



Année Universitaire : 2014-2015

Filière ingénieurs Industries Agricoles et Alimentaires



Rapport de stage PFE

CONTRIBUTION À L'OPTIMISATION DE LA COMPOSITION DE LA MOUTURE

Réalisé par:

NAMI MARWANE

Encadré par:

- *M^r.H.FARAJ* (SBM)
- *M^{me}.N.MAÂZOUZI* (FST Fès)

Présenté le 30 juin 2015 devant le jury composé de:

- | | |
|-------------------------|--------------------------|
| - <i>Pr. N.MAÂZOUZI</i> | <i>Présidente</i> |
| - <i>Pr.K.J.AMRANI.</i> | <i>Examineur</i> |
| - <i>Pr. A.BOUAYAD.</i> | <i>Examineur</i> |
| - <i>Pr.H.FARAJ.</i> | <i>Encadrant externe</i> |

Stage effectué à : SBM Fès

Remerciements

*É*laborer ce rapport fut pour moi un honneur, le rédiger fut un plaisir.

*J*e tiens avant d'aborder le développement de ce rapport, à remercier en toute sincérité toute l'équipe pédagogique de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès et les intervenants professionnels responsables de la FI en IAA, en particulier : **P^r.K.J.AMRANI, P^r.A.BOUAYAD** qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté d'être les membres du jury de ce mémoire. Veuillez agréer l'expression de ma sincère reconnaissance et mon respect.

*J*e tiens à remercier **P^r. N.MAÂZOUZI** et **M^r.H.FARAJ** pour leurs aides et leurs conseils concernant les missions évoquées dans ce rapport, qu'ils m'ont apporté lors des différents suivis, et pour leur orientation, leur disponibilité tout au long de la période de stage et durant la préparation à la soutenance.

*J*e tiens à remercier tout particulièrement et à témoigner toute ma reconnaissance aux personnes suivantes, pour l'expérience enrichissante et pleine d'intérêt qu'elles m'ont fait vivre durant ces quatre mois au sein de la Société des Brasseries du Maroc :

- ❖ **M^r. Y.FILALI**, le directeur de la région orientale qui m'a donné l'opportunité de passer ce stage au sein de la Société.
- ❖ **M^r.H.FARAJ**, le responsable de conditionnement, fabrication et production pour m'avoir soutenu, m'avoir facilité l'intégration dans sa section, m'avoir accordé toute sa confiance; pour le temps qu'il m'a consacré tout au long de cette période, sachant répondre à toutes mes interrogations.
- ❖ **M^r. EL OUALGHI**, le responsable ressources humaines pour m'avoir intégré rapidement au sein de la société.

*E*t je profite de cette occasion pour adresser mes vifs remerciements à M^r. KHALLA et M^r. BENAMAR les laborantins de BRANOMA et l'ensemble du personnel pour leurs conseils, leurs esprits coopératifs et qui m'ont aidé à surpasser les difficultés rencontrées et à mieux profiter de mon stage.

*E*t finalement, je tiens à porter mes remerciements sincères à tous les membres de ma famille et tous mes amis qui m'ont aidé de près ou de loin pour arriver à ce stade.

Table de Matières

Chapitre I : Généralités

Introduction générale.....	1
I. Présentation de la Société.....	2
II. Procédé de Fabrication.....	4
1. Maltage.....	4
2. Mouture et brassage.....	7
3. Fermentation.....	7
4. Filtration ou clarification de la bière.....	8
III. Problématique.....	14

Chapitre II : Concassage et brassage

I. Notions sur le brassage.....	16
A. Le concassage.....	16
1. But.....	16
2. Facteurs qui influencent la mouture.....	17
3. Conditions d'une bonne mouture.....	17
4. Contrôle de la mouture.....	18
5. Avantages et inconvénients du concassage.....	19
B. Brassage proprement dit.....	20
C. La filtration du moût.....	26
D. La cuisson et houblonnage.....	28
II. Description du concasseur.....	32
III. Notions sur les plans d'expériences.....	32
1. Historique.....	36
2. Notion de facteur.....	38
3. Etapes d'une étude par plans d'expériences.....	38

Chapitre III : Optimisation de la mouture

1. Matériel et méthodes.....	43
2. Choix des Facteurs.....	44
3. Choix du plan d'expérience.....	46
4. Matrice d'expériences et réalisation des essais.....	47
5. Traitement des résultats obtenus.....	48
6. Etude comparative.....	50
Conclusion générale.....	61
Références bibliographiques.....	

CHAPITRE 1

GENERALITES

Introduction Générale

Le secteur des industries agroalimentaires est l'un des piliers de l'économie marocaine, avec un chiffre d'affaires de plus de 60 milliards de dirhams, sa participation dans le PIB est de 4.4%. Les boissons ont toujours constitué une part importante de ce secteur et essentiellement les boissons alcooliques tel que la bière.

La bière est la boisson fermentée la plus ancienne, et la plus consommées aujourd'hui. Tout en respectant la tradition, la filière s'efforce d'intégrer les progrès techniques et d'être à l'écoute des exigences du consommateur qui sont les deux éléments essentiels pour garantir sa pérennité. Devant concilier à la fois maîtrise de la qualité et rentabilité, la filière aujourd'hui fortement industrialisée, utilise de plus en plus les outils techniques, marketing et commerciaux pour y parvenir.

C'est dans la perspective d'intégrer cet essor du secteur boisson marocaine que j'ai effectué un stage de fin d'étude d'une durée de quatre mois au sein de la société SBM qui est un des pionniers de la production de la bière au Maroc. Ce stage, effectué au sein du service production, m'a amené à faire face aux difficultés rencontrées par l'industriel pour produire un produit de qualité.

En 2009 la cuve filtre a cédé la place au filtre de presse au niveau du brassage. Le changement du système de filtration avait pour finalité d'améliorer la qualité de la filtration et d'augmenter le rendement. Toutefois les objectifs n'ont pas été atteints, car la finesse de la mouture n'a pas été adaptée au nouveau système de filtration. Ce rapport constitue donc une étude visant à adapter et à optimiser la composition de la mouture afin d'assurer une bonne filtration et par conséquent un rendement plus important.

I-Présentation de la société :

La société des Brasseries du Maroc est une société anonyme avec un capital social de 50 000 000 DHs, l'activité principale de cet organisme est la fabrication, conditionnement de bière : Stork, Flag Pils, Spéciale, l'export ainsi que la distribution des produits SBM (Heineken, Fayrouz, Ain Ifrane.....).

Le tableau suivant représente l'historique de la société :

Evénement	Date
Date de création	1947
Licence Heineken accordé à la SBM	1979
Arrêt de production des boissons gazeuses	1982
Arrêt de production de la Heineken	1990
Déménagement à la nouvelle usine	Fin 2004

Informations générales :

Raison social	Société des brasseries du Maroc
Statut juridique	Société anonyme (SA)
Capital social	50 000 000 DHs
Actionnariat	Société des brasseries du Maroc et autres
Adresse	Rue IBN EL KHATEB SIDI BRAHIM BP 2100
Date de mise en service	1947
Effectif	151
Capacité de production	200 000 Hl \ an

La gestion de l'entreprise est assurée par la direction générale en coordination avec les autres services, l'organigramme ci-dessous illustre la hiérarchie au sein de la SBM :

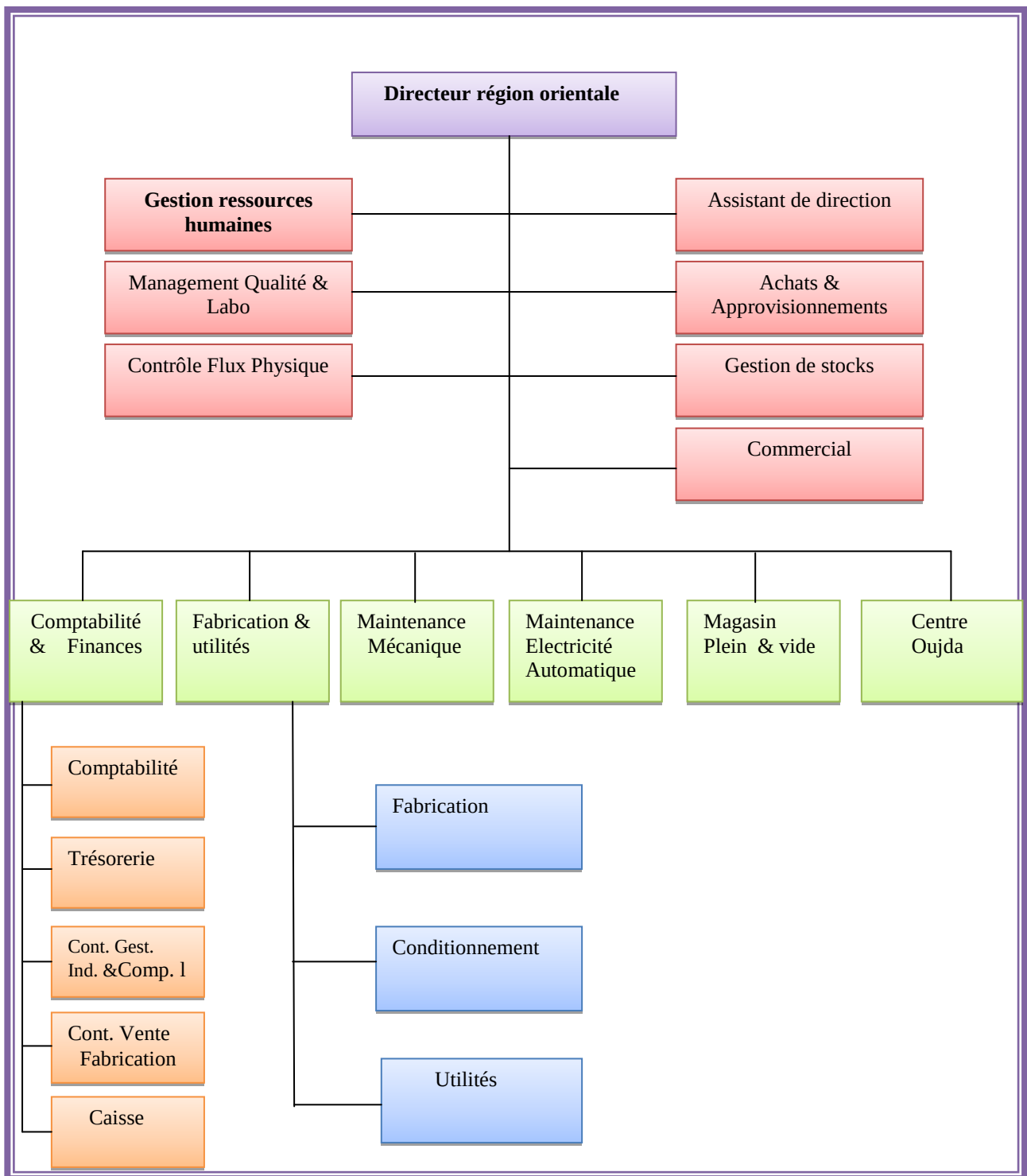


Figure 1 : Organigramme de la SBM

II-Procédé de Fabrication :

Les stades essentiels de la fabrication sont :

- ✚ La désagrégation du grain d'orge et la production d'enzymes par celui-ci, opérations réalisées au cours du maltage (opération faite dans une malterie en dehors des brasseries) ;
- ✚ La saccharification de la réserve d'amidon du grain obtenue au cours du brassage ;
- ✚ La fermentation des sucres ainsi obtenus.

1-Le maltage :

➤ Stockage de l'orge :

Si la production du malt s'étale sur la plus grande partie de l'année, la récolte de l'orge est réalisée en quelques jours et le malteur devra stocker tout le grain issu des contrats passés dès l'ensemencement avec ses différents fournisseurs agricoles. Par ailleurs, le grain nouvellement récolté est incapable de germer avant une période de maturation, connue sous le nom de dormance, d'une durée pouvant atteindre deux mois. C'est donc l'orge nécessaire à quinze mois de production que le malteur devra pouvoir stocker.

➤ Nettoyage de l'orge :

L'orge est nettoyée grossièrement lors de la réception, puis de façon plus minutieuse au moment du maltage. Les différents appareils de nettoyage et de calibrage sont :

- ✓ L'ébarbeur, composé essentiellement d'une palette tournant dans le corps de l'appareil, élimine la barbe des grains d'orge. Il est généralement précédé d'un aimant.
- ✓ Le tarare qui enlève les corps étrangers plus légers que le grain d'orge sous l'effet d'un courant d'air.
- ✓ Le séparateur magnétique permettant d'éliminer tous les éléments métalliques (clous, boulons etc.) susceptible d'endommager le reste de l'installation, voir le moulin du brasseur.
- ✓ Le trieur à graines rondes. De même diamètre que le grain d'orge et de même poids spécifique. Le principe des divers trieurs est l'alvéole dans laquelle le grain d'orge ne peut se loger, ces alvéoles étant disposées à l'intérieur d'un cylindre rotatif ou sur des disques verticaux tournant dans une auge alimentée en grain.
- ✓ Le calibreur sépare les orgettes qui seront vendues comme aliment de bétail.

➤ **Le trempage :**

Le trempage a pour but principal de fournir au grain l'eau et l'oxygène nécessaires à la germination. Le malteur fournira à l'orge l'eau, l'air et la chaleur dans des conditions lui permettant de joindre rendement et qualité du malt.

➤ **La germination :**

Le but de la germination est de créer ou de mettre en liberté, dans le grain, une série de diastases indispensables aux transformations qui doivent se produire durant le maltage puis plus tard, le brassage. Les principales transformations que subit le grain au cours du maltage sont : une désagrégation de l'amande, la formation de sucres et solubilisation des matières azotées. Au brassage, les diastases provoqueront une dégradation accentuées des protéines et la saccharification de l'amidon. En résumé, la germination conduit à la transformation de l'amande dure et cornée du grain d'orge en une masse tendre et friable.

Trois conditions essentielles sont nécessaires pour que la germination s'effectue régulièrement :

- a) La quantité d'eau dont le grain se sature durant le trempage doit permettre à la germination de se prolonger durant la période nécessaire, sans qu'il ait dessiccation.
- b) Le grain ayant besoin d'oxygène pour vivre et la germination n'étant pas autre chose que le départ de la vie du grain, il faudra assurer une aération suffisante pendant toute la germination. L'oxygène apporté par l'aération évitera l'asphyxie du grain par le gaz carbonique qu'il produit.
- c) Enfin, la température devra être réglée de façon précise, de façon à obtenir une germination lente et régulière.

➤ **Le touraillage :**

Le touraillage a pour but principal d'arrêter le processus de germination. Cette interruption de la vie normale du grain s'obtient en supprimant l'humidité, donc en desséchant le malt vert. Les transformations diastasiques sont suspendues et le malt peut alors se conserver sans altération. Enfin, le touraillage a pour effet de développer dans le malt un arôme spécial ainsi qu'une coloration plus ou moins foncée et de séparer le grain des radicelles.

La dessiccation classique s'effectue sur des plateaux perforés, au travers desquels passe de l'air chauffé sur un foyer. Les plateaux peuvent être au nombre de un, deux ou trois et l'ensemble de l'installation se nomme une touraille, d'où le nom de touraillage donné à l'opération.

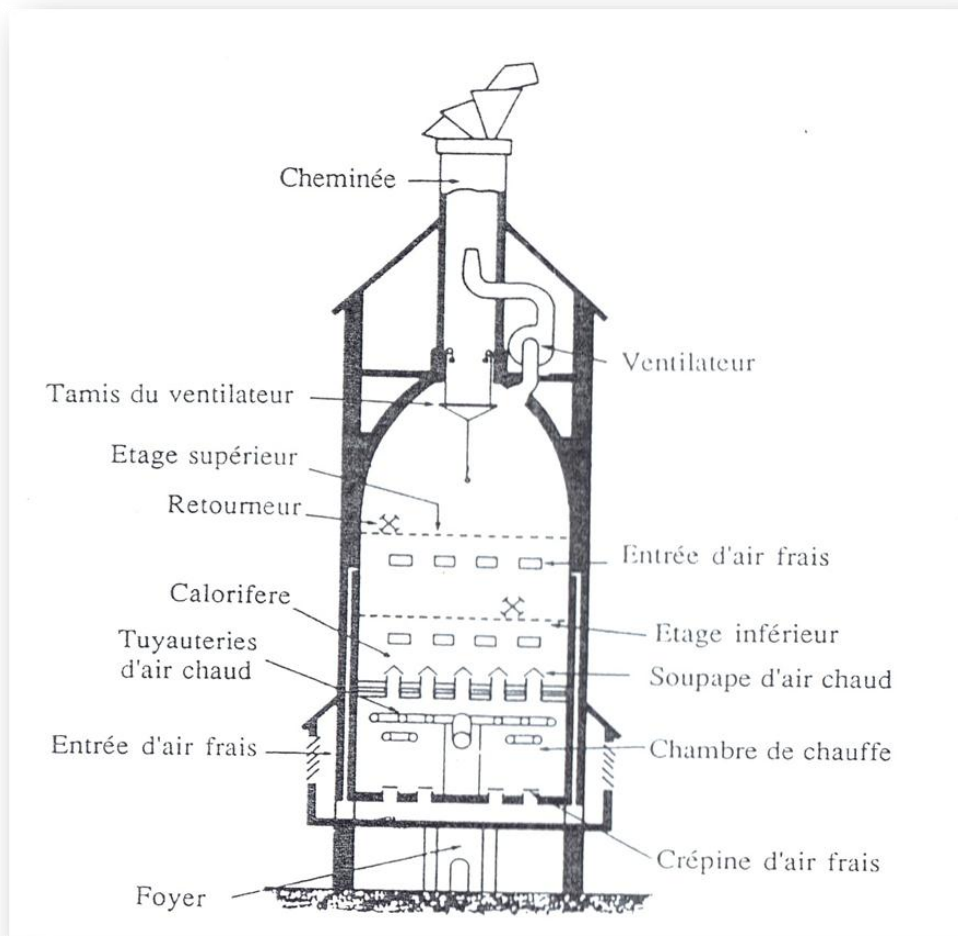


Figure 2 : Touraille classique (CLAUDE BOURGEOIS ,1998) [1]

➤ **Traitement du malt touraillé : dégermage et polissage du malt**

Le dégermage s'effectue immédiatement après le touraillage, afin de contribuer au refroidissement du malt et d'enlever plus sûrement les radicelles. Celles-ci, très hygroscopiques, s'enlèvent mieux lorsqu'elles sont bien sèches. La dégermeuse consiste en un gros cylindre perforé, fixe ou rotatif, à l'intérieur duquel tournent rapidement des batteurs métalliques

2-Mouture et brassage :

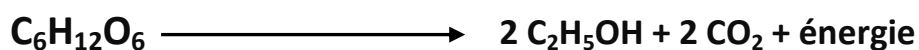
L'objet principal du brassage est la saccharification de l'amidon. Pour obtenir ce résultat, il est nécessaire d'écraser le grain de malt, le rendement théorique étant d'autant meilleur que la mouture est plus fine.

Les différentes phases du brassage sont :

- A. Le concassage
- B. Le brassage proprement dit
- C. La filtration du moût
- D. La cuisson et houblonnage .

3-Fermentation :

Le brassage a donné un moût sucré qui sera ensuite refroidi. Le nom de fermentation alcoolique est donnée à l'opération qui consiste à transformer le sucre en alcool et en acide carbonique, sous l'influence d'organismes microbiens appelés ferments alcooliques. Elle résulte d'une série très complexe de transformations, actions diastasiques, etc. Elle se résume dans la formule suivante :



La fermentation a lieu en deux phases successives et distinctes : la fermentation principale et la fermentation secondaire. La première se caractérise par sa rapidité, son intensité et sa courte durée, provoquant dans le moût une vie intense. La fermentation secondaire est beaucoup moins active que la précédente et se prolonge plus longtemps. La fermentation principale transforme rapidement le glucose provenant du dédoublement du maltose en alcool éthylique et acide carbonique. La seconde phase, qui s'effectue en cave de garde, touche les produits peu fermentescibles de la saccharification de l'amidon.

Le but de la fermentation dirigée est de provoquer la transformation des sucres fermentescibles du moût en alcool et gaz carbonique. Accessoirement se produit une élévation de

température qui n'est pas recherchée, mais subie. La fermentation s'obtient par l'activité de la levure. Les levures appartiennent à deux types différents :

❖ Levures basses :

Elles sont employées pour la fermentation à basse température, soit vers 5-8°. Au-delà de 10°C, elles communiquent au moût un goût désagréable (goût de levure).

Lorsque la fermentation ralentit, par suite d'apparition d'alcool, d'augmentation de l'acidité et de diminution des sucres, les levures se rassemblent (cassure). Les unes forment rapidement de gros flocons : ce sont les levures floconneuses. D'autres se rassemblent plus tardivement et finement : levures poussiéreuses. Toutes cependant se déposent sur le fond de la cuve en fin de fermentation. Néanmoins, il reste bien des cellules en suspension dans la jeune bière.

❖ Levures hautes :

Le principe de cette fermentation est le même qu'en fermentation basse, mais les levures hautes fermentent aux températures de 16 à 18°C et même 20 à 23°C. La fermentation démarre et s'effectue très rapidement. Lorsque la fermentation ralentit, soit vers le troisième ou quatrième jour, les levures montent à la surface du moût, au contraire des levures basses. Les levures rassemblées à la surface sont récupérées par écumage au moyen d'installations automatiques. La levure récoltée sert à d'autres ensemencements (LODOLO et AL., 2008) [2].

4-Filtration ou clarification de la bière:

En fin de garde, pour autant que les levures et matières colloïdales coagulées se soient bien déposées, la bière est excellente, mais la petite quantité de levures restant en suspension se développerait très vite et donnerait un goût d'autolysat de levure désagréable. On procédera donc à une clarification finale avant conditionnement en bouteilles. Cette clarification peut se faire par centrifugation ou par filtration. La centrifugation doit être considérée comme une préfiltration car elle ne donne pas une bière parfaitement brillante. La filtration de la bière peut se faire sur filtre masse, sur filtre kieselguhr ou sur filtre à carton (Seitz) :

◆ Filtre à masse :

Ce système était le plus répandu jusqu'au milieu du XX^e siècle. La masse se compose de fibres, à laquelle on ajoute 1 à 2 % d'amiante pour en resserrer la texture. La masse se compose donc de fibres de coton, alors que l'amiante est un silicate qui se trouve dans le sol sous forme de fibres et qui se caractérise par des propriétés adsorptives très élevées. En trop grande quantité dans la masse, l'amiante empêche la bière de passer.

Les filtres à masse sont généralement horizontaux, à coquilles ou à plateaux et quelquefois verticaux. La filtration peut se faire sur un seul filtre, la bière ne traversant qu'un seul gâteau ; elle est dite : filtration simple. Si la bière est chargée ou si l'on veut augmenter sa stabilité, on procède à une double filtration, soit par deux filtres identiques en cascade, soit à l'aide d'un filtre unique muni d'un cadre inverseur. Au cours de la filtration, la masse s'encrasse et le débit du filtre diminue ou, s'il reste constant, la pression augmente. Il faut donc régénérer la masse périodiquement, en général après chaque utilisation, par lavage et stérilisation.

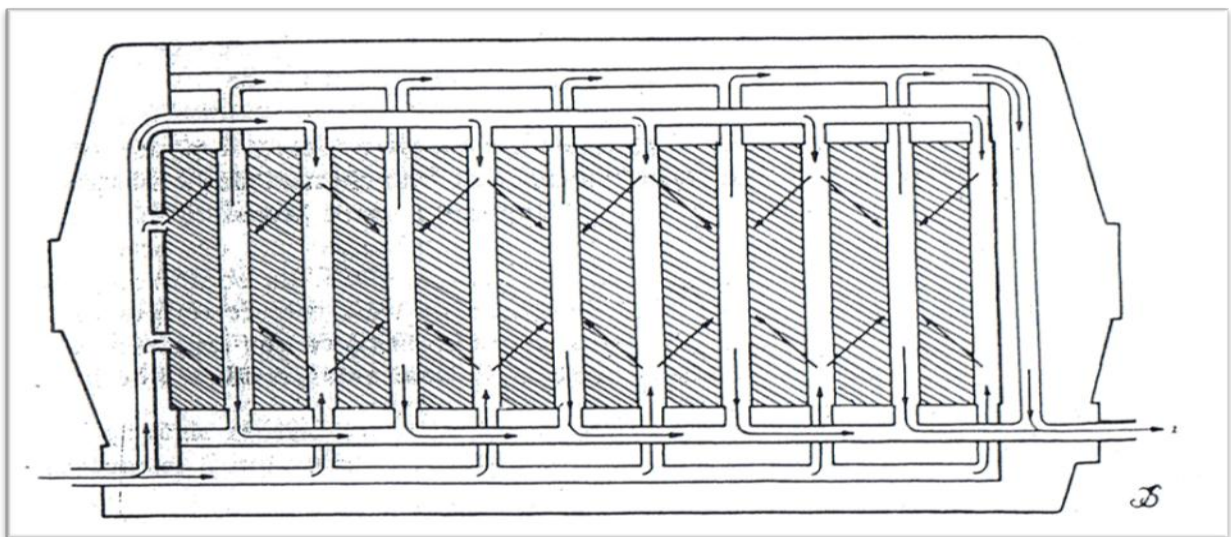


Figure 3 : circulation de la bière dans le filtre à masse

◆ Filtre à cartons :

La filtration se fait à l'aide de plaques en carton, constituées par un mélange de fibres de cellulose et d'abeste finement moulu (amiante). La quantité d'amiante varie selon le but à atteindre. Plus on veut obtenir une bière dépouillée et même stérile, plus la proportion d'amiante augmente.

Les cartons s'obtiennent généralement selon trois sortes de filtration :

- ↳ Cartons dégrossissant, pour pré filtration ;
- ↳ Cartons finissants, qui assurent brillance et limpidité ;
- ↳ Cartons stérilisants, qui retiennent les micro-organismes.

En règle générale, ces filtres s'emploient avec les cartons de la troisième catégorie. Cette filtration stérile convient pour une deuxième filtration de la bière destinée à l'embouteillage et remplace dans une certaine mesure la pasteurisation.

Le lavage des cartons s'effectue, après chaque filtration, par circulation d'eau à contre-courant, suivie d'une stérilisation à l'eau bouillante ou à la vapeur. Après un certain nombre de filtrations, les cartons se colmatent et ne remplissent plus leur rôle. Ils doivent alors être changés, ce qui est coûteux.

◆ **Filtre à diatomées (kieselguhr) :**

Le kieselguhr ou terre d'infusoires est constitué par des carapaces siliceuses de diatomées fossiles. On le trouve dans le sol sous forme de couches formées depuis la nuit des temps. Les diatomées sont des algues microscopiques dont la carapace présente la forme de coquillages infiniment petits. Ces diatomées sont extraites du sol, purifiées, réduites en poudre, parfois cacinées. Selon l'intensité de filtration désirée et l'état de dépouillement de la bière, on choisit des poudres plus ou moins volumineuses ou fines. Une bière particulièrement chargée de levures en suspension se filtrera avantageusement avec une poudre grossière, alors qu'une bière contenant un trouble colloïdal demandera plutôt une poudre fine. Des mélanges de poudres de différents calibres peuvent donner de bons résultats et sont très souvent indispensables lorsque les bières sont chargées en levures et en trouble colloïdal.

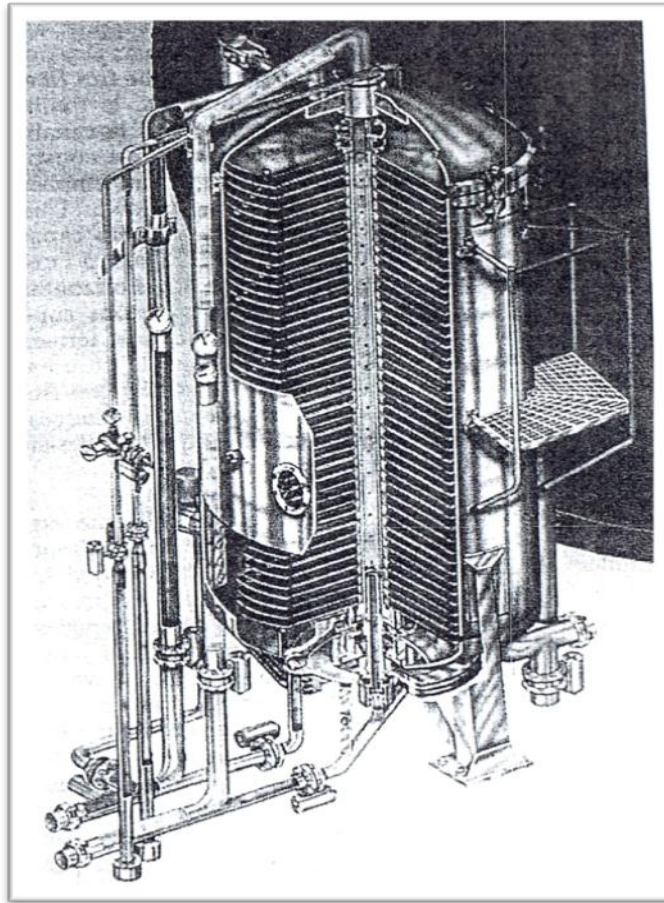


Figure 4 : filtre à kieselguhr à toiles métalliques horizontales

5-Conditionnement :

L'atelier d'embouteillage est une véritable usine à l'intérieur de la brasserie. Au sein de la SBM la ligne d'embouteillage est automatisée et travaille à une cadence de 30 000 bouteilles/h.

L'atelier d'embouteillage comprend les équipements suivants :

- ⊕ **Dépalettiseur** : déchargement des palettes (dans une palette de 56 caisses).
- ⊕ **Décaisseuse** : déchargement des caisses (dans une caisse 24 bouteilles).
- ⊕ **Laveuse des caisses** : lavage des caisses.
- ⊕ **Laveuse bouteilles** : lavage avec de l'eau chaude 70°C mélangée avec de la soude caustique.
- ⊕ **Mireuse** : contrôle de la qualité de lavage : les bouteilles ébréchées, sales, ou avec corps étrangers....sont éjectées à la sortie de la machine pour être ensuite soit recyclées soit cassées.

- ⊕ **Soutireuse** : remplissage des bouteilles par de la bière sous une pression de CO₂ et bouchage des bouteilles.
- ⊕ **Inspectrice1**: Contrôle le niveau de bière dans les bouteilles ainsi que le bouchage.
- ⊕ **Pasteurisateur** : pasteurisation des bouteilles.
- ⊕ **Etiqueteuse** : habillage des bouteilles : collage des étiquettes et des collerettes sur les bouteilles.
- ⊕ **Inspectrice 2** : contrôle les étiquettes, les collerettes, bouchons et le niveau de remplissage de la bière dans les bouteilles.
- ⊕ **Dateuse**
- ⊕ **Encaisseuse** : chargement des bouteilles dans les caisses.
- ⊕ **Palettiseur** : chargement des caisses dans des palettes.

Le diagramme suivant résume l'ensemble des étapes de fabrication de la bière :

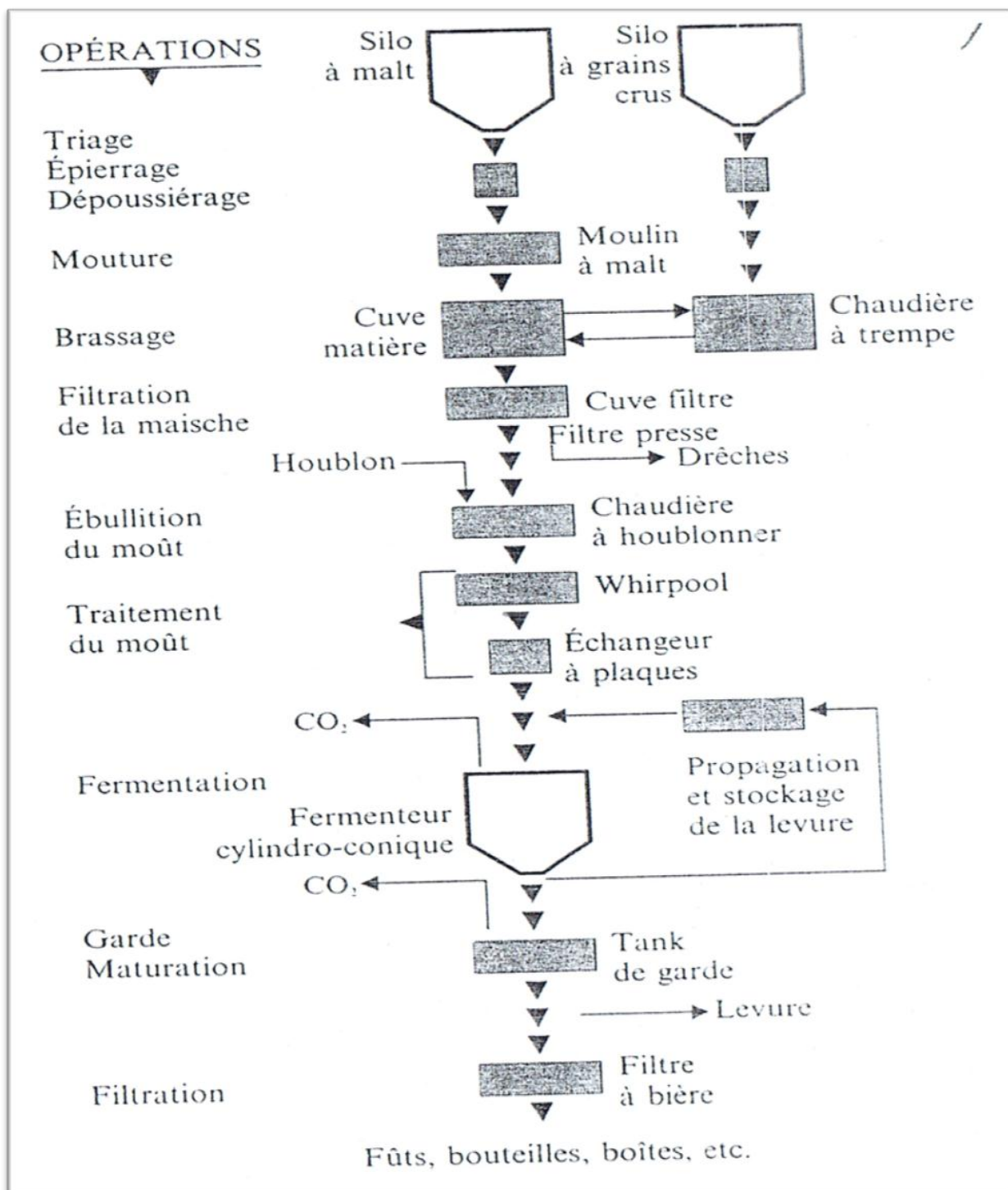


Figure 5 : Diagramme de fabrication de la bière

III-Problématique :

La filtration constitue une étape importante au cours du brassage car elle a un impact direct sur le rendement. Une bonne filtration nécessite une mouture bien adaptée à la nature du filtre.

La cuve filtre a constitué depuis bien des années le système de filtration utilisé au sein de la SBM. Cependant ce système présente plusieurs inconvénients, dont les plus importants sont :

- ◆ Difficultés de filtration avec beaucoup de grains crus (plus de 25%) et malt mal désagrégés ;
- ◆ Rendement relativement faible car ce système de filtration ne tolère pas une mouture fine ;
- ◆ Temps de filtration relativement long.

Avec la clôture de la brasserie d'Oujda et la migration de la plupart de ses installations vers la brasserie de Fès, plusieurs changements au niveau des équipements sont par conséquent devenus possibles. En effet en 2009 le filtre de presse a pris la place de la cuve filtre. La mouture n'a pas été adaptée au nouveau système de filtration de telle manière à donner le meilleur rendement.

Une étude s'avère donc nécessaire pour accommoder la finesse de la mouture au nouveau filtre afin d'avoir une bonne filtration tout en ayant un rendement élevé.

CONCASSAGE ET BRASSAGE

I-Notions sur le brassage :

L'opération de brassage comporte différentes phases, qui sont :

- A. Le concassage
- B. Le brassage proprement dit
- C. La filtration du moût
- D. La cuisson et le houblonnage

A. Le concassage :

1. But :

Le but du concassage est de :

- Réduire l'endosperme pour permettre aux enzymes d'agir sur l'amidon et ainsi récupérer le maximum d'extrait (un bon concassage doit laisser les écorces aussi entières que possible, tout en réduisant l'amande en gruaux et en farine).
- Préserver les enveloppes pour former une couche filtrante en filtration.

Le but du concassage consiste donc à multiplier les surfaces de contact du malt avec l'eau, de façon à faciliter les réactions diastasiques (JEAN SUNIER, 2006) [3].

A l'aide d'un moulin dit concasseur souvent à trois passages, à cinq ou six rouleaux le malt est réduit à l'état de mouture : le premier passage broie le malt, qui arrive ensuite sur des tamis. Ceux-ci séparent cette mouture en trois parts :

- a) Ecorces et gruaux ou écorces seules ;
- b) Grosses semoules ou gruaux ;
- c) Farines (JEAN SUNIER ,2006) [3].

L'écartement des cylindres détermine le pourcentage de farine, gruaux et écorces (PROTZ, 1995) [4].

Le concassage a donc une grande importance sur les opérations du brassage et le rendement d'où la nécessité d'un bon réglage du moulin.

2. Facteurs qui influencent la mouture :

Les principaux facteurs qui influencent la mouture se réduisent au nombre de cinq et qui sont les suivants :

- ✓ Type de concasseur (nombre de passages, taille des cylindres, etc.).
- ✓ Réglage du concasseur (vitesse, parallélisme des cylindres, écartement, etc.).
- ✓ Humidité du malt (s'il est trop humide, les grains sont écrasés).
- ✓ Désagrégation du malt (s'il est mal désagregé, l'amande reste collée à l'enveloppe).
- ✓ Nature des enveloppes (dures et épaisses, elles facilitent la filtration).

3. Conditions d'une bonne mouture :

La nature du filtre utilisé lors du brassage exige des caractéristiques bien particulières de la mouture : la division en particules aussi fines que possible est limitée par la filtration en cuve-filtre et un peu moins sur filtre à drêches dit également filtre de presse.

Si le malt est concassé trop fin dans le cas d'un filtre de presse, les drêches forment une masse compacte qui ne laisse plus passer l'eau de lavage. Avec un concassage trop grossier, la filtration est facile, mais au détriment du rendement. Un bon concassage doit laisser les écorces aussi entières que possible, tout en réduisant l'amande en gruaux et en farine.

Trois conditions sont à respecter pour l'obtention d'une bonne mouture :

- ⊕ Ecorces bien respectées, mais dépouillées autant que possible de toute parcelle d'amande.
- ⊕ Pas de gros gruaux, mais beaucoup de fine farine.
- ⊕ Pas trop de farine.

N.B

Il est indispensable de concasser le malt de façon à maintenir les écorces entières, qui serviront par la suite de support de filtration et d'éviter une mouture avec une proportion trop importante de fine farine dont les particules sont inférieures à 120 μm , (MOLL, 1991) [5].

4. Contrôle de la mouture :

Le contrôle de la mouture se fait par passage de celle-ci au travers de tamis superposés, de mailles différentes. Les tamis peuvent être au nombre de deux à cinq ou même six. La mouture est déposée sur le tamis supérieur, puis l'ensemble des tamis est soumis à un mouvement rotatif ou à secousses. Le système le plus souvent utilisé est le plansichter de Pfungstadt, composé de cinq tamis. Les deux premiers retiennent les enveloppes, le troisième retient les gros gruaux, alors que le suivant arrête les gruaux fins ; enfin le dernier retient la farine et laisse passer la poussière de farine qui est reçue dans le fond de l'appareil (CLAUDE BOURGEOIS, 1998) [1].

Tableau 1 : les différentes catégories de la farine du malt pour cuve-filtre (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

Les catégories de la farine	Le pourcentage
Enveloppe	18 à 22 %
Gros gruaux	6 à 10%
Fins gruaux 1	30 à 36%
Fins gruaux 2	15 à 20%
farine	7 à 10%
Fine farine	8 à 12%

Tableau 2 : les différentes catégories de la farine du malt pour filtre presse (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

Les catégories de la farine	Le pourcentage
Enveloppe	12 à 15%
Gruaux	40 à 45%
Farine	40 à 45%

Le contrôle de la qualité de la mouture s'avère indispensable car cette dernière constitue le point de départ de la fabrication de la bière et son impact est considérable sur les points suivants :

- Le procédé de brassage et l'action des enzymes.
- La filtration.
- Le rendement de brassage.
- L'atténuation limite.
- La qualité de la bière.

5. Avantages et Inconvénients du concassage de la mouture sèche :

Le tableau ci-dessous présente les avantages et les inconvénients du concassage de la mouture sèche :

Tableau 3 : concassage de la mouture sèche avantages et inconvénients

Avantages	Inconvénients
➤ Gain d'énergie ➤ Rendement ➤ Réglage de la composition de la mouture ➤ Facie à nettoyer	➤ Production de poussière ➤ Enveloppes abîmées ➤ Faible charge pour la cuve

B. Brassage proprement dit :

Le brassage a pour objet de transformer le malt en un moût sucré, susceptible de fermenter, auquel sera ajouté le houblon (JEAN SUNIER, 2006) [3].

L'opération du brassage commence par la dissolution des matières hydrosolubles contenues dans le versement (la quantité de malt nécessaire pour un brassin) qui se fait par un simple contact avec de l'eau tiède : empâtage. Ce sont principalement des sucres et des matières azotées. On trouve également des résines et tanins contenus dans l'écorce, des colorants formés au touraillage, spécialement dans les enveloppes, quelques sels métalliques et enfin les plus importantes de ces substances : des enzymes (diastases) (JEAN SUNNIER, 2006) [3].

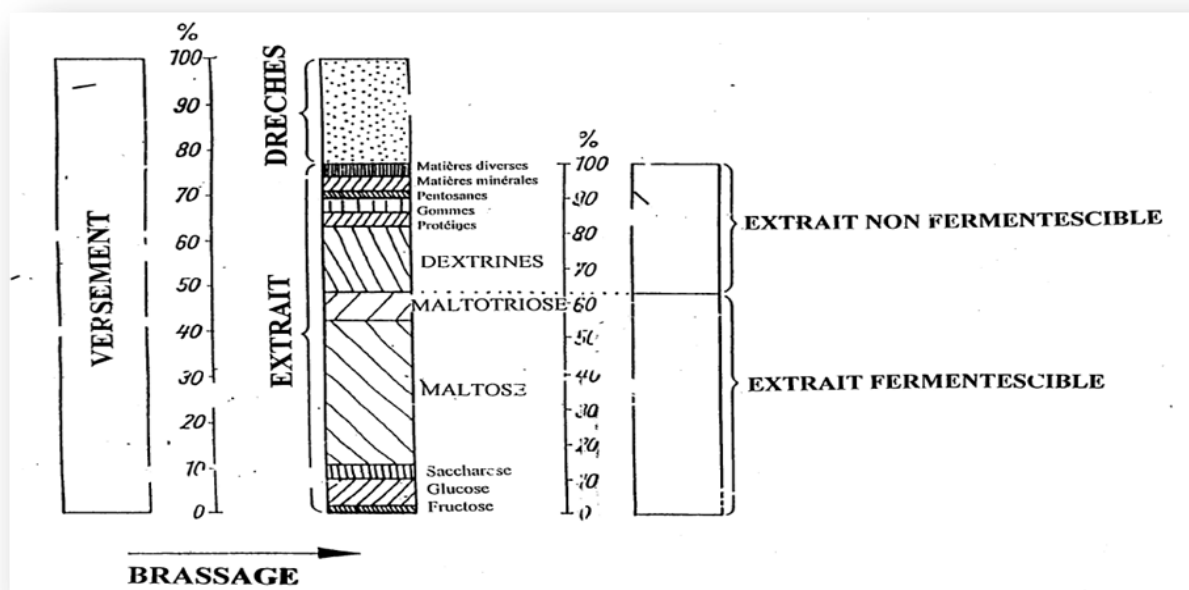


Figure 6 : composition de l'extrait au brassage (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

Le travail des diastases est de toute importance et forme la base du brassage. Les diastases sont des corps qui se trouvent dans les grains de malt en quantités minimes et qui, par leur action, dégradent les constituants du grain. Les diastases ont une action plus ou moins marquée selon la température et sont éliminées à des températures élevées. Il est donc clair que le brassage doit être basé sur des températures bien déterminées (BALLAT, 1998) [7].

Les deux enzymes indispensables pour l'opération du brassage sont : les enzymes amylolytiques et les enzymes protéolytiques.

a. Les enzymes amylolytiques :

Par l'action de ces enzymes, l'amidon se transforme d'une part en sucre de malt (maltose principalement), qui est entièrement fermentescible, et d'autre part en sucres qui ne fermentent pas, les dextrines (J-A CHANDON, 2003) [8].

Tableau 4 : les conditions optimales de fonctionnement des enzymes amylolytiques (J-A CHANDON, 2003) [8].

Enzyme amylolytique	pH optimal	Température °C	
		Optimale	inactivation
α -amylase	5.6-5.8	70-72	75
β -amylase	5.4-5.6	60-65	65
dextrinase-limite	5.4	60-65	70
α -(1-4)-glucosidase	6	35-40	50

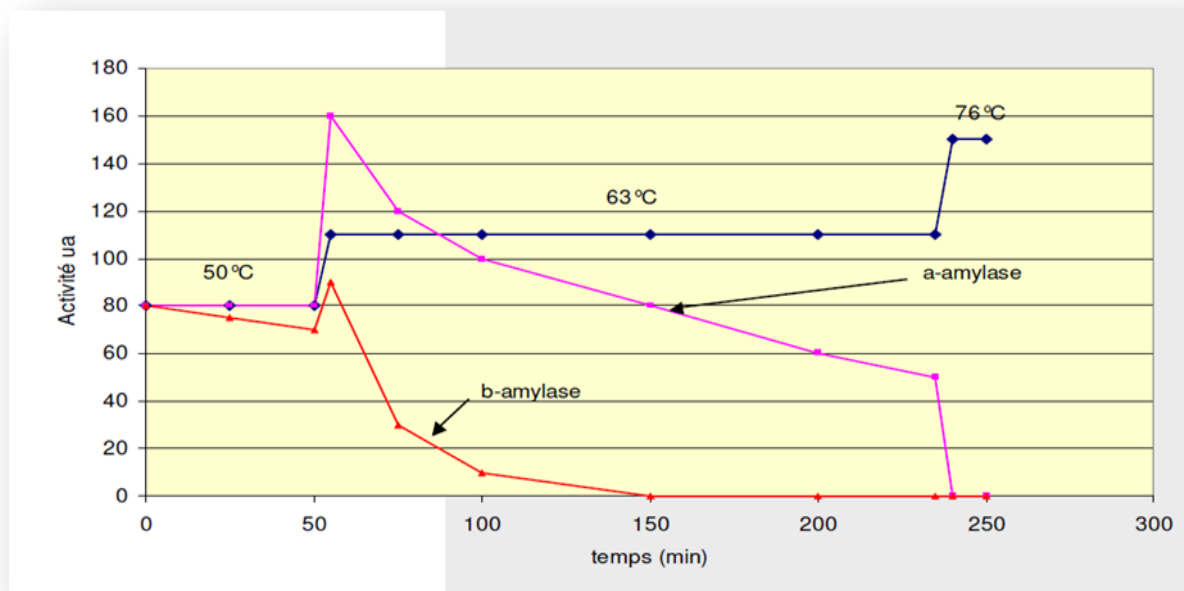


Figure 7 : activité amylasique au cours du brassage

N.B :

L'action des amylases dépend à la fois de la température et du temps (JEAN SUNIER, 2006) [3].

La dégradation de l'amidon au profit de molécules de dextrine plus ou moins longues et de maltose constitue la principale transformation chimique au cours du brassage : la saccharification de l'amidon.

Le schéma suivant résume le processus de saccharification de l'amidon au cours du brassage :

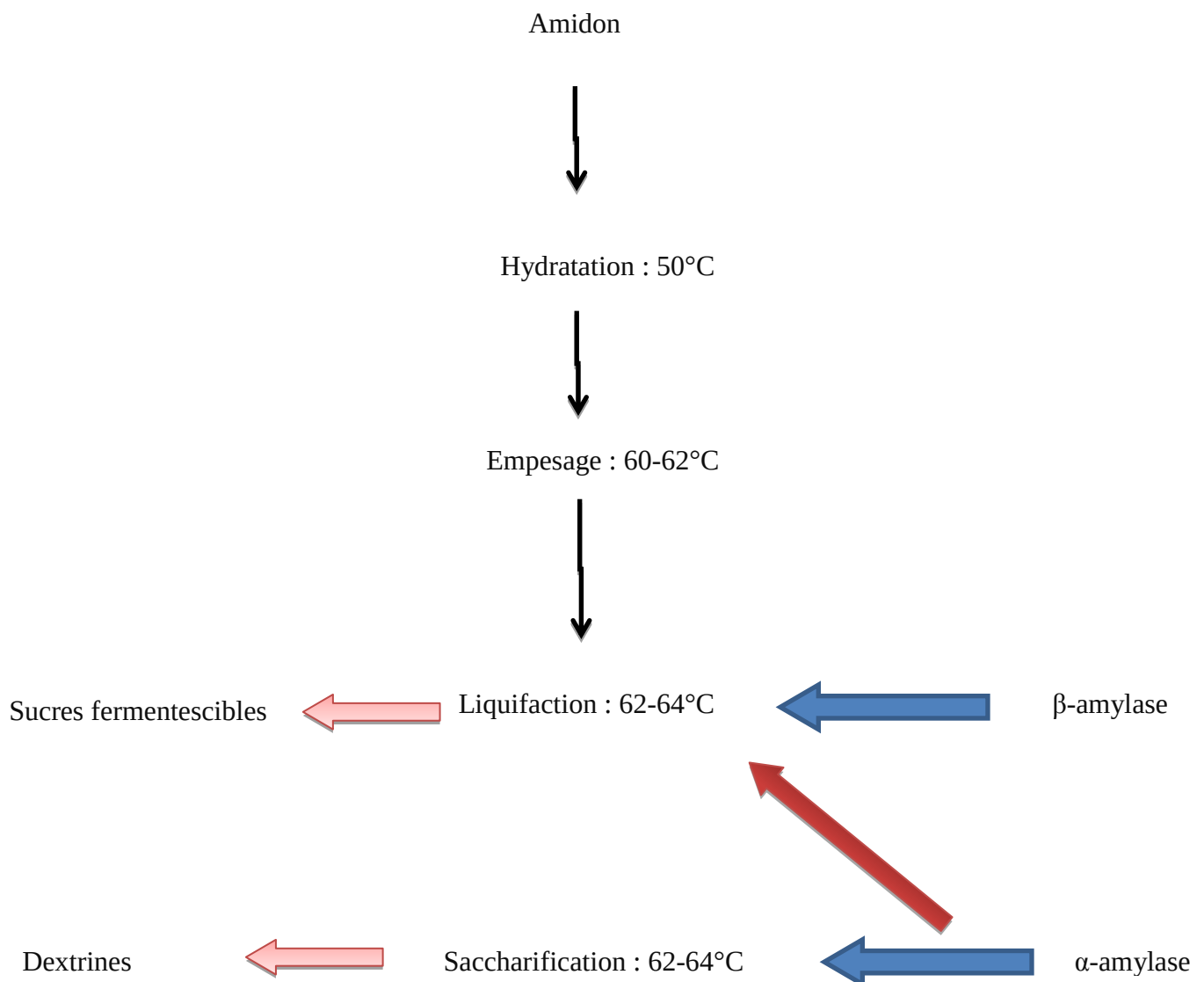


Figure 8 : processus de saccharification de l'amidon au cours du brassage (JEAN-CLAUDE COLIN, 1998) [9].

b. Les enzymes protéolytiques :

Bien que n'intervenant pondéralement que pour une faible part dans l'extrait du moût, les matières azotées ont une très grande importance car elles jouent un rôle primordial dans la nutrition de la levure, dans la tenue de la mousse, dans le moelleux de la bière et dans sa résistance aux troubles que provoquent, par exemple, le froid ou le vieillissement. Certaines protéines, solubles de

façon permanente, seront non seulement conservées, mais verront leur quantité augmentée au cours du brassage, soit par le choix de la température d'empâtage, soit par des stationnements à des températures favorables (relais d'albumine).

D'autres protéines solubles également mais coagulables par la chaleur, seront éliminées au cours de l'ébullition et formeront les troubles à chaud et à froid (CLAUDE BOURGEOIS, 1998) [1].

Tableau 5 : les conditions optimales de fonctionnement des enzymes protéolytiques (JEAN CHANDON, 2003) [8].

Enzymes protéolytiques	pH optimum	Température °C	
		Optimum	inactivation
Aminopeptidases	7.2	40-45	55
Carboxypeptidases	5.2-5.6	50	70
Dipeptidases	8.8	40-45	55
Endoprotéases	3.9-5.5	45-50	70

Les principales transformations ont lieu au niveau des composés glucidiques suivis par les composés protéiques. Les autres réactions sont représentées dans le tableau suivant (MOLL, 1991), [5].

Tableau 6 : les différentes réactions des substrats non glucidiques et protéiques.

Substrats	Actions	Produits formés	T° optimales
Phosphates organiques	Phosphatases	Phosphates primaires	50-55 °C
Lipides	Lipases	Acides gras Stérols Phospholipides	50 °C
Polyphénols	Actions enzymatiques et chimiques	Catéchines Prodelphinidines Proanthocyanes	—
Minéraux	Extraction	Cu, Zn, K, Ca, Mg, Na...	—

Technique de brassage à S.B.M :

Le brassage commence par ce qu'on appelle l'empâtage qui consiste à mélanger la mouture et l'eau chaude dans la cuve matière pour avoir une température de 58 °C.

En parallèle dans une autre cuve, on prépare l'amidon : mélange d'une quantité d'amidon de maïs avec de l'eau pour avoir une température de 52 °C. Ensuite l'amidon sera transféré vers une nouvelle cuve où il sera mélangé avec une quantité du produit d'empâtage (trempe) pour donner une température de 56 °C ; le mélange sera chauffé pendant 10 min à 72 °C, ensuite il passera par un autre pallier pendant 5 minutes à 100 °C. Après, on verse le mélange dans la cuve matière où il sera mélangé avec le reste de la préparation d'empâtage ; la température obtenue est de 68 °C, après 20 min à cette température, on chauffe le mélange à 76 °C pendant 10 min. A la fin, le mélange (maische) sera filtré.

Tableau 7 : la composition moyenne du moût après le brassage (DE CLERCK, 1980) [10].

Fructose	1.3%
Glucose	9.3-10.3%
Saccharose	2.4-6.5%
Maltose	41-52%
Maltotriose	12.3-13%
Maltotétrose	2.1-5.9%
Maltopentose	1.3%
Maltohexose	1.9%
Dextrine	11.5-23%

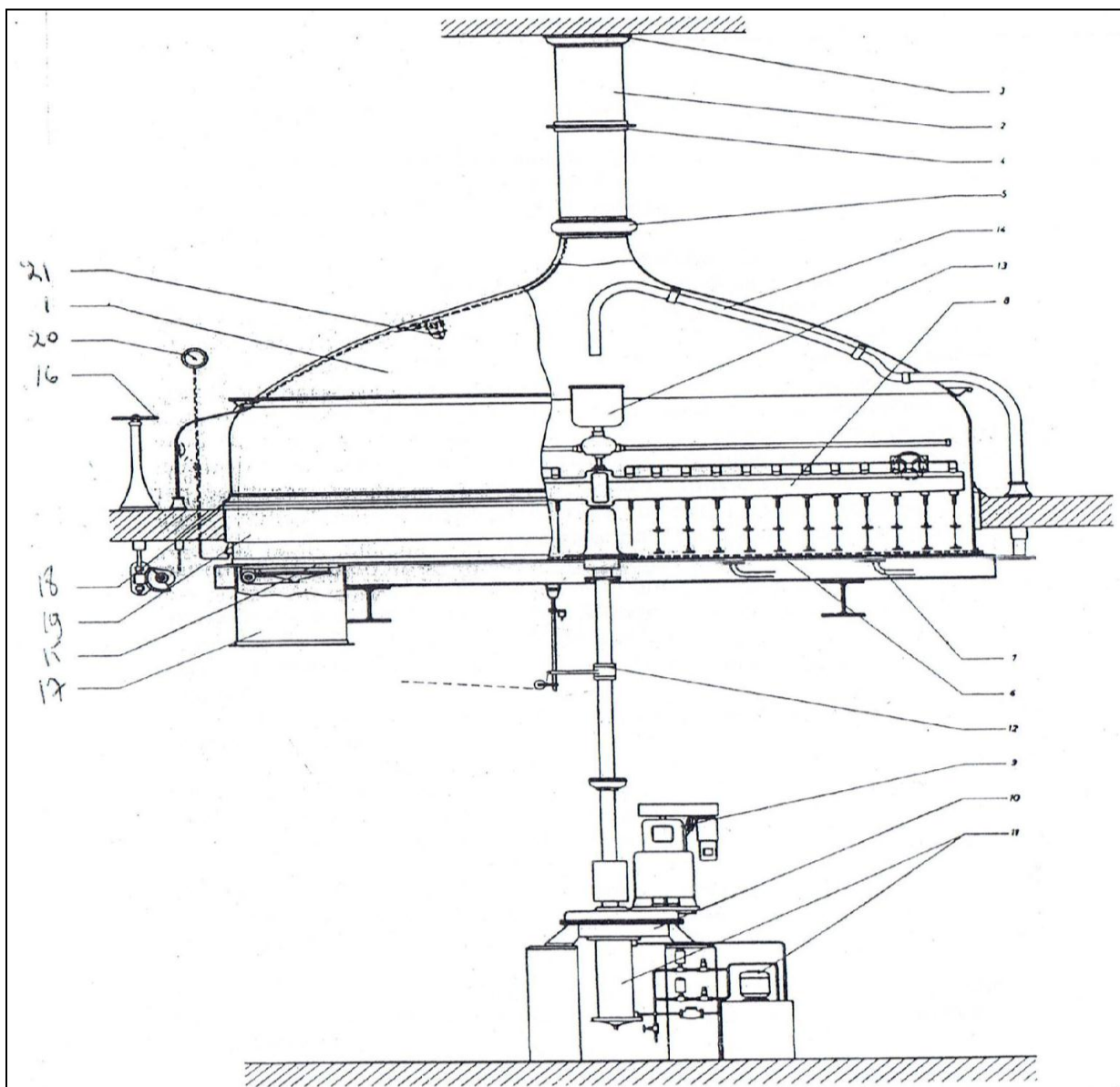
C. La filtration du moût :

Le but de la filtration est de séparer le bouillon liquide des écorces, que l'on épuise ensuite par lavage à l'eau chaude. Les écorces lavées (dont on a enlevé le sucre de malt restant après séparation du bouillon) constituent les drêches (JEAN SUNIER, 2006) [3].

Deux types de filtre peuvent être utilisés :

Cuve filtrante :

Il s'agit d'une cuve cylindrique munie d'un faux-fond, constituée par des plaques de bronze perforées reposant à une distance de 8 à 10 mm du fond. Le fond réel est perforé d'une certaine quantité de trous par lesquels le moût s'écoule jusqu'aux robinets de soutirage, placés au-dessus du reverdoir (cuvette). A l'intérieur de la cuve, un piocheur à drêches, sorte de râteau dont l'inclinaison est réglable et qui tourne autour de l'axe de la cuve, sert à décolmater la drêche et faciliter les lavages. Par réglage des dents, le piocheur de drêches est utilisé pour vider la cuve de son contenu de drêches, après épuisement de celle-ci. Enfin, des pulvérisateurs d'eau, de divers modèles, envoient l'eau chaude destinée au lavage de la drêche, après écoulement du premier bouillon (CLAUDE BOURGEOIS, 1998) [1].



Principe

- | | | |
|---|--|---|
| 1. Dôme de la cuve. | 9. Moteurs d'entraînement. | 15. Clapet pour l'évacuation des drêches. |
| 2. Canal d'évaporation des buées. | 10. Pignons (démultipliation). | 16. Commande du clapet. |
| 3. Rosette du plafond. | 11. Commande d'élévation des couteaux. | 17. Caisse à drêches. |
| 4. Bague de raccord. | 12. Indicateur de niveau. | 18. Bague entre la cuve et le sol. |
| 5. Sac d'eau. | 13. Croix écossaise pour lavage des drêches. | 19. Bague d'étanchéité. |
| 6. Double fond perforé. | 14. Entrée de l'eau de lavage. | 20. Thermomètre. |
| 7. Tuyaux de soutirage. | | 21. Eclairage interne. |
| 8. Organe de coupage des drêches et de dédrêchage (couteaux). | | |

Figure 9 : cuve filtrante pour salle de brassage standard (C.BOURGEOIS, 1998) [1].

Le filtre presse :

Le filtre presse ou filtre à moût est constitué par un bâti sur lequel alternent des cadres creux et des plaques cannelées, recouvertes de toiles. L'ensemble devient étanche par serrage du tout. Le filtre présente l'avantage sur la cuve de permettre un concassage plus fin. Le processus de filtration est semblable à celui de la cuve filtrante : passage du premier bouillon, puis lavage et épuisement de la drêche par eau chaude. Le retrait des drêches s'effectue par l'ouverture du filtre, la masse solide tombant alors dans une trémie munie d'un système d'évacuation. Contrairement à ce que l'on obtient avec la cuve filtrante, le premier bouillon s'écoule immédiatement clair des robinets du filtre. Pour obtenir une bonne filtration et surtout un rendement favorable par un lavage soigné de la drêche, la capacité du filtre doit être proportionnée au versement. Dans le filtre, la drêche ne sera pas serrée, mais les espaces vides seront également à éviter. Dans les deux cas, l'extraction de la drêche serait défectueuse. Le remplissage du filtre se fait rapidement, afin de répartir la drêche dans tous les cadres. Le travail de filtration par filtre dure généralement une heure de moins qu'avec la cuve filtrante. Il n'y a, en effet, pas besoin de laisser reposer la drêche et le lavage s'effectue plus rapidement (JEAN SUNIER, 2006) [3].

La solution obtenue après le brassage (maische) contient toutes les substances solubles et une partie insoluble (drêche). La qualité de la bière peut être affecté si :

- ↳ le moût et les eaux de fabrication ne sont pas claires.
- ↳ l'alcalinité de l'eau n'a pas été corrigé (éviter la dissolution des matières tanniques amères des enveloppes).
- ↳ l'eau de lavage atteint une température de 80 °C.
- ↳ la technique de filtration est mal faite.

D. La cuisson et le houblonnage :

Afin de retirer le maximum d'extrait, les lavages sont poussés de telle façon que le moût emplissant la chaudière à houblonner avant le début de l'ébullition ait une densité inférieure à la densité souhaitée ; l'un des rôles de la cuisson sera donc la concentration du moût, à ne pas trop prolonger car elle est génératrice de couleur car durant la cuisson, les résines du houblon se dissolvent partiellement dans le moût bouillant et y subissent des transformations qui sont à l'origine cette couleur (JEAN SUNIER, 2006) [3].

Outre la stérilisation, réalisée dès le premier quart d'heure d'ébullition, les autres rôles de la cuisson sont la destruction des enzymes qui ont fini de remplir leur rôle, la coagulation des matières azotées et l'extraction et l'isomérisation des résines du houblon. C'est pour obtenir le maximum de coagulation des protéines que le brasseur recherchera une ébullition intense et turbulente, ayant parfois recours à des sur cuiseurs, échangeurs tubulaires situés dans l'axe de la chaudière et souvent alimentés par une vapeur à pression plus élevée que celle du faux fond de la chaudière. Les matières azotées coagulées se présentent sous forme de flocons.

On appelle cassure ou tranché l'aspect présenté par ces matières azotées. Une belle cassure présentera de nombreux gros flocons flottant dans un liquide parfaitement brillant et se déposant peu à peu au fond du verre de prise d'échantillon.

Si le malt doit être considéré comme la matière première essentielle, le houblon peut être comparé au sel que l'on ajoute au potage. En effet, si la production d'1 hl de bière de densité moyenne nécessite 17 à 18 kg de malt, 150 à 200 g de houblon suffiront.

C'est l'isomérisation des résines qui requiert la plus grande durée d'ébullition. Un autre facteur influent est le pH (un pH élevé favorise l'isomérisation mais risque de donner une amertume vulgaire). Au pH normal du moût, voisin de 5,2\5,3, il faut compter une heure et demie d'ébullition pour obtenir l'isomérisation d'à peine plus de 50 % des résines amères du houblon (CLAUDE BOURGEOIS, 1998) [1].

1. Cuisson :

Le premier bouillon additionné des lavages constitue le moût de bière. Celui-ci, soumis à l'ébullition dans la chaudière à cuire, subit les transformations suivantes :

- ⊗ Stérilisation.
- ⊗ Concentration.
- ⊗ Dissolution des principes du houblon.
- ⊗ Début de floculation, appelée cassure (matière azotées agglomérées).
- ⊗ Destruction des diastases sous l'effet de la température.
- ⊗ Caramélisation.

L'ébullition dure en moyenne une à deux heures. Elle est produite par chauffage au moyen de vapeur, feu nu ou électricité. Afin d'activer l'évaporation et de rendre la cuisson tumultueuse, des surchauffeurs peuvent se placer à l'intérieur de la chaudière. Ils provoquent une surchauffe locale qui fait bouillir le moût plus violemment à un certain endroit, provoquant un mouvement ascendant du liquide. La cassure se forme par précipitation des matières azotées. Une bonne bière, fermentant bien et stable, dépend en grande partie d'une belle cassure. Celle-ci se caractérise par des flocons volumineux, un moût limpide et brillant. Une mauvaise cassure donne des flocons fins et un liquide louche. Le contrôle visuel de la cassure se fait en prélevant un petit verre du moût après avoir interrompu la cuisson.

2. Houblonnage :

Cette opération consiste à introduire dans le moût se trouvant en chaudière une certaine quantité de houblon. L'addition du houblon se fait en une ou plusieurs fois, à des moments divers selon le but recherché. La quantité de houblon utilisée varie de 120 à 150 grammes à l'hectolitre pour les bières brunes, jusqu'à 300-350 grammes/hectolitre et plus pour les bières blondes spéciales. De cette façon, les brunes conservent plutôt un arôme de malt.

Durant la cuisson, les résines du houblon se dissolvent partiellement dans le moût bouillant et y subissent des transformations qui sont à l'origine de l'amertume de la bière. Le houblon apporte, en outre, un pouvoir antiseptique dû aux résines. Le tanin contenu dans le houblon est, par contre, défavorable et indésirable pour la bière. Il s'élimine de lui-même, par combinaison avec les protéines du malt et se retrouve déposé et mêlé à la drêche ou au trouble. Les tanins du malt subissent le même sort. Le teig caractéristique est la fine couche collante que l'on observe à la surface de la drêche en particulier (JEAN SUNIER, 2006) [3].

3. Houblon :

a. Classification :

- ✦ Ordre des Urticales.
- ✦ Famille des Cannabinaceae.
- ✦ Deux genres : Cannabis et Humulus.
- ✦ Trois espèces : *H.Lupulus*, *H.japonicus*, *H.scandens*.

Remarque : Dans la brasserie d'autres variétés de plantes autres que celle citée ci-dessus sont utilisées (Goetz P., 2007) [11].

b. Composition chimique :

Résine :

Mélange complexe de dérivés cétoniques :

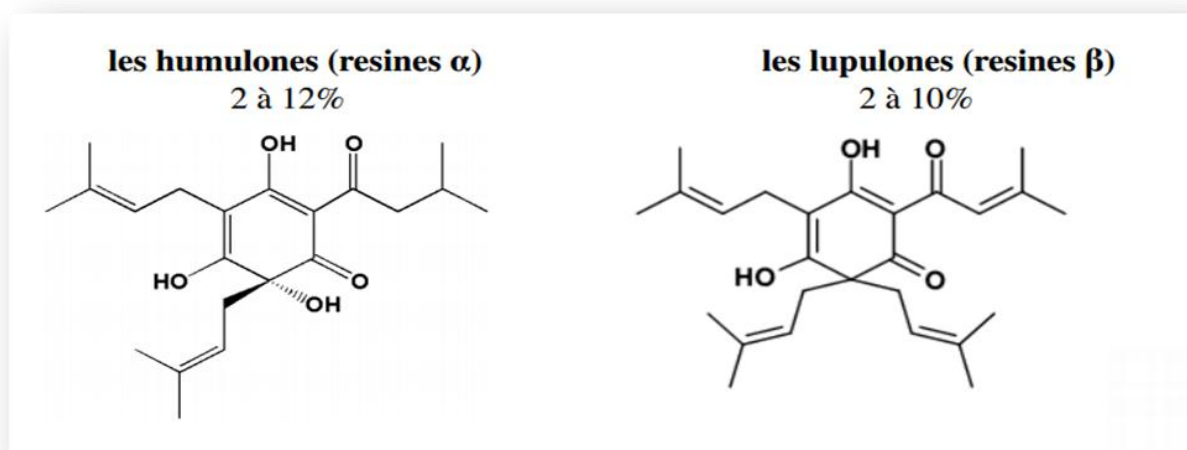


Figure 10 : les huiles essentielles (type et teneur) dans le houblon (Backelandt S., 2004) [12].

Polyphénols :

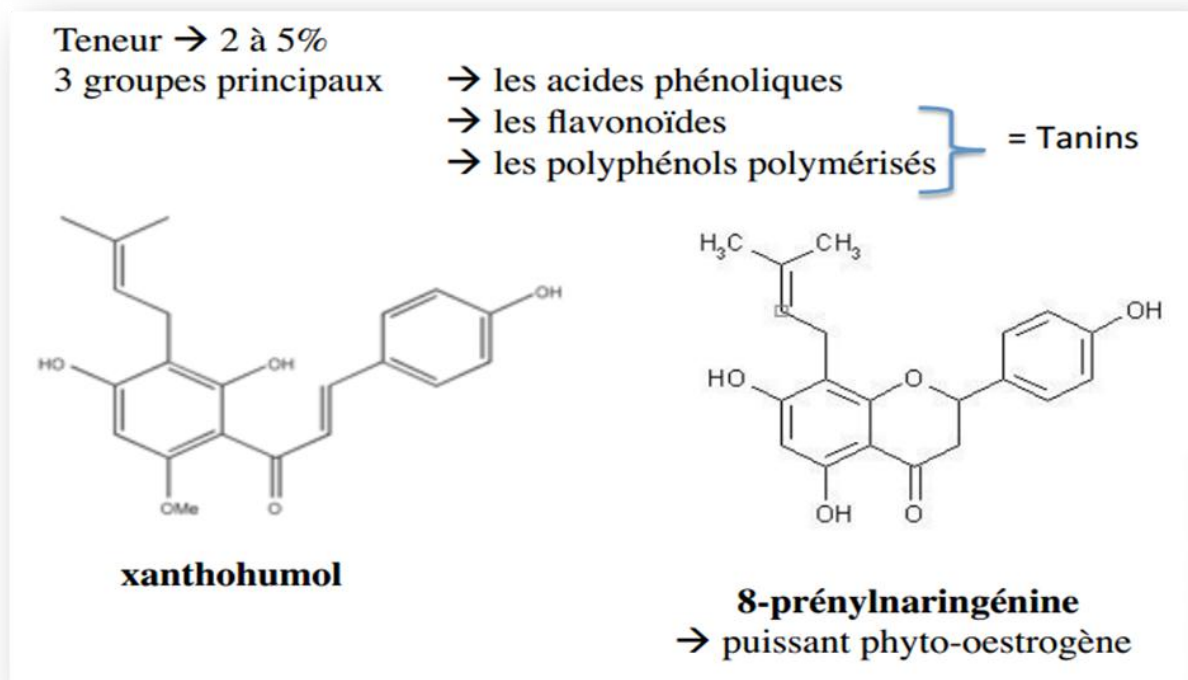


Figure 11 : polyphénols dans le houblon (Backelandt S., 2004) [12].

II- Description du concasseur :

Un moulin à malt est constitué d'une ou plusieurs paires de cylindres et de jeux de tamis permettant de broyer plus fin les gros et moyens gruaux tout en ménageant les enveloppes et en laissant passer les farines fines souvent obtenues dès le premier passage par éclatement du grain très sec. Les cylindres peuvent être lisses ou cannelés.

En sortie de moulin, les principaux composants se présentent séparés afin de faciliter le contrôle. Ils se retrouvent bien entendu mélangés dans la caisse à farine ou trémie à mouture. Les moulins les plus répandus sont les moulins à trois passages, ceux-ci étant réalisés avec 5 ou 6 cylindres (CLAUDE BOURGEOIS, 1998) [1].

Il existe également des concasseurs à quatre rouleaux (deux passages) et des concasseurs à deux rouleaux (un passage) pour les malts spéciaux (colorants). Des installations de concassage plus

compliquées, composées de plusieurs moulins avec triage intermédiaires, ont l'avantage de donner une mouture fine tout en respectant les écorces, ce qui facilite la filtration du moût.

Un type de concasseur à deux rouleaux permet le traitement d'un malt humide. Ce système a pour but essentiel une protection intégrale des enveloppes du grain. Avant concassage, le malt est humidifié à l'eau plus ou moins chaude. Au passage entre les cylindres, les grains sont simplement écrasés, sans être broyés. Ce système demande un nettoyage régulier de l'installation de concassage et ne se répand que très peu (JEAN SUNIER, 2006) [3].

Les types de concasseurs les plus répandus sont :

- Moulin à 6 rouleaux et 2 tamis :

La répartition des 6 rouleaux du moulin est présentée dans le schéma ci-dessous :

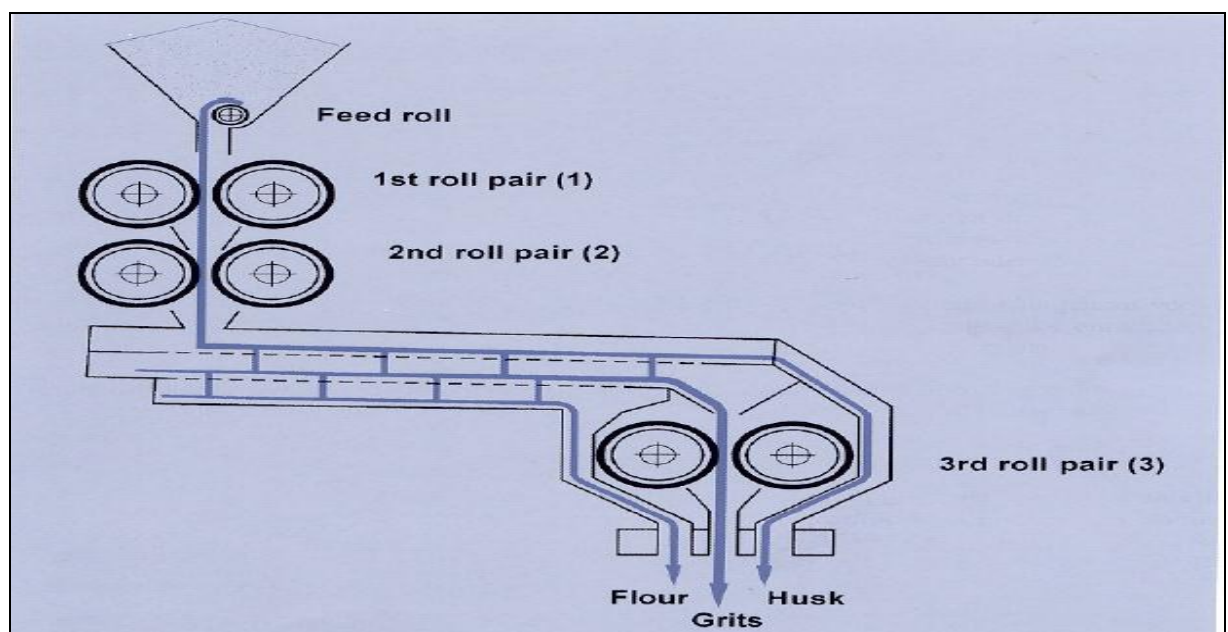


Figure 12 : schéma d'un moulin à 6 rouleaux et 2 tamis (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

- Moulin à 6 rouleaux et 3 tamis :

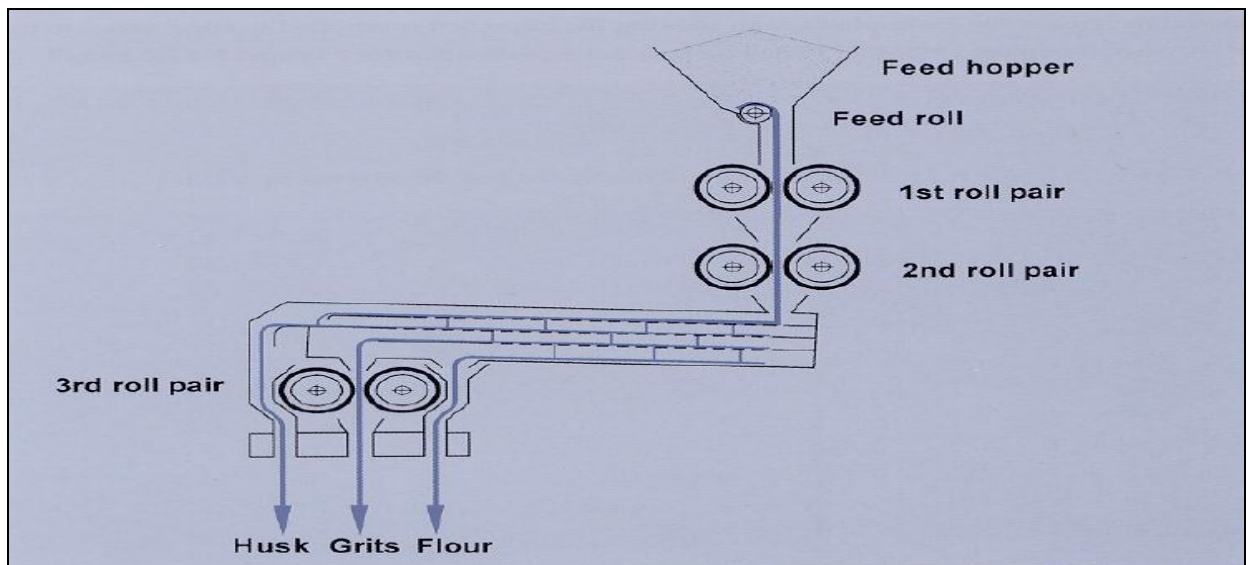


Figure 13 : schéma d'un moulin à 6 rouleaux et 3 tamis (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

- Moulin à 6 rouleaux :

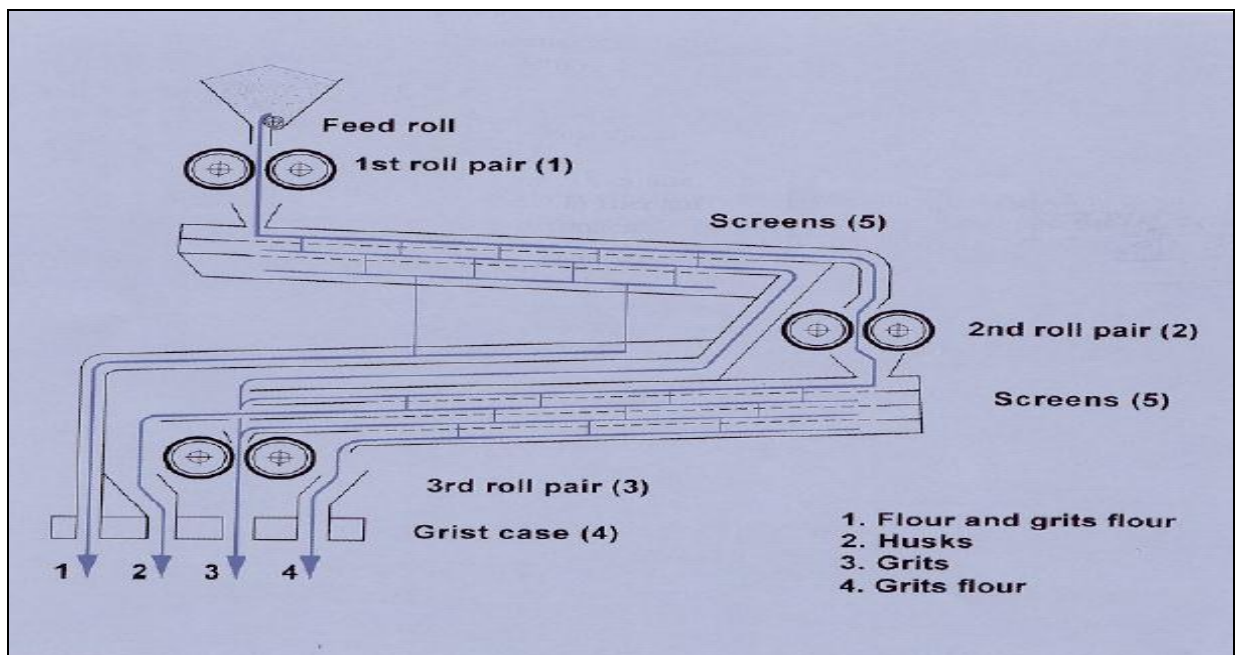


Figure 14 : schéma d'un moulin à 6 rouleaux (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

➤ Moulin à 5 rouleaux :

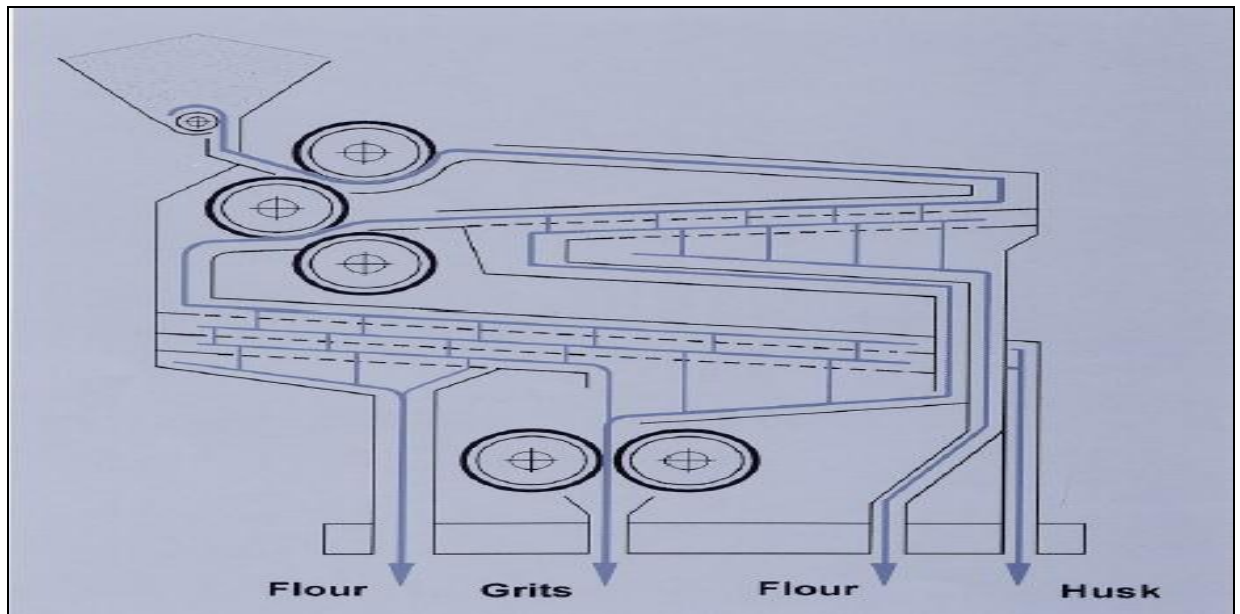


Figure 15 : schéma d'un moulin à 5 rouleaux (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

➤ Moulin à 4 rouleaux :

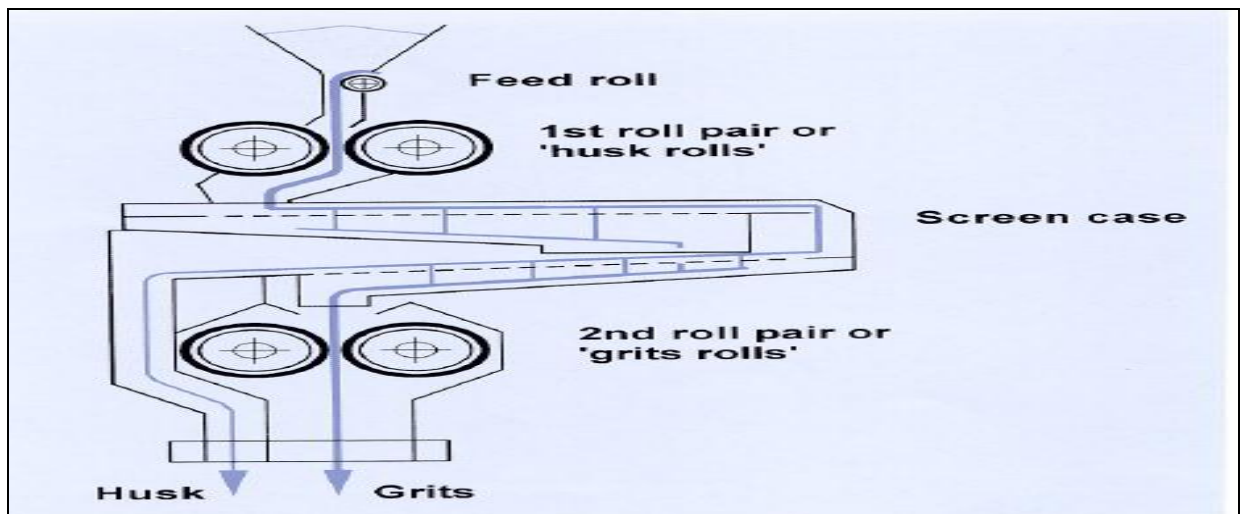


Figure 16 : schéma d'un moulin à 4 rouleaux (WOLFGANG KUNZ, 1998) [6].

➤ Moulin à 3 rouleaux :

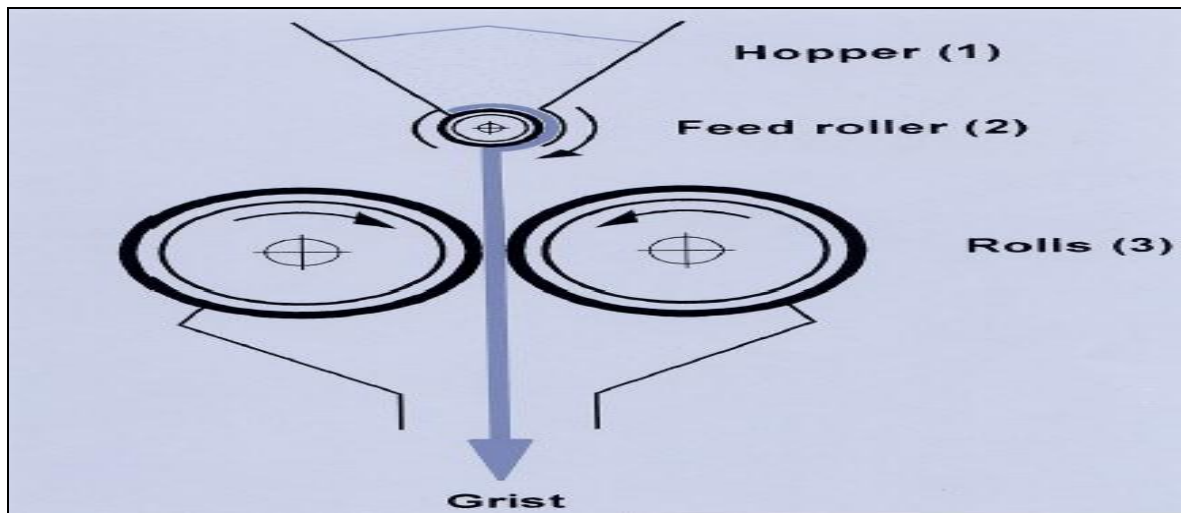


Figure 17 : schéma d'un moulin à 3 rouleaux (WOLFGANG KUNZ, 1999) [6].

III- Notions sur les plans d'expériences :

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles (GOUPY JACQUES, 2001) [13]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y , et des variables, x_i .

Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

$$Y = f(x_i)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse (BOX GEORGE, 2005) [14]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur.

1. Historique :

Réaliser des expériences afin d'étudier et de comprendre un phénomène est une démarche qui remonte à la nuit du temps. Dès le moyen-âge Nicolas Oresme (1325-1382) aborde cette question

dans ses écrits. Inspirateur de Descartes et Leibnitz, Francis Bacon est un des précurseurs de la méthode expérimentale. En 1627 il fait, par exemple, macérer des grains de blé neufs concoctions différentes afin d'étudier leur effet sur la rapidité de germination. Arthur Young (1746-1820), cherche ensuite à systématiser le procédé et aborde la notion de retabilité des expériences afin de prendre en compte leur variabilité. Ses travaux concernent surtout l'agronomie et la mise en oeuvre de méthodes modernes de culture, basées plus sur l'expérimentation que sur les préjugés ou l'habitude. Citons aussi les travaux de Cretté de Palluel (1741-1798) qui publie en 1788 un mémoire sur les avantages et l'économie que procurent les racines employées à l'engrais des moutons à l'étable. L'auteur propose un protocole expérimental destiné à comparer les mérites des pommes de terre, des turneps, de la betterave et de la chicorée dans l'engrais des moutons de l'étable. C'est ensuite principalement au 19^{ème} siècle que les méthodes expérimentales se démocratisent. Citons à titre d'exemple les expériences médicales menées par Claude Bernard (1813-1878) ainsi que son ouvrage : « Principe de médecine expérimentale ».

Les méthodes rigoureuses d'expérimentation, basées sur l'utilisation des plans d'expérience, sont dues aux travaux de Sir Ronald Fischer (1890-1962). Ce brillant mathématicien, très productif dans le domaine de la statistique, a été amené à s'intéresser aux techniques d'expérimentation suite à son emploi, en 1919. Il cherche alors à augmenter les rendements agricoles en combinant divers types d'engrais, de variétés végétales, de méthodes de cultures, de types de sols, etc... Face à l'impossibilité de réaliser la totalité des expériences ceci l'amène à proposer des configurations expérimentales basées sur des modèles statistiques rigoureux (tels que les carés latins). Ceci constitue le point de départ de la méthode théorique des plans d'expérience.

Divers chercheurs ont par la suite marché dans les traces de Fischer afin de promouvoir et développer l'utilisation des techniques de planification expérimentales dans d'autres domaines que l'agronomie. Dès les années 50 les travaux de Box et de ses collaborateurs (principalement sur les surfaces de réponse) ont entraîné bon nombre d'application pratiques. Mais ce sont certainement les travaux de G.Taguchi qui ont permis une vaste diffusion des plans d'expérience, notamment dans le milieu industriel. Ses idées ont été mises en oeuvre dans bon nombre d'industries japonaises dès les années 70. De nombreux chercheurs contemporains ont continué le développement de cette branche de la Statistique dans des voies diverses et variées (TINSSON, 2010) [15].

2. Notion de facteur :

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

- ✎ Les facteurs contrôlables qui dépendent directement du choix du technicien (pression, température, matériau...).
- ✎ Les facteurs non contrôlables qui varient indépendamment du choix du technicien (conditions climatiques, environnement d'utilisation....).
- ✎ Les facteurs d'entrée dont on cherche à analyser une influence (matière première, vitesse d'agitation, température, rendement,...).

Les facteurs étudiés dans un plan d'expériences sont bien entendu les facteurs d'entrée (POIRIER JACQUES, 1993) [16].

3. Etapes d'une étude par plans d'expériences :

a. Détermination de la réponse et des facteurs d'étude :

L'étude doit avant tout avoir un but précis : minimiser un coût de fabrication, chercher les paramètres influents,...

A ce niveau, il est important de rassembler l'ensemble des personnes ayant à titre divers une connaissance du sujet : l'ingénieur de production, le responsable du laboratoire d'analyses, le technicien en charge de la fabrication, l'opérateur de fabrication... Tous peuvent fournir une information essentielle pour les questions suivantes :

- ⊙ Choix de la réponse la plus judicieuse.
- ⊙ Moyens de mesure adaptés.
- ⊙ Facteurs potentiellement influents.
- ⊙ Choix du domaine d'étude de ces facteurs.
- ⊙ Eventuelles interactions à rechercher.
- ⊙ Contrôle des facteurs non étudiés.

La connaissance du sujet acquise auparavant dans l'entreprise peut rendre de grands services à cette étape. Le résultat final peut avoir des conséquences catastrophiques pour l'entreprise si un facteur oublié se trouve être un facteur d'influence.

Une difficulté importante est la détermination du domaine d'étude. Le domaine de variation des facteurs doit permettre de couvrir le domaine réel d'utilisation des facteurs....mais pas plus. Il est ainsi inutile d'avoir des informations pour une substance à une concentration qu'elle ne doit pas atteindre à cause de contraintes environnementales.

Ainsi le domaine ne doit pas être large...mais non plus étroit si on cherche à déterminer une influence possible. Dans ce dernier cas des limites trop étroites risquent de noyer une influence dans le bruit de l'erreur aléatoire due aux incertitudes de mesure.

b. Choix d'un modèle :

Les plans d'expériences dits factoriels utilisent tous le modèle mathématique suivant qui relie la réponse y aux facteurs $x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_n$. Ce modèle théorique est postulé a priori. Il s'agit d'un modèle polynomial.

$$y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + \dots + a_n \cdot x_n + \sum_{i,j=1}^n \sum_{j \neq i} a_{ij} \cdot x_i \cdot x_j + \sum_{i,j,k=1}^n \sum_{i \neq j \neq k} a_{ijk} \cdot x_i \cdot x_j \cdot x_k + \dots$$

Où $a_0, a_1, \dots$ Sont les coefficients du polynôme.

Les termes produits de type par exemple $a_{ij} \cdot x_i \cdot x_j$ correspondent aux interactions.

Pour un plan factoriel à trois facteurs x_1, x_2 et x_3 on obtient :

$$y = a_0 + a_1 \cdot x_1 + a_2 \cdot x_2 + a_3 \cdot x_3 + a_{12} \cdot x_1 \cdot x_2 + a_{13} \cdot x_1 \cdot x_3 + a_{23} \cdot x_2 \cdot x_3 + a_{123} \cdot x_1 \cdot x_2 \cdot x_3$$

c. Choix des expériences à réaliser :

La méthode des plans d'expérience peut être sommairement comparée à la méthodologie traditionnelle dite de « variation facteur par facteur ».

Pour étudier l'influence de deux facteurs sur une réponse, on peut adopter deux stratégies expérimentales pour la conception des essais.

Selon la méthode traditionnelle, on bloque un facteur au centre du domaine de variation et on fait varier l'autre facteur aux deux extrémités de son domaine.

La méthode des plans d'expériences consistera à réaliser 4 essais aux extrémités du domaine expérimental. Dans cette deuxième stratégie toutes les mesures sont utilisées pour le calcul d'un effet. On comprend donc que la précision obtenue sera supérieure avec la méthode de plans d'expériences. Un autre avantage de la méthode des plans réside dans un nombre beaucoup plus faible d'expériences à réaliser que dans la méthode traditionnelle quand le nombre de facteur augmente.

Il reste néanmoins à connaître la méthode générale pour trouver les « bonnes » expériences à réaliser. La méthode dépend du modèle mathématique choisi.

d. Réalisation des essais :

Un soin tout particulier doit être apporté à l'exécution des essais. Si on ne réalise pas personnellement les essais, il faut notamment vérifier que les facteurs contrôlables mais non étudiés soient bien fixés à des valeurs précises. De même si un des facteurs étudiés est un composé chimique, il est bien préférable de ne pas avoir à changer de lot de matière première durant l'ensemble de l'expérimentation.

e. Interprétation des résultats des essais :

Comme première approche, le plan d'expérience peut être conçu comme un moyen de savoir quels sont les facteurs ou les interactions qui ont une influence statistiquement significative sur la réponse étudiée. L'exploitation des résultats expérimentaux est souvent assez rapide surtout avec un

logiciel. Le principe de l'exploitation est simple : il consiste à calculer les coefficients du modèle polynomial ; plus la valeur absolue du coefficient est élevée, plus le terme correspondant (facteur simple ou interaction) sera influent sur la réponse étudiée.

La difficulté est plutôt de pouvoir distinguer une véritable influence et le rôle de l'incertitude entachant inévitablement toute mesure.

En conclusion de l'étude on fournit la liste des facteurs influents la plupart du temps l'expression du modèle en ne retenant que les coefficients jugés statistiquement significatifs.

Il est bon de signaler que le modèle obtenu ne peut être utilisé qu'à l'intérieur du domaine d'étude (d'où l'utilité d'une étude préalable correcte) : toute extrapolation est très risquée car elle pourrait apporter des résultats bien différents de ceux attendus. On ne signalera jamais assez que le modèle fourni n'a pas de signification physique et ne saurait être assimilé à une loi physique.

Une dernière étape obligatoire avant l'utilisation du modèle en production sera de tester par une expérience au centre du domaine expérimental si la valeur prédite par le modèle est proche de la valeur expérimentale (PHILIPES TRIBOULET, 2008) [17].

CHAPITRE 3 : OPTIMISATION DE LA MOUTURE

1-Matériel et Méthodes :

➤ Plansichter de Pfungstadt :

On a vu dans le chapitre précédent que le réglage du moulin a une grande importance sur les opérations du brassage et le rendement d'où la nécessité d'un contrôle de la mouture. En effet le contrôle de la mouture se fait par passage de celle-ci au travers de tamis superposés, de mailles différentes. Le système utilisé au sein de la S.B.M est le plansichter de Pfungstadt, composé de cinq tamis. Les deux premiers retiennent les enveloppes, le troisième retient les gros gruaux, alors que le suivant arrête les gruaux fins ; enfin le dernier retient la farine et laisse passer la poussière de farine qui est reçue dans le fond de l'appareil.



Photo 1 : appareil de mesure de la finesse de la mouture

➤ Nemrodw :

Ce logiciel dédié exclusivement aux plans d'expériences permet la construction des matrices d'expériences dites « classiques » ou « à la carte », spécifiques du type d'objectif poursuivi : dans ce cas il s'agit d'une étude dans un domaine expérimental (surfaces de réponses).

2-Choix des facteurs :

Les facteurs qui influencent la mouture d'après d'autres études faite au niveau de la société sont (JEAN SUNIER, 2006) [3] :

- ⊕ Type de concasseur : nombre de passage, taille des cylindres, etc.
- ⊕ Réglage du concasseur : vitesse.
- ⊕ Humidité du malt.
- ⊕ Désagrégation du malt.
- ⊕ Nature des enveloppes.

Le concasseur a deux points de réglage : le premier contrôle uniquement le pourcentage des écorces tandis que le deuxième contrôle à la fois le pourcentage des gruaux et de la farine. Les facteurs contrôlables sont donc au nombre de deux : les écorces et les gruaux + farine (les autres facteurs sont incontrôlables et constituent donc des facteurs bruits).

Tableau 8 : les facteurs étudiés dans le plan d'expérience

	Facteurs	Centre	Pas de variation
X_1	Ecorces	13	0.05
X_2	Gruaux + Farine	36.25	0.02

Lorsque la première phase du brassage est terminée et que l'on dispose en cuve matière d'une salade saccharifiée, d'après les méthodes classiques, il convient d'effectuer une séparation du liquide et de la drêche. Cette opération s'obtient par la cuve filtrante ou le filtre-presse. La finesse de la mouture est choisie en fonction de la nature du filtre : une mouture grossière est nécessaire à la cuve filtre, le filtre-presse s'accommode de moutures plus fines. En effet on a pris en compte lors du choix des valeurs correspondantes au deux facteurs la nature du système de filtration utilisé dans la société (filtre-presse).

La formulation du problème peut être présentée de la manière suivante :

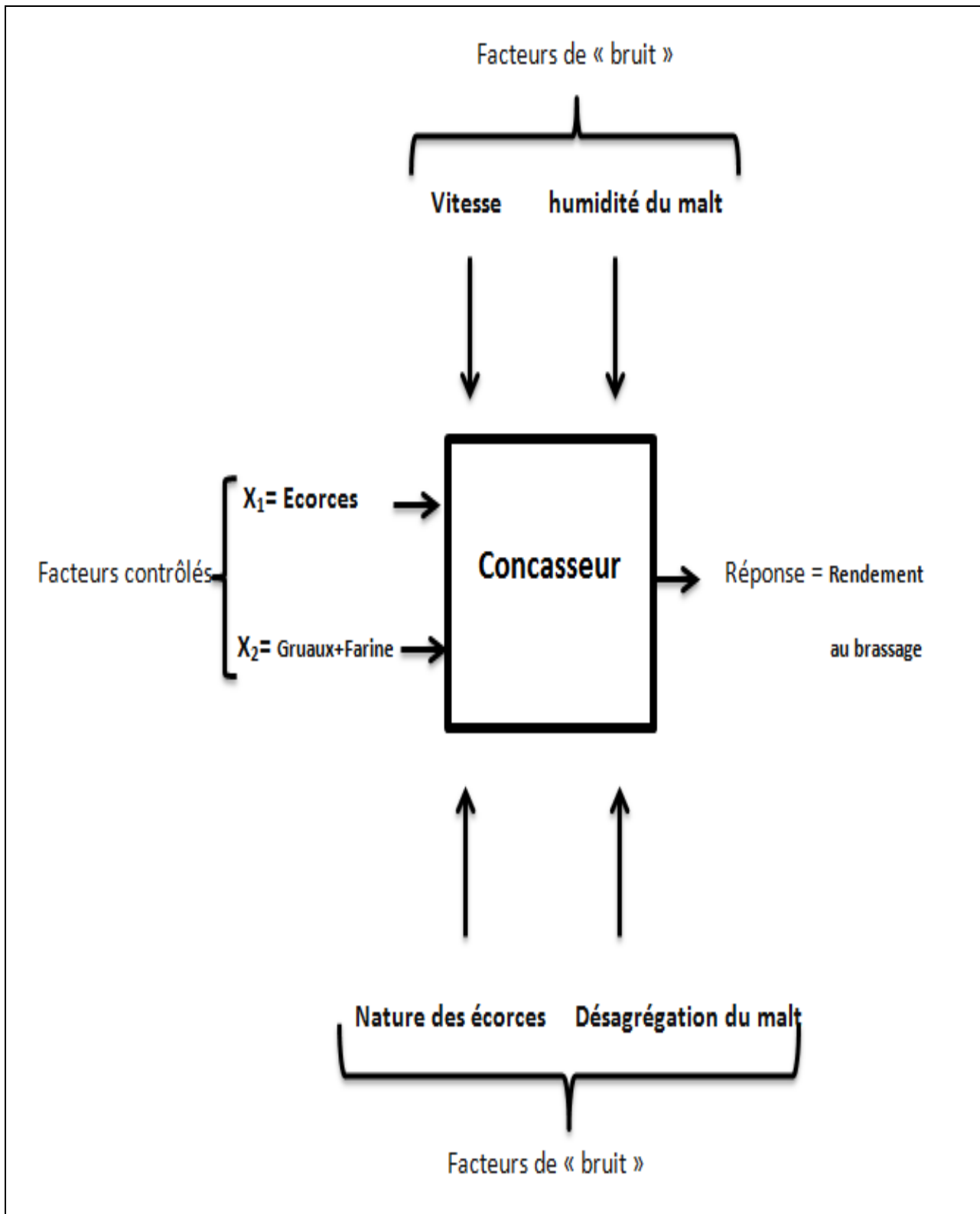


Figure 18 : Schéma représentatif des éléments du problème

3-Choix du plan d'expérience :

Vu la nature et les caractéristiques des facteurs étudiés, notre choix s'est porté sur un plan de surfaces ou encore un plan de second degré (plan composite). Pour deux facteurs, on a :

$$y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_{12}X_1X_2 + a_{11}X_1^2 + a_{22}X_2^2$$

Un plan composite est constitué de trois parties :

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

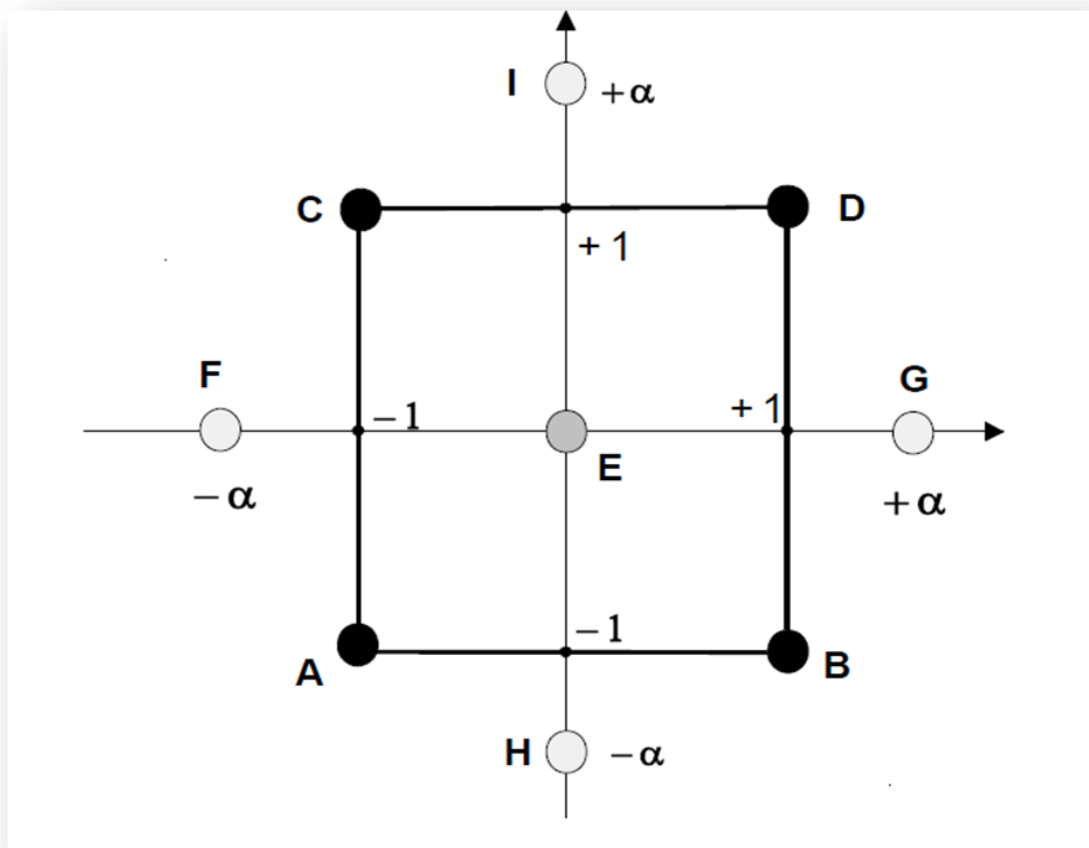


Figure 19 : plan composite pour deux facteurs

Les points A, B, C et D sont les points expérimentaux d'un plan 2^2 . Le point E est le point central. Ce point peut avoir été répliqué une ou plusieurs fois. Les points F, G, H et I sont les points axiaux. Ces quatre derniers points forment ce que l'on appelle le plan en étoile. On a réalisé 9 essais et 6 coefficients devaient être déterminés. Il fallait donc résoudre un système de 9 équations à 6 inconnues.

Les coordonnées des points en étoile dépendent du critère d'optimalité choisi. En général, on retient le critère de presque orthogonalité ou le critère d'isovariance par rotation.

4-Matrice d'expériences et réalisation des essais :

La réalisation des essais doit se faire en respectant les conditions expérimentales :

- ⊕ Les facteurs doivent être bien aux niveaux préconisés.
- ⊕ La réponse doit être donnée avec la plus grande précision.
- ⊕ Les mesures doivent être réalisées de préférence par le même expérimentateur en cas de répétitions.
- ⊕ Traitements statistiques : le choix du logiciel ainsi que sa maîtrise sont très déterminants pour la précision et l'interprétation des résultats statistiques.

Après établissement du plan d'expériences, on a commencé la réalisation des essais dans l'ordre et on a noté le pourcentage du rendement obtenu pour chaque expérience.

Le tableau suivant regroupe tous les essais effectués ainsi que la réponse correspondante à chaque essai obtenu par traitement des données par le logiciel Nemrodw :

Tableau 9 : matrice d'expériences avec les résultats obtenus

N°Exp	Rand	Ecorces	Gruaux + Far	rendement
		Unité1	Unité2	%
1		12.9500	36.2300	74.80
2		13.0500	36.2300	74.92
3		12.9500	36.2700	75.12
4		13.0500	36.2700	75.36
5		12.9500	36.2500	75.85
6		13.0500	36.2500	75.72
7		13.0000	36.2300	75.24
8		13.0000	36.2700	76.32
9		13.0000	36.2500	75.72

5-Traitement des résultats obtenus :

Une fois les essais prévus réalisés, venait l'étape la plus importante qui consistait à traiter les résultats et tirer le maximum d'informations qui nous ont facilité l'opération de détection du réglage correspondant au rendement le plus élevé (sujet du stage).

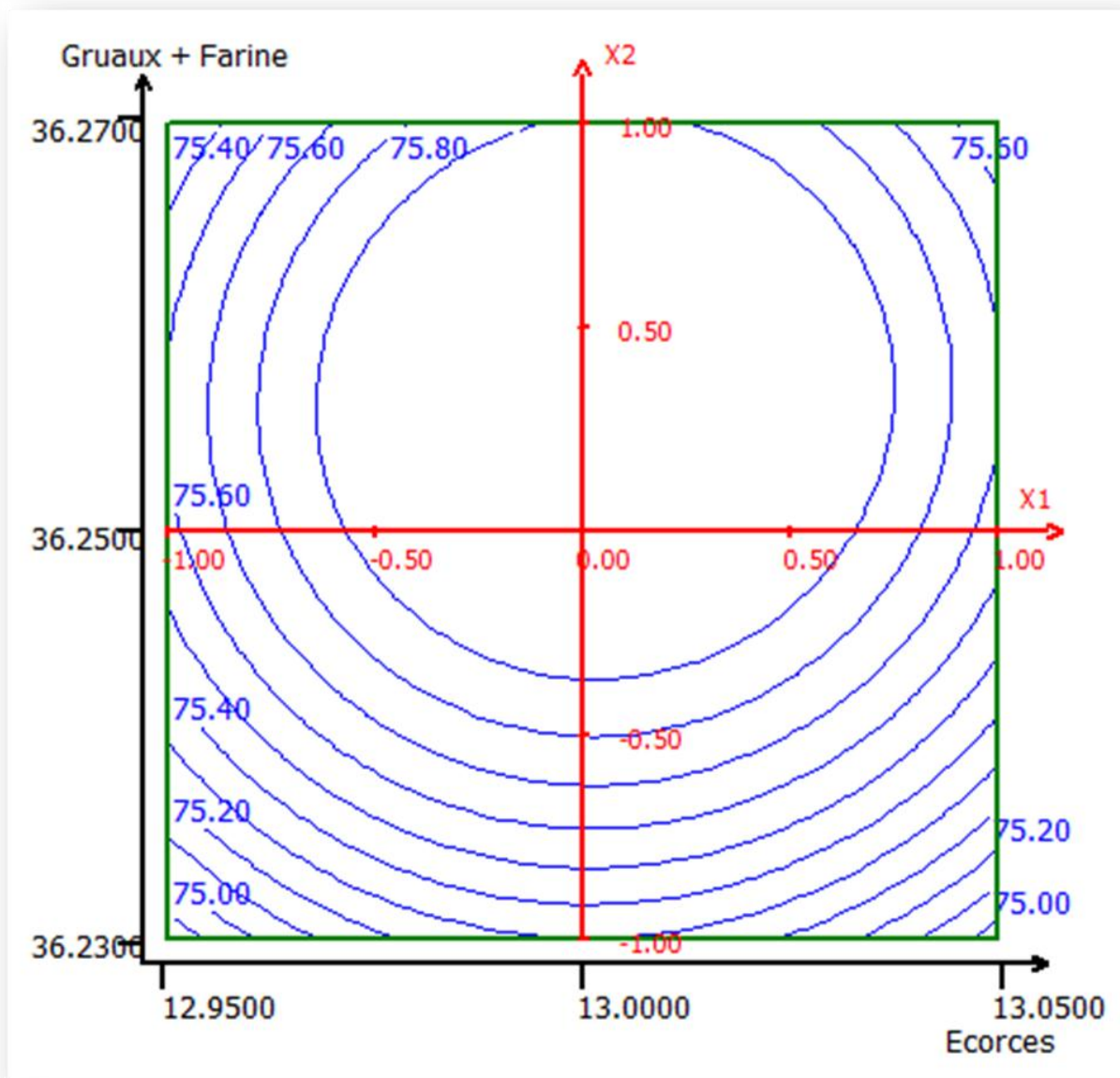


Figure 20 : représentation graphique en 2 dimensions de la surface de réponse obtenue.

Commentaire :

Le modèle choisi permet de tracer la surface de réponse correspondante (figure 2). On constate que l'objectif d'un rendement supérieur à 75% peut être atteint dans le domaine d'étude. Il suffit de choisir le pourcentage des écorces et le pourcentage des gruaux+farine qui, ensemble, donnent une réponse se situant au-delà de la ligne de niveau 75.20%. Pour une valeur du rendement 75.90%, il suffit de choisir les réglages correspondants à cette ligne :

12.96% < % Ecorces < 13.02%

36.24% < % Gruaux + Farine < 36.27%

Conclusion de l'étude :

Le réglage du moulin a été effectué de telle manière à avoir les valeurs suivantes :

% Ecorces = 12.99%

% Gruaux + Farine = 36.26%

6-Etude comparative :

Pour pouvoir conclure à propos de l'efficacité du nouveau réglage, il est nécessaire de faire une étude comparative tenant en compte le rendement obtenu avec l'ancien réglage. C'est pour cette raison que deux suivis ont été réalisés :

- ◆ Le premier suivi fournit les résultats du rendement au brassage en gardant l'ancien réglage du moulin.
- ◆ Le deuxième suivi donne les valeurs du même rendement correspondant au nouveau réglage du moulin.

a. Suivi avec l'ancien réglage :

L'opération du brassage se termine avec le remplissage de la cuve de fermentation (peut contenir jusqu'à 6 brassins). Un échantillon de mouture correspondant à chaque fois au premier brassin est pris à partir du concasseur : opération faite durant une période de 3 mois. Le passage de l'échantillon de mouture à travers les tamis superposés du Plansichter de pfungstadt donne les résultats présentés dans les tableaux suivants :

Tableau 10 : composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 14.02.2015 n°16			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	18.2	70.9 %
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.7	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.1	
Fond	farine	23.8	

Tableau 11 : composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 21.02.2015 n°34			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	18.2	69.71 %
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.9	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.0	
Fond	farine	23.7	

Tableau 12 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 29.02.2015 spéciale n°56			Brassin
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	18.3	69.0%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.9	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.0	
Fond	farine	23.6	

Tableau 13 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 06.03.2015 n°83			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	18.0	70.24%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.6	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.4	
Fond	farine	23.9	

Tableau 14 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 19.03.2015 n°112			Brassin sp
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	18.3	70.58 %
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.3	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.1	
Fond	farine	24.2	

Tableau 15: la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 25.03.2015 n°122			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	16.9	68.75%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	22.1	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	30.1	
Fond	farine	20.7	

Tableau 16 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant.

Le 04.04.2015 n°133			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	17.7	70.19%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	23.5	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.9	
Fond	farine	23.8	

Tableau 17 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant.

Le 12.04.2015 n°152			Brassin sp
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	17.9	67.72%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	22.4	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	34.5	
Fond	farine	25.0	

Tableau 18 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant.

Le 19.04.2015 n°176			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	17.5	69.13%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	22.2	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	35.1	
Fond	farine	25.0	

Tableau 19: la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant.

Le 24.04.2015 n°187			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	17.0	70.04%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	24.3	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	32.5	
Fond	farine	26.0	

Afin de faciliter la lecture des données, les tableaux ci-dessus peuvent être représentés sous forme graphique de la manière suivante :

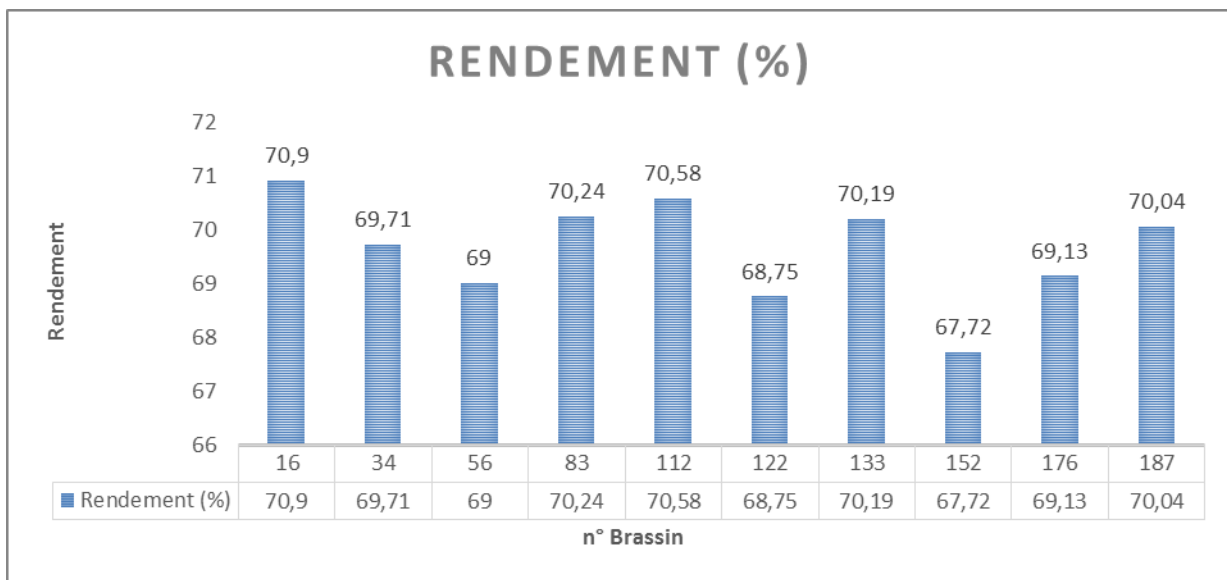


Figure 21 : représentation graphique du rendement en fonction des brassins (ancien réglage)

Commentaire :

Selon le graphe ci-dessus on remarque que :

- ➡ Le rendement varie d'un brassin à un autre autrement dit en fonction de la composition de la mouture.
- ➡ Les valeurs du rendement oscillent entre 67.72% et 70.9%.

b. Suivi avec le nouveau réglage :

Après l'établissement du nouveau réglage, on a effectué un suivi durant 2 semaines du rendement en respectant les mêmes conditions d'échantillonnage et on a obtenu les résultats suivants :

Tableau 20 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant.

Le 11.05.2015 n°203			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	12.99	75.73%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.22	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.26	
Fond	farine	14.52	

Tableau 21 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 11.05.2015 n°203			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	12.97	75.88%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.22	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.26	
Fond	farine	14.55	

Tableau 22 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 11.05.2015 n°208			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	13.0	75.79%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.30	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.23	
Fond	farine	14.47	

Tableau 23 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 11.05.2015 n°208			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	13.01	75.80%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.25	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.23	
Fond	farine	14.49	

Tableau 24 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 12.05.2015 n°208			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	13.02	75.91%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.33	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.29	
Fond	farine	14.48	

Tableau 25 : la composition de la mouture et le rendement du brassage correspondant

Le 11.05.2015 n°208			Brassin stork
Echantillon de mouture			
Tamis	Désignation	Le pourcentage	Le rendement
Tamis n°1 (1.25mm)	Ecorces	13.01	75.86%
Tamis n°2 (1.00mm)			
Tamis n°3 (560 Mic)	Gros gruaux	36.24	
Tamis n°4 (250 Mic)	Fine gruaux	36.28	
Fond	farine	14.47	

Les rendements correspondants aux six brassins effectués avec le nouveau réglage sont présentés dans le graphe suivant :

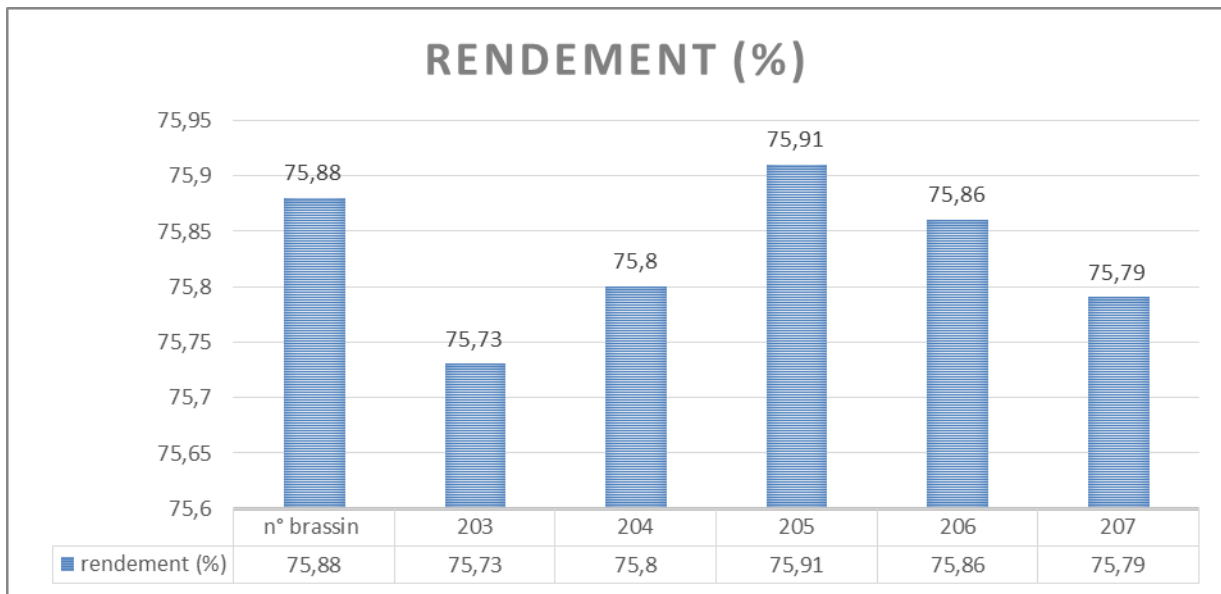


Figure 22 : représentation graphique du rendement en fonction des brassins

Commentaire :

Le graphe ci- dessus atteste que le nouveau réglage permet d’avoir un rendement supérieur pouvant atteindre les 75% conformément aux résultats obtenus par le plan d’expérience.

Conclusion :

On peut conclure d’après cette étude comparative que les nouveaux pourcentages que présente la composition de la mouture donnent une augmentation du rendement d’environ 5% donc cette composition constitue la composition optimale qui fait l’objet de cette étude.

CONCLUSION GENERALE

La contribution à l'optimisation d'un procédé ainsi que le traitement des défaillances au niveau de la production en utilisant la méthode des plans d'expériences est considérée actuellement comme le moyen le plus efficace disponible dans l'industrie agro-alimentaire pour assurer des résultats fiables avec le moindre coût.

Le concassage est le point de départ de la fabrication de la bière. De la façon dont il est effectué dépendent dans une certaine mesure le rendement et la filtration. Lorsqu'on connaît la quantité de malt qui passe par les moulins, on se rend compte de la nécessité de contrôler sérieusement ce poste de la fabrication et d'effectuer nettoyages et révisions à temps voulus.

Cette étude a permis à l'entreprise d'adapter la finesse de la mouture au système de filtration utilisé dans la salle de brassage tout en assurant une augmentation du rendement d'environ 5%.

Une élévation de 5% du rendement constitue un gain énorme, lorsqu'il s'agit d'une capacité de production qui dépasse les 200 000 hl/an au niveau de l'entreprise et ceci sans faire d'investissements supplémentaires.

Au cours de ce stage, j'ai pu découvrir l'univers de la société et plus précisément le service production. La contribution à l'optimisation de la composition de la mouture a enrichi mon expérience professionnelle et m'a permis également d'avoir une vision détaillée sur la démarche suivie pour traiter un problème au niveau de la chaîne de fabrication.

RÉFÉRENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : Claude BOURGEOIS, « La bière et la brasserie ». Edition.1998, Pages 63-79.
- [2]: Lodolo E.J., Kock J.L, « The yeast *Saccharomyces cerevisiae* the main character in Beer brewing ». Edition.2008, Pages 50-54.
- [3]: Jean SUNIER, « Malterie et brasserie ». Edition.2006, Pages 89-101.
- [4] : PROTZ, « Encyclopédie de la bière ». Edition 1995, Pages 23-31.
- [5] : Manfred. MOLL, « Bières & Coolers : Définition – Fabrication- Composition ». 3ème édition, Chapitre 4. Collection Sciences & Techniques Agro-Alimentaires. 1992, Pages 345-352.
- [6] : Wolfgang KUNZ, « Technology Brewing and Malting ». 2 ème édition, chapitre 1. KUNZE International Edition. 2005, Pages 6 – 12.
- [7] : Léon BALLAT, « A la découverte de la bière ». Edition.1998.
- [8] : J.A.CHANDON, « Faites votre bière ». Edition.2003, Pages 18-23.
- [9] : Jean Claude COLIN, « L'ABCdaire de la bière ». Edition.1998.
- [10] : Jean DE CLERCK, « Bulletin de l'association des anciens étudiants en brasserie de Louvain». Edition.1980.
- [11] : P.GOETZ, « Voici comment on fabrique la bière ». Edition.2007, Pages 101-113.
- [12]: S.BACKELANDT, « Beer und Coolers ». Edition.2004.
- [13]: Jacques GOUPY, « le monde des brasseries ». Edition.2001, Pages 96-99.
- [14] : Box GEORGE, « L'homme et la bière ». Edition.2005.
- [15] : TINSSON, « Introduction aux plans d'expériences». Edition.2010.
- [16] : Jacques Poirier, « Les plans d'expériences ». Edition.1993.
- [17] : Philippe TRIBOULET, « La notion de plan d'expérience ». Edition.2008, Pages 9-14.