle par mesure, le caractère contrôlé est une grandeur mesurable ou repérable et l'appareil de contrôle permet d'en lire la valeur, les cartes de contrôle correspondantes sont :

- **Pour le contrôle de la tendance centrale de la fabrication** : La carte de contrôle de la moyenne, la carte de contrôle de la médiane
- **Pour le contrôle de la variabilité de la fabrication** : La carte de contrôle de l'étendue de la carte de contrôle de l'écart type.

Si l'on connaît la loi que suit, pour des échantillons d'effectif n , la statistique considérée (moyenne, étendue, proportion de défectueux....) lorsque la variabilité de la fabrication n'est due qu'aux seules causes aléatoires (fabrication « sous contrôle »), on peut déterminer l'intervalle dans lequel cette statistique, a une probabilité donnée se trouve.

On choisit généralement les probabilités suivantes :

- 0,998 (99,8%) à laquelle correspond l'intervalle entre les limites de contrôle.
- 0,950 (95,0%) à laquelle correspond l'intervalle entre les limites de surveillance.

Ainsi, dans une fabrication sous contrôle, il ya qu'une chance sur mille pour que la statistique prenne une valeur supérieure à **la limite supérieure de contrôle** et une chance sur mille pour qu'elle soit inférieure à **la limite inférieure de contrôle**.

Pour les limites de surveillances, il ya 2,5 chances sur 100 de dépassement au delà de la **limite supérieure** d'une part et en deçus de la **limite inférieure** d'autre part.[17]

7.2. Etude préliminaire pour la construction d'une carte de contrôle

Il ya une série d'étude à effectuer avant d'établir une carte de contrôle.

1. **Choix du caractère à contrôler** : se sont des caractères qui sont susceptibles d'affecter l'utilisation du produit et qui doivent l'objet d'une attention particulière.
2. **Analyse de procédé de fabrication et de vérification** :
 - Il faut déterminer où et comment peuvent survenir des irrégularités dans la fabrication.
 - Il faut aussi décider si la fabrication sera contrôlée globalement ou par partie.
 - Une étude du procédé de vérification des individus prélevés est également nécessaire : en effet les irrégularités révélées peuvent provenir non seulement du processus de fabrication, mais également du procédé de vérification (contrôleur déficient, calibres ou instrument de mesure défectueux ou inadéquats, etc.).
 - Il faut vérifier les erreurs dues à l'instrument de mesure : lorsque la dispersion est sous contrôle, la dispersion des erreurs dues à ces instruments soit inférieurs au dixième de la dispersion totale des résultats enregistrés.
 - Il faut que les vérifications soient rapides et que les prélèvements soient effectués le plus près possible de l'opération de fabrication à contrôler. [18]
3. **Choix du type de contrôle** : dans notre cas on va adopter un contrôle par mesure.
 - *Contrôle de la tendance centrale : on utilise soit la carte de contrôle de la moyenne, et la carte de contrôle de la médiane. Généralement lorsque l'effectif des échantillons dépasse $n = 11$, on emploie presque toujours la moyenne arithmétique, qui permet un contrôle plus efficace.*

- *Contrôle de la dispersion : il ya la carte de contrôle de l'étendue et celle de l'écart type.*

4. Prélèvements des échantillons – effectif et périodicité

- *pour des raisons de commodité, on prélève généralement des échantillons constitués d'individus consécutifs (le nombre d'effectifs est déterminé selon le plan d'échantillonnage choisis). cette façon d'opérer permet, dans tous les cas, de contrôler la stabilité de la fabrication, à condition, que l'écart- type utilisé correspond à la dispersion d'individus consécutifs.*
- *Quant à la périodicité des prélèvements, elle est notamment fonction de la cadence de la production, du niveau de la qualité recherchée, du temps nécessaire au contrôle et de la stabilité du caractère contrôlé.*

7.3. Construction de la carte de contrôle par mesure

On peut calculer directement les limites de contrôle et de surveillance et effectuer immédiatement le contrôle. [19]

a. Contrôle de la tendance centrale

Limites de contrôle et de surveillance de la moyenne \bar{x} des échantillons :

- **Limites de contrôle** : $m_0 \pm \frac{3,09}{\sqrt{n}} \sigma_0$
- **Limites de surveillance** : $m_0 \pm \frac{1,96}{\sqrt{n}} \sigma_0$

b. Contrôle de la dispersion

On utilise généralement que les limites supérieures ; le premier risque est alors égal à 0,001(contrôle) et 0,025(surveillance). Cependant les limites inférieurs sont susceptibles de révéler :

- *Une amélioration de la dispersion due, par exemple, à une modification non signalée du processus de fabrication.*
- *Une anomalie dans la mesure du caractère contrôlé : par exemple défaillance de l'appareil de mesure.*

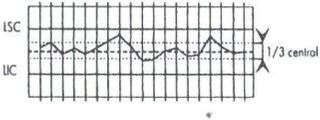
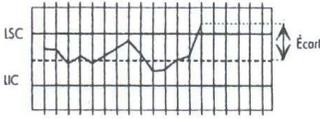
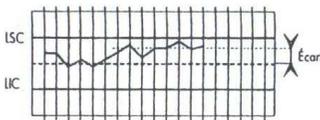
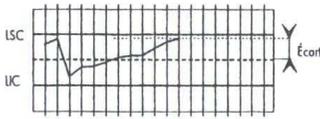
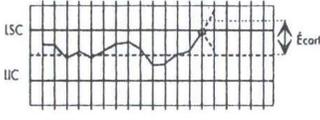
Sur la carte de contrôle des écarts-types centrée sur la valeur cible $S_0=C_4.\sigma$ et ayant comme limites de contrôle $Lci= B5.\sigma$ et $Lcs= B6.\sigma$, on porte les valeurs des écarts-types des échantillons. (B5, B6 et C4 sont représenté au niveau de l'annexe C). On peut aussi tracer sur cette carte la valeur de σ_{max} (ou mieux σ_L), pour deux tolérances séparées ou de l'ETMP pour deux tolérances combinées.

c. Interprétations des cartes de contrôles [20]

Différentes règles sont données dans la littérature pour repérer des séquences : (voir tableau 1)

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Tableau 1: Règles de décision du pilotage des cartes de contrôle

Règles de décision pour le pilotage par cartes de contrôle			
Graphique	Description	Décision carte des moyennes	Décision carte des étendues
	<p>Procédé sous contrôle</p> <ul style="list-style-type: none"> Les courbes \bar{X} et R oscillent de chaque côté de la moyenne. 2/3 des points sont dans le tiers central de la carte. 	Production (pas d'intervention)	
	<p>Point hors limite</p> <p>Le dernier point tracé a franchi une limite de contrôle.</p>	<p>Régler le procédé</p> <p>de la valeur de l'écart qui sépare le point de la valeur cible.</p>	<p>Cas limite supérieure</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme se détériore. Il faut trouver l'origine de cette détérioration et intervenir. Il y a une erreur de mesure. <p>Cas limite inférieure</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme s'améliore. Le système de mesure est bloqué.
	<p>Tendance supérieure ou inférieure</p> <p>7 points consécutifs sont supérieurs ou inférieurs à la moyenne.</p>	<p>Régler le procédé</p> <p>de l'écart moyen qui sépare la tendance à la valeur cible.</p>	<p>Cas tendance supérieure</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme se détériore. Il faut trouver l'origine de cette détérioration et intervenir. <p>Cas tendance inférieure</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme s'améliore. Il faut trouver l'origine de cette amélioration pour la maintenir.
	<p>Tendance croissante ou décroissante</p> <p>7 points consécutifs sont en augmentation régulière, ou en diminution régulière.</p>	<p>Régler le procédé</p> <p>si le dernier point approche les limites de contrôle de l'écart qui sépare le dernier point à la valeur cible.</p>	<p>Cas série croissante</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme se détériore. Il faut trouver l'origine de cette détérioration et intervenir. <p>Cas série décroissante</p> <ul style="list-style-type: none"> La capacité court terme s'améliore. Il faut trouver l'origine de cette amélioration pour la maintenir.
	<p>1 point proche des limites</p> <p>Le dernier point tracé se situe dans le 1/6 au bord de la carte de contrôle. (Appelé parfois limite de surveillance).</p>	<p>Confirmer</p> <p>en prélevant immédiatement un autre échantillon. Si le point revient dans le tiers central – production. Si le point est également proche des limites ou hors limite, régler de la valeur moyenne des deux points.</p>	<p>Cas limite supérieure</p> <p>Surveiller la capacité</p> <p>Si plusieurs points de la carte sont également proches de la limite supérieure, la capacité se détériore. Il faut trouver l'origine de cette détérioration et intervenir.</p>

En cas de réglage : un nouvel échantillon est mesuré et marqué sur la carte. Pour être acceptable, le point doit se situer dans le tiers central de la carte des moyennes.

I- Méthodologie de travail

Le laboratoire d'analyse traite et suit la qualité de différents produits en cours de fabrication. Les plans d'échantillonnage implantés ne concernent que certaines stations de la raffinerie (station d'épuration et station de cristallisation). Ce choix de station est négocié avec le chef de laboratoire.

La démarche d'implantation et la mise en œuvre des plans d'échantillonnage au niveau des stations de la COSUMAR ont nécessité un passage primordial par certaines étapes, qui sont :

- 1) La connaissance de la population à étudier :
 - ❖ La détermination de la taille des lots (population mère).
 - ❖ Lieu de prélèvement, matériels de prélèvement.
- 2) L'identification des caractères de la population :
 - ❖ Les analyses effectuées pour la mesure de ces caractères (matériels de mesures, mode de l'analyse, et méthodologie de leurs calculs).
 - ❖ La vérification de l'hypothèse de normalité du caractère à étudier.
 - ❖ Estimation de l'écartype et la moyenne intra-lot.
 - ❖ L'identification des tolérances de ce caractère.

La dernière étape concerne l'application des plans d'échantillonnage par mesure.

1. Populations étudiées et stratégie de prélèvement

Généralement pour des systèmes en continu fournissant des produits non individualisables (liquides, solides en vrac, etc....) on pourra se fixer par expériences des périodes ou des tonnages fictifs, jugés suffisamment « homogènes » (exemples : ½ heure de production, 1tonne de produit), et qui sont considérées comme populations mères.

Une fois déterminé ce que l'on veut contrôler, il faut établir les modalités de prélèvements, ces prélèvements doivent être parfaitement représentatifs des lots à échantillonner. Ils doivent avoir une masse suffisante pour pouvoir permettre d'effectuer les déterminations prévues et pour ne pas être trop encombrer inutilement le laboratoire, c'est-à-dire la quantité maximale de produit facilement manipulable et homogénéisable (unité d'échantillonnage).

Au niveau du laboratoire, on va travailler avec des échantillons de 200 Cl pour les lots liquides et avec 200 g prélevé à partir des lots solide. Cette taille des échantillons est considérée comme représentative, du fait du système d'agitation existant au niveau de lieu de prélèvement.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

La stratégie de prélèvement peut se résumer comme suit :

Où : le lieu de prélèvement est déterminé en concertation avec les services intéressés en tenant compte des nécessités.

Quand: la cadence et le moment des prélèvements sont aussi à déterminer avec les services intéressés et devront de toute manière être guidés par l'arrivée des matières premières par les rythmes des fabrications ou par la cadence de sortie des produits.

Comment : vu l'importance qu'il y a à ce qu'un échantillon parfaitement représentatif parvienne au laboratoire, il faut mettre au point, avec le plus grand soin, les méthodes de prélèvement. Il faut étudier le matériel à utiliser, la manière de le faire fonctionner, les précautions à prendre pour éviter toute erreur.

Par qui : par des échantillonneurs dépendant uniquement du laboratoire et qui se déplacent dans l'usine pour effectuer les prélèvements là où se trouvent les produits à échantillonner. Ces équipes ont leur matériel propre et doivent dans les meilleures conditions possibles relever, préparer, étiqueter et expédier leurs prélèvements vers le laboratoire.

L'identification : Pour faciliter le travail de l'analyste et l'exploitation des résultats tout en évitant les erreurs, il convient d'étiqueter ou de numéroter les prélèvements. Chaque prélèvement doit être accompagné d'une fiche signalétique permettant de rassembler les renseignements utiles au laboratoire ainsi que les observations relevées au cours des opérations (voir figure).

Fiche signalétique

Echantillon n° :
Analyse demandée :
➤ Prélèvement :
Nom du préleveur :
Date de prélèvement :
Heure :/Poste :
Lieu de prélèvement :
Débit :t/h ou Stock.....T.....
➤ Réception :
Nom du récepteur :
Service:.....
Date de réception :
Heure :Poste :
Observation :

Figure 11: Fiche signalétique d'un échantillon

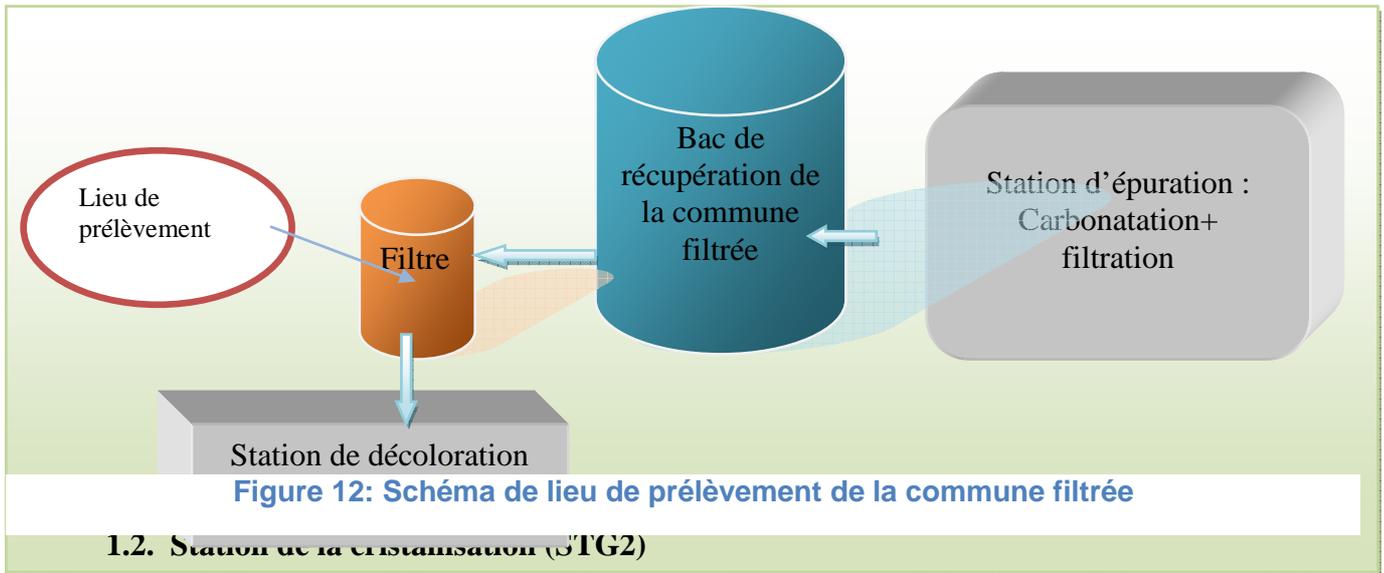
Toutes ces modalités seront prises en considération lors des prélèvements effectués au niveau des stations prises pour l'étude (station d'épuration et station de la STG2).

1.1. Station d'épuration

- ❖ la population étudiée est la **commune filtrée**. Il faut un suivi de la production pendant une période stable, pour la détermination de la quantité moyenne produite par poste (8h de production).

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

- ❖ Le lieu de prélèvement se situe à la sortie deux filtres de sécurité en communication avec le bac de récupération de la commune filtrée (voir figure 12). on récupère le produit dans des flacons propre rincés avec de l'eau distillée et séchés dans l'étuve.
- ❖ Les échantillons ainsi prélevés sont analysés dès lors de leur réception pour éviter toute modification physico-chimique ou détérioration microbienne.



Au niveau de cette station, il ya 3 types de populations à traiter (**la masse cuite, la liqueur d'alimentation de chaque cuite et le sucre humide produit**), la taille fictif du lot est calculé par poste.

- ❖ Le lieu de prélèvement :
 - pour la masse cuite le prélèvement des échantillons se fait au niveau de la turbine lors de la phase de chargement.
 - le sucre est prélevé aussi au niveau de la turbine en fin de cycle de turbinage.
 - Pour la liqueur le prélèvement est effectué au niveau du circuit d'alimentation des bacs de récupération de la liqueur (voir figure 13).

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

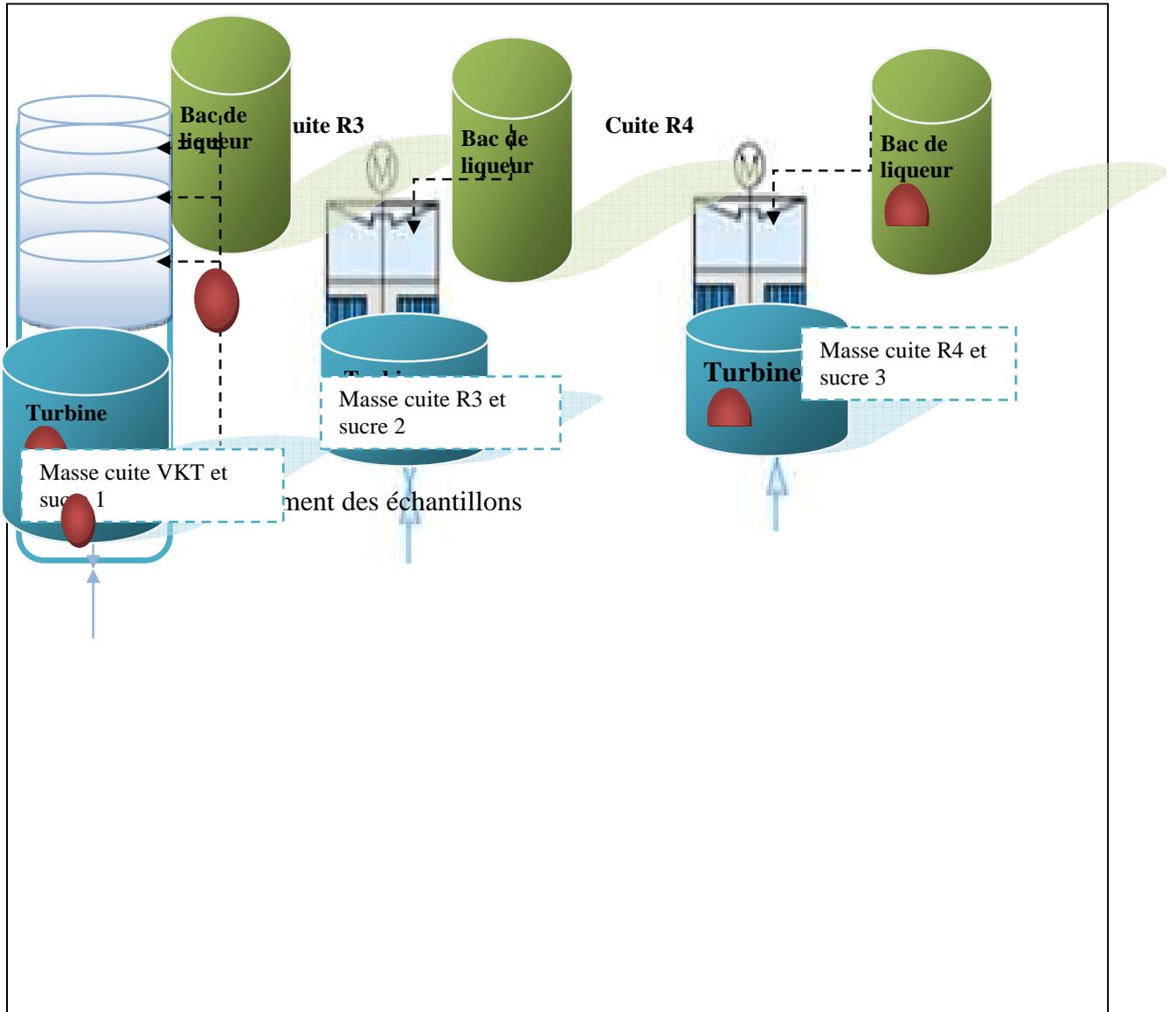


Figure 13: Schéma indiquant le lieu de prélèvement des échantillons au niveau de la STG2

2. Etude des caractères des populations

2.1 Identification des caractères

Pour la commune filtrée : le plan de contrôle concerne les caractères suivants :

- ❖ La coloration.
- ❖ Le pH.
- ❖ La pureté.
- ❖ Le brix.

Pour les masses cuites et les liqueurs, les plans d'échantillonnage concernent :

La coloration, la pureté et le brix.

Pour les sucres, on va suivre juste l'humidité.

2.2 Vérification de l'hypothèse de normalité

L'application d'un plan d'échantillonnage par mesure requiert comme condition préliminaire la vérification de la normalité des données, ainsi que beaucoup de résultats statistiques ne sont valables que dans le cas d'une distribution normale. Il faut donc

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

vérifier cette caractéristique avant de se lancer dans des calculs, en disposant d'une méthode convenable permettant de vérifier cette normalité. [21]

a. Normalité d'une population

On peut se demander si la population parente possède a priori une distribution normale. La loi normale décrit souvent adéquatement la distribution d'une caractéristique produite par un procédé stable. A l'inverse de distribution anormale peut indiquer qu'un procédé non stable ou des conditions d'opération qui varie. (Voir figure). [22]

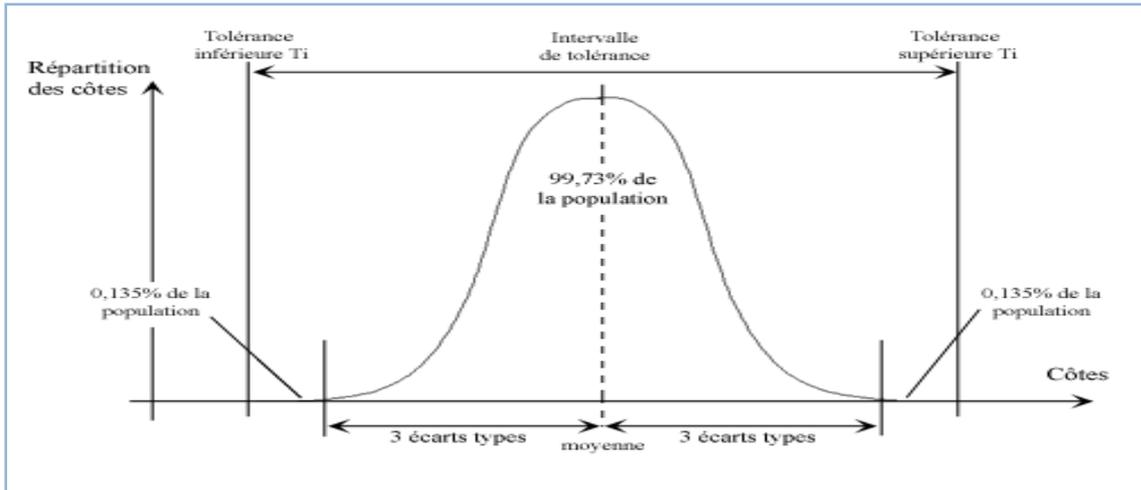


Figure 14: Fonction de répartition de la loi normale

b. Notion d'homogénéité de la population

La prise en compte de la distribution de référence d'une fabrication permet également une meilleure compréhension de la notion d'homogénéité.

A la limite, en effet, une fabrication homogène (du point de vue d'une propriété donnée ne pourrait être qu'une fabrication dont tous les individus seraient identiques).

Il paraît beaucoup plus commode de relier la notion d'homogénéité d'une fabrication à la notion de stabilité des conditions de marche du processus de production à l'origine de la fabrication considérée. De ce fait la distribution des caractères mesurés sera à peu près égale pour chaque prise d'échantillon. [23]

c. Tests de normalité

➤ Histogramme [24]

Le premier outil à notre disposition est la construction et l'analyse d'un histogramme.

On peut reconnaître le caractère normal d'une variable aléatoire (continue) sans utiliser des tests statistiques. On peut dire que c'est un test visuel de la normalité. Les étapes de la construction sont les suivantes :

- **Première étape : détermination du nombre de classes**

L'une des difficultés dans la construction d'un histogramme est de choisir un nombre de classes adapté.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Le nombre de classes (arrondi au nombre entier supérieur) est donné par : la formule de STRUGES $(1 + 3.322 \log n)$ avec « n » le nombre de valeurs (on utilise cette formule lorsque le nombre des effectifs dépasse 100). Si non on le prend égale à la racine de n.

En vue d'étudier la symétrie de l'histogramme, un nombre impair de classes est souvent souhaitable.

- **Deuxième étape : calcul de l'amplitude de classe**

On détermine tout d'abord l'étendue ($V_{\max} - V_{\min} = WT$) et on divise ce nombre par le nombre de classe.

- **Troisième étape : calcul de la valeur limite inférieure**

La valeur limite inférieure est égale à la plus petite valeur observée.

- **Quatrième étape : construction de l'histogramme**

Il suffit de comptabiliser le nombre de valeurs dans chaque classe et de construire un rectangle dont la hauteur est proportionnelle à ce nombre.

On peut prolonger l'étude par une analyse des paramètres statistiques de forme.

➤ Test de khi deux pour ($n > 42$)

Il consiste à comparer dans chaque classe de l'histogramme, l'effectif observé n_i avec l'effectif théorique np_i que l'on aurait si la loi était normale, la statistique calculée permette d'avoir la confiance dans l'hypothèse H_0 .

On calcule alors :

$$X^2_{\text{pratique}} = \sum (n_i - np_i)^2 / np_i$$

Cette grandeur est comparée avec le X^2 théorique à $v = n-1$ degré de liberté et avec un risque d'erreur égale à 5%.

Règle de décision :

Si le X^2 pratique $\leq X^2$ théorique, la distribution suit la loi normale.

Si le X^2 pratique $\geq X^2$ théorique, la distribution n'est pas normale.

Conditions d'application et interprétation du test

Pour chaque classe il faut que : $np_i \geq 5$ et $n_i \geq 4$ parce que le terme np_i apparaît au dénominateur et une valeur trop faible fausse le calcul du χ^2 .

Si cette condition n'est pas réalisée on peut faire un regroupement des premières et des dernières classes.

Pour un bon ajustement le nombre de classes doit être > 5 .

I- Application des plans d'échantillonnages

1. Au niveau de la STG2

1.1. Analyse statistique préliminaire

1.1.1 Test de normalité des caractères étudiés et calcul de (tolérances, écartype cible et moyenne cible de chaque population)

L'application des plans d'échantillonnage par mesure et à écartype connu des différentes populations, assujetti :

- L'étude préliminaire de la variabilité de la production, c'est-à-dire la détermination des fonctions de répartitions simultanée des caractères considérés. Ces dernières doivent essentiellement suivre une loi de distribution qui est normale ou proche d'une loi normale. Pour cela on a traités les résultats d'analyse qui s'étalent sur une durée de 3 mois, afin d'augmenté le nombre de mesure ($n > 100$), et on a trouvé que tout les caractères suivent une loi de distribution qui est normale, ce qui nous assure de la stabilité de la production. (voir les histogrammes et les tests calculés des figures (15 jusqu'au 29)).
- L'estimation des valeurs cibles qui caractérise cette distribution, c'est-à-dire la moyenne et son écart type, ainsi que les tolérances supérieurs et inférieurs.
- L'assurance de la stabilité de l'écart type, par des cartes de contrôle de SHEWART. On a trouvées comme résultats que l'hypothèse prise sigma connu a été validée pour tous les produits car la carte de contrôle des écarts types est restée « sous contrôle ». Ce qui reflète la stabilité de la dispersion totale ; cette dernière comprend la dispersion du procédé pur plus la dispersion de la méthode de son mesure.

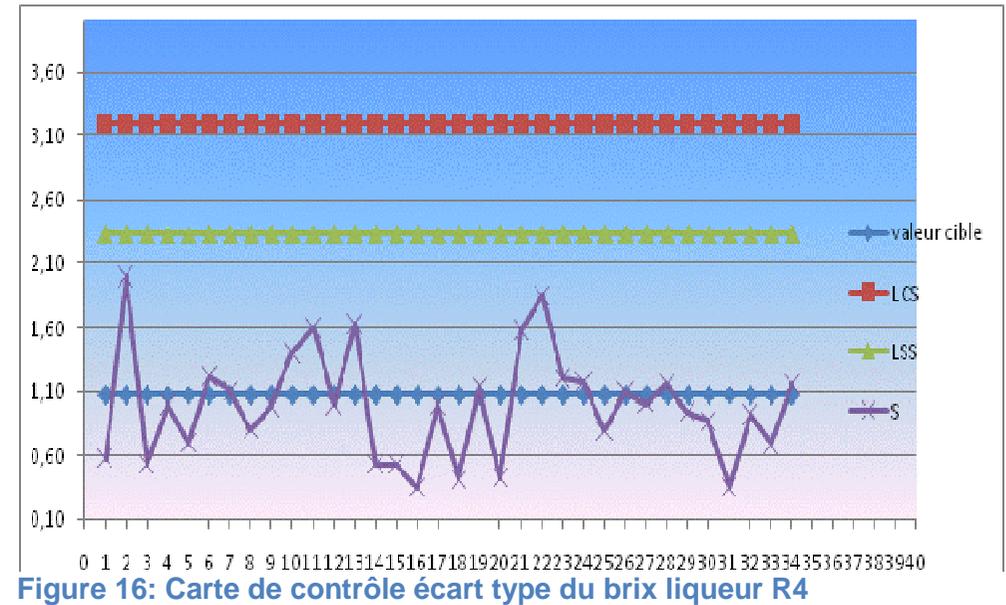
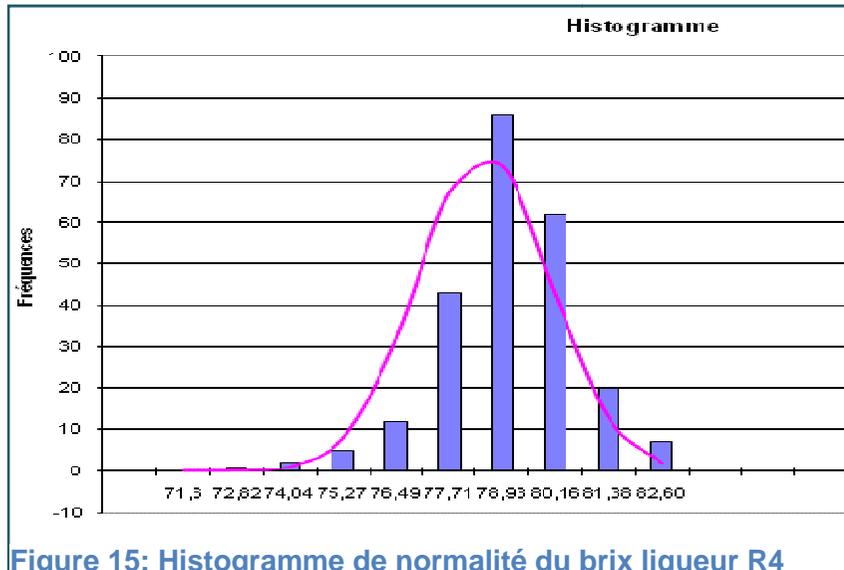
Les résultats sont les suivants pour les différents caractères de chaque population :

a) Cuite R4

❖ liqueur d'alimentation

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

a. Brix



Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	4,5	χ^2 théorique	11,07
Test du Khi 2		OUI	
ddl	5		

$$m_0 = (\sum X / r) \quad 77,90$$

$$Ti = m_0 - (C_{pk} * 3\sigma) \quad 73,71$$

$$Ts = (C_{pk} * 3\sigma) + m_0 \quad 82,112$$

$$\sum nj \geq 100 \quad 101$$

$$\sigma = \text{racine} (\sum S^2 / r) \quad 1,08$$

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

b. Coloration

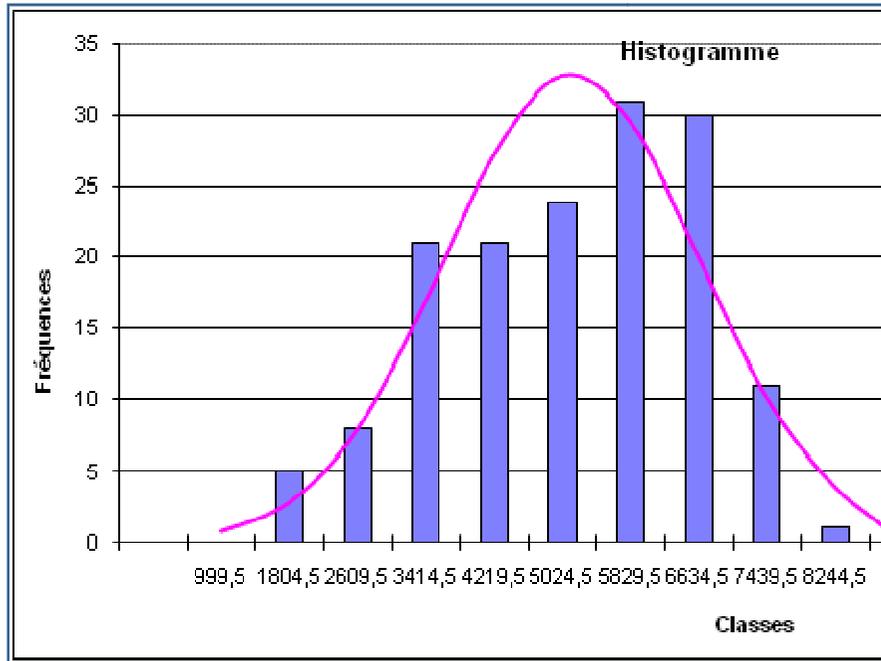


Figure 17: Histogramme de normalité de la coloration de la liqueur R4

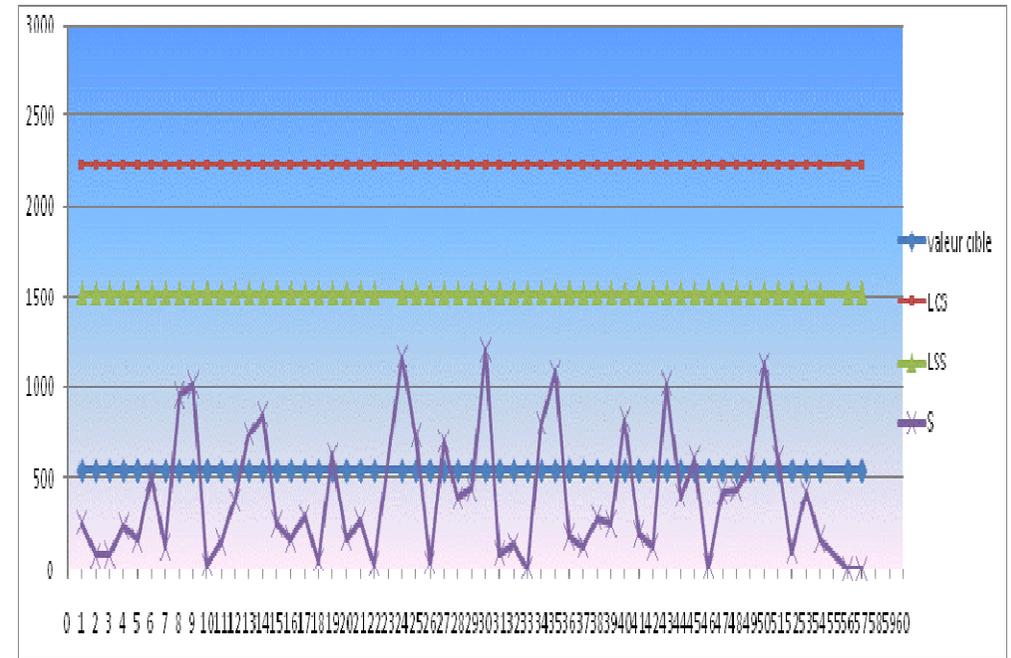


Figure 18: carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la liqueur R4

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	10,49	χ^2 théorique	12,59
Test du Khi 2	OUI		
ddl	6		

$\sum n_j \geq 100$	112
$\sigma = \text{racine} (\sum S^2 / r)$	303,67
$m_0 = (\sum X / r)$	3700,42
$Ts = (C_{pk} * 3\sigma) + m_0$	4912,06

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

c. Pureté

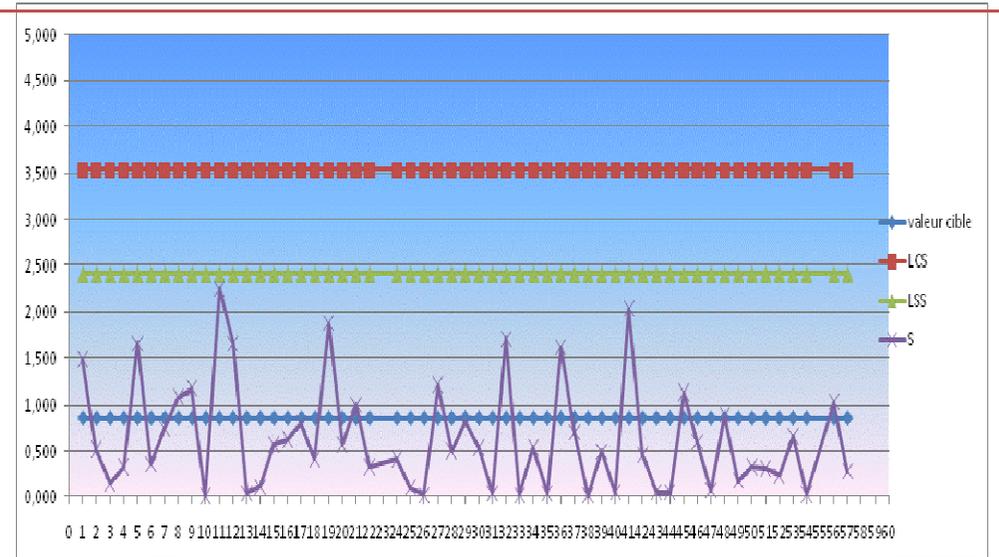
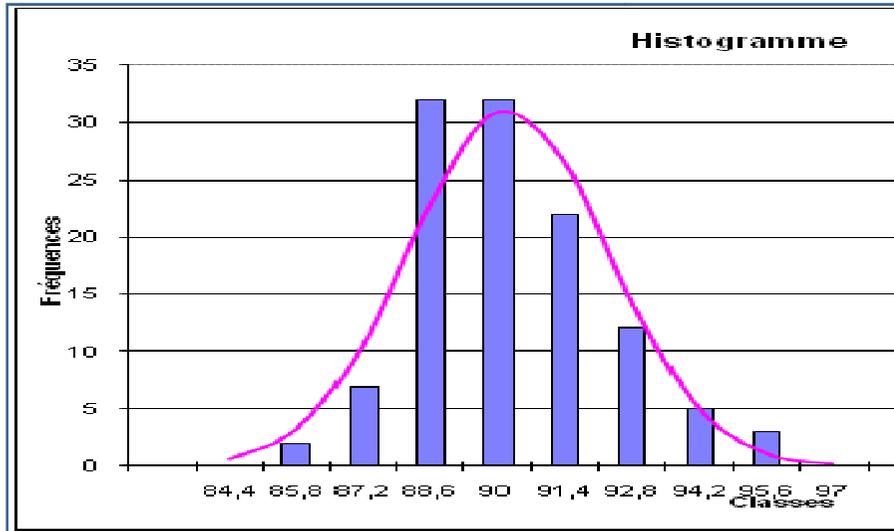


Figure 19: histogramme de normalité de la pureté de la liqueur R 4

$\sigma = \text{Racine} (\sum S^2 / r)$	0,86
$m_0 = (\sum X / r)$	90,07
$Ti = m_0 - (Cpk * 3\sigma)$	85,1

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	7,03	χ^2 théorique	9,49
Test du Khi 2	OUI		
ddl	4		

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

❖ Masse cuite R4

➤ Brix

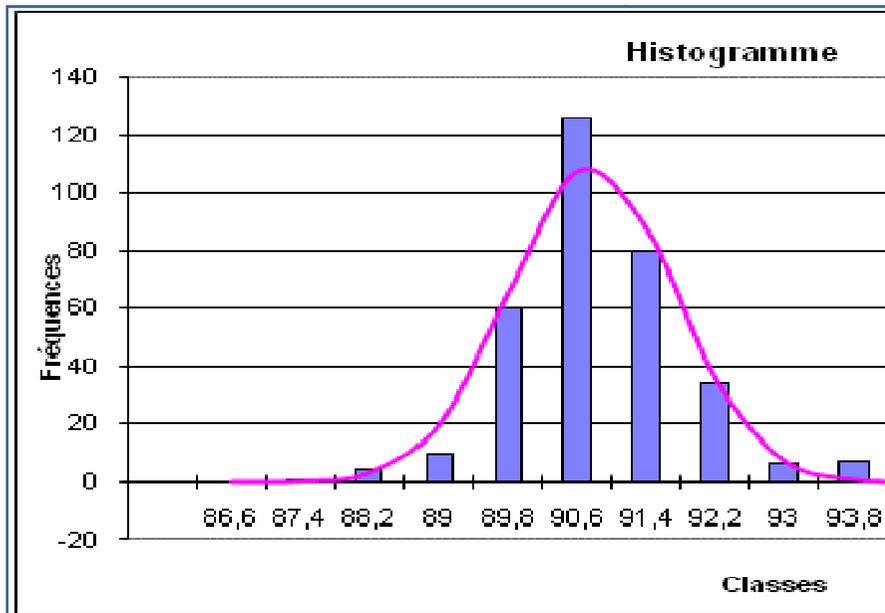


Figure 20: Histogramme de normalité du brix de la masse cuite R4

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	9,80	χ^2 théorique	11,07
Test du Khi 2	OUI		
ddl	5		

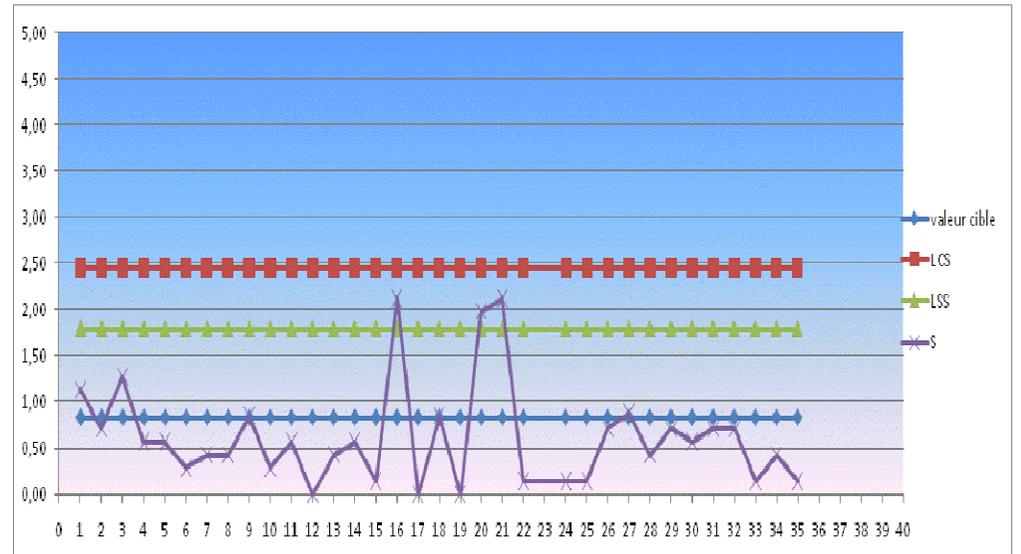


Figure 21 : Carte de contrôle de l'écart type du brix de la masse cuite R4

$\sum n_j \geq 100$	102
$m_0 = (\sum X/r)$	90,94
$T_i = m_0 - (C_{pk} * 3\sigma)$	87,64
$T_s = m_0 + (C_{pk} * 3\sigma)$	94,25

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Coloration

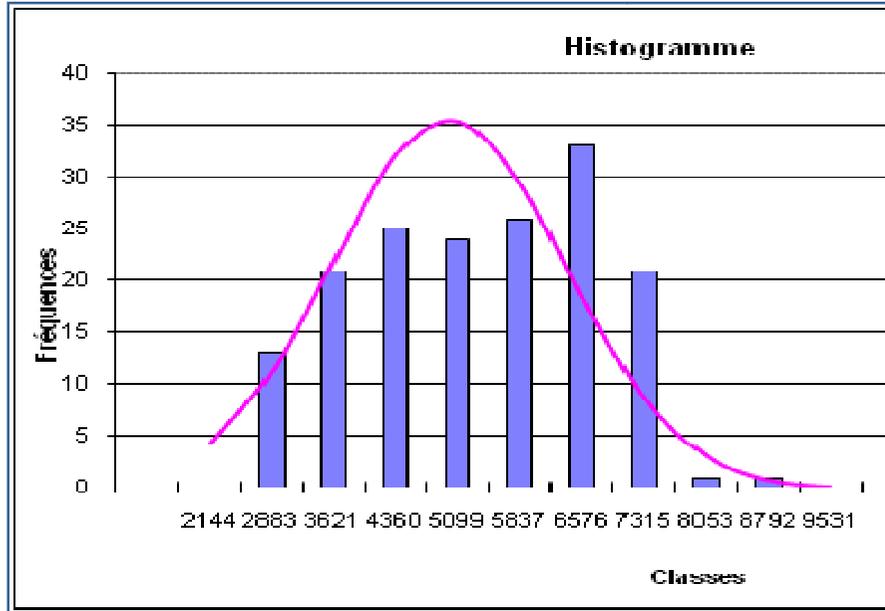


Figure 22: Histogramme de normalité de la coloration de la masse cuite R4

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	10,08	χ^2 théorique	12,59
Test du Khi 2	OUI		
ddl	6		

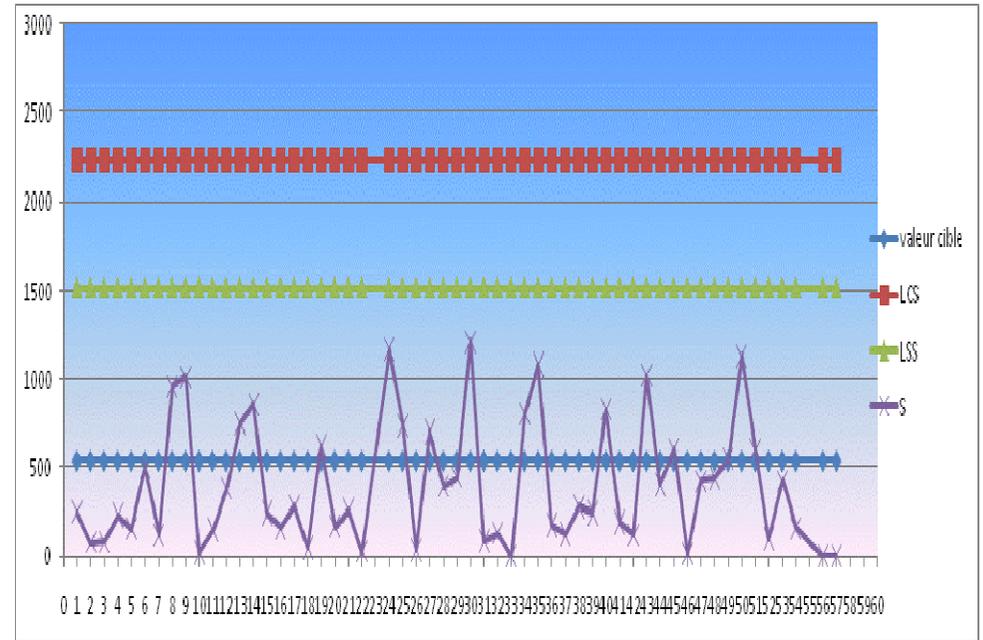


Figure 23: Carte de contrôle de l'écartype de la masse cuite R4

$\sum n_j \geq 100$	106
$\sigma = \text{racine}(\sum S^2 / r)$	540,30
$m_0 = (\sum X / r)$	3933,71
$T_s = m_0 + (C_{pk} * 3\sigma)$	6089,51

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Pureté

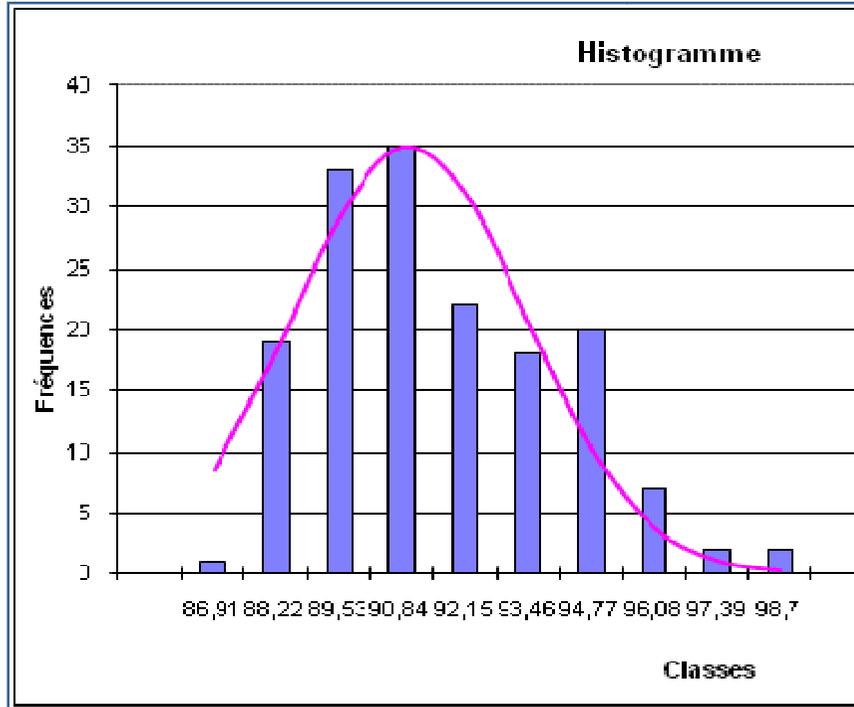


Figure 24: Histogramme de normalité de la pureté de la masse cuite R4

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	12,36	χ^2 théorique	12,59
Test du Khi 2	OUI		
ddl	6		

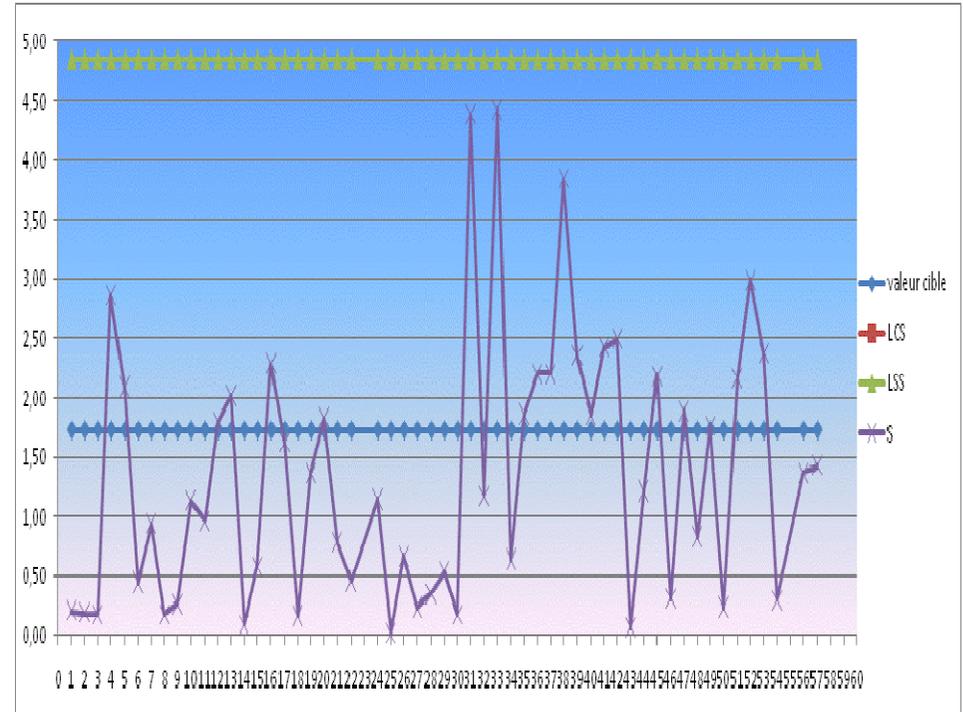


Figure 25: Carte de contrôle de l'écart type de la pureté de la masse

$\sum nj \geq 100$	112
$m0 = (\sum X / r)$	91,98
$\sigma = \text{racine} (\sum S^2 / r)$	1,73
$Ti = m0 - (Cpk * 3\sigma)$	86,7

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

❖ Sucre humide R4

➤ Humidité

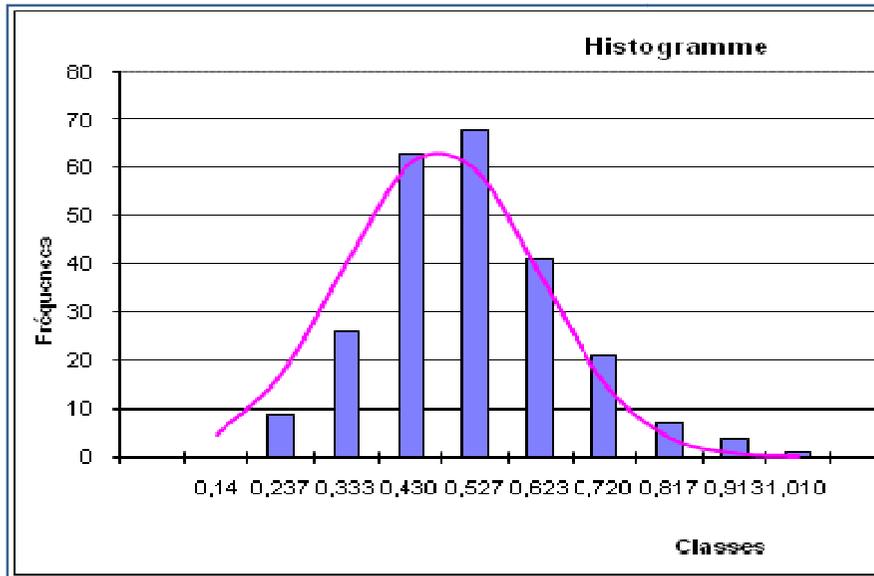


Figure26: Histogramme de normalité de l'humidité du sucre

Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	6,49	χ^2 théorique	12,59
Test du Khi 2			
ddl	6	OUI	

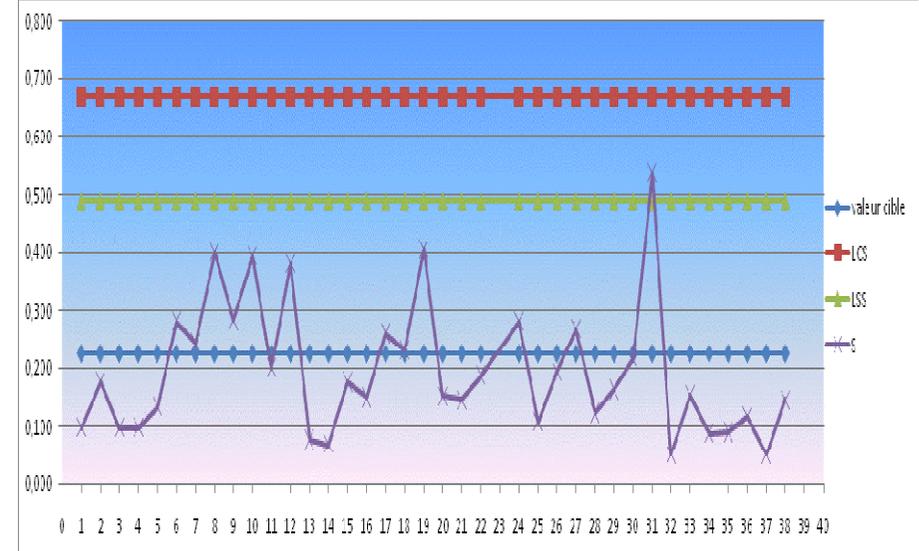


Figure 27: Carte de contrôle de l'écart type de l'humidité sucre R4

$\sum nj \geq 100$	111
$\sigma = \text{racine} (\sum S^2 / r)$	0,23
$m0 = (\sum X / r)$	0,68
Ts=	1,57805842

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

2.3. Application des plans d'échantillonnage au niveau des populations de la cuite R4

2.3.1. Liqueur R4

a) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever

Pour la R4 on s'est fixé des tonnages fictifs, pour déterminer la taille de la population à étudier. La liqueur R4 est composée de l'égout riche R4 plus l'égout pauvre récupéré après le turbinage de la masse cuite R3. Donc la taille du lot de liqueur produite par poste (8h de production) est égale à :

la liqueur d'alimentation = ER R4 + EP R3

EP R3 = 46,04 t / h

ER R4 = 1,85 t / h

Quantité de liqueur en (t) par poste (8 h) = 383,12 t /8h

La table (A.1) donne la lettre- code H, et pour cette lettre- code et avec un NQA = 1,00 %, la table (A.3) donne le plan :

Effectifs de l'échantillon (n) =	5
NQA =	0,1
n = 5	P95 = 2,96
k = 2,46	P50 = 0,69
Ds = 42,4	p10 = 0,07

Au niveau du laboratoire, et se basant sur le cout du contrôle, on ne peut faire l'analyse que pour que 4 effectifs d'échantillon de liqueur par poste. Donc avec la même NQA on prend le plan avec la lettre code G, ce plan nous confie les résultats suivants :

n = 4	P 95 = 4,01
K = 2,39	P 50 = 0,84
Ds = 61	P 10 = 0,07

Avec ce plan, on aura le même risque α (P10 = 0,07%), malgré qu'on a fait augmenter le risque β avec (P 95 = 4,01%).

Après la détermination de nombre d'effectifs à prélever, la réalisation des analyses, ainsi que le traitement des données seront la base de l'étape suivante pour suivre statistiquement la qualité des différents caractères de la liqueur R4. Les résultats sont les suivantes :

b) Réalisation des analyses et interprétations des résultats

➤ Brix

Etape 1: Réalisation des analyses selon le plan d'échantillonnage mis en place

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Tableau 2: Analyse réalisée du brix de la liqueur R4

	H du prélèvement	26/05	25/05	24/05	21/05	20/05	21/05	20/05	19/05	18/05	17/05
mesure1	8h	77	77,8	78,8	75,2	76,8	78,4	79	78,6	78,2	76,6
mesure2	9h	78,8	76,8	79	76,8	78,4	77,8	80,2	79	78	70,4
mesure3	10h	78,6	78	76,4	78,2	75,6	78,8	79,6	78,8	78,4	77,8
mesure4	11h	76,4	76	77,4	77,2	78	78,6	78,2	77,8	79	76,8
moyenne		77,7	77,2	77,9	76,9	77,2	78,4	79,3	78,6	78,4	75,4

Etape 2: Condition d'acceptation et de rejet

On a les données suivantes :

Cible m0	77,9
Ti	73,7
Ts	82,1
σ	1,08
n	4
K	2,39

Le coefficient d'aptitude spécifique des lots à satisfaire les tolérances, pour le niveau de qualité requis est :

$$A_p = \frac{T_s - T_i}{2 K \cdot \sigma} = 1,627 > 1,33$$

Donc on peut considérer les **tolérances** comme **séparées**.

On calcule :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{\max} = 1,757 \\ \sigma_L = 1,315 \end{array} \right.$$

σ étant inférieur à σ_L, le contrôle est possible dans les bonnes conditions et on adopte la valeur σ = 1,08 pour les contrôles suivants.

Les valeurs limites d'acceptation des moyennes d'échantillons sont respectivement :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_{\max} = 79,53 \\ X_{\min} = 76,29 \end{array} \right.$$

On doit vérifier que X_j de chaque lot est comprise entre les deux limites calculées :

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Xj	77,70	77,2	77,9	76,9	77,2	78,4	79,3	78,6	78,4	75,4
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accépté	refusé								

Étape 3: Calcul de pourcentage de valeurs hors tolérance

Tableau 3: Calcul de pourcentage hors tolérance au niveau du brix de la liqueur R4

moyenne	77,70	77,15	77,90	76,85	77,20	78,40	79,25	78,55	78,40	75,40
Ts	82,1									
σ	1,08									
(TS- X)/ σ	4,0833	4,5926	3,8981	4,8704	4,5463	3,4352	2,6481	3,2963	3,4352	6,2130
racine (n/n-1)	1,2									
Usup =	4,7150	5,3031	4,5012	5,6238	5,2496	3,9666	3,0578	3,8062	3,9666	7,1741
P =	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	1,00000	0,99996	0,99889	0,99993	0,99996	1,00000
P hors tolérance% =	0,000121	0,000006	0,000338	0,000001	0,000008	0,003645	0,111477	0,007055	0,003645	0,000000
Ti	73,7									
σ	1,1									
(X-Ti)/ σ	3,6944	3,1852	3,8796	2,9074	3,2315	4,3426	5,1296	4,4815	4,3426	1,5648
racine (n/n-1)	1,2									
Uinf =	4,52475	3,90104	4,75156	3,56083	3,95774	5,31857	6,28249	5,48867	5,31857	1,91650
P =	1,0000	1,0000	1,0000	0,9998	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000	0,9723
Phors tolérance%=	3,023E-04	4,789E-03	1,009E-04	1,848E-02	3,783E-03	5,229E-06	1,666E-08	2,025E-06	5,229E-06	2,765

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

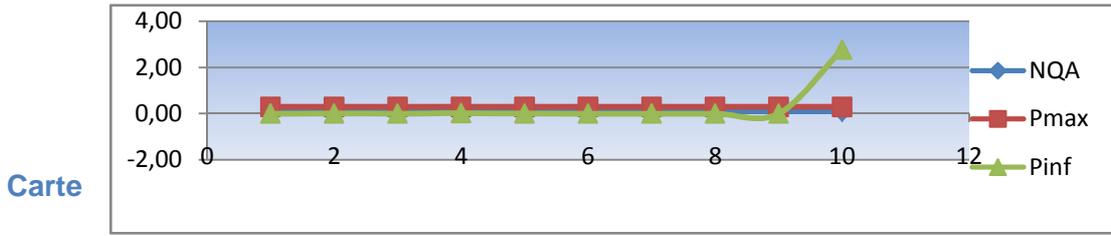


Figure 28: de pourcentage

inferieur de hors tolérance du brix de la liqueur R4

On remarque ici que les lots sont tous acceptés avec un pourcentage de valeurs hors tolérances qui est très nominal ne dépassant même la NQA fixée (0,1 %), sauf le lot 10 qui a un brix faible, ce qui a répercuté sur son pourcentage de hors tolérance (2,77%) Cette conclusion est validée par les cartes de contrôles mises en place.

Etape4: Cartes de contrôles de la moyenne --- écart type

Limites supérieures de contrôle de la moyenne = LSCx = cible + 3,09 σ/\sqrt{n}
Limites inférieures de contrôle de la moyenne = LICx = cible - 3,09 σ/\sqrt{n}
Limites supérieures de contrôle de l'écart type = LSCx = B5 σ
Limites inférieures de contrôle = LICx = B6 σ
Valeur cible = S0 = C4. σ

Tableau 4: Calcul des limites de contrôle de la moyenne et de l'écart type du brix de la liqueur R4

LOT n°	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Moyenne	77,7	77,2	77,9	76,9	77,2	78,4	79,3	78,6	78,4	75,4
Valeur cible	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9	77,9
Ecart type	1,08									
LCS	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6	79,6
LCI	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2	76,2
Ecart	1,2	0,9	1,2	1,2	1,3	0,4	0,9	0,5	0,4	3,4
Cible	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
σ_{max}	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8	1,8
σ_L	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3	1,3
LCS	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
LCI	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0

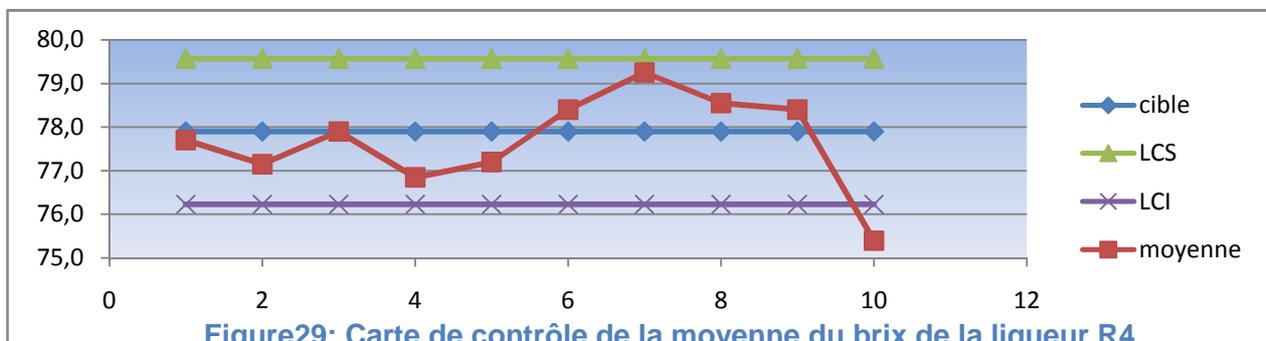


Figure 29: Carte de contrôle de la moyenne du brix de la liqueur R4

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

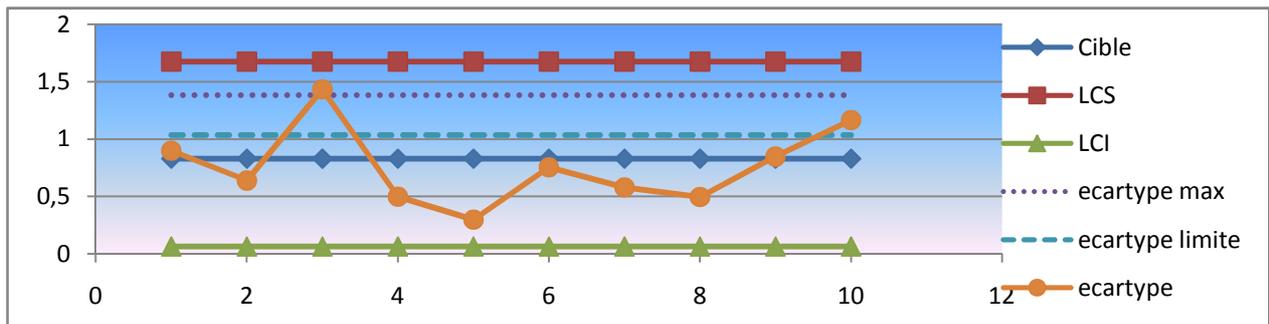


Figure 30: Carte de contrôle de l'écart type du brix de la liqueur R4

La carte de contrôle de l'écart type nous révèle la dispersion du lot n° 10 qui a dépassé l'écart type limite, ce qui a conduit à son rejet.

En peut dire qu'avec ce plan d'échantillonnage et les carte mis en œuvre :

- On a pu détecter le passage de non-conformité au niveau de la production, ce qui n'était pas le cas du suivie de la qualité au niveau du laboratoire.
- Déterminer les bonnes conditions de marche de la production pour assurer sa capacité et son aptitude : il faut avoir un brix de liqueur qui est égale à **78**, c'est le cas des deux lots n° 1 et n° 6 ayant une moyenne proche de la valeur cible.

On va poursuivre les mêmes étapes de calculs pour les autres caractères de la liqueur, ainsi que pour les autres produits. La présentation des résultats finals ainsi que les cartes de contrôles et leurs interprétations sera notre prochaine procédure.

➤ *Coloration*

🌸 Condition d'acceptation et de rejet

On a les données suivantes :

cible	3700,0
Ts	4912,0
σ	303,67
K	2,39

La valeur limite d'acceptation des moyennes d'échantillons est :

$$X \text{ max} = 4186$$

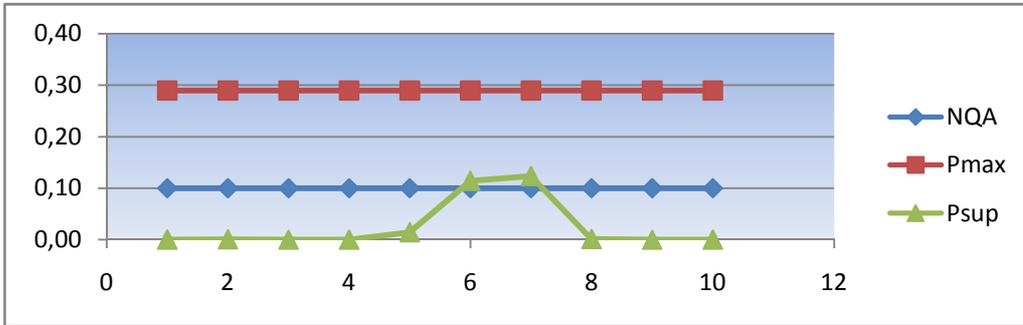
Le lot est accepté si et seulement si $X_j \leq X \text{ max}$.

Xj	3604	3764	3250	3164	3959	4110	4116	3805	3019	2987
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accepte									
phors tolérance% =	0,000033	0,000632	0,000000	0,000000	0,014411	0,114576	0,123588	0,001275	0,000000	0,000000
u = K. racine (n/n-1)										2,759734287
p =										0,99710758
pmax en % =	0,29									
NQA =	0,10									

🌸 Carte de contrôle de la moyenne --- écart type--- P hors tolérance

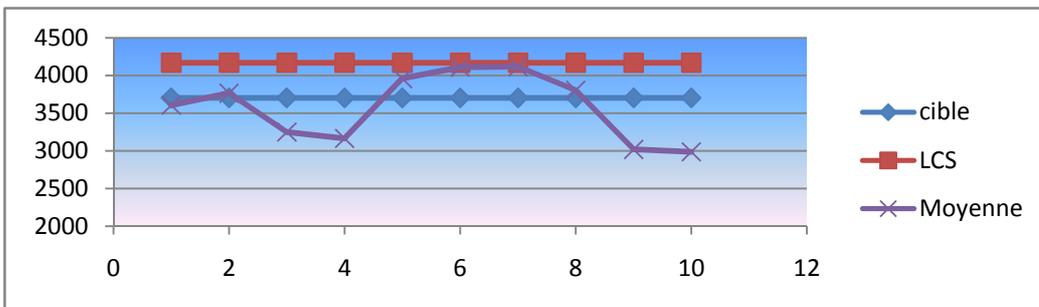
PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Les lots n° 6 et 7 avaient un pourcentage de hors tolérance qui dépasse le NQA, ceci se voit clairement au niveau de la carte de contrôle de la moyenne et aussi de l'écart type ayant des valeurs qui s'éloignent de leurs valeurs cibles.



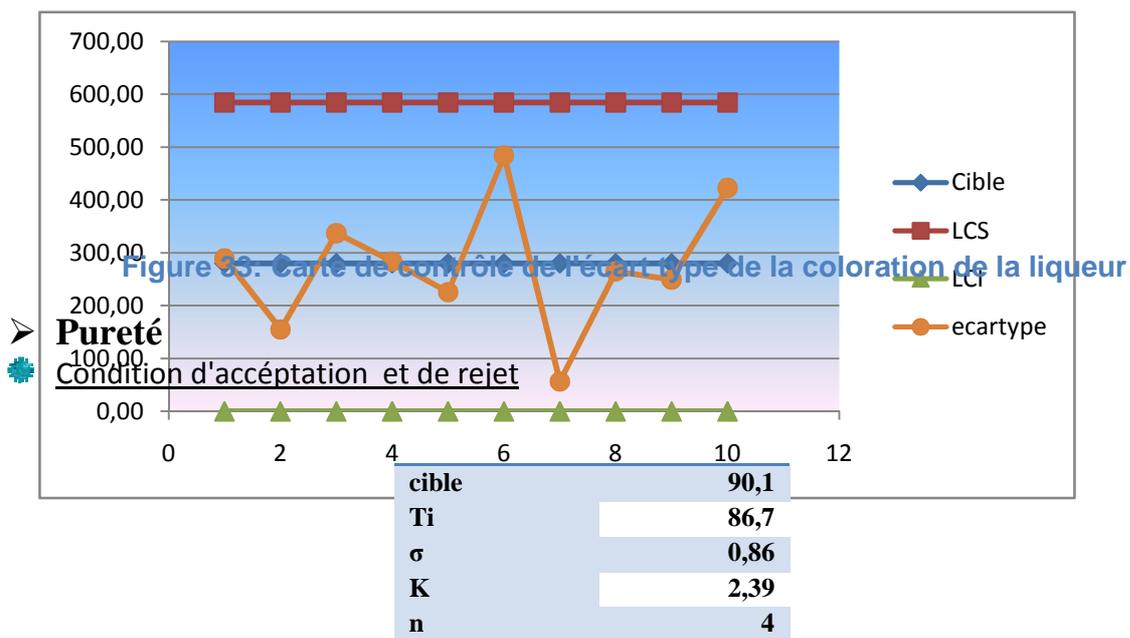
pourcentage de hors tolérance coloration de la liqueur cuite R4

Figure 31:
Carte de



Carte de la moyenne de la coloration de la liqueur R4

Figure 32:



On a : $X_{\min} = 88,78$

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Calcul de pourcentage de valeurs hors tolérance

Pour l'acceptation du lot on vérifie que $X_j \geq X_{\min}$

Xj	93,17	89,84	90,97	89,95	90,66	89,62	90,67	89,25	89,58	88,36
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accépte	refuse								
P hors tolérance%	0,000	0,001	0,0000	0,0007	0,000	0,0050	0,0000	0,0336	0,0063	1,3833

Carte de contrôle de la moyenne --- ecarttype--- P% de hors tolerance

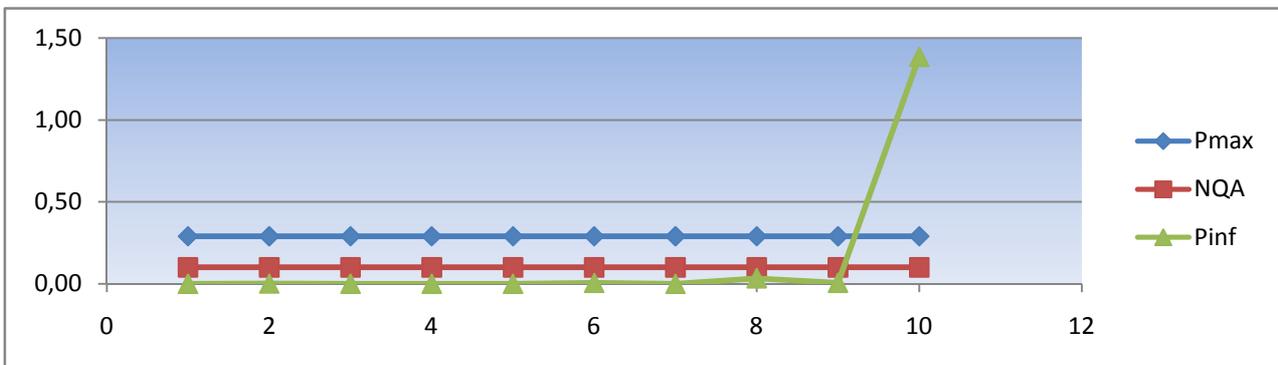


Figure 34: Carte contrôle de pourcentage de hors tolérance pureté liqueur R4

Le pourcentage de hors tolérance de la pureté de la liqueur R4 a dépassé le pourcentage maximum fixé. On a pu détecter cela avec les cartes de contrôle de la moyenne avec une valeur suspect qui dépasse la limite de contrôle inferieurs. Ceci est surement du a son brix qui a dépassé aussi son Pmax fixé. Une diminution du brix est comme résultat la diminution de la pureté de la liqueur. (voir cartes de contrôles).

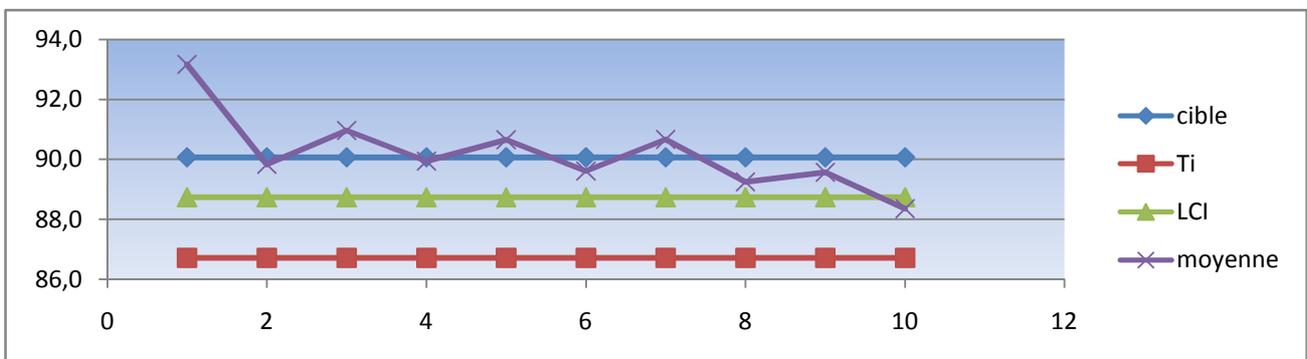


Figure35: carte de contrôle de la moyenne de la pureté liqueur R4

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

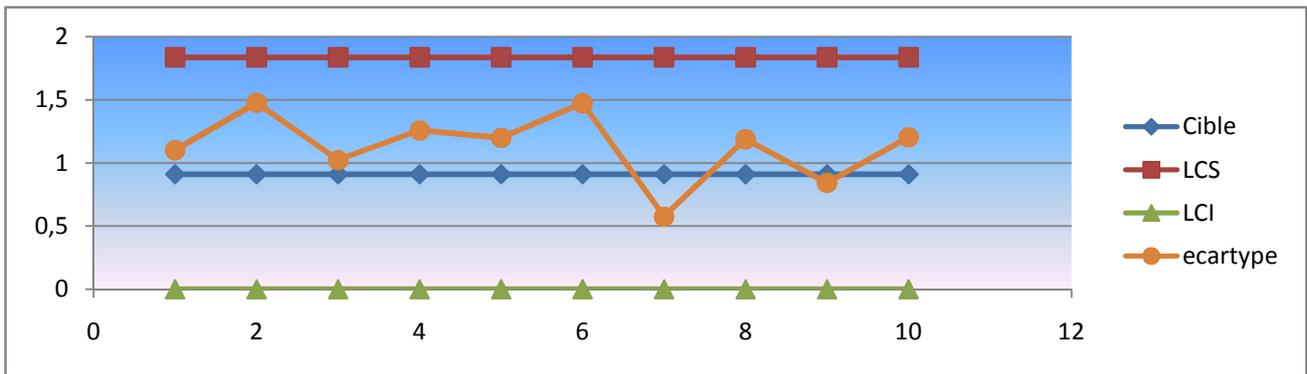


Figure 36: Carte de contrôle de l'écart type de la pureté liqueur

2.3.2. Masse cuite R4

c) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever

Masse totale /cycle = 77,68 t

Au niveau de la STG2, la cuite R4 réalise 2 coulées par poste, donc :

La quantité de masse cuite produite par poste = 155,36 t

La norme nous recommande la Lettre code G et avec un NQA de 0,1 : le nombre d'effectif à prélever sera égale à 4.

d) Réalisation des analyses et interprétations des résultats

➤ Brix

❁ Condition d'acceptation et de rejet

cible	90,9
Ti	87,6
Ts	94,3
σ	0,83
n	4
K	2,39

Le coefficient d'aptitude spécifique des lots à satisfaire les tolérances, pour le niveau de qualité requis : $Ap = \frac{Ts - Ti}{2K \cdot \sigma} = 1,666 > 1,33$; Donc on peut considérer les **tolérances** comme **séparées**.

On calcule :

$$\begin{cases} \sigma_{max} = & 1,383 \\ \sigma_L = & 1,035 \end{cases}$$

σ étant inférieur à σ_L , le contrôle est possible dans les bonnes conditions et on adopte la valeur $\sigma = 0,83$ pour les contrôles suivants.

Les valeurs limites d'acceptation des moyennes d'échantillons sont respectivement :

$$\begin{cases} X_{max} = & 92,27 \\ X_{min} = & 89,62 \end{cases}$$

On doit vérifier que X_j de chaque lot est comprise entre les deux limites calculées :

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Xj	91,75	90,75	90,60	90,95	90,35	91,55	90,85	90,80	90,80	89,40
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accépte	refuse								
phors tolerance%=-	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,47

☀ carte de contrôle de la moyenne --- écart type--- pourcentage de hors tolérance

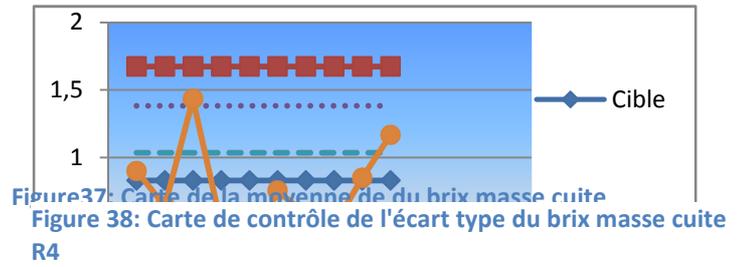
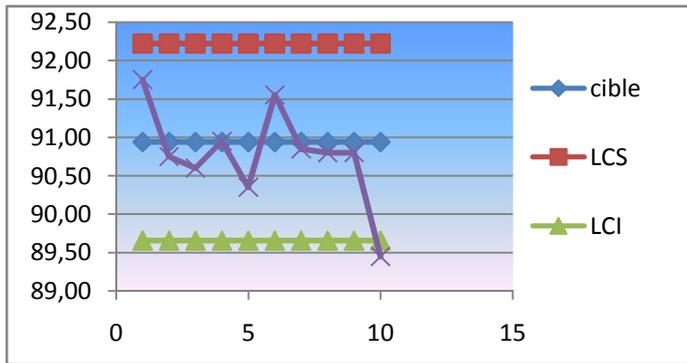


Figure 37: Carte de la moyenne de du brix masse cuite
Figure 38: Carte de contrôle de l'écart type du brix masse cuite R4

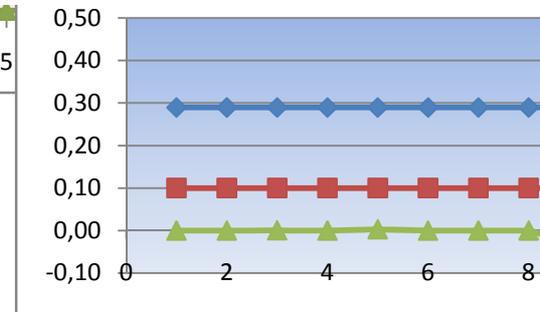


Figure 39: Carte de contrôle du pourcentage de hors tolérance masse cuite R4

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Coloration

❁ Condition d'acceptation et de rejet

cible	3934,0
Ts	6140,0
σ	552,880
n	4
K	2,39

$$X_{\max} = 4818,62$$

Xj	3069,0	3360,7	4283,0	3067,2	3351,5	3184,7	3936,2	3870,2	3161,7	3293,2
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accepte	accepte	accepte	accepte						
phors tolerance%	0,000	0,000	0,00525	0,000	0,000	0,000	0,000209	0,000107	0,000	0,000
=										

- Tout les lots sont acceptés avec un pourcentage de hors tolérance très négligeable.
- La carte de contrôle de la moyenne ainsi de l'écartype appuie ce résultat. Ceci aura une influence directe sur l'humidité du sucre humide produit si le procédé est dans le bon état de marche.
- Avec une coloration acceptable, le taux d'éclairçage c'est-à-dire la quantité d'eau pulvérisée pour le rinçage du sucre sera minimale.
- Ce résultat aura une influence directe sur les etapes de sechage et de refroidissement.
- On peut de rassurer de cette conclusion âpres l'étude des résultats de l'humidité du sucre R4 produit.

❁ Carte de contrôle de la moyenne --- écart type

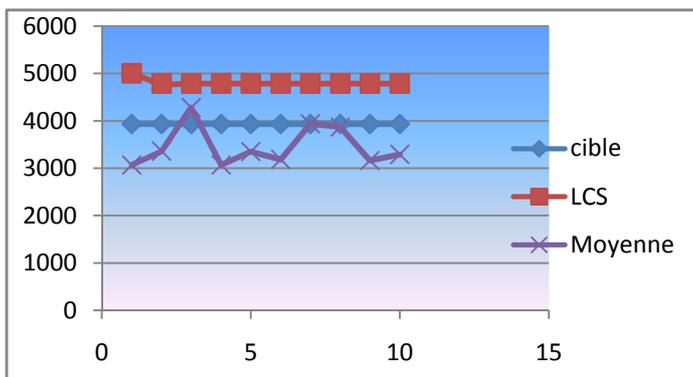


Figure 40 : Carte de contrôle de la moyenne de la coloration de la masse cuite R4

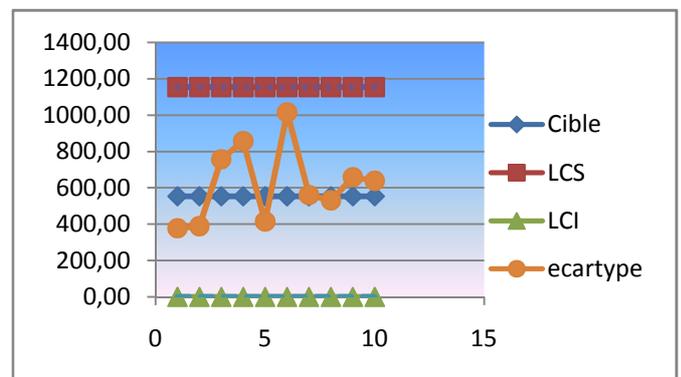


Figure 41: Carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la masse cuite R4

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

2.3.3. Sucre humide R4

e) Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever

Pour le calcul de la taille du lot du sucre humide à partir duquel on va prélever notre échantillon, on va calculer le rendement en sucre de la masse cuite produite par poste.

On a :

- La quantité de masse cuite produite par poste = 155,36 t
- Le pourcentage de cristaux contenue dans cette quantité de masse cuite =

$$Q = Qmc * \% CR$$

$$Q = \left(Qmc * \frac{Pmc - Pem}{100 - Pem} * \frac{1}{100} * Brix \right)$$

Avec :

Qmc : Quantité de masse cuite.

Pmc : Pureté masse cuite qui est égale à 92.

Pem : Pureté égout mère (le liquide qui entoure les cristaux) qui est égale à 86.

% CR : Pourcentage en cristaux.

Brix : Teneur en matière sèche, qui est égale à 90,9° brix.

- Au moment de la dernière étape de l'essorage, il ya un rinçage du sucre avec de l'eau. On pratique cet éclairçage dissous une partie de sucre qui sera récupéré au niveau de l'égout riche avec un pourcentage de 0,025% de la masse totale de sucre produit.

Donc :

La quantité de sucre humide produite par poste sera égale :

$$Q = (Qmc * \% CR) - (0,025 * \% CR * Qmc)$$
$$Q = (155,36 * \frac{92-86}{100-86} * 90,9/100) (1 - 0,025)$$

$$Q = 59,01 \text{ t / poste}$$

La table (A.1) donne la lettre - code E, pour cette lettre- code et avec un NQA = 0,1 % : au niveau la table (A.3) aucun plan ne correspond à cette NQA : mais elle nous ramène directement vers la lettre code G. On aura alors les données suivantes :

Effectifs de l'échantillon (n) =

NQA =

4

n = 5

0,1

P95 = 4,01

k = 2,39

P50 = 0,84

Ds = 61,0

p10 = 0,07

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

f) Réalisation des analyses et interprétations des résultats

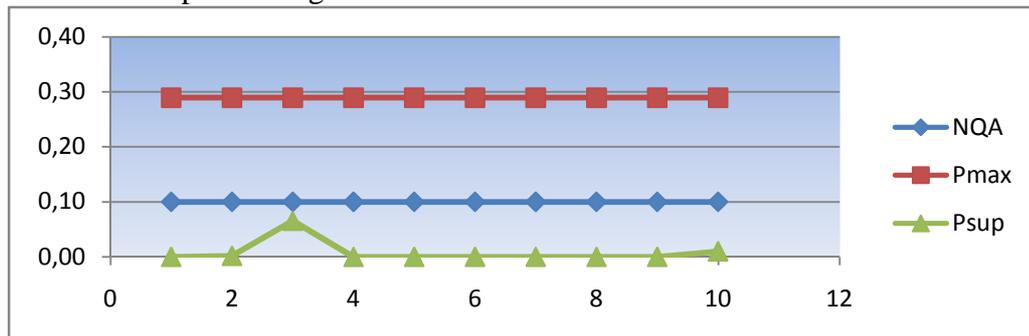
➤ **Humidité**

🌀 Condition d'acceptation et de rejet

cible	0,7
Ts	1,6
σ	0,23
n	4
K	2,39
Xmax	1,03

Xj	0,59	0,76	0,94	0,50	0,55	0,63	0,67	0,51	0,48	0,84
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	accepte									
phors tolerance% =	0,000	0,0019	0,0656	0,0000	0,0000	0,0001	0,0003	0,0000	0,0000	0,0102

La carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance nous donne :



Figure

42: Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance de l'humidité du sucre R4

On peut voir clairement que les lots sont tous acceptés avec un pourcentage qui ne dépasse même pas le niveau de qualité acceptable.

La coloration du lot n° 3 a influencé d'une manière directe sur son taux d'éclaircissement de la masse cuite, ce qui a provoqué une augmentation de son humidité libre. Ce résultat se voit clairement au niveau des cartes de contrôles de l'écart type et de la moyenne.

🌀 Carte de contrôle de la moyenne --- écart type

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

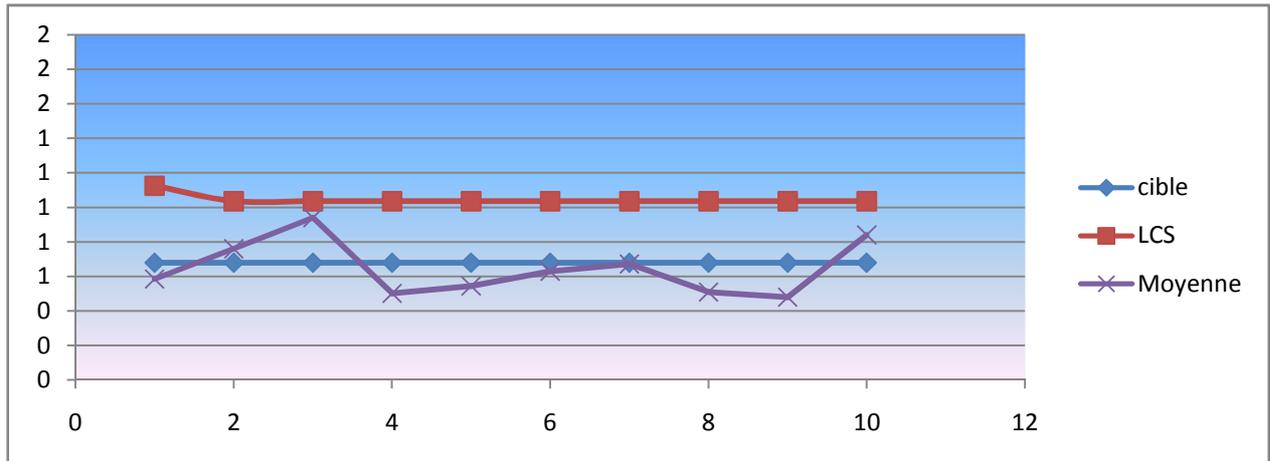


Figure43: Carte de contrôle de la moyenne de l'humidité du sucre R4

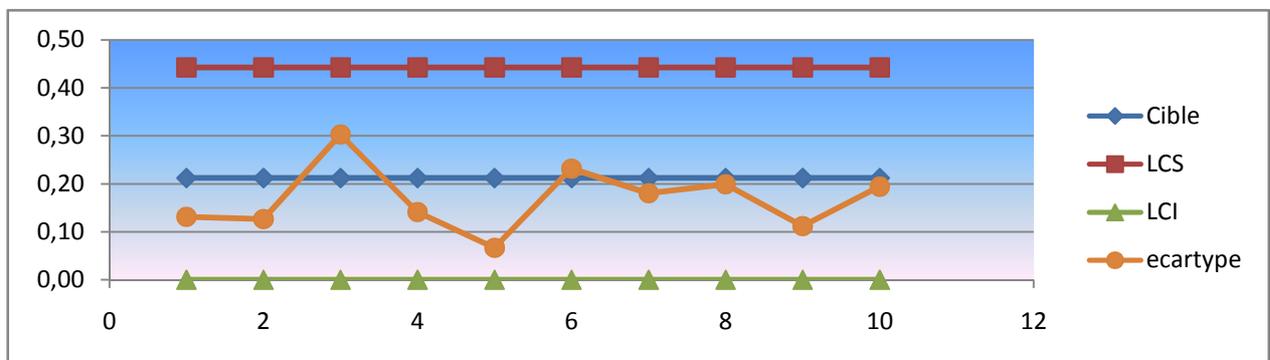


Figure 44: Carte de contrôle de l'écart type de l'humidité sucre R4

2. Au niveau de la station d'épuration (commune filtrée)

2.4. Analyse statistique préliminaire

2.4.1. Test de normalité des caractères étudiés et calcul de (tolérances, écartype cible et moyenne cible de chaque population)

Les histogrammes ainsi que les cartes de contrôles de la stabilité de l'écartypes seront présentées dans l'annexe par simple soucis d'encombrement du rapport.

Les figures reflètent la normalité des caractères étudiées et la stabilité de leur dispersion.

2.5. Détermination de la taille du lot et le nombre d'effectifs à prélever

Pour déterminer la taille du lot fictif produite par poste, on a fait un suivie de la production pendant deux semaine considérées comme stable. Pendant ce suivie on note le cumule de production par poste. On a aboutie aux résultats suivants.

Tableau 4: Production de la commune filtrée par poste de travail

	21/03	22/03	23/03	24/03	25/03	26/03	27/03	28/03	29/03
volume en m ³	940	900	900	923	931	912	880	700	900

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

min de lot en m ³ =	700
max du lot en m ³ =	1070
	30/03 31/03 01/04 06/04 20/04 21/04 22/04
volume en m³	924 926 1070 950 972 951 900

Selon la norme d'échantillonnage et pour une taille du lot comprise entre 501 et 1200. Elle nous confit la lettre code J et avec une NQA de 0,1, on trouve le plan suivant :

Effectifs de l'échantillon (n) =	8
NQA =	0,1
n = 8	P95 = 1,84
k = 2,54	P50 = 0,55
Ds = 20,5	p10 = 0,09

2.6. Réalisation des analyses et interprétations des résultats

2.6.1. Brix

✿ Condition d'acceptation et de rejet

Les données du plan d'échantillonnage sont les suivantes :

cible	64,7	DS	20,5
Ti	63,0	P10	1,84
Ts	65,8	P50	0,55
σ	0,29	P95	0,09
n	8	NQA	0,1
K	2,54		

Le coefficient d'aptitude spécifique des lots à satisfaire les tolérances, pour le niveau de qualité requis :

$$A_p = \frac{T_s - T_i}{2 K \cdot \sigma} = 1,901 > 1,33$$

Donc on peut considérer les **tolérances** comme **séparées**.

On calcule :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{\max} = 0,551 \\ \sigma_L = 0,449 \end{array} \right.$$

σ étant inférieur à σ_L, le contrôle est possible dans les bonnes conditions et on adopte la valeur

σ = 0,29 pour les contrôles suivants.

Les valeurs limites d'acceptation des moyennes d'échantillons sont respectivement :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_{\max} = 65,06 \\ X_{\min} = 63,74 \end{array} \right.$$

Xj	63,51	64,6	64,8	65,0	64,6	64,9	64,3	65,0	64,6	64,8
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	refuse	accepte								
phors tolérance%	2,94	1,047 E-07	5,551 E-09	4,164 E-12	1,838 E-07	1,243 E-10	1,300 E-04	3,277 E-11	5,522 E-07	8,624 E-10

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Carte de contrôle de la moyenne --- écart type---- P% de hors tolérance

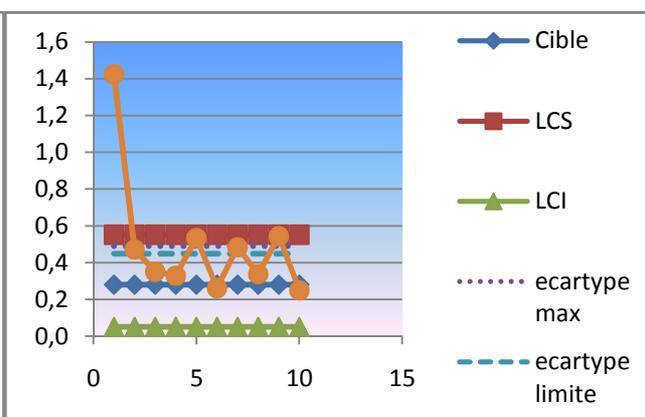
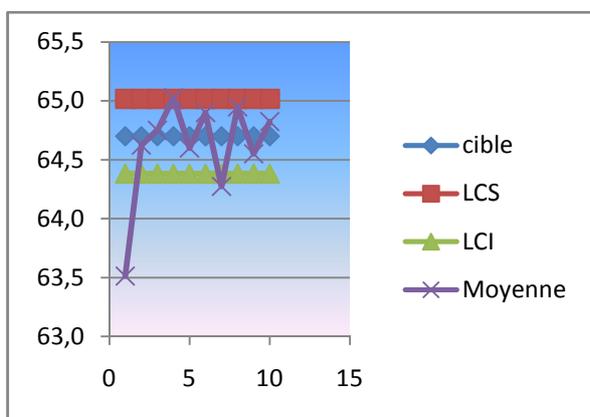
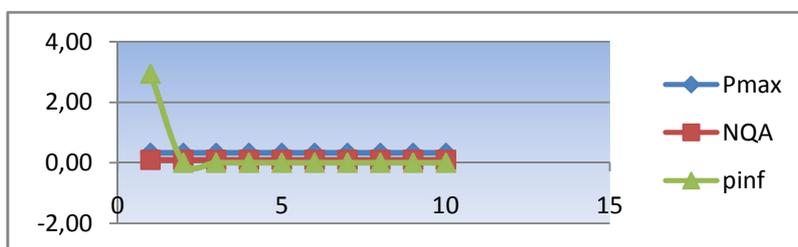


Figure 46: Carte de contrôle de la moyenne du brix de la commune filtrée

Figure 47: Carte de contrôle de l'écart type du brix de la commune filtrée

Figure 45: Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance du brix de la commune filtrée

2.6.2. Pureté

Condition d'acceptation et de rejet

On a les données suivantes :

cible	99,4		
Ti	99,3	DS	20,5
σ	0,034	P10	1,84
n	8	P50	0,55
K	2,54	P95	0,09

Pour la pureté on travail juste avec de la tolérance inferieur. Le calcul de Xmin nous donne le résultat suivant :

$$X_{min} = 99,35$$

Xj	99,34	99,42	99,38	99,40	99,41	99,37	99,40	99,40	99,43	99,37
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	refuse	accepte								
P hors tolérance% =	0,594487	0,000024	0,006	0,0004	0,0001	0,036	0,001	0,0008	0,00001	0,0418

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Carte de contrôle de la moyenne --- écart type--- P% de hors tolérance

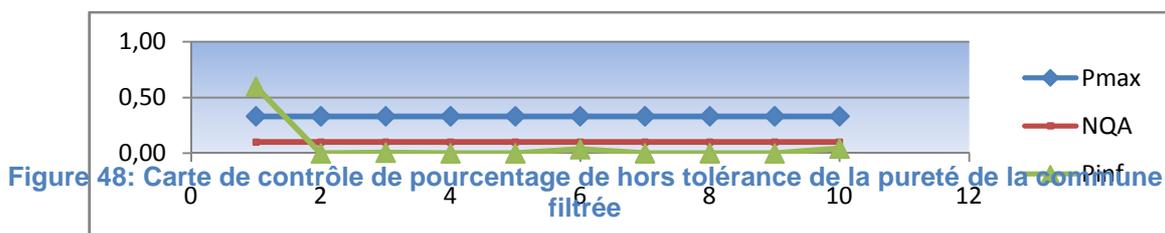


Figure 48: Carte de contrôle de pourcentage de hors tolérance de la pureté de la commune filtrée

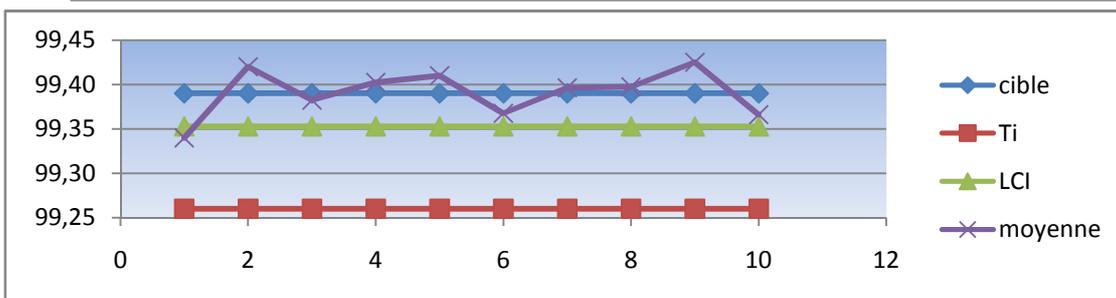


Figure 49 : Carte de contrôle de la moyenne de la pureté de la commune filtrée

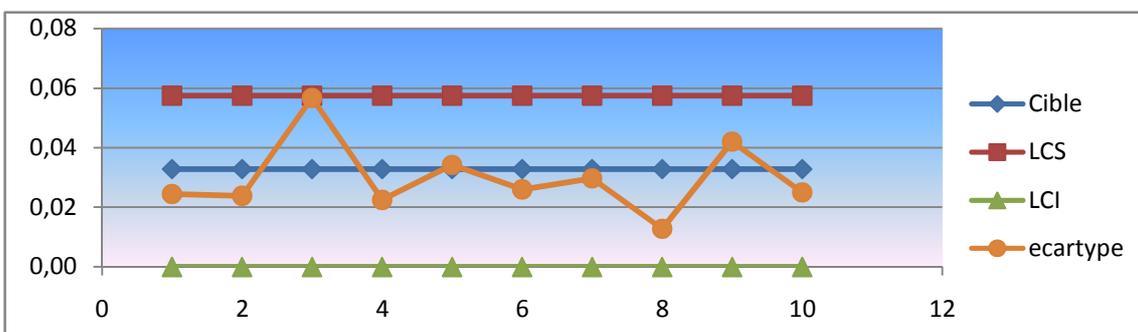


Figure 50: Carte de contrôle de l'écart type de la pureté de la commune filtrée

2.6.3. pH

Condition d'acceptation et de rejet

cible			8,4
DS	20,5	Ts	8,6
P10	1,84	σ	0,05
P50	0,55	n	8
P95	0,09	k	2,54
NQA	0,1		

Le coefficient d'aptitude spécifique des lots à satisfaire les tolérances, pour le niveau de qualité requis

$$A_p = \frac{T_s - T_i}{2 K \cdot \sigma} = 1,575 > 1,33$$

Donc on peut considérer les **tolérances** comme **séparées**.

On calcule :

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma_{\max} = 0,079 \\ \sigma_L = 0,064 \end{array} \right.$$

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

σ étant inférieur à σ_L , le contrôle est possible dans les bonnes conditions et on adopte la valeur

$\sigma = 0,05$ pour les contrôles suivants.

Les valeurs limites d'acceptation des moyennes d'échantillons sont respectivement :

$$\left\{ \begin{array}{l} X_{\max} = 8,5 \\ X_{\min} = 8,3 \end{array} \right.$$

P hors tolérance% =	0,807	0,1642	0,1642	0,000	0,000001	0,067032	0,000	0,00001	0,0256	0,1642
Xj	8,59	8,46	8,46	8,31	8,34	8,45	8,31	8,35	8,44	8,46
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	refuse	accepté								

🌀 Carte de contrôle de la moyenne --- écart type---- P% de hors tolérance

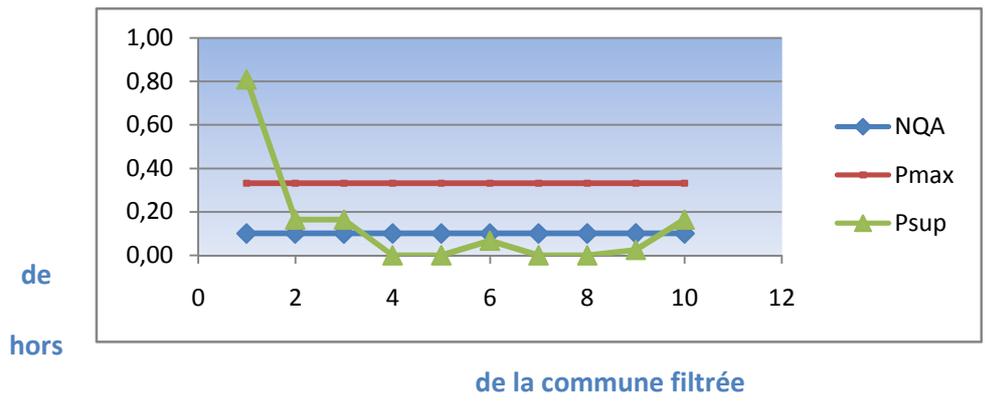


Figure 51: Carte contrôle du pourcentage de tolérance du pH

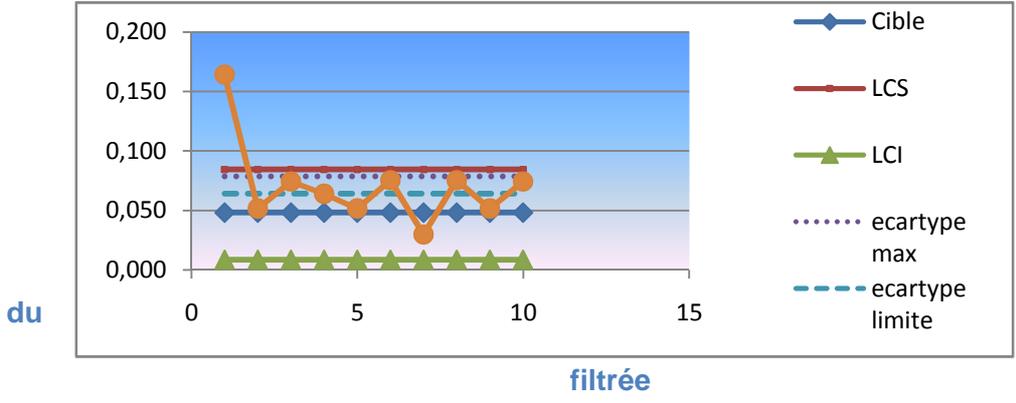


Figure 52: Carte de contrôle de l'écart type pH de la commune filtrée

2.6.4. Coloration

Pour la coloration, on a travaillé avec une seule tolérance qui est supérieure. Les données du plan de contrôle sont les suivantes :

cible	466,0	DS	20,5
Ts	564,0	P10	1,84

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

σ	27,49	P50	0,55
n	8	P95	0,09
K	2,54	NQA	0,1

La valeur de X max est égale à :

$$X_{max} = 494,18$$

Condition d'acceptation et de rejet

X_j	522	471	438	478	482	460	462	443	409	416
N° du lot	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
	refuse	accepte								
phors tolérance% =	5,275	0,016	0,000	0,042	0,074	0,003	0,003	0,000	0,000	0,000

Carte de contrôle de la moyenne --- écarttype--- P% de hors tolérance

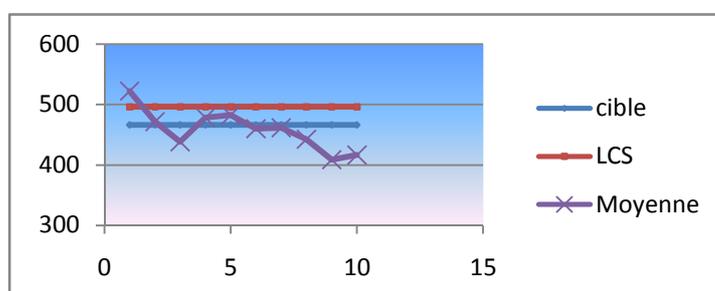
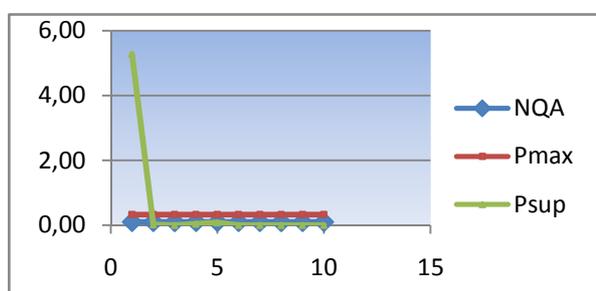


Figure 43: Carte de pourcentage de hors tolérance de la coloration de la commune filtrée

Figure 3: Carte de la moyenne de la coloration de la commune filtrée

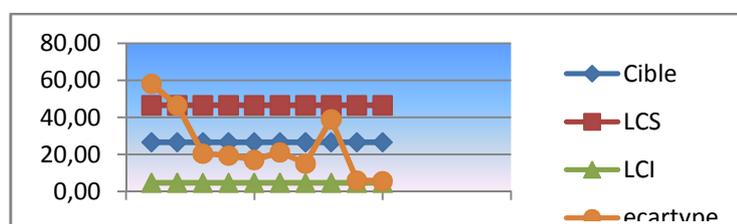


Figure 55: Carte de contrôle de l'écart type de la coloration de la commune filtrée

Pour la cc de hors tolérance, de la moyenne et de l'écart type montrent très bien la stabilité de la fabrication à partir du 2^{ème} lot. Ceci n'est vrai pour le premier lot et tous ces caractères contrôlés.

Conclusion

Dans l'industrie, il est facile de constater que dans des situations on ne pourra pas utiliser un contrôle à 100% pour des raisons telles que :

- le contrôle est destructif.
- les frais de contrôle sont élevés.
- le contrôle à 100% n'est pas physiquement réalisable.

Ainsi, le contrôle par le biais des méthodes statistiques tel que le plan d'échantillonnage, également appelé plan de contrôle semble adéquat.

Dans ce présent travail, les plans d'échantillonnage mis en œuvre, nous ont permis d'avoir le nombre d'effectifs représentatifs des populations étudiées avec une taille de 200 Cl (produit liquide) et 200 g (produit solide) chacun jugé homogène, du fait du système d'agitation qui existe au niveau de lieu de prélèvement, et aussi dans un souci d'encombrement inutile au

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

niveau de l'laboratoire. Le prélèvement était systématique (dans un intervalle du temps régulier), tenant compte de la cadence de la fabrication.

- * Pour la commune filtrée et après la détermination de la taille du lot (population à partir de laquelle on prélève nos échantillons), un échantillon de 8 effectifs par poste semble très représentatif, en comparaison avec un échantillon de 4 effectifs par poste, pour le suivi de tous les caractères de la population (brix, coloration, pH, pureté).
- * pour la liqueur, la masse cuite et le sucre humide, un nombre d'effectifs de 4 échantillons par poste, en tenant compte bien sur du coût de contrôle et l'étude de l'efficacité de ces plans, semble adéquat.
- * L'augmentation de nombre d'effectifs des échantillons en tenant compte de la taille de la population, nous a permis de détecter certaine dérive de procédé de fabrication. Ce point s'avère essentiel du fait qu'il influence sur la marche du procédé, avec l'implantation immédiate de mesures correctives pour détecter les causes de dérives (assignables ou aléatoires).
- * Les cartes de contrôle par mesure et les calculs de pourcentage de hors tolérance, récemment implantés, ont été très bénéfiques. On peut les considérées comme un œil statistique du marche et de capacité des différentes étapes du procédé de transformation.
- * La stratégie du prélèvement constitue aussi un point très important, qu'il faut en tenir compte.

Cependant l'efficacité de l'élaboration d'un plan d'échantillonnage dépend de plusieurs facteurs à savoir:

- l'implication efficace des responsables des unités opérationnelles dans ce choix;
- l'utilisation des normes statistiques les plus récentes et les plus adaptées au type des essais effectués;
- l'identification et la traçabilité, surtout lorsque le laboratoire fait partie d'une organisation assez grande.

Car la défaillance à ces niveaux pourrait entraver l'avancement de la démarche qualité. En perspectives : l'implantation des systèmes d'échantillonnage automatisés, s'avère d'une grande utilité, pour diminuer l'incertitude de l'échantillonnage. Sans oublier qu'une détermination de ces incertitudes va aidées à assurer la justesse ainsi que la fidélité des méthodes de mesures.

Références

- [1] *Programme d'initiation sucrière / raffinerie, 1998, formation ingénieur fiches d'instructions [4/7 et 5/7]*
- [2] *Programme d'initiation sucrière / raffinerie, 1998, formation ingénieur fiche d'instructions [2/17]*
- [3] *Programme d'initiation sucrière / raffinerie, 1998, formation ingénieur fiches d'instructions [11/15, 12 /15]*
- [4] CHEN (J.C.P.) ET CHOU (C.C.) – *Cane Sugar Handbook*. ,12th Edition. New York, Wiley-Interscience (1993).
- [5] *Guide d'application des techniques statistiques dans les laboratoires, partie 1, p : 17, prg :*
- [6] Norme Française EN ISO CEI 17025, *Accréditation des laboratoires d'essais ou d'étalonnage*, septembre 2005, p. 20
- [7] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, ISSN 0335-3931, p.7
- [8] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, p.9
- [9] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, p.10
- [10] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, p.11
- [11] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, p.11 ; 12
- [12] Norme Française X 06-023, décembre 1997, p.12
- [13] Norme Française X 06-023, décembre 1997, p.25
- [14] Norme Française X 06- 023, décembre 1997, p.14, p.16
- [15] Norme Française X 06-023, décembre 1997, p.26
- [16] Norme Française X 06-023, *Application de la statistique, sélection de plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage d'unités non conformes par mesurage*, décembre 1997, p.27
- [17] Norme Française X 06-031, *Application de la statistique, cartes de contrôle, partie 1 cartes de contrôle de Shewhart aux mesures*, janvier 2000, p.307
- [18] Norme Française X 06-031, *Application de la statistique, cartes de contrôle, partie 1 cartes de contrôle de Shewhart aux mesures* janvier 2000, p.316
- [19] Norme Française X 06-031, *Application de la statistique, cartes de contrôle, partie 1 cartes de contrôle de Shewhart aux mesures* janvier 2000, P.320
- [20] *STAT2510*, 2004-2005 Chapitre 3. Principes des cartes de contrôle de Shewhart 32
- [21] Ricco Rakotomalala, *Tests de normalité*, Techniques empiriques et tests statistiques Version 2 .Université Lumière Lyon 2, 19-Jun-2008.
- [22] Didier Delignières, *la normalité*, Séminaire méthodologique, Janvier 2003
- [23] HUGOT (E.), Mothes, *Principes fondamentaux de la méthode statistique et application industrielles*, revues statistique appliquée, tome 3 n°2 (1995), p 17.
- [24] Martine DECLoux, *Revue statistique*, PY-MATH N°13 p.19, 2.

Annexes

➤ Techniques d'analyse :

a. la matière sèche ou brix

- **Objectif** : Détermination du taux de la matière sèche dans 100 g d'eau sucrée.
- **Méthode utilisée** : Réfractométrie
- **Matériels utilisés** : Réfractomètre
- **Description du Réfractomètre** :
 - Gamme de mesure 0-95 % de brix.
 - Source lumineuse allogène.
 - Précision $\pm 0,04$ %.
 - Prisme de saphir synthétique.
 - Chambre d'échantillon en acier inoxydable.
- **Principe** : Cette méthode se base sur l'indice de réfraction, car pour une longueur d'onde déterminée cet indice est fonction de la teneur en matière sèche de la solution soumise à la mesure.
- **Mode opératoire** :
 - Régler le 0 de l'appareil avec l'eau distillée.
 - Mettre une petite quantité de l'analyte dans la chambre d'échantillon.
 - Lire la valeur donnée par le réfractomètre qui donne directement le brix.

b. La coloration

- **Objectifs** : La détermination de la coloration est effectuée dans le but de s'assurer du bon déroulement de la phase de la décoloration.
- **Méthode utilisée** : spectrophotométrie. Exprimée en unité ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis)
- **Principe de la méthode** : Un faisceau lumineux traverse une cuvette contenant la substance à examiner et selon l'intensité de la lumière ayant traversée cette substance le spectrophotomètre nous donne la densité optique.
- **Matériel utilisé** :
 - Spectrophotomètre, pilotable par un micro-ordinateur.
 - Cuvette de 1cm en quartz.
 - Filtre sous vide.
- **Mode opératoire** :
 - Préparer un échantillon de 50 (g) de solution sucrée.
 - Ajouter 50 (g) d'eau distillée.
 - Filtrer.
 - Rincer une cuvette deux fois avec la solution sucrée.

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

- Faire la lecture au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 420 nm dans une cuvette de 1 cm.
- Faire la lecture au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 720 nm dans une cuvette de 1 cm.

Expression du résultat :

$$\text{Coloration} = \frac{(\text{D. O } 420 - \text{D. O } 720)}{\frac{\text{Brix}}{100} \times L} \times 100$$

DO : Dens
L : Long

C. Pureté

- **Définition :** En sucrerie on appelle pureté d'une solution sucrée le pourcentage de saccharose se trouvant dans les matières sèches de cette solution.
- **Objectif :** se renseigner sur les pertes en saccharose durant le raffinage.
- Méthode utilisée : Polarimétrie
- **Principe :** Un faisceau de lumière polarisée, traversant une solution de sucre, subit une rotation de son plan de polarisation, suite à la présence d'atome de carbone asymétrique dans la molécule de saccharose.
- **Appareil utilisé :** Saccharimètre :
- **Réactifs :**
 - Solution de borate : Peser 7,62 g de borate et dissoudre dans 2 l d'eau distillée.
 - Solution d'acétate de plomb basique : Peser 150 g d'acétate de plomb et dissoudre dans 1 l d'eau distillée.
 - Terre filtrante : Mettre 50 g de terre dans 1 l d'eau distillée, ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique concentré. Mélanger pendant 5mn puis filtrer le mélange et laver avec l'eau distillée en contrôlant le filtrat jusqu'à pH neutre. Sécher la terre filtrante pendant 6 h à 96-100° C.
- **Mode opératoire :**
 - Peser 50 gr de l'échantillon.
 - Compléter jusqu'à 100 gr avec l'eau distillée.
 - Prélever 52 g de la dilution et mettre dans un ballon de 20 ml.
 - Déféquer avec 5 ml d'acétate de plomb.
 - Ajouter quelques gouttes d'alcool (pour éliminer la mousse).
 - Mettre la solution dans un Becher de 150 ml, ajouter 6-8 mg de terre filtrante et mélanger. Ensuite filtrer un papier à travers un filtre.
 - Récupérer le filtrat et faire la lecture au saccharimètre.

Expression du résultat :

$$\text{Pureté} = \frac{\text{polarisation}}{\text{brix}} \times 100$$

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

d. Humidité

- **Objectif** : l'humidité est un facteur de détermination de la capacité d'un sucre à résister aux altérations pendant le stockage.
- **Méthode utilisé** : Etuvage
- **Principe** : Cette méthode est basée sur un simple étuvage à une température de 115° C pendant trois heures.

- **Matériels utilisés** :
 - Creuset en porcelaine
 - Balance :
 - Type METTER AE 200
 - Capacité : 200g
 - Précision : ± 0,1m
 - Plateau rond entouré de vitre coulisse des Quatre côtés.

 - Etuve
 - Dessiccateur poly carbonate :

Conserve un vide de 70 mbar pendant 24 h, résiste aux chocs thermique et inerte chimiquement.

- **Mode opératoire** :
 - Peser un creuset en porcelaine vide.
 - Peser le creuset contenant une prise d'essai de sucre de 10 g, soit P1.
 - Mettre à l'étuve à une température de 115° C pendant deux heures.
 - Sortir le creuset et poser le dans le dessiccateur.
 - Peser de nouveau votre creuset, soit P2.

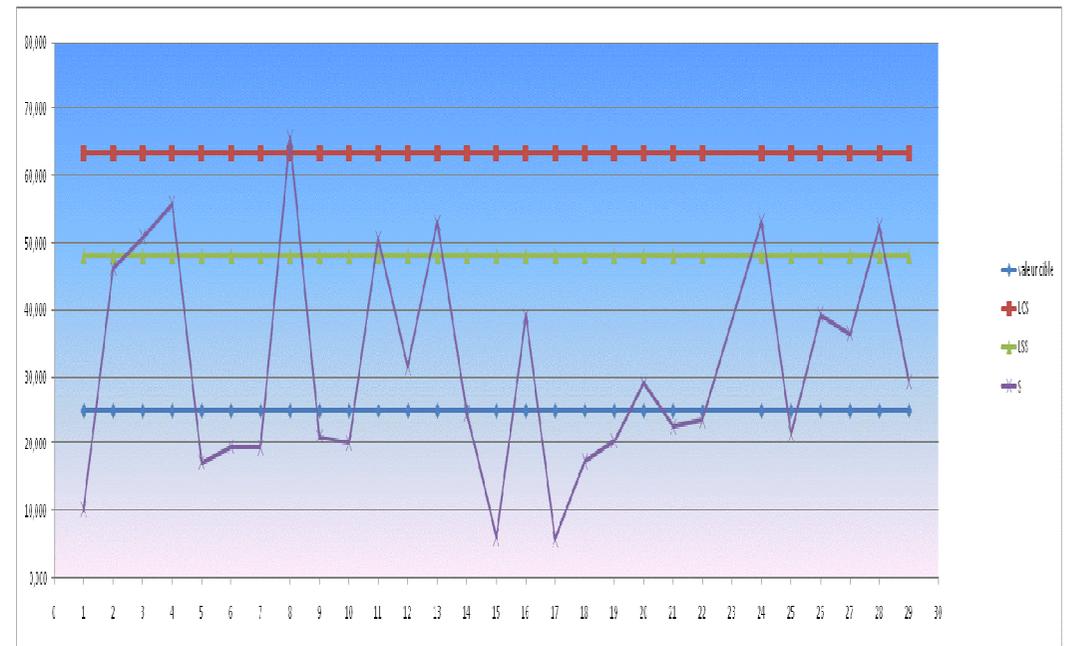
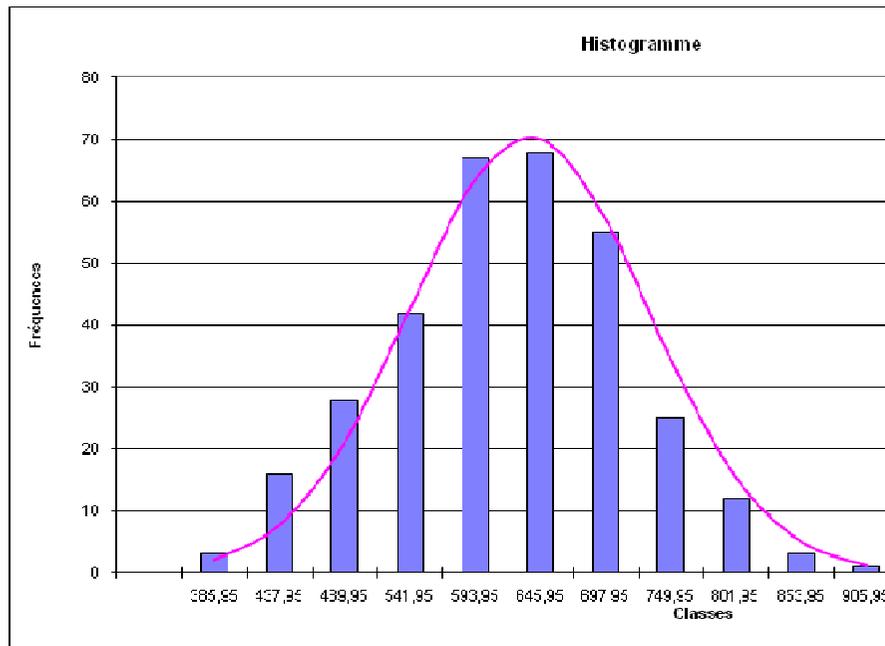
Expression du résultat :

$$\%Humidité = (P2 - P1) \times 100$$

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

Normalité et cartes de contrôle de la stabilité de l'écart type Commune filtrée

➤ Coloration

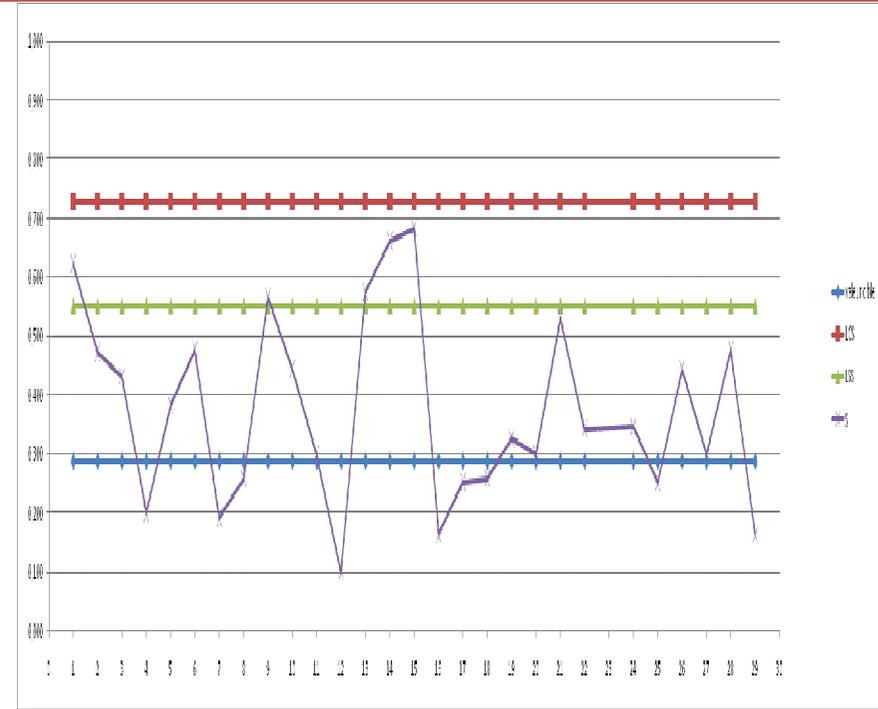
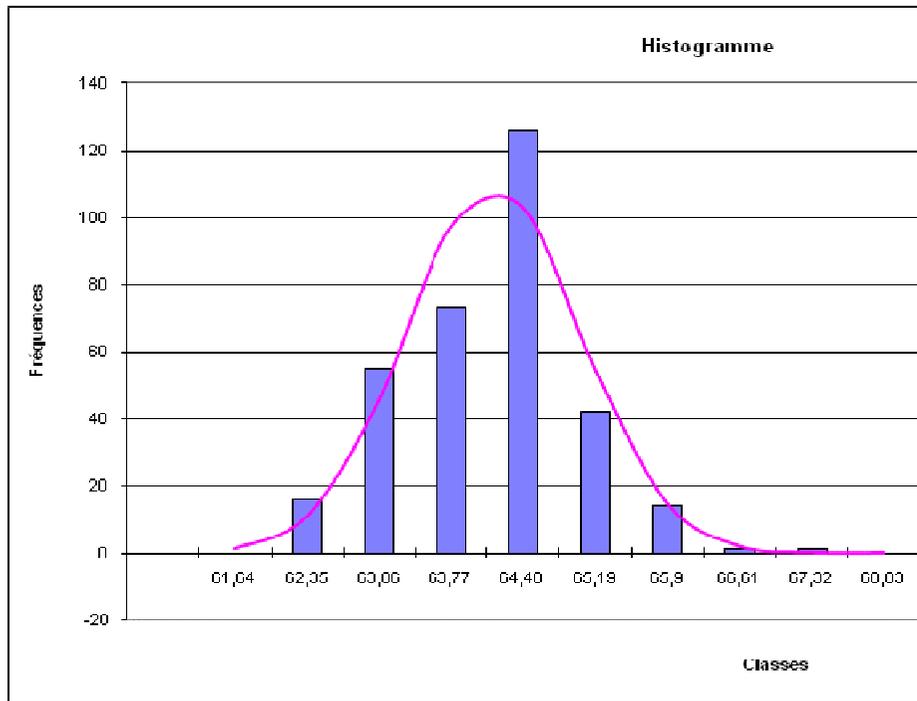


Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	14,80	χ^2 théorique	15,51
Test du Khi 2	OUI		

$Ti=Ti=m0-(Cpk*3\sigma)$	368,45
Ts=	563,79
$\sigma=$	25,04383
m0=	466,125
nbr de lots= r	56
$\sum nj \geq 100$	112

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Brix



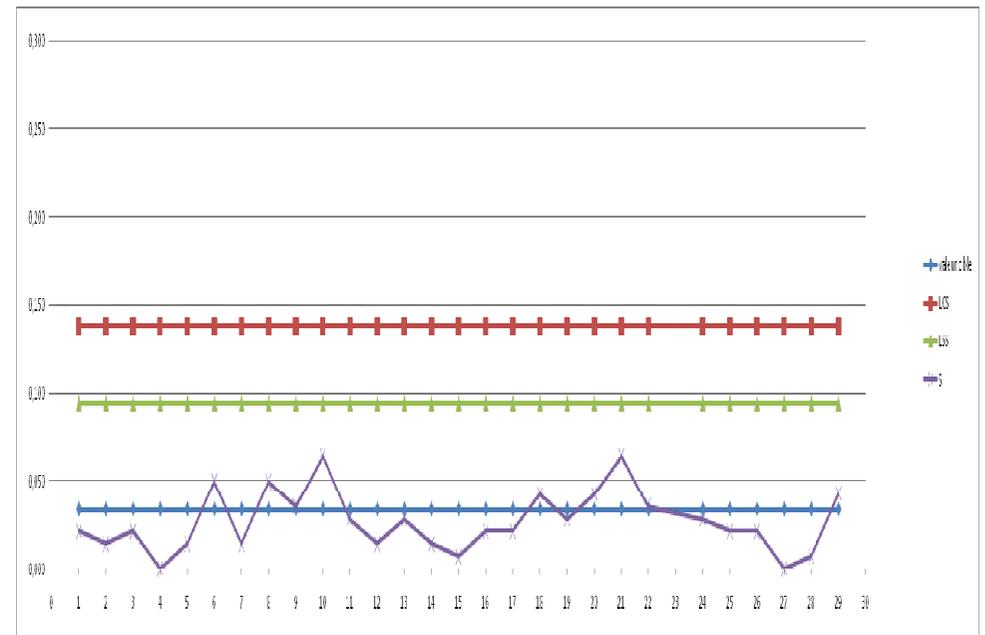
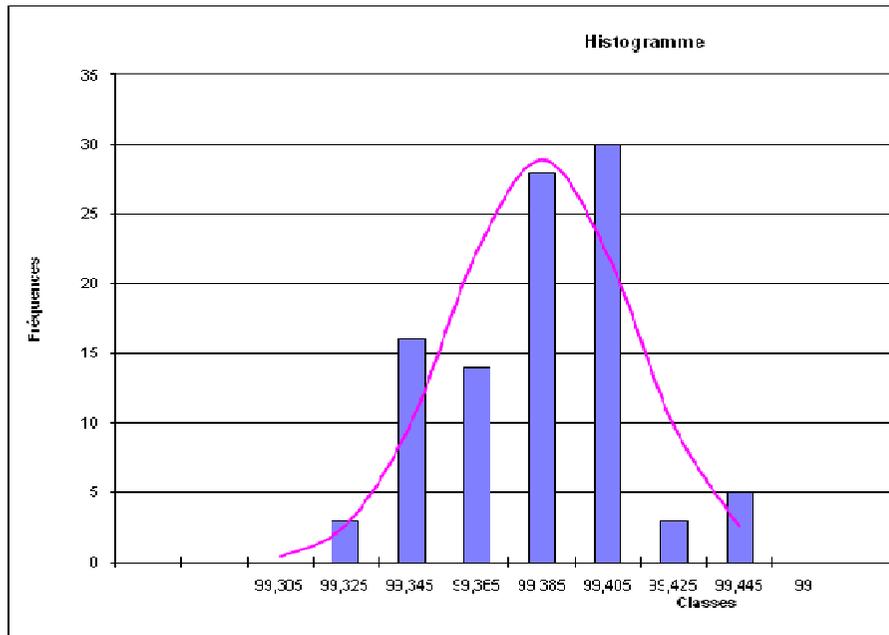
Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	14,08	χ^2 théorique	15,51
Test du Khi 2	OUI		

nbr de lots= r	56
$\sum nj \geq 100$	112
$\sigma = \text{racine}(\sum S^2/r)$	0,29
$Ti = Ti = m0 - (Cpk * 3\sigma)$	63,55
Ts=	65,80
$m0 = (\sum X/r)$	64,67

PLANS D'ECHANTILLONNAGE

➤ Pureté

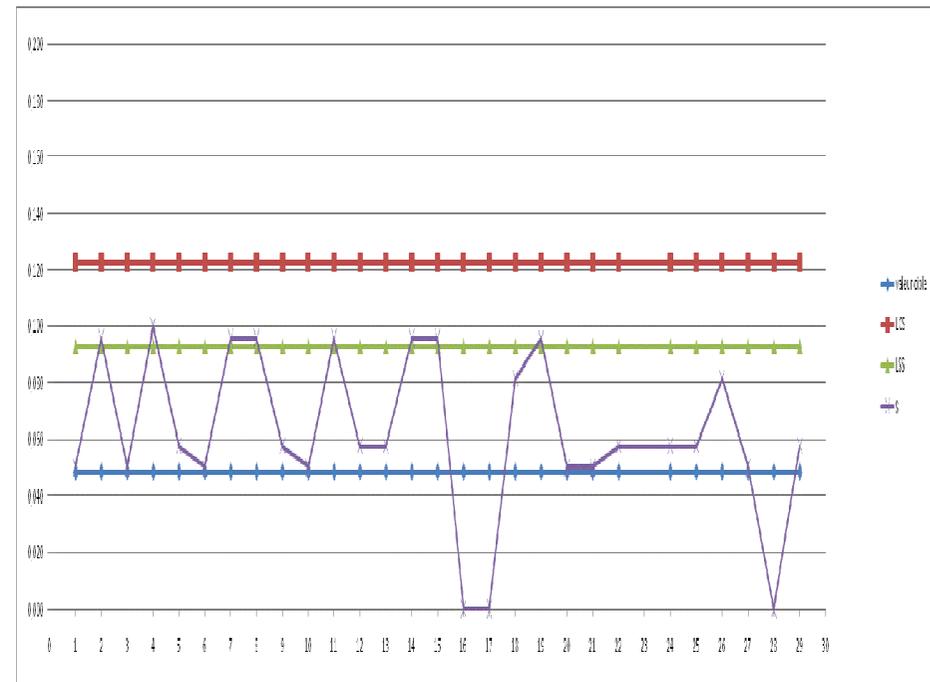
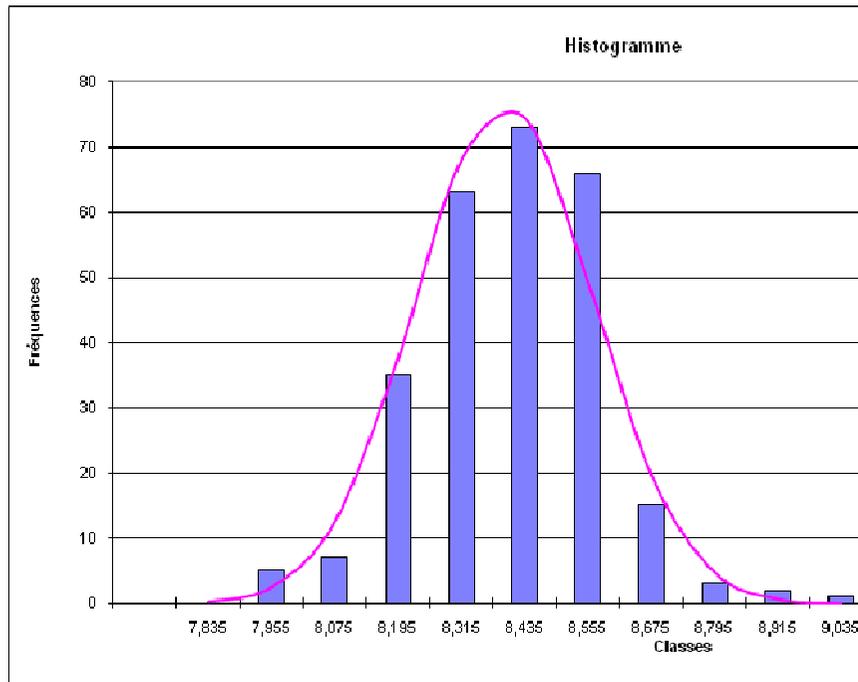
PLANS D'ECHANTILLONNAGE



test de normalité			
χ^2 Observé	9,30	χ^2 théorique	9,49
Test du Khi 2	OUI		

$Ti = Ti = m0 - (Cpk * 3\sigma)$	99,26
Ts=	99,52
$\sigma =$	0,03
m0=	99,39
nbr de lots= r	56
$\sum nj \geq 100$	102

PLANS D'ECHANTILLONNAGE



Normalité (risque à 5%)			
χ^2 Observé	8,63	χ^2 théorique	12,59
Test du Khi 2	OUI		

$Ti = Ti = m0 - (Cpk * 3\sigma)$	8,23
Ts=	8,61
$\sum nj \geq 100$	112
$m0 = (\sum X / r)$	8,42
$\sigma =$	0,05

PLANS D'ECHANTILLONNAGE



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

