



Licence Sciences et Techniques (LST)

Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité

TACCQ

PROJET DE FIN D'ETUDES

**CONTRÔLES DE QUALITE DE LAVAGE DES
BOUTEILLES, DU SUCRE ET DES BOISSONS
GAZEUSES AU SEIN DE LA CBGN**

Présenté par :

◆ KLUVI Precious

Encadré par :

- ◆ Mr F. EL KHAMMAR (Société)
- ◆ Pr B. IHSSANE (FST)

Soutenu Le 15 Juin 2012 devant le jury composé de :

- Pr B. IHSSANE
- Pr H. ZAITAN
- Pr A. OULMEKKI

Stage effectué à : CBGN Fès

Année Universitaire 2011 / 2012

PLAN

Remerciements

Introduction	1
---------------------------	---

Chapitre I Présentation générale de la CBGN

I- Présentation de la CBGN de Fès	2
--	---

I-1 Historique.....	2
---------------------	---

I-2 Structure organisationnelle	3
---------------------------------------	---

II-Processus de fabrication	5
--	---

II-1 Traitement des eaux.....	5
-------------------------------	---

II-I-1 Procédé de traitement.....	6
-----------------------------------	---

II-2 Production des sirops.....	7
---------------------------------	---

II-2-1 Le sirop simple.....	7
-----------------------------	---

II-2-2 Le sirop fini.....	8
---------------------------	---

II-3 La chaîne de production.....	8
-----------------------------------	---

II-3-1 Embouteillage des produits en verre.....	8
---	---

II-3-2 Embouteillage des produits en plastique.....	10
---	----

III-Lavage des bouteilles en verre (ligne II)	11
--	----

III-1 Procédé du lavage.....	11
------------------------------	----

Chapitre II Contrôle de la qualité au sein de la CBGN

I-Contrôle de qualité du lavage des bouteilles	13
---	----

I-1 Analyse de la soude.....	14
------------------------------	----

I-2 Analyse du résidu de la soude.....	14
--	----

I-3 Test au bleu de méthylène.....	15
------------------------------------	----

I-4 Analyse du chlore (L'eau de javel).....	15
---	----

I-5 Pression de rinçage.....	16
------------------------------	----

I-6 Apparence des bouteilles.....	16
-----------------------------------	----

I-7 Détermination du taux de DIVO LE.....	17
---	----

I-8 Suivi de la température et de la concentration en soude	18
---	----

II- Contrôle du sucre granulé	22
--	----

III- Contrôle des boissons gazeuses	25
--	----

Conclusion	29
-------------------------	----

Introduction générale

Conclusion générale

Chapitre I

Présentation générale de la CBGN

I- Présentation de la CBGN de Fès

II- Processus de fabrication

III- Lavage des bouteilles en verre (ligne II)

Chapitre II

Contrôle de qualité au sein de la CBGN

I- Contrôle de qualité du lavage des bouteilles

II- Contrôle du sucre granulé

III- Contrôle des boissons gazeuses

REMERCIEMENTS

Avant tout développement sur cette expérience professionnelle, il apparaît opportun de commencer ce rapport de stage par des remerciements, à ceux qui m'ont beaucoup appris au cours de ce stage, et même à ceux qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage un moment très profitable.

Aussi, je remercie Mr **Fahmi EL KHAMMAR** responsable du laboratoire de contrôle qualité, mon encadrant à la CBGN (Compagnie des Boissons Gazeuses du Nord) de Fès pendant le stage pour son accompagnement tout au long de cette expérience professionnelle avec beaucoup de patience et de pédagogie. Son soutien, sa clairvoyance et ses compétences m'ont été d'une aide inestimable.

Je remercie sincèrement mon encadrant à la FST Pr **B. IHSANNE** pour le privilège qu'elle m'a fait en acceptant de diriger mon travail. Sa gentillesse, sa modestie, sa riche expérience, ses conseils et l'accueil cordial qu'il m'a toujours réservé, m'ont inspiré une grande admiration à son égard.

Je tiens à remercier les membres du jury, Pr **B. IHSANNE**, Pr **H. ZAITAN** et Pr **A. OULMEKKI**, qui me font le grand honneur d'évaluer ce travail.

Enfin, je remercie l'ensemble des employés de l'entreprise pour les conseils qu'ils ont pu me prodiguer au cours de la durée du stage.

Introduction générale

De nombreuses études, menées dans le but de trouver les facteurs décisifs pour le gain de parts de marché ont montré que l'atout gagnant est la **Qualité**. La maîtrise de la qualité s'avère indispensable car la concurrence devient de plus en plus exacerbée.

Maîtriser la Qualité, c'est veiller à la conformité des produits avec les spécifications du cahier de charges et aussi avec les normes existantes ; c'est aussi réduire les coûts de non-conformité des produits finis ou intermédiaires, et s'assurer de la qualité des matières premières.

L'élaboration de ce rapport, a pour principale source les différents préceptes tirés de la pratique journalière des tâches auxquelles j'étais affecté. Enfin, les nombreux entretiens que j'ai pu avoir avec les employés des différents services de la société, m'ont permis de donner une cohérence à ce rapport.

Dans ce présent rapport, nous présenterons dans un premier temps la Compagnie des Boissons Gazeuses du Nord. Puis, nous exposerons le processus de fabrication des produit finis. Ensuite, le contrôle de qualité du lavage des bouteilles en verre et aussi le contrôle du sucre et des produits finis seront détaillés.

I-Présentation de la CBGN de Fès

I-1 Historique

Coca-cola a fait son apparition pour la 1ère fois au Maroc en 1947 grâce à un contingent de l'armée américaine qui était basé à Tanger à l'époque. Une année plus tard, le premier embouteilleur a été mis en place à Tanger par **JIM HALL** avec un capital totalement américain.

En 1952 la mise en place de la CBGN : embouteilleur franchisé de la compagnie Coca-cola, elle a été implantée à la place de l'actuel hôtel SOFIA. En 1971, une nouvelle unité construite au quartier industriel SIDI BRAHIM.

De 1952 à 1987, la compagnie des boissons gazeuses du nord (CBGN) ne fabriquait que Coca-cola et Fanta Orange ; mais après et pour augmenter sa part de marché, la compagnie a décidé la diversification de ses produits. Elle a commencé à produire Fanta Florida, Fanta Lemon, Bonaqua, Hawaï Ananas, Hawaï Tropical et Sprite, elle a lancé en 1992 les bouteilles en plastique PET. Elle a même acheté une nouvelle machine d'une grande capacité, rapide et effectuant plusieurs tâches en même temps.

En 1997, elle acquit la SIM (Société Industrielle Marocaine) principal concurrent lui permettant ainsi d'augmenter sa capacité de production et d'élargir sa gamme de produits.

En 2002, la CBGN devient filiale de l'Equatorial Coca-cola Bottling Company (ECCBC), qui elle aussi filiale du groupe COBEGA à 70%, de The Coca-Cola Holding à 30%.)

La CBGN reste parmi les anciens embouteilleurs dont sept filière qui existe actuellement au Maroc tel que :

- ✓ SCBG : Société des Boisson Gazeuses à Casa et Salé.
- ✓ ABC : Atlas Bottling Compagnie à Tanger et Oujda.
- ✓ CBGS : Compagnies des Boissons Gazeuses du sud à Marrakech.
- ✓ CBGN : Compagnies des Boissons Gazeuses du Nord à Fès.
- ✓ SCGS : Société des Boissons Gazeuses de Souss à Agadir.

La société CBGN - Fès situé au quartier Sidi Brahim comporte deux principales usines. L'une de ces deux usines où j'ai effectué mon stage comprend :

- ✓ Unité de traitement des eaux
- ✓ Unité de production des sirops (la siroperie)
- ✓ La ligne verre N°1 : une capacité nominale de 1500 C/h, produit tous les produits de 1l, 35cl et 20 cl.
- ✓ La ligne verre N°2 : une capacité nominale de 1000 C/h, produit tous les produits de 1L, 35cl et 20 cl.
- ✓ La ligne PET N°3 & N°4 : dans cette ligne les bouteilles sont en plastiques (Polyéthylène téréphtalate). la capacité nominale est de 6000 bouteilles par heure, et produit tous les produits en plastique dont les volumes 1/2, 2/2, 3/2, 4/2.

Le tableau ci-dessous illustre les produits fabriqués par la compagnie en verre et en PET avec leurs tailles.

Parfum	Taille (cl)	
	Verre	PET

	20	35	35,5	100	50	100	125	150	200
Coca-Cola									
Fanta Orange									
Fanta Lemon									
Hawaï Tropical									
Sprite									
Pom's									
Schweppes Citron									
Schweppes Tonic									
Top's Cola									
Top's Orange									
Top's Pomme									
Top's Limonade									
Top's Lemon									

Tableau 1 : Produits fabriqués par la compagnie en verre et en PET avec leurs tailles

I-2 Structure Organisationnelle

La CBGN est présidée par un directeur général, son adjoint, un responsable d'assurances qualité qui travaille en collaboration avec la direction général et les autres directions responsables du bon fonctionnement de l'entreprise. La figure suivante représente l'organigramme de la direction.

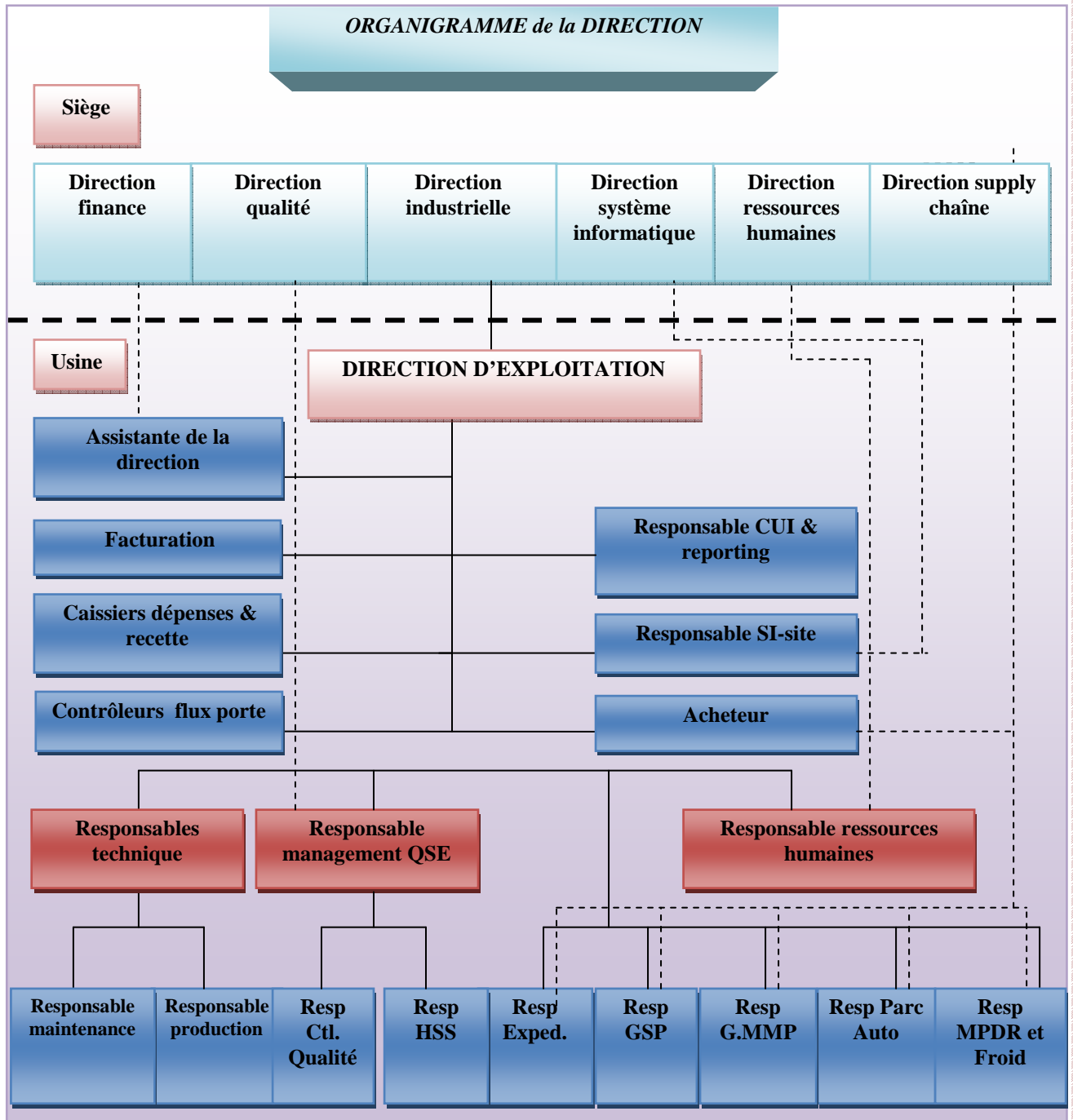


Figure 1- Organigramme de la direction.

II - Processus de fabrication

Le processus de fabrication des boissons de la société **CBGN-Fès** commence par le traitement des eaux qui constitue la matière première majoritaire, puis la production du sirop et en fini par l'embouteillage des produits.

II-1 Traitement des eaux

L'eau potable distribuée par la **RADEEF** est utilisée par le service de traitement des eaux qui s'occupe de le traiter avant d'être utilisé par la siroperie. Le traitement des eaux est nécessaire pour :

- ✓ Diminuer l'alcalinité.
- ✓ Éliminer les impuretés susceptibles d'affecter le goût ou l'aspect du produit.
- ✓ Éliminer les matières en suspension pouvant être présentes dans l'eau de ville.

Comme le montre la figure 2 ci-dessous, l'unité de traitement des eaux comprend les éléments suivants :

- ✓ Des bassins de stockage et de chloration
- ✓ Une série de trois filtres à sables
- ✓ Un *décarbonateur*
- ✓ Une série de trois filtres à charbon
- ✓ Une série de quatre filtres polisseurs

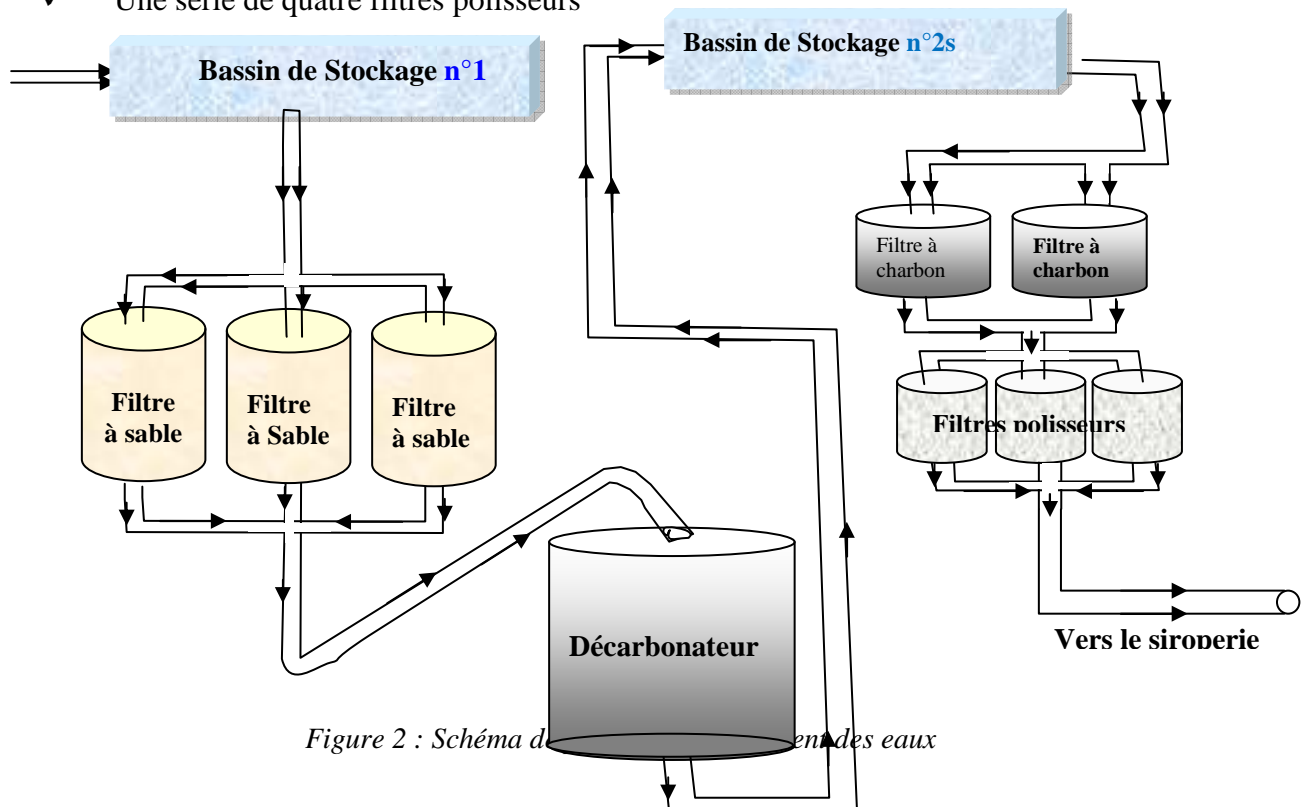


Figure 2 : Schéma de traitement des eaux

II-I-1 Procédé de traitement

A- Bassin 1

Ce bassin a une capacité de stockage de 250m³. L'eau provenant de la *RADEEF* est stockée dans ce premier bassin souterrain. Une quantité du chlore comprise entre 1 et 3 ppm est injectée dans ce bassin qui a pour rôle d'un désinfectant.

B- Les filtres à sable

Au niveau des filtres à sables, on a les réactions de coagulation et de floculation. Ces deux réactions permettent d'éliminer des particules en suspension. L'eau sortant du bassin 1 est transportée via des pompes qui traverse ensuite les filtres à sables d'une façon parallèle et verticale.

Un produit chimique, le sulfate d'aluminium, l'agent coagulant est ajouté à l'eau qui provoque le regroupement (agglomération) des particules présentes (poussières, particules de terre, etc.) en flocons. Ceux-ci s'agglomèrent et s'éliminent au niveau de ces filtres.

Après un certain temps, les filtres à sables vont être chargés par les flocons, ce qui va empêcher son bon fonctionnement. Pour les débarrassés de ces particules, il sera lavé par l'injection de l'eau à contre courant.

A l'entrée et à la sortie des filtres, on vérifie le chlore, le pH, GOA (Gout, Odeur, Apparence) et la turbidité de l'eau pour s'assurer de l'efficacité de ces filtres.

C- Le décarbonateur

Le décarbonateur est une grande cuve contenant une résine échangeuse cationique qui est faiblement acide. La résine est un solide insoluble, qui au contact avec l'eau échange les ions Ca²⁺ et Mg²⁺ provenant du bicarbonate de calcium et de magnésium avec les protons de la résine. Cette opération permet de diminuer l'alcalinité de l'eau.

La résine une fois saturée en ions Ca²⁺ et Mg²⁺, on procède à une régénération de la résine. Ceci se fait par le lavage de la résine à contre courant par une solution de HCl dont le but est de substituer les ions Ca²⁺ et Mg²⁺ par les protons de l'acide.

A la sortie de décarbonateur, un ensemble de tests est réalisés en vue de vérifier la qualité de l'eau.

- ✓ Le titre alcalimétrique qui doit être inférieur à 2mg/l
- ✓ Le titre alcalimétrique complet, il doit être inférieur à 85mg/l
- ✓ Le taux de solide dissous (TDS), il doit être inférieur à 500ppm
- ✓ Le pH qui doit être entre 4.9 et 7

D-Bassin 2

L'eau sortante du décarbonateur est stockée dans un deuxième bassin souterrain ayant une capacité de 250m³. Une quantité du chlore de 1 à 3 ppm y est ajouté.

E-Les filtres à charbon

Les filtres à charbon sont remplis du charbon actif destinés à éliminer le chlore ajouté par adsorption sur la surface du charbon actif. Ils ont aussi pour rôle d'éliminer les substances pouvant donner des mauvaises odeurs à l'eau. La propreté de ces filtres est assurée par un lavage à contre-courant par l'eau et l'air et se termine par une stérilisation par vapeur.

A la sortie de filtres à charbon, en plus des analyses effectuées sur l'eau à la sortie de décarbonateur, la turbidité de l'eau est aussi contrôlée. Elle doit être inférieure à 0.3NTU.





F-Les filtres polisseurs

On se dispose de quatre filtres polisseurs qui reçoivent l'eau provenant des filtres à charbon. Leur rôle est d'éliminer les traces de charbons actifs éventuellement présents dans l'eau. Arrivé à ce stade, l'eau est traitée et envoyée à la siroperie pour la fabrication des sirops.

La propreté de filtres est assurée en les stérilisant par du chlore dans un premier temps et ensuite, un lavage à contre-courant par l'eau et l'air pour éliminer le chlore.

II-2 Production des sirops

Les boissons gazeuses sont un mélange de plusieurs matières premières. Elles se composent des ingrédients suivants :

-  eau traitée
-  sucre/édulcorants
-  gaz carbonique
-  extrait de base/concentré (arômes, additifs comme les colorants, agents conservateurs, acidifiants)

Après avoir traité l'eau, il reste une deuxième étape qui est la production de la boisson gazeuse qui se fait à l'unité de production de sirops (la siroperie). Cette opération peut être subdivisée en deux grandes parties, la préparation du sirop simple et du sirop fini.

II-2-1 Le sirop simple

La préparation de sirop simple commence par l'injection du sucre granulé au niveau d'un tamis qui laisse passer les grains du sucre ayant la granulométrie désirée. Le sucre est aspiré par une pompe et envoyé dans une cuve de stockage qui assure l'alimentation du circuit tout au long de la préparation.

Le sucre est transporté ensuite vers la cuve de dissolution où se trouve l'eau traitée à 60°C. La solution du sucre obtenue à la sortie de cette cuve est appelée le sirop simple qui va traverser dans un premier temps un filtre horizontal puis l'autre vertical au sein desquels s'effectue l'agitation de la solution. Les grains de sucre non dissous sont envoyés à nouveau dans la cuve de dissolution.

Le sirop simple passe par un *visiobrix* qui permet de mesurer le pourcentage du sucre dans l'eau qui doit être compris entre 61% et 64%. Ensuite, il passe par un échangeur thermique à 85°C qui a pour rôle de pasteuriser le liquide en éliminant les bactéries, les germes ainsi que les autres microorganismes existant dans la solution. Une partie de cette solution est envoyée vers la cuve de charbon actif qui élimine les mauvaises odeurs pour donner au sirop un bon goût. Le sirop simple est mis dans la cuve de réaction à laquelle on ajoute l'autre partie. Les deux parties du sirop se mélangent pendant 30 minutes. Le liquide obtenu passe par une grande cuve contenant des plaques horizontales à travers lesquelles on fait circuler de l'eau mélangée avec de la célite diatomite qui a pour rôle d'éliminer le charbon ainsi que les matières en suspension.

Le sirop simple à cette étape est encore chaud, il subit alors une étape de refroidissement avec de l'eau traitée, l'eau adoucie et l'eau glycolée successivement. Après refroidissement, le sirop simple obtenu est envoyé à la cuve de sirop simple où il repose pendant une heure pour qu'il soit désaéré.

II-2-2 Le sirop fini

Le sirop simple est mélangé avec l'extrait de base (ou les concentrés). La solution obtenue est agitée pendant trente minutes afin d'assurer sa désaération. Les paramètres comme la température et le degré brix sont

vérifiés. Le sirop fini est envoyé vers le mixeur qui mélange le sirop fini avec l'eau traitée refroidie par l'eau glycolée et du gaz carbonique dans des proportions bien définies selon les standards du produit en production.

II-3 La chaîne de production

La CBGN dispose quatre lignes pour la production de boissons gazeuse. Deux lignes sont consacrées pour la production des boissons dont les bouteilles en verre et le deux lignes de PET pour la production des boissons dont les bouteilles plastique.

II-3-1 L'embouteillage des produits en verre

Les deux lignes de verre (ligne verre 1 et ligne verre 2) fonctionne de la même manière. Le processus d'embouteillage peut être schématisé par la figure 3 ci-dessous.

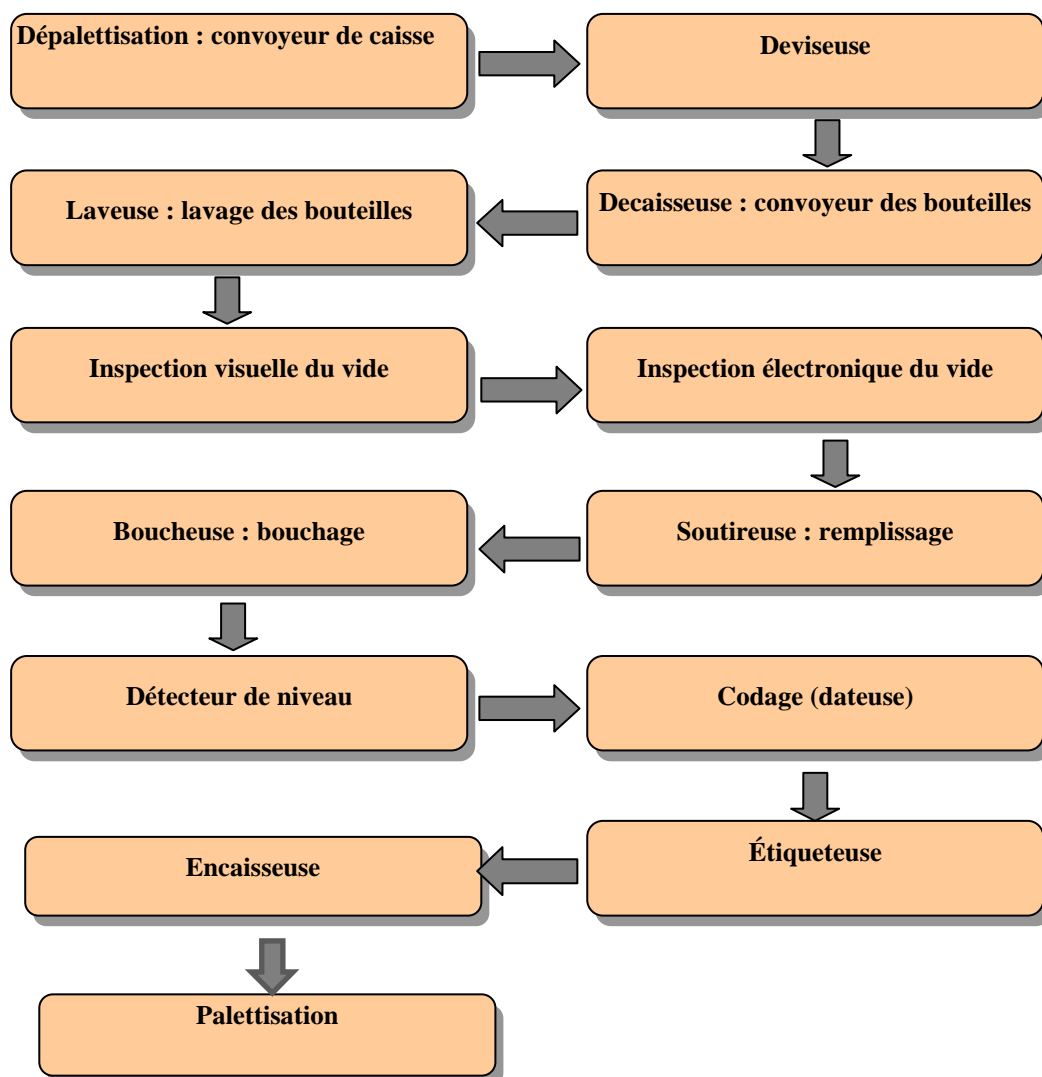


Figure 3 : L'embouteillage des produits en verre

II-3-2 L'embouteillage des produits en plastique (PET)

L'embouteillage des produits en plastique commence par le soufflage de préformes. La première opération dans ce poste consiste à chauffer les préformes, provenant d'un élévateur de stockage, dans un four à lampes infrarouges. La température de chauffage varie entre 140 et 180°C. Les préformes chauffées sont ensuite introduites dans des moules à une pression de 40 bars où ils prennent la forme de la moule. A la sortie du poste, les bouteilles subissent un refroidissement. La figure ci-dessous complète l'embouteillage des produits en plastique.

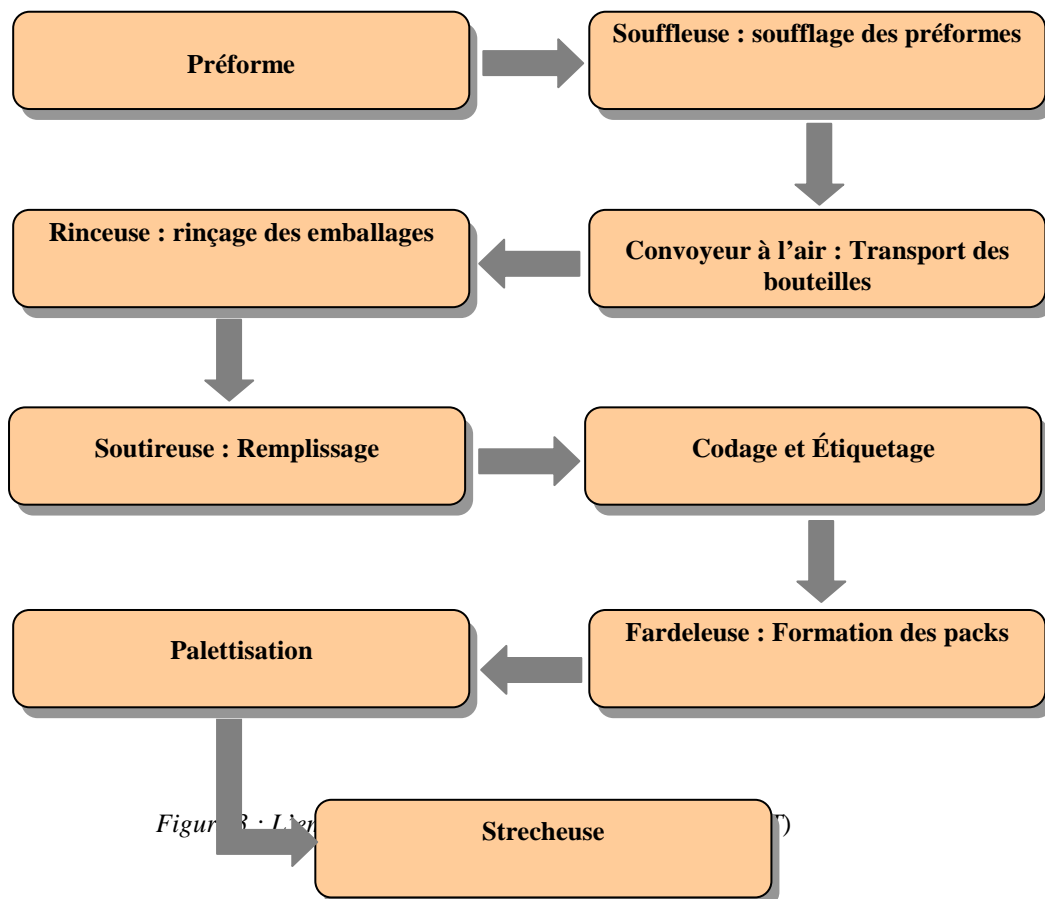


Figure 3 : Ligne

III- Lavage des bouteilles en verre (ligne II)

Le lavage des bouteilles constitue une étape critique qui pourra affecter la qualité du produit fini. Il a pour but l'élimination des microorganismes (levure, moisissure, et bactérie pathogène) et des impuretés. Il consiste donc à la préparation de bouteilles saines et stériles avant le remplissage.

L'efficacité du lavage est dépendante de certains paramètres à savoir la température, la concentration de la soude caustique et le temps de contact de la bouteille dans les bains de lavage.

Le détergent utilisé dans cette opération est la soude caustique grâce à son pouvoir dissolvant et son action bactéricide et dégraissant. Le lavage s'effectue avec une eau adoucie car une eau dure présente deux problèmes majeurs :

- Le premier est la formation de dépôts de carbonate de calcaire (tartre) qui endommagent la laveuse et diminuent l'efficacité des systèmes de production d'eau chaude, ce qui engendre une dépense d'énergie accrue.

- Le second concerne le détergent, la soude caustique. En effet, dans des eaux dures chargées en ions positifs, ces produits sont moins efficaces et doivent donc être mis en plus grandes quantités pour un résultat équivalent. Leur utilisation est donc plus coûteuse et entraîne une pollution des eaux plus importante.

III-1 Procédé du lavage

L'unité du lavage comporte deux baignoires principales du lavage dans lesquelles on introduit les bouteilles sales. Le lavage se déroule suivant plusieurs étapes :

- **La pré-inspection** : Cette opération se fait par un opérateur. Celui-ci veille à éliminer les bouteilles non conformes et les bouteilles étrangères.
- **Le pré-lavage** : Le pré-lavage se fait par de l'eau recyclée tiède qui réchauffe légèrement la bouteille, permettant par la suite l'élimination des matières adhérant aux parois.
- **Le lavage à la soude caustique**, il s'effectue dans un mélange de concentration de 1 à 2% de NaOH dans de l'eau chaude adoucie (70°C). On ajoute une solution du DIVO ULTRA avec un volume de 1.5% par rapport à celui de NaOH ajouté dans chaque baignoire. Cette solution empêche le passage de la mousse provenant de la soude à l'intérieur des bouteilles. Ceci facilite le rinçage final. Le lavage s'effectue à une température de 70°C. La solution de soude stérilise les bouteilles en empêchant la prolifération des microbes à l'intérieur.
- **Le pré-rinçage**, il s'effectue dans trois baignoires successives contenant une eau adoucie chaude, tiède et froide. Cette opération a pour but d'éviter le choc thermique qui peut se produire lors du remplissage des bouteilles. Le pré-rinçage aussi permet d'éliminer les traces de détergents.
- **Le rinçage final**, il est réalisé par l'eau froide chlorée (eau de javel) de 1 à 3 ppm. A cette dose elle ne nécessite pas de rinçage. La javel est un désinfectant à large spectre, c'est à dire capable d'agir sur une grande diversité micro-organisme. L'eau de rinçage final élimine aussi les résidus caustiques et refroidit les bouteilles jusqu'à la température ambiante.

Les bouteilles une fois rincées, sont envoyées par le convoyeur de bouteilles et éventuellement remplies par les boissons. La figure ci-dessous représente les bouteilles qui viennent d'être lavées.



Figure 4 : La sortie de la laveuse bouteilles

L'entretien quotidien de cette machine consiste à

- ✓ Nettoyer les plaques collectrices
- ✓ Vider les réservoirs de pré rinçage
- ✓ Vider les bains de lavage

I - Contrôle de qualité du lavage des bouteilles.

Les bouteilles en verre constituent l'outil de conditionnement primaire des boissons alimentaire de CBGN et comme celle -ci est certifiée d'ISO 9001 et d'ISO 2200, la propreté des bouteilles est une exigence indispensable. Pour en s'assurer, un ensemble des paramètres sont contrôlés dans le but d'améliorer l'efficacité du lavage.

Le tableau ci-dessous résume ces paramètres, la fréquence et les spécifications exigées par la société.

Élément contrôlé	Fréquence	Spécifications
% Soude	<ul style="list-style-type: none"> • Au démarrage • Après chargement jusqu'à stabilisation • Toutes les 4 heures 	<p><u>Ligne 1</u> :Bain1 =2-2.5% Bain 2=2-2.5% Bain3<1% Bain4<0.5%</p> <p><u>Ligne 2</u> :Bain1 =1.5-2% Bain2=2-2.5%</p>
Température	<ul style="list-style-type: none"> • Au démarrage • Toutes les heures 	<p><u>Ligne 1</u> :Bain1 =65+/-3 Bain 2=70+/-3 Bain 3=65+/-3 Bain 4=62+/-3</p> <p><u>Ligne 2</u> :Bain1 =70+/-3 Bain2=70+/-3</p>
Pression de rinçage	Au démarrage	0.8 à 2 bars

	Toutes les heures	
pH eau de pré-rinçage (pour coca cola verre)	• Au démarrage	7.5+/-0.5
EDTA libre de l'eau de pré rinçage (pour coca cola verre)	• Au démarrage • Toutes les 4 heures	Supérieur à 5ppm
Chloration eau de rinçage	• Au démarrage • Après recharge • Toutes les 4 heures	1-3ppm
Résidu de soude	• Au démarrage • Toutes les 4 heures • Après correction	0ppm
Test au bleu de méthylène	• Au démarrage • Changement de taille	Pas de moisissures inertes
Apparence des bouteilles	• Au démarrage • Toutes les heures	Propre
Odeur et apparences des bains	• Démarrage	Normale

Tableau 2 : Les paramètres du lavage des bouteilles en verre

I-1 Analyse de la soude

Cette analyse donne le pourcentage en soude dans les bains de lavage. Ce test est important car si on dépasse la limite supérieure du pourcentage en soude, les bouteilles seront contaminées par la soude et si la dose en soude dans les bains est au dessous de la norme, le lavage ne sera pas efficace.

Réactifs

- ✓ Acide sulfurique (1.24 N)
- ✓ Chlorure de baryum
- ✓ Phénolphtaléine

Principe : Dosage acido-basique.

Mode Opérateur

- ✓ Mettre 5ml d'échantillon à l'aide d'un pro pipette dans un bécher et y ajouter 25ml de l'eau traitée.
- ✓ Ajouter 2ml de chlorure de baryum qui complexe les cations dans la solution.
- ✓ Ajouter 3 gouttes d'indicateur phénolphtaléine et bien agiter la solution. La solution est rose.
- ✓ Doser la solution par l'acide sulfurique jusqu'à la disparition de la coloration rose.

Calcul

Soit V est le volume de l'acide sulfurique versé (en ml).

Tableau 3 : Les résultats du test au bleu de méthylène

I-4 Analyse du chlore (l'eau de javel)

On analyse le chlore ajouté à l'eau de rinçage final. La norme est entre 1 à 3 ppm. Une grande dose en chlore va laisser des mauvaises odeurs dans les bouteilles lavées.

Principe de l'analyse

Le réactif DPD donne en présence de chlore un complexe de coloration rose, d'intensité qui croît avec la concentration du chlore.

Matériel : Comparateur standard

Réactif : Pilule DPD

Mode opératoire

- ✓ Rincer les deux cuvettes avec l'eau à analyser. Bien les égoutter.
- ✓ Remplir la cuvette jusqu'au trait de 10ml avec de l'eau à analyser. Ajouter une pilule DPD n°1. Agiter jusqu'à dissolution complète, puis placer la cuvette dans le comparateur du côté du repère « Réactifs ».
- ✓ Faire la lecture immédiatement. Pour cela, introduire la plaquette chlore dans le logement situé sous la face antérieure du comparateur et le porter à hauteur des yeux en faisant face à la lumière mais non au soleil. Faire coulisser la plaquette jusqu'à ce qu'un écran coloré ait la même teinte que l'eau additionnée de réactifs. Le nombre placé en face de cet écran donne en mg/l la teneur en « chlore libre ».

Les résultats de l'analyse du chlore dans l'eau de rinçage final sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Date	08/05/2012	09/05/2012	10/05/2012	11/05/2012	14/05/2012	15/05/2012	16/05/2012
Heure	09 :00						
Résultats	1	1	0	1	1	1	1
Norme	1 à 3 ppm						

Tableau 4 : Les résultats de l'analyse du chlore

I-5 Pression de rinçage.

La pression de rinçage est aussi un paramètre important pour vérifier l'efficacité du lavage. La norme est entre 0.8 à 2 bars.

Pour des faibles pressions de rinçage, l'injection de l'eau de rinçage n'arrive pas jusqu'aux bases des bouteilles ce qui entraîne un mauvais lavage. Des fortes pressions de rinçage peuvent faire exploser les bouteilles.

I-6 Apparence des bouteilles

A la sortie de la laveuse, on élimine les bouteilles qui

- ✓ contiennent des traces d'eau de rinçage ;
- ✓ contiennent des corps étrangers ;
- ✓ ont le goulot ébréché ;
- ✓ sont trop usée ;
- ✓ sont sales ;
- ✓ ont le fond ébréché ;
- ✓ ont des colles étrangères.

I-7 Détermination du taux de *DIVO LE*

Les étiquettes des bouteilles de coca cola contiennent de la peinture dans laquelle se trouvent des métaux lourds. Alors, lors du lavage, des parties de l'étiquette en peinture peut se détacher de la bouteille contaminant les bains de rinçage.

Pour lutter contre ce phénomène, on ajoute l'additif *DIVO LE* mélangé avec l'additif *DIVO AI* à l'eau de pré-rinçage froide. Le *DIVO AI* règle le pH de l'eau neutre à 7,5. Dans ce milieu, le *DIVO LE* fait sédimenter les métaux lourds dans le bain de pré-rinçage pour éviter la contamination des bouteilles en ces derniers.

Matériels :

- ✓ Seringue 20ml
- ✓ Erlenmeyer

Réactifs

- ✓ Solution ammoniacal
- ✓ Noir eriochrom
- ✓ *DIVO LE* titrant

Mode Opérateur :

- ✓ En utilisant la seringue de 20ml, on transfère un échantillon de 20ml dans un erlenmeyer.
- ✓ 10ml gouttes de solution ammoniacale est ajoutée. La solution est bien agitée.
- ✓ On ajoute 10 gouttes d'indicateur noir d'eriochrom.
- ✓ La solution titrant de *DIVO LE* est ajoutée goutte à goutte. La solution est bien agitée après chaque addition. On conte le nombre de gouttes qui donne le virage du noir eriochrom de bleu au rouge vin.

Calcul

Taux de *DIVO LE* (ppm) = Nombre de goutte du titrant *DIVO LE* utilisé * 30

Exemple :

Pour un échantillon de 40ml, utiliser 20 gouttes de la solution ammoniacale et 20 gouttes *Noir d'Eriochrom*.

- ✓ Une goutte du titrant équivalent à 15ppm *DIVO LE*
- ✓ 30ppm *DIVO LE* = 6.24 ppm E.D.T.A.
- ✓ 15ppm *DIVO LE* = 3.12 ppm E.D.T.A

Taux d'E.D.T.A libre = nombre du goutte de DIVO LE titrant * 6.2

I-8 Suivi de la température et de la concentration du soude de lavage

En plus de contrôle de qualité du lavage des bouteilles, j'ai fait un suivi de la température et la concentration de la soude de lavage des bains pendant deux semaines. Les données sont représentées dans les tableaux qui suivent.

Notons que la mesure de la température est faite au bout de chaque heure.

I-8-1 Suivi de la température

Jour	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Mesure 4	Moyenne
08/05/2012	77	76	74	74	75.25
09/05/2012	74	72	71	72	72.25
10/05/2012	76	74	73	72	73.75
11/05/2012	71	70	69	68	69.5
14/05/2012	78	76	75	73	75.5
15/05/2012	70	70	70	70	70.00
16/05/2012	71	66	66	70	68.25
17/05/2012	72	74	70	73	72.25
18/05/2012	69	69	68	68	68.50
21/05/2012	68	68	68	68	68.00
22/05/2012	72	72	73	76	73.25
23/05/2012	68	68	69	70	68.75
24/05/2012	67	69	68	68	68.00
25//05/2012	72	69	78	78	74.25

Tableau 5 : Suivi de la température de lavage dans le bain 1

Jour	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Mesure 4	Moyenne
08/05/2012	74	72	71	72	72.25
09/05/2012	65	68	81	83	74.25
10/05/2012	71	72	73	75	72.75
11/05/2012	70	69	69	69	69.25
14/05/2012	70	72	75	74	72.75
15/05/2012	69	72	70	70	70.25
16/05/2012	69	73	79	67	72.00
17/05/2012	69	70	72	73	71.00
18/05/2012	68	68	68	68	68.00
21/05/2012	72	76	78	74	75.00
22/05/2012	78	78	78	77	77.75
23/05/2012	74	74	75	75	74.50
24/05/2012	81	67	66	72	71.50
25//05/2012	72	69	78	78	74.25

Tableau 6 : Suivi de la température de lavage dans le bain 2

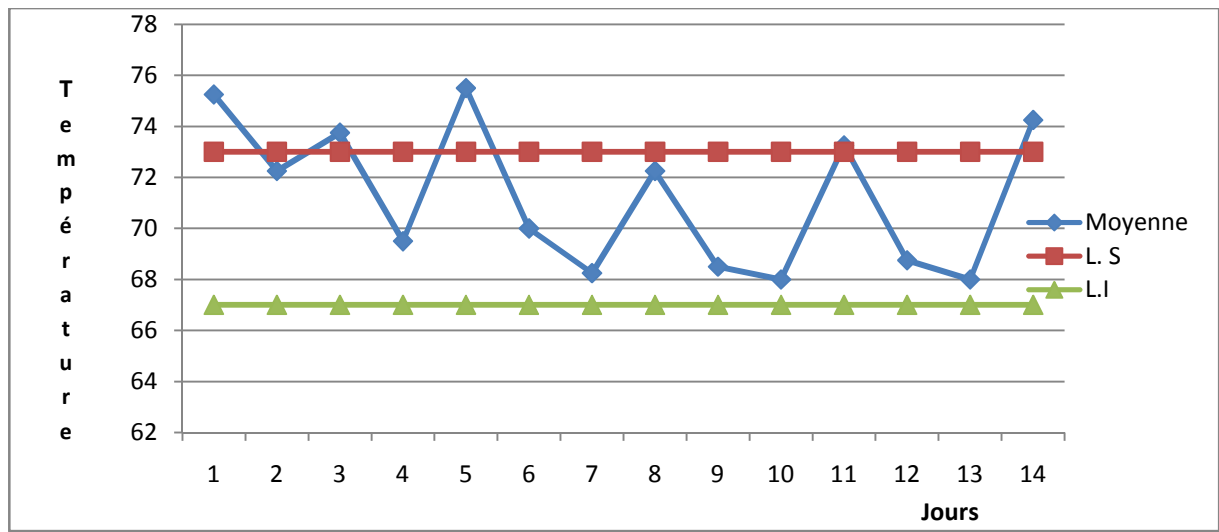


Figure 5 : Variation de la température du bain I pendant 14 jours

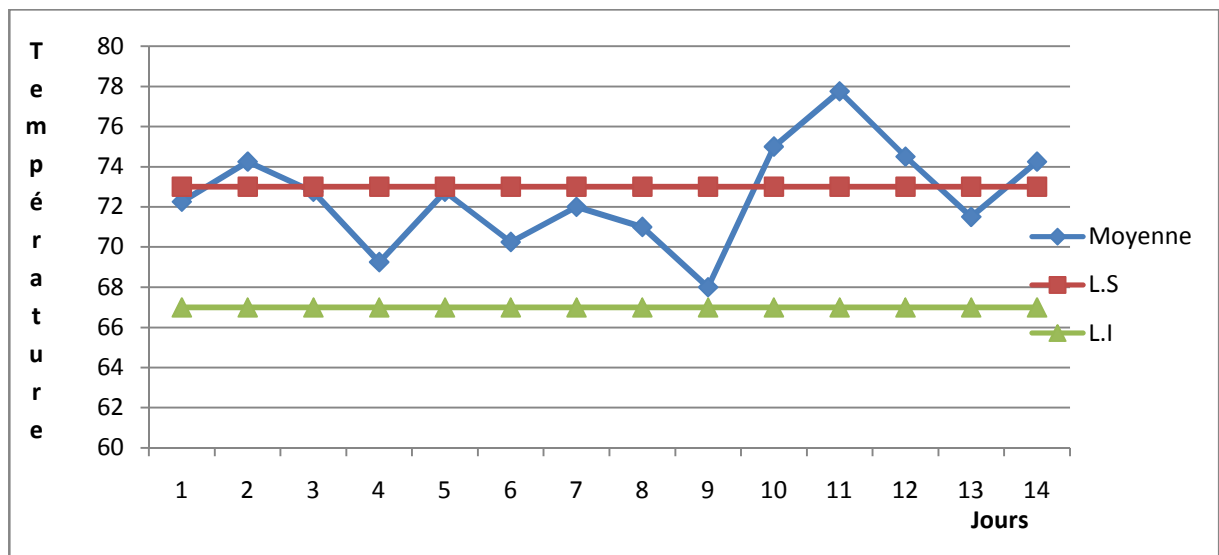


Figure 6 : Variation de la température du bain II pendant 14 jours

Sachant que la norme de la température des bains I et II de la ligne 2 est de 70 ± 3 . Et selon les deux courbes de la figure 5 et 6, on constate que quatre points qui correspondent aux jours 1, 3, 5 et 14 sont au dessus de la limite supérieure et que 5 points aux jours 2, 10, 11, 12 et 14 sont au dessus de la limite supérieure respectivement.

Comme intervention, l'eau froide adoucie est ajoutée dans les bains de lavage jusqu'à la stabilisation de la température aux alentours de 70.

I-8-2 Suivi du pourcentage en soude

L'ensemble des mesures de la concentration en soude sont présentés dans les tableaux qui suivent.

Jour	08/05/2012	09/05/2012	10/05/2012	11/05/2012	14/05/2012
Mesure	1.8	2.1	2.3	2.1	1.8
Jour	15/05/2012	16/05/2012	17/05/2012	18/05/2012	21/05/2012
Mesure	3.3	1.9	1.8	1.8	2.2
Jour	22/05/2012	23/05/2012	24/05/2012	25/05/2012	
Mesure	1.7	2.3	2.3	1.9	

Tableau 7 : Suivi du pourcentage en soude dans le bain I

Jour	08/05/2012	09/05/2012	10/05/2012	11/05/2012	14/05/2012
Mesure	2.3	2.3	2.5	2.3	2.3
Jour	15/05/2012	16/05/2012	17/05/2012	18/05/2012	21/05/2012
Mesure	2.9	2.3	2.3	2.3	2.3
Jour	22/05/2012	23/05/2012	24/05/2012	25/05/2012	
Mesure	2.1	2.4	2.4	2.7	

Tableau 8 : Suivi du pourcentage en soude dans le bain II

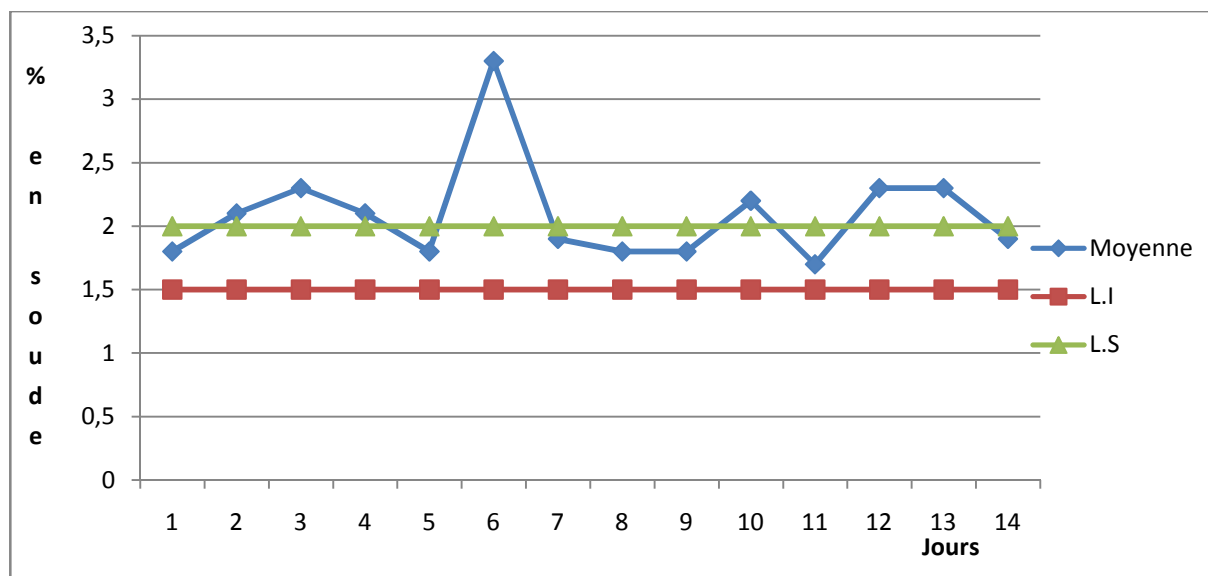


Figure 7 : Variation de pourcentage en soude dans le bain I durant 14 jours

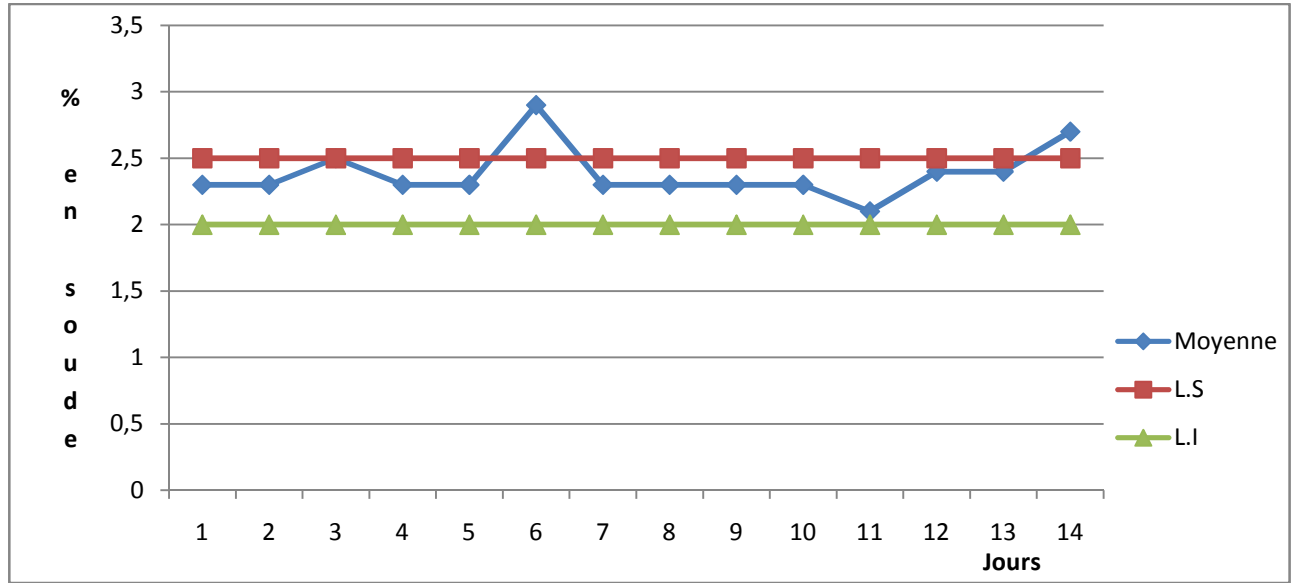


Figure 8 : Variation de pourcentage en soude dans le bain II durant 14 jours

D'après les deux courbes des figures 7 et 8, on constate l'existence des points qui sont au dessus de la limite supérieure pour les deux bains. Par contre, aucun point au dessous de la limite inférieure n'est enregistré. Des concentrations élevées en soude engendrent un mauvais lavage. Pour régler ce problème, le lavage est bloqué et la concentration en soude dans les bains est diluée.

II-Contrôle du sucre granulé

Élaborés par divers fournisseurs soigneusement sélectionnés, le sucre joue un rôle capital dans la fabrication des boissons. Ces sucres varient par leurs origines et par leurs actions, depuis le saccharose et le sirop d'amidon à haute teneur en fructose, jusqu'aux produits hypocaloriques comme l'aspartame et l'acésulfame K, souvent utilisé dans des boissons dites « light ».

II-1- Inspection des sacs de sucre avant échantillonnage

- ✓ Les sacs doivent être propres, dépourvus de poussière, de déchets d'insectes ou d'oiseaux.
- ✓ Les sacs ne doivent pas dégager d'odeur d'huile ni de gasoil ou toute autre odeur de produit à risque pour la santé.
- ✓ Les sacs ne doivent pas être mouillés, ni contenir des tracs d'eau.
- ✓ Les sacs ne doivent pas être déchirés.

II-1- 2 Échantillonnage

Pour prélever l'échantillon il faut suivre la table « *Military Standard* » d'échantillonnage. Cette table donne des indications sur la quantité d'échantillons à prélever.

1Kg du sucre est prélevé et divisé en deux parties. La première partie (1/2 Kg) servira pour les analyses. La deuxième partie est gardée comme échantillon de rétention pendant 13 mois après utilisation.

Sur l'échantillon de rétention, on inscrit les informations suivantes :

- ✓ Fournisseur
- ✓ date de réception
- ✓ quantité livrée
- ✓ N° de camion
- ✓ N° lot fournisseur
- ✓ N° de lot interne
- ✓ Date de production

II-1-3 Contrôle physico-chimique

Un ensemble de tests physico-chimique comme le montre le tableau ci-dessous, sont effectués pour vérifier la qualité du sucre.

Paramètres	Spécifications	Tolérances
Apparence	Cristaux blancs	Pas plus de 10 particules Noires par 500 g
Goût	Sucre sans goût anormal	Aucun goût anormal
Odeur	Sans odeur anormale	Sans odeur anormale
Odeur après acidification	Sans odeur anormale	Sans odeur anormale

SO ₂ (Dioxyde de Soufre)	Inférieur à 6ppm	<6ppm
Floculation	Absence des floccs	-

Tableau 8 : Paramètres d'analyse physico-chimique du sucre

1-Apparence :

- ✓ Comparer le sucre échantillon avec l'échantillon de référence.



Figure 9 : Les échantillons de référence

2- Goût :

- ✓ Dissoudre 246g de sucre dans 246g d'eau distillée agiter jusqu'à dissolution.
- ✓ Prélever 20 ml de cette solution, compléter à 100 ml avec de l'eau
- ✓ Goûter et noter toute présence de goût anormal.

3- Odeur à sec :

- ✓ Remplir à moitié un flacon avec bouchon.
- ✓ Chauffer à 30°C dans un mini-incubateur.
- ✓ Sentir tous les 10 min pendant 30 min et noter la présence d'odeur anormale.

4- Odeur après acidification :

- ✓ Prendre 100g de sucre dans 100g d'eau distillée, on règle le pH à 1.5 en ajoutant de l'acide phosphorique. La solution est bien mélangée.
- ✓ Transférer la solution dans un flacon à bouchon.
- ✓ Chauffer à 30°C dans un mini-incubateur .Sentir toutes les 10min pendant 30min.

5- Dosage de Dioxyde de soufre (SO₂):

Le dioxyde de soufre est un agent conservateur du sucre. Cette analyse a pour but de déterminer la quantité en SO₂.

Mode opératoire

- ✓ Vérifier l'apparence du sucre en s'assurant que celui-ci ne contient pas des corps étrangers.
- ✓ A l'aide d'une éprouvette graduée, mesurer 150ml d'eau distillée, et verser la dans un erlenmeyer. Ajouter 10 ml d'amidon (indicateur coloré) et 5 ml d'acide chlorhydrique 3 N.
- ✓ Titrer avec une solution d'iode 0.005N jusqu'à apparition d'une coloration bleue ce qui indique la neutralisation de SO₂ dans l'eau.
- ✓ Peser 50g de sucre et l'ajouter à la solution dans l'erlenmeyer. Agiter jusqu'à dissolution complète du sucre.
- ✓ Si la coloration bleue persiste, il n'y a pas de SO₂.
- ✓ Si la coloration bleue disparaît, titrer à nouveau avec la solution d'iode 0.005N jusqu'à apparition de la coloration bleue.

Équation de la réaction : $2\text{I}_2 + \text{S} + 2\text{H}_2\text{O} \rightarrow 4\text{I}^- + 4\text{H}^+ + \text{SO}_2$

Calcul de la quantité de SO₂.

$$\text{SO}_2 \text{ (ppm)} = \frac{\text{V (ml)} \times 0.005 \times 32.03 \times 1000}{(50\text{g de sucre})}$$

La norme de ce test est : SO₂ ≤ 6 ppm.

6- Test de floculation :

Ce test a pour but d'examiner la présence de floccs.

Mode opératoire :

- ✓ Dissoudre 246g de sucre dans 246g d'eau distillée.
- ✓ Chauffer entre 70-80°C et filtrer sur papier filtre.
- ✓ Prélever 86 ml du filtrat, ajouter 5ml d'une solution de benzoate de sodium (C₆H₅COONa) à 0.1%
- ✓ Ajouter 4ml de l'acide phosphorique (H₃PO₄) 2N.
- ✓ Compléter à 500 ml avec de l'eau gazéifiée.
- ✓ Fermer, mélanger et laisser reposer pendant 10 jours.

- ✓ Examiner la présence de floc à travers une lumière (lampe).

III- Contrôle des boissons gazeuses

1- Contrôle du torque :

Cette opération s'effectue à l'aide d'un torque- mètre, dans le but de vérifier la force à appliquer pour ouvrir les bouchons car les bouchons trop serrés sont non désirés.

On fait cet analyse sur des toutes les bouteilles en PET et les bouteilles de verre à bouchons plastique. La norme se trouve entre 15-17 in.lbs (unité américain)

Mode opératoire :

- ✓ Prélever un échantillon.
- ✓ Écarter les épingles de l'appareil.
- ✓ Poser la bouteille sur la plate forme de l'appareil.
- ✓ Serrer la bouteille et fermer en tournant le vice de serrage de l'appareil.
- ✓ Mettre à zéro l'appareil.
- ✓ Tourner le bouchon doucement dans le sens de l'ouverture jusqu'à ouverture de la bouteille.
- ✓ Relever la valeur affichée.



Figure 10 : Photo du Torque-mètre

2- Volume de CO₂ :

Pour déterminer le volume de gaz carbonique dissous dans une boisson ; on effectue les deux opérations suivantes :

- ✓ **Mesure de la pression** : Introduire le manomètre de façon à ce que l'aiguille perce le bouchon couronne. On met le système en agitation. Puis on attend jusqu' à ce que l'aiguille du manomètre se stabilise et on lit la valeur de la pression.
- ✓ **Mesure de la température en (°C)** : On introduit le thermomètre dans l'échantillon, ensuite, on attend quelques secondes avant la lecture de la température.

Après avoir effectué ces deux opérations, on consulte le tableau de décarbonatation. L'intersection entre la valeur de la pression mesurée et celle de la température donne le volume de CO₂ dans la boisson. Le volume en CO₂ varie en fonction de chaque produit.



Figure 11 : Zahm muni d'un manomètre

3-Le degré Brix :

Le degré Brix représente le pourcentage massique en saccharose dans la solution, il est mesuré à l'aide d'un densimètre électronique.

Mode Opérateur :

- ✓ On prélève une bouteille du produit fini fermé.
- ✓ On rince un bécher de 500ml avec la boisson et on y verse suffisamment de boisson.
- ✓ On décarbonate cette dernière pendant 3 min en se servant du décarburateur.
- ✓ On rince la cellule de la mesure densimètre électronique avec la boisson décarbonatée plusieurs fois.
- ✓ On remplit la seringue avec la boisson décarbonatée en évitant les bulles d'air.
- ✓ On injecte doucement et pas complètement le contenu de la seringue dans la cellule de mesure en veillant à ne pas laisser les bulles d'air dans le tuyau de vidange du densimètre.

- ✓ Après la stabilisation de la température de l'appareil, la mesure est affichée.



Figure 12 : Densimètre électronique

4- Inversion du Brix des boissons

L'objet de cette inversion est de déterminer le Brix réel de la boisson.

Mode opératoire :

- ✓ Mettre un échantillon de la boisson à se décarbonater (à l'aide d'un décarbonateur) pendant 3 minutes.
- ✓ Transférer 50 ml d'échantillon décarbonaté dans un flacon à bouchon.
- ✓ Ajouter 0.3 ml de l'acide d'inversion.
- ✓ Mettre l'échantillon au bain marie à une température de $90 \pm 1^\circ\text{C}$.
- ✓ Être sûr que la hauteur de l'eau dans le bain- marie couvrira au moins 60% du liquide dans le flacon.
- ✓ Le bain- marie doit rester fermé pendant 1h.
- ✓ Enlever l'échantillon du bain- marie et le laisser refroidir à la température ambiante.
- ✓ On mesure alors le Brix inversi de l'échantillon en utilisant le DMA afin de déterminer le Brix réel :

Si notre échantillon est une boisson à base de jus (pom's, schweps citron)

$$\text{Donc} \quad : \quad \text{le Brix réel} = \frac{\text{Brix inversi}}{1.0487}$$

Si notre échantillon est une boisson sans jus (coca cola par exemple)

$$\text{Donc} \quad : \quad \text{le Brix réel} = \frac{\text{Brix inversi}}{1.051}$$

Conclusion générale

J'ai effectué mon stage de fin d'étude de la Licence Sciences et Techniques au sein de la CBGN. Après ma intégration dans l'équipe, j'ai eu l'occasion de réaliser plusieurs tâches qui ont constitué une mission de stage globale à savoir les contrôles de qualité du lavage de bouteilles, du sucre granulé, et des boissons gazeuses. Ceux-ci sont indispensables pour la sainteté des produits finis.

Ce stage a parfaitement répondu à mes attentes car je souhaitais découvrir l'industrie agroalimentaire. Il m'a permis de découvrir un univers que je ne connaissais finalement que très peu mais pour lequel je porte un immense intérêt.

Je pense que les bagages scientifiques acquis durant ces années ont eu une importance capitale au bon déroulement du stage. En effet, sans ces notions de base, j'aurais sûrement été déboussolé et je n'aurais pas pu découvrir les nombreuses choses qui m'ont été enseignées.

J'ai trouvé la mission très intéressante et enrichissante, puisqu'il s'agissait pour moi d'un domaine inconnu où j'aimerais approfondir mes compétences.

Ce stage a vraiment confirmé mes ambitions futures d'exercer dans le domaine agroalimentaire, même s'il me reste encore beaucoup à apprendre.