



Année Universitaire : 2014-2015

**Master Sciences et Techniques GMP  
Génie des Matériaux et des Procédés**

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

**Titre**

**Validation de la méthode de nettoyage NEP au sein du  
domaine agricole**

**Présenté par:**

**Khormane Abderrahim**

**Encadré par:**

- Kajjoua Otman      domaine douiet
- PR. K. Misbahi      FST Fès

**Soutenu Le 26 Juin 2015 devant le jury composé de:**

- PR. K. Misbahi      FST Fès
- Pr. O. Squalli      FST Fès
- Pr. J. E. Hazm      FST Fès

**Stage effectué à : Domaine DOUIET (site ouad nja)**





## **REMERCIEMENTS**

Premièrement, je remercie le Bon Dieu pour m'avoir aidé à franchir toutes les difficultés avec succès. La bonne ambiance et la sympathie régnant au cours de ce stage, ont permis l'excellent déroulement de mon travail. J'en ai tiré une bonne expérience professionnelle et appréciable dans différents domaines, ainsi qu'une meilleure connaissance sur la production du lait et ses dérivés.

J'adresse aussi ma plus grande reconnaissance à Monsieur le Directeur de l'usine d'Oued Nja du Domaine Douiet Mr. Fayssal BENSADIK, de m'avoir donné l'opportunité d'effectuer ce stage au sein de son entreprise.

Je tiens à remercier plus sincèrement et avec grande reconnaissance Mr. Kajoua Otman responsable du laboratoire et mon encadrant le responsable de production Mr Jakani Zouhair, pour leurs conseils judicieux, leur aide précieuse et leur soutien à toute épreuve.

Et bien sûr sans l'aide précieuse des pilotes process des autocontrôles et toute l'équipe de préparation ainsi que celle du conditionnement ce travail n'aurait pas vu le jour, je tiens donc à les remercier également.

C'est dans ce cadre que je remercie vivement mon encadrant Mr. K. Misbahi pour son suivi tout au long du stage, ainsi pour ces conseils précieux et ses interventions constructives pour une bonne présentation de mon travail.

Je veux aussi réitérer mes remerciements à la direction de la Faculté des Sciences et Techniques de Fès à son corps professoral pour la formation dont ils m'ont muni. Enfin je remercie tous les membres du jury : Mme. O. Squalli et Mr. J. E. Hazm, d'accepter de juger mon travail.

Veillez agréer l'expression de nos sentiments les plus respectueux.

### **Liste des abréviations**

MG	Matière grasse
----	----------------



MP	Matière de préparation
MPF	Matière de préparation fraie
NEP	Nettoyage en place
CIP	Cleaning in place
MPA	Matière protéique azotée
LMS	Limite de mesure supérieure
LMI	Limite



## Liste des figures

<b>Figure 1</b> : Historique de domaine Douiet.....	3
<b>Figure 2</b> : Organigramme de l'usine Oued Nja.....	4
<b>Figure 3</b> : Structure du service production.....	5
<b>Figure 4</b> : choix du détergent en fonction de la souillure .....	13
<b>Figure 5</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 5 (nettoyage complet) .....	35
<b>Figure 6</b> : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 5 (nettoyage complet) .....	36
<b>Figure 7</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 4 (nettoyage complet) .....	36
<b>Figure 8</b> : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 4 (nettoyage complet) .....	37
<b>Figure 9</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 3 (nettoyage complet) .....	38
<b>Figure 10</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 3 après la correction (nettoyage complet) .....	38
<b>Figure 11</b> : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 1 (nettoyage complet) .....	38
<b>Figure 12</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 1 (nettoyage complet)..39	
<b>Figure 13</b> : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 1 après la correction (nettoyage complet) .....	39
<b>Figure 14</b> : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 1 (nettoyage complet).....	40
<b>Figure 15</b> : courbe du test de normalité pour l'acide dans la ligne 5 (nettoyage complet) .....	41
<b>Figure 16</b> : la carte de contrôle pour l'acide dans la ligne 5 (nettoyage complet) .....	42
<b>Figure 17</b> : courbe du test de normalité pour l'acide dans la ligne 4 (nettoyage complet).....	42
<b>Figure 18</b> : la carte de contrôle pour l'acide dans la ligne 4 (nettoyage complet).....	43
<b>Figure 19</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)....	44
<b>Figure 20</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)....	44
<b>Figure 21</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet) .....	45
<b>Figure 22</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage complet)....	45
<b>Figure 23</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage complet)....	46
<b>Figure 24</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet).....	46
<b>Figure 25</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet) .....	47
<b>Figure 26</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet) .....	47
<b>Figure 27</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet) .....	48
<b>Figure 28</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage semi complet) .....	48
<b>Figure 29</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage semi complet) .....	49
<b>Figure 30</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage semi complet) .....	49



---

<b>Figure 31</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 3 (nettoyage complet).....	50
<b>Figure 32</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 3(nettoyage complet).....	50
<b>Figure 33</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 3 (nettoyage complet).....	51
<b>Figure 34</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage complet).....	51
<b>Figure 35</b> : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage complet).....	52
<b>Figure 36</b> : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage complet).....	52



## Table de matières

<b>Introduction</b> .....	1
<b>Chapitre 1 : Présentation de l'organisme d'accueil</b> .....	2
I. 1. Domaines Agricoles .....	3
I. 2. Domaine Douiet .....	3
a) Historique .....	3
I. 3. Usine oued Nja .....	4
I. 3.1. Organigramme de l'entreprise .....	4
a) Service Production .....	4
<b>Chapitre 2 : Procédé de fabrication des produits laitiers</b> .....	6
II. 1. Réception du lait .....	7
II. 2. Refroidissement et stockage .....	7
II. 3. Thermisation .....	7
II. 4. Standardisation .....	7
II. 5. Pasteurisation .....	7
II. 6. Maturation .....	8
II. 7. Conditionnement.....	8
II. 8. Stockage/ Expédition .....	8
<b>Chapitre 3 : Nettoyage et désinfection</b> .....	9
III. 1. Définition.....	10
a) Technique de nettoyage .....	10
b) Technique de désinfection .....	10
c) Quels sont les objectifs du nettoyage ? .....	11
III. 2. Principe de base du nettoyage .....	11
III. 2.1. Temps .....	11
III. 2.2. Température.....	12
III. 2.3. Action mécanique .....	12
III. 2.4. Action chimique .....	12
a) Les détergents alcalins .....	14
b) Les détergents acides .....	14
c) Les tensioactifs .....	15
d) Les séquestrant ou les chelatants .....	15
III. 3. Les méthodes de nettoyages .....	15
III. 3.1. Nettoyage manuel .....	15
III. 3.2. Nettoyage semi-automatique .....	16
III. 3.3. Nettoyage automatique .....	16



III.	4. Les différentes étapes d'un CIP ou d'un cycle de nettoyage .....	16
III.	5. Conditions pré-requises à la validation.....	17
III.	5.1. Niveau de propreté à atteindre .....	17
III.	5.2. Qualification des locaux et des équipements .....	17
III.	5.3. Qualification du matériel de nettoyage .....	17
III.	5.4. Qualification des agents de nettoyage .....	18
III.	6. Procédures de nettoyage .....	18
<b>Chapitre 4</b>	<b>: validation du système de nettoyage dans l'usine .....</b>	<b>21</b>
IV.	1. le niveau de propreté à atteindre .....	22
IV.	2. qualification des locaux est des équipements .....	22
IV.	3. qualification du matériel et des agents de nettoyage .....	23
IV.	3.1. qualification du matériel de nettoyage .....	23
IV.	3.2. qualification des agents de nettoyage .....	24
IV.	4. procédure de nettoyage .....	28
IV.	4.1. La station NEP .....	28
IV.	4. 2. Les types d'application possible de nettoyage dans l'usine .....	29
IV.	4.3. Fréquences du nettoyage et désinfection au sien de l'usine .....	30
IV.	5. Validation chimique de la méthode de nettoyage .....	34
IV.	5.1. Echantillonnage .....	34
IV.	5.2. vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par la soude .....	35
IV.	5.2.1. les résultats obtenus .....	35
IV.	5.2.2. conclusion.....	40
IV.	5.3. vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par l'acide .....	41
IV.	5.3.1. les résultats obtenus .....	41
IV.	5.3. 2. conclusion.....	43
IV.	5.4. vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par l'eau fraiche .....	43
IV.	5.4.1. les résultats obtenus .....	44
IV.	5.4.2. conclusion.....	53
	Conclusion générale.....	54



## Introduction

Les domaines agricoles ont un rendement laitier, parmi les plus élevés du notre pays. Leur production moyenne est de Plus de 8500L/vache/an et 1100L/chèvre/an. Le lait produit est ensuite transformé par leurs propres unités. Cette traçabilité totale permet d'offrir aux consommateurs, des produits de premier choix, naturels et sains, et de bonne qualité.

La notion de qualité du lait a évolué au cours des dernières décennies. Il s'agit d'un sujet complexe qui comporte diverses facettes intimement liées les unes aux autres.

Suite à cette production, le domaine douiet a mis en place, au niveau de la production laitière un investissement important en terme de qualité de produit, recherche et développement, achat des équipements et formation du personnel, ainsi que la conception du nettoyage du matériel entrant en contact avec les produits, ce qui représente un des éléments essentiels d'une installation alimentaire.

C'est dans ce contexte que s'inscrit la présente étude, pour l'obtention du diplôme de master sciences et techniques. Il s'agit de traiter le sujet de la validation de la méthode de nettoyage et désinfection au sien du DOMAINE DOUIET (site OUED NJA).

Par conséquent ce manuscrit sera réparti de la manière suivante :

Un premier chapitre présentant le domaine douiet et le site ouad nja, un deuxième évoquant le procédé de fabrication des produits laitiers, un troisième consacré à la partie bibliographique sur le nettoyage et un dernier chapitre traitant la partie expérimentale décrivant le sujet de stage et le travail effectué pour finir avec une conclusion générale.





# **Chapitre 1 :** **Présentation de l'organisme d'accueil**



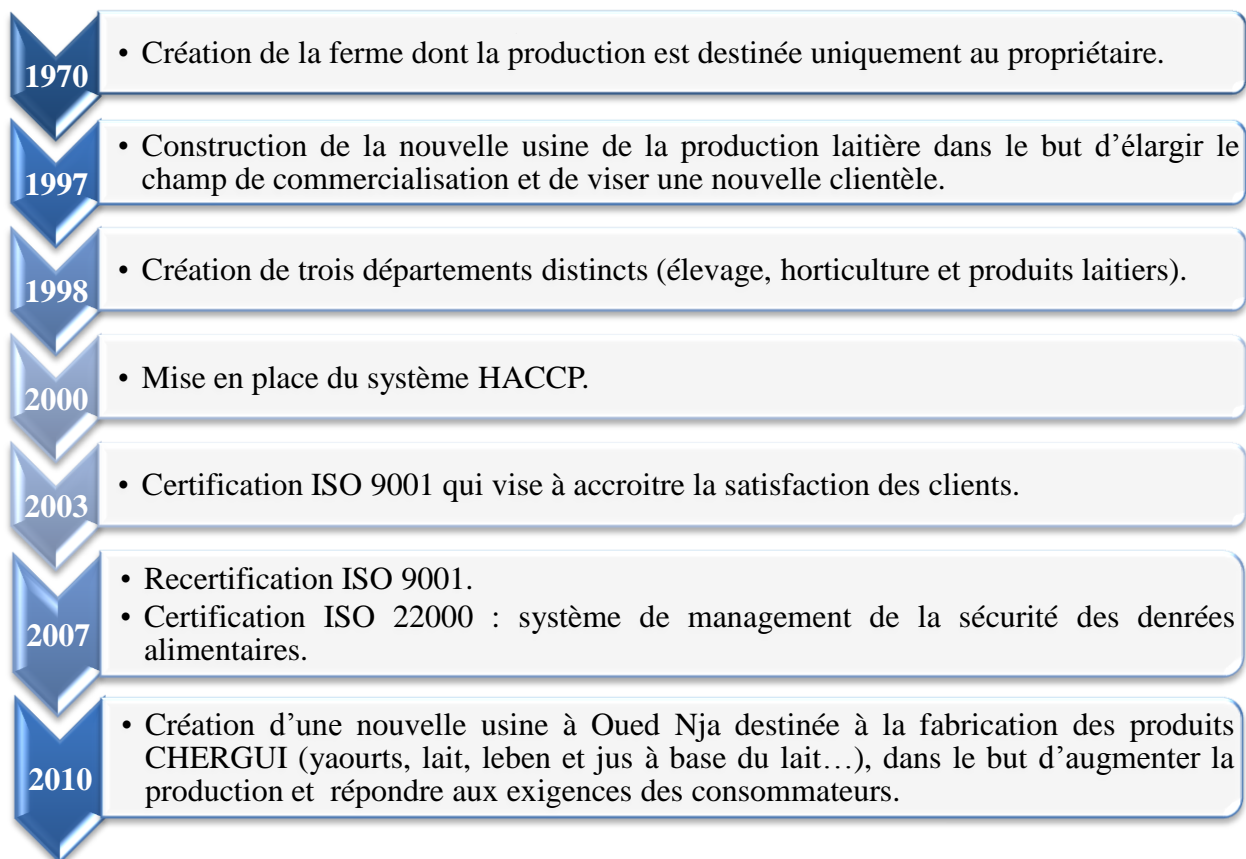
## I. 1 Domaines Agricoles

Créés en 1960, les Domaines Agricoles sont un groupe opérant dans les métiers de la production agricole et agro-alimentaire depuis plus de 50 ans. Présents sur l'ensemble des régions agricoles du Maroc avec de nombreux sites de production. Les Domaines disposent de plusieurs exploitations dont la plus célèbre celle de Douiet dans la région de Fès, fournit le fameux Chergui.

## I. 2 Domaine Douiet

Le Domaine Douiet est une exploitation agricole qui s'étend sur une superficie d'environ 700 Ha dont 330 cultivables, disposant de 2 forages « Ain Allah » et « Bourkaize », situé à 15 Km au nord-ouest de la ville de Fès. Il est constitué de divers secteurs de production animale, agricole et laitière et emploie un effectif entre 700 et 1000 personnes selon les saisons dont 32 cadres.

### a- Historique

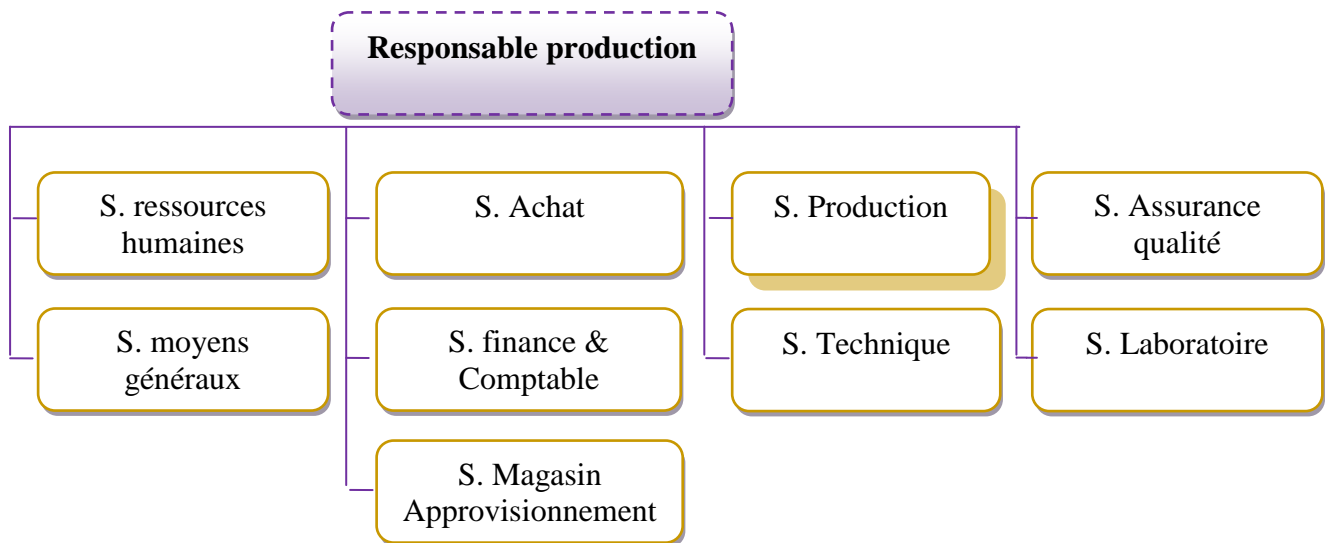


**Figure 1 : Historique de domaine Douiet**

### I. 3 Usine oued Nja

#### I.3.1 Organigramme de l'entreprise

La mission confiée à l'usine est assumée par la direction qui a défini une structure et répartit les responsabilités des différents services :

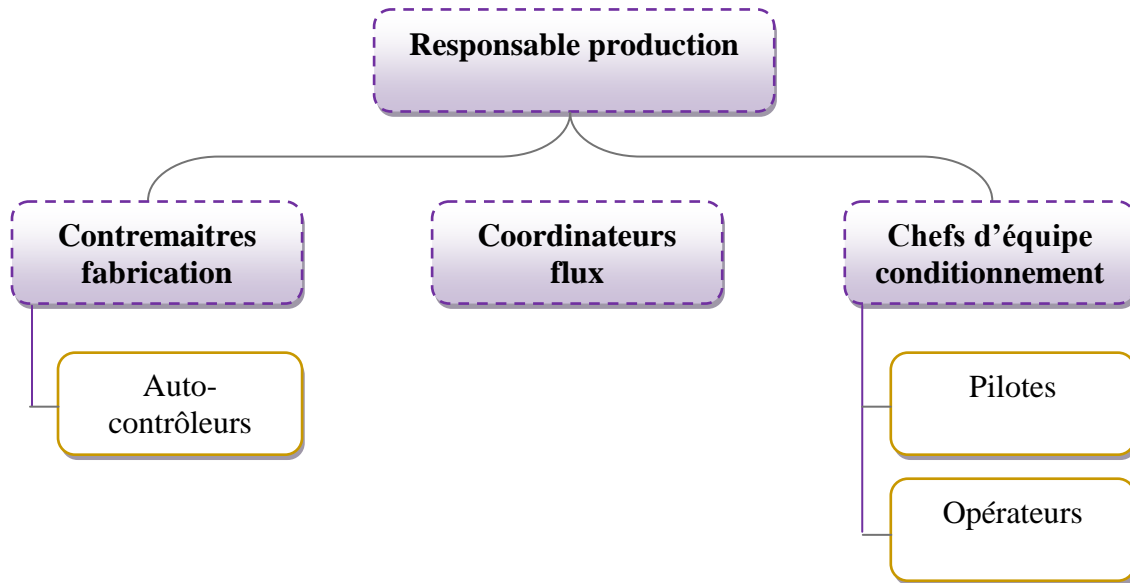


##### a. Service Production

**Figure 2 : Organigramme de l'usine Oued Nja**

C'est dans ce service que se trouve le cœur de tout le fonctionnement de la société dans la mesure où il assure la production. Son cycle de travail commence dès l'entrée des matières premières jusqu'à la sortie des produits finis vers les stocks.

La structure de ce service est comme suit :



**Figure 3: Structure du service production**



## **Chapitre 2 :** **Procédé de fabrication des produits laitiers**



## II.1 Réception du lait

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

Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait doit subir certains tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir : pH, matière grasse (MG), densité, matière azotée protéique (MAP), test d'inhibiteur (Beta-star/Delvotest) qui permet de contrôler la présence d'inhibiteurs de coagulation et d'antibiotiques dans le lait....

## II.2 Refroidissement et stockage

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

## II.3 Thermisation

C'est la première étape de la chaîne de production au sein de l'usine, elle a un double rôle : d'une part elle permet la destruction d'un nombre considérable de microorganisme et d'autre part elle facilite l'étape de l'écémage.

## II.4 Standardisation

Pendant cette étape on écrème le surplus de la MG pour le lait entier et les yaourts à boire, et on enrichit les yaourts brassés et fermes par l'ajout de différents ingrédients tels que la poudre du lait pour faire augmenter le taux des protéines, le sucre, le texturant et les arômes.

## II.5 Pasteurisation

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

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

## II.6 Maturation

Pendant cette étape le Mix pasteurisé subira de profondes modifications notamment sur le plan organoleptique (changement de texture, aromatisation...) et physico-chimique (acidification du



milieu et formation de coagulum). Ceci est dû à l'action conjuguée de deux souches de ferments lactiques, se développant en symbiose :

- Streptococcus thermophilus
- Lactobacillus bulgaricus

### **II.7 Conditionnement**

La zone de conditionnement est une grande salle de six portes, chacune d'elles mène vers une autre salle (Magasin de MP, MPF, salle d'extrusion...etc.), Elle est équipée de six conditionneuses:

- ❖ RG Galdi et VPB : Pour le conditionnement du lait, Raïb et les lebens.
- ❖ SERAC : pour le conditionnement en bouteilles des jus et yaourts à boire.
- ❖ ARCIL I, II et III : pour le conditionnement des yaourts (yaourts en pots).

### **II.8 Stockage/ Expédition**

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



## Chapitre 3 : Nettoyage et désinfection





### III.1. Définition

Les opérations de nettoyage doivent toujours être suivies de mesures de désinfection destinées à réduire éventuellement le nombre de micro-organismes pouvant subsister après le nettoyage. Ces opérations doivent toujours avoir lieu dans un ordre immuable :

- nettoyage.
- rinçage.
- désinfection.
- rinçage final.
- séchage.

Il existe plusieurs techniques de nettoyage et de désinfection :

#### a) TECHNIQUE DE NETTOYAGE

- Un nettoyage manuel qui fait appel à des brosses, goupillons, balais -----etc.
  - Un nettoyage en place sans démontage des appareils (NEP),
- Utilisation d'un jet d'eau qui peut être à faible pression et grand volume ou à forte pression et faible volume,
- Un nettoyage à la mousse; utilisation d'un détergent sous forme de mousse ; le temps de contact est de 15 à 20 minutes avant le rinçage au jet d'eau (1).

#### b) TECHNIQUE DE DESINFECTION

Il n'existe pas de désinfectant universel, et tous les désinfectants n'ont pas la même activité vis-à-vis des germes. Il est conseillé soit d'alterner les antiseptiques utilisés, soit de réaliser des mélanges de désinfectants.

Le nettoyage et la désinfection sont suivis d'un rinçage. Ce rinçage comprend deux opérations une intermédiaire et une finale. Le rinçage intermédiaire permet de détacher les souillures les plus tenaces et l'élimination du complexe "détergent-souillure". Le rinçage final est phase obligatoire afin d'éviter toute trace de résidus ou de substances actives sur les denrées alimentaires. Il est également nécessaire pour éliminer le complexe "bactérie détruite ou inhibée - désinfectant" présent sur les surfaces (2).

#### c) Quels sont les objectifs du nettoyage ?

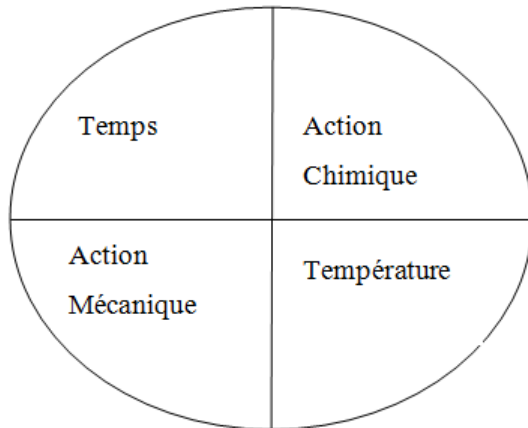
- Elimination des souillures organiques amorphes (protéines, lipides, autres matières solubles...)
- Elimination des souillures structurées (biofilm, matière organique...)



- Elimination des dépôts minéraux
- Elimination d'une partie de la population microbienne (3).

### III.2. Principe de base du nettoyage

Quatre facteurs déterminent l'effet du nettoyage (et de la désinfection):



La combinaison des quatre actions doit toujours rester la même. Par conséquent, toute réduction d'un des facteurs doit être compensée par un autre facteur.

Exemple: Si vous effectuez le nettoyage à froid et non à chaud, vous devrez frotter davantage. Si vous avez fait tremper le matériel au préalable, vous devrez frotter moins (4).

#### 1. Temps

Le temps de nettoyage est un facteur crucial. Le contact entre l'agent nettoyant et le matériel doit être suffisamment long. Le temps de rinçage revêt aussi de l'importance. En cas de rinçage insuffisant, des restes de saletés et de produit de nettoyage peuvent subsister (4).

#### 2. Température

En principe, le choix de la température est libre: toutes les températures sont autorisées. Les fournisseurs indiquent généralement la température optimale pour chaque produit.

Il y existe toutefois une série de limites:

En ce qui concerne le nettoyage manuel, vous êtes limité à une température maximale d'environ 60°C environ.

- Lorsque vous arrosez des murs, des machines et des sols d'eau chaude, une fine couche d'eau prend presque immédiatement la température de la surface à nettoyer. Il ne sert alors à rien d'utiliser une température supérieure.



- Au-delà de 50°C, les taches de graisse peuvent passer à l'état liquide. Mais si la température est inférieure à un autre endroit, la graisse se figera à nouveau. Dans ce cas, les salissures seront simplement déplacées, elles ne sont pas complètement éliminées.
- Le blanc d'œuf se fige à des températures supérieures à 60°C environ. Il est donc plus difficile de l'éliminer.

Par conséquent, il est souvent inutile d'augmenter la température de l'eau au delà de 60°C (sans compter que cela coûte cher). L'augmentation de la température comporte parfois des désavantages (4).

### **3. Action mécanique**

Il arrive que les saletés adhèrent fortement à la surface. En exerçant une force, vous faciliterez l'action nettoyante de l'eau et du détergent. Si vous ne brossez pas la surface, la saleté restera en place et ce, même si vous utilisez la température appropriée et une grande quantité de savon. Nous pensons particulièrement à l'utilisation de brosses en plastique (4).

### **4. Action chimique**

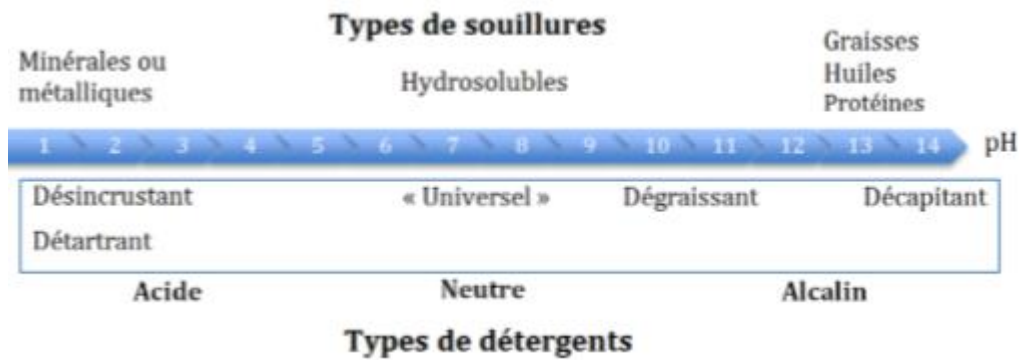
Il existe différents produits pour le nettoyage, chacun possédant des applications, un temps d'action, des concentrations et une température qui lui sont propres (4).

Le choix du détergent doit se faire de façon rationnelle de manière à éliminer une souillure donnée sans altérer les surfaces des équipements ni être une source, ou un vecteur de contamination du produit. La méthode de nettoyage doit permettre d'obtenir une propreté visuelle et une conformité aux critères d'acceptation résiduelle pour les contaminants chimiques et microbiologiques.

La définition de la détergence selon la norme NF EN ISO 862 est la suivante : « processus selon lequel les salissures (souillures) sont détachées de leur substrat et mises en solution ou en dispersion. Au sens ordinaire, la détergence a pour effet le nettoyage des surfaces. Elle est la résultante de la mise en œuvre de plusieurs phénomènes physicochimiques ».

Le choix du détergent se fait en fonction :

- de la nature et de l'aspect de la souillure : la figure 4 décrit le type de détergent à utiliser en fonction de la nature de la souillure.



**Figure 4 : choix du détergent en fonction de la souillure**

- de la nature du support (acier inoxydable, aluminium, silicone, plastiques, ...). La compatibilité du détergent avec les surfaces à nettoyer doit être testée pour s'assurer que le détergent n'est pas agressif vis-à-vis des surfaces. Les fabricants de détergents fournissent en général les données suffisantes mais en cas d'absence de données, il peut être nécessaire de faire des essais de compatibilité. De plus, la nature du support va conditionner l'efficacité du nettoyage : une surface en verre sera plus facilement nettoyable qu'une surface en plastique.

- des caractéristiques de l'eau : L'eau joue un double rôle dans le nettoyage puisqu'elle sert d'agent de dilution et de rinçage. Le détergent doit être facilement et rapidement soluble dans l'eau mais également facilement rinçable. La dureté de l'eau peut également influencer l'efficacité du détergent.

- des conditions de nettoyage manuel ou automatique : Pour le nettoyage automatique, il est préférable d'utiliser un détergent non moussant car il sera plus facile de l'éliminer pendant la phase de rinçage.

- de l'impact écologique : Il est préférable que le détergent soit biodégradable et soit conforme à la législation sur les rejets.

- des coûts liés à la mise en œuvre du détergent qui doivent être raisonnables : La dose de détergent de la solution du lavage doit être optimale sous peine d'avoir des coûts de nettoyage importants (coût d'achat des détergents, consommation importante en eau, temps de nettoyage allongé).

Il existe de nombreuses formules détergentes mais le plus souvent, on retrouve les mêmes compositions : 80 à 95% de sels minéraux (acides ou alcalins) et 5 à 20% de composants organiques (tensioactif, séquestrant, dispersant, chélateur, enzymes, ...) (5).

#### **a) Les détergents alcalins**

Ce sont des produits constitués de bases ou de sels minéraux alcalins ayant un pH supérieur à 10. Le détergent modifie les caractéristiques physiques du dépôt de la souillure ce qui augmente la solubilisation, l'hydratation du dépôt et facilite son élimination.



Il est adapté pour le nettoyage des souillures organiques notamment les matières grasses (graisses, huiles,...). Les produits les plus caustiques (pH plus proche de 14) sont utilisés pour le nettoyage automatique, des produits à pH plus proche de 10 sont préférés pour le nettoyage manuel. Les détergents alcalins les plus souvent utilisés contiennent de l'hydroxyde de sodium, de l'hydroxyde de potassium ou des carbonates de potassium (5).

#### **b) Les détergents acides**

Le pH de ces détergents est inférieur à 4. Ils sont utilisés pour le nettoyage des souillures de nature minérale : ils agissent en dissolvant les dépôts minéraux. En fonction de la concentration utilisée, ces détergents peuvent être plus ou moins corrosifs. Il faut donc des équipements de protection individuels adaptés pour protéger les opérateurs. Ils contiennent le plus souvent de l'acide phosphorique, de l'acide nitrique ou de l'acide chlorhydrique dilué (5).

#### **c) Les tensioactifs**

On distingue les tensioactifs anioniques, cationiques et amphotères ou encore les tensioactifs « non ioniques » qui ne s'ionisent pas dans l'eau.

Ce sont des structures amphiphiles avec une partie hydrophile et une partie lipophile. L'addition de ces tensioactifs dans les solutions détergentes permet de diminuer la tension superficielle de l'eau en créant des structures micellaires autour de la souillure.

Ce sont des composants qui apportent à l'agent nettoyant toutes ces propriétés détergentes : mouillage, le mécanisme de décollement de la souillure et mécanisme d'anti-redéposition (5).

#### **d) Les séquestrant ou les chélatants**

Ils sont ajoutés dans les solutions détergentes pour éviter la formation des dépôts minéraux.

Ils sont utiles dans les régions où l'eau est dure et chargée en minéraux. Ils améliorent la qualité de l'eau ce qui rend le détergent plus efficace. En effet, un détergent a une meilleure action pour une eau avec un titre hydrotimétrique (dureté) compris entre 5 et 15.

Les plus souvent utilisés sont l'EDTA Ethylène Diamine Tétracétique (5).

### **III.3. Les méthodes de nettoyages :**

Le choix de la méthode se fait en fonction de la nature des salissures rencontrées, des contaminants redoutés, du degré de risque existant dans la zone, de la nature et des états de surface des revêtements et du degré d'encombrement des microorganismes.

On recense 3 types de méthodes de nettoyage (Brulé, 1997) :

- méthodes manuelles,



- méthodes semi-automatiques,
- méthodes automatiques.

### **1. Nettoyage manuel**

Ces méthodes de nettoyage sont par définition dépendantes de l'opérateur qui effectue manuellement l'ensemble des opérations de nettoyage. De telles méthodes accompagnées de procédures bien pensées et bien écrites, appliquées par un personnel qualifié et formé, conduisent souvent à de meilleurs résultats que ceux obtenus par l'utilisation de méthodes automatisées. Bien qu'un inconvénient demeure, à savoir le risque de non reproductibilité, ce dernier peut être limité par une formation et un soutien documentaire adéquat. Enfin, il est extrêmement important que chacun comprenne ce qu'il fait, et pourquoi il le fait.

### **2. Nettoyage semi-automatique**

Ce mode de nettoyage bénéficie des avantages offerts par les gros systèmes entièrement automatisés mais nécessite une intervention plus importante des opérateurs pour fonctionner correctement. L'automatisation permet ici d'atteindre un niveau de propreté reproductible. Les équipements « portables » de nettoyage en place sont un exemple de système de nettoyage semi-automatique.

### **3. Nettoyage automatique**

Ces méthodes offrent l'immense avantage d'être reproductibles, cependant, le faible niveau de participation des opérateurs réduit leur capacité à inspecter les équipements aux différentes étapes de nettoyage, et donc à répéter ces étapes si cela s'avère nécessaire.

### **III.4. Les différentes étapes d'un CIP ou d'un cycle de nettoyage**

- Une vidange des conduites à l'eau et/ou à l'air ; cette vidange permettra de réduire la quantité de produits de nettoyage et la quantité des effluents.
- Un rinçage initial à l'eau, avec la possibilité de récupérer éventuellement cette eau.
- Un nettoyage par circulation d'un détergent chaud en boucle fermée avec ou sans récupération dans un bac. Ce détergent est en général réutilisé après réajustement des concentrations.
- Un rinçage intermédiaire avec ou sans recyclage.
- Un nettoyage éventuel avec un second détergent. Ce dernier est en général réutilisé après réajustement des concentrations.
- Une désinfection afin d'éliminer les traces de détergent.
- un rinçage final avec de l'eau potable. Cette eau peut aussi, éventuellement, être récupérée pour le rinçage initial du cycle suivant.



Des unités de CIP peuvent être utilisées dans des entreprises de toute taille. Simplement, Pour des entreprises de petite taille, le volume des cuves sera plus petit et l'unité de CIP pourra être moins automatisée, voire même manuel (6).

### **III.5. Conditions pré-requises à la validation**

La validation est l'un des principaux outils de l'assurance qualité. Elle Permet d'avoir confiance en la qualité des produits fabriqués, dans la mesure où elle implique un procédé bien connu et sous contrôle (Laban et coll, 1997).

Avant de réaliser une validation de procédé de nettoyage, certaines étapes préalables doivent être réalisées, on parle de prérequis (7).

#### **1. Niveau de propreté à atteindre**

Avant d'envisager toute validation, il faut définir les niveaux de propreté à atteindre en fonction du niveau de risque pour le produit, les opérateurs et l'environnement. Il faut également définir les moyens les mieux adaptés à la mise en œuvre de la validation (7).

#### **2. Qualification des locaux et des équipements**

Avant la validation, il faut s'assurer que les fonctionnalités des équipements intervenant lors du nettoyage sont qualifiées et que les caractéristiques environnementales des locaux sont spécifiées et maîtrisées: température, pression, hygrométrie... (PIC, 1996 ; Derrien et Deutsch, 1997).

#### **3. Qualification du matériel de nettoyage**

Le matériel de nettoyage est sélectionné en fonction du niveau de risque pour le produit et l'environnement. En effet, les outils de nettoyage peuvent facilement devenir des vecteurs de contamination particulière, microbienne ou chimique.

Le matériel de nettoyage doit être décrit en précisant les références (par exemples machines à laver, balais...). Pour les consommables, le fournisseur doit transmettre leur nature et la nature physicochimique des impuretés relarguées dans les conditions définies: il doit également garantir la constance de leur qualité.

Dans le cas de Nettoyage En Place (NEP), il est important de vérifier le bon fonctionnement du système, notamment en ce qui concerne l'interface utilisateur, le bon déroulement de la séquence des opérations, les alarmes, le monitoring et l'enregistrement des paramètres caractéristiques du cycle (Vanhooydonck, 2000).

Avant de valider le nettoyage, il est primordial de qualifier d'abord l'installation et les opérations de nettoyage (PIC, 1996 ; Derrien et Deutsch, 1997).

#### **4. Qualification des agents de nettoyage**



Les propriétés des détergents (pouvoir tensio-actif, solubilisant, émulsifiant, dispersant, séquestrant ...) permettent d'améliorer l'efficacité du nettoyage, en favorisant l'élimination des « souillures » adhérentes au support (Walker, 1995).

Les agents de nettoyage doivent être achetés auprès de fournisseurs sélectionnés ou agréés par l'entreprise. Ceux-ci doivent transmettre pour les agents de nettoyage une documentation comprenant:

- la composition du produit (au minimum qualitative),
- les données de sécurité,
- le mode d'emploi,
- des méthodes de dosage et de recherche de traces utilisées pour rechercher d'éventuels résidus de détergent après le nettoyage.

Comme pour le matériel, le fournisseur doit garantir la constance de la qualité des agents de nettoyage.

Si l'eau est utilisée comme agent de nettoyage ou de dilution, sa qualité doit être spécifiée. La station d'eau doit être qualifiée et validée (Destin, 1993).

### **III.6. Procédures de nettoyage**

La procédure de nettoyage est la première étape documentaire de la mise sous assurance qualité du procédé de nettoyage. Elle donne les informations détaillées et séquentielles du procédé de nettoyage. Elle doit être claire et précise afin de garantir la reproductibilité du nettoyage effectué par différents opérateurs.

Sur cette procédure, les points clés suivants doivent apparaître (Laban et coll, 1997) :

- l'objet: nettoyage des locaux et / ou des équipements,
- le niveau de propreté à atteindre: propreté visuelle, chimique, microbiologique,
- décrire les équipements ou les surfaces générales à nettoyer,
- citer le matériel et les agents de nettoyage,
- citer le personnel, sa qualification et les responsabilités de chacun,
- citer les précautions particulières (sécurité),
- décrire le mode opératoire proprement dit, préciser le type de nettoyage: manuel, semi-automatique ou automatique (NEP), la fréquence du nettoyage:
  - cas du nettoyage entre 2 lots d'un même produit
  - cas du nettoyage entre 2 lots de produits différents
  - cas du nettoyage après entretien ou réparation





---

- cas du nettoyage après contamination accidentelle

Entre deux lots d'un même produit, le nettoyage peut être allégé avec propreté visuelle comme critère (CEFIRA, 2001).

Entre deux lots de produits différents, le nettoyage doit être rigoureux avec une procédure à l'appui (CEFIRA, 2001).

- la durée de validité du nettoyage repose sur les principes suivants :

- les conditions dans lesquelles sont maintenus les locaux

- le matériel et les équipements après nettoyage doivent être précisés

- préciser les contrôles, les vérifications à effectuer entre le nettoyage et le séchage et les enregistrements (étiquetage).

Sur chaque matériel nettoyé doit figurer une étiquette de nettoyage qui doit être collée dans le dossier lors de l'utilisation. Le nom de la personne qui a effectué le nettoyage doit y apparaître.

- les anomalies et les actions correctives.

L'objectif est d'obtenir un nombre réduit de procédures, le plus cohérent possible, le plus similaire possible avec un minimum de détergents utilisés, ne variant pas d'un produit à l'autre pour le même équipement (8).



## **Chapitre 4 :** **Validation du système de nettoyage dans l'usine**



C'est dans ce cadre que s'inscrit mon thème de projet de fin d'études, à savoir la validation de la méthode de nettoyage et désinfection, afin d'éviter tout risque de contamination quelque soit sa nature : microbiologique, ou chimique, et d'autre part le contrôle du procédé de nettoyage.

Il est nécessaire de définir tous les paramètres de la méthode de nettoyage et désinfection : lieux, objets, actions, le choix des produits de nettoyage et de désinfection, ce plan et appliqué par qui, ainsi que la fréquence d'application et l'enregistrement des tâches réalisées. Toutefois, un plan de nettoyage et désinfection des locaux voire du matériel puis le contrôle de sa bonne application fait partie des procédures de mise en place au sein de l'usine oued nja des principes des bonnes pratiques d'hygiène.

Pour s'assurer de l'efficacité de la méthode de nettoyage et désinfection au niveau de matériel de l'usine, une étude approfondie s'est avérée nécessaire pour les conditions d'application de mode d'utilisation, avantages et inconvénients présentés par les différents détergents.

Avant d'évaluer l'efficacité de la méthode de nettoyage et désinfection du matériel de l'usine, il est primordial de connaître la station de NEP ainsi que les produits utilisés pour le nettoyage au sein de la société.

#### **IV. 1. le niveau de propreté à atteindre**

Le nettoyage à pour but d'éliminer tout le résidu du lait après un procédé de fabrication : des dépôts, des microorganismes, de même que des corps étrangers .... Etc. dans les conditions normales, l'élimination des microorganismes et des spores n'est pas totale et le nettoyage doit être suivi par une désinfection. Les méthodes d'application possible sont les suivantes : le complet, le semi complet, la sanitation chimique, la sanitation thermique.

#### **IV.2. qualification des locaux et des équipements :**

Le module de nettoyage NEP au sien de l'usine ouad nja a été installé à la frontière de la zone de production pour minimiser la distance entre la NEP et les équipements à nettoyer, et s'assurer du nettoyage de tous les équipements de production de l'usine dès la réception de la matière première jusqu'au produits fini en un minimum de temps, et éviter tout risque de contamination. Apres la qualification de la zone de nettoyage pendant 1 journée, on a obtenu les résultats suivants :

- ✚ La zone est maintenue à la température et la pression ambiantes
- ✚ La zone s'humidifie au cours de chaque sanitation liée à la ligne 5 due à la présence des échangeurs ouverts et à la diminution de la puissance de la vanne (v09.501)



- ✚ La présence de danger de brulures chimique par les solutions mère de soude et d'acide, il y a un manque de supports pour chaque solution.

### **IV.3. qualification du matériel et des agents de nettoyage :**

#### **1. qualification du matériel de nettoyage**

La qualification de l'installation fait appel à un plan complet de l'équipement de nettoyage :

- La répartition des équipements et leur emplacement dans l'usine
- Liaison entre les différents équipements et la station NEP dans l'usine.
- Tous les composants et les chemins du circuit de nettoyage (détecteurs des niveaux, monomètre, sonde ...)

Dans cette étape la vérification a été visuelle pendant 15 jours, la vérification du plan de nettoyage faite au cours du passage d'un nettoyage ou d'une sanitation, conduit à la déclaration de plusieurs cas anomalies présenté sur le terrain (ANNEXE 1).

Pour cette raison on a réalisé le plan d'action suivant :

Equipement	Point soulevé	Cause	type d'action	pilote	réalisation	efficacité
Diminution de concentration de la soude au niveau de la cuve de soude 1	Pompe doseuse de la cuve de la soude 1	Diminution de la puissance d'aspiration de la solution mère	Changement de la pompe doseuse de la soude 1	L'équipe de maintenance	oui	oui
Diminution de la concentration la soude au niveau de la soude 2	Pompe doseuse de la cuve de la soude 2	Diminution de la puissance d'aspiration de la solution mère	Changement de la pompe doseuse de la soude 2	L'équipe de maintenance	oui	oui
Diminution de la concentration de l'acide au niveau de la	Pompe doseuse de la l'acide	Diminution de la puissance d'aspiration de la solution mère	Changement de la pompe doseuse de l'acide	L'équipe de maintenance	oui	oui



cuve de NEP						
A l'inter section entre la cuve de l'eau chaude et les 5 lignes de nettoyage	Vanne v09.406 V09.306 V09.206	Fuite de l'eau chaude	Soudage de la fuite	L'équipe de maintenance	Pas encore	-
A l'inter section entre la cuve de l'eau fraiche et les 5 lignes de nettoyage	Vanne V09.501	Disparition de la couche d'isolement	Action préventif	Usine	Pas encore	-
A l'inter section entre la cuve de la soude 2 et les 5 lignes de nettoyage	Vanne V09.305	Fuite	Action préventif	usine	Pas encore	-
AU routeur de la ligne 1	Vanne V09.108	fuite	réparation	L'équipe de maintenance	oui	oui
Au niveau des trois lignes : 3, 4, 5	Le conductimètre	Le conductimètre et liée directement à la ligne ce qui peut provoquer une Perturbation	Changement de place	L'équipe de maintenance	Pas encore	-



		des résultats			
--	--	---------------	--	--	--

## 2. qualification des agents de nettoyage :

### La soude caustique ou hydroxyde de sodium :

#### Propriétés physique :

Formule chimique : NaOH.

Poids moléculaire : 40g/mol.

Le poids spécifique apparent des écailles est 0,85kg/L.

La soude se présente sous deux formes :

a) Soude solide :

- Grosses écailles.
- Ecailles normales.
- Macro perles (diamètre 2 à 4 mm).
- Micro perles (diamètre 0,7 mm).

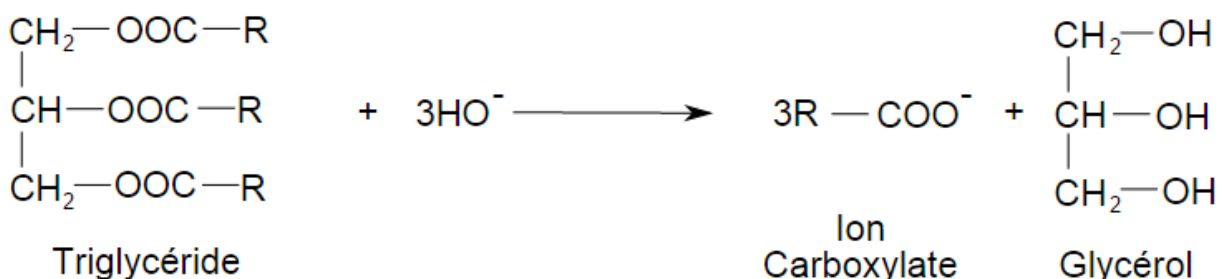
b) Lessive de soude :

Elle contient 33% à 40% de soude (densité 1,52 ; point de congélation 11°C). Peut être transporté par voie liquide au-dessus de 20°C.

#### Propriétés chimique :

La soude est un alcalin puissant qui neutralise tous les acides en donnant des sels de sodium. C'est la matière première la plus utilisée pour apporter de l'alcalinité ou causticité. Par elle-même, elle ne possède pas de propriétés détergentes mais elle apporte une réserve d'alcalinité permettant la neutralisation des acides gras et la saponification des corps gras d'origine animale ou végétale.

La saponification est l'hydrolyse alcaline des glycérides ou esters de la glycérine présents dans les graisses. Cette réaction produit de la glycérine et des sels d'acides gras appelés savons. Elle s'écrit :





La soude (comme le potasse ou le carbonate de sodium) sera donc utilisée pour l'élimination des graisses naturelles qu'elle saponifie des savons qui viennent renforcer l'action détergente du produit et aussi malheureusement trop souvent le pouvoir moussant.

La dissolution dans l'eau est exothermique. Il y a donc des risques de projection lors de l'introduction de soude solide dans l'eau. Le port de gants et de lunettes est obligatoire pour réaliser cette opération.

La soude solide est hygroscopique et absorbe l'humidité en se prenant en masse. Cette propriété rend difficile tout dosage automatique de soude solide dans des ambiances humides.

#### **Propriétés détergentes :**

Mouillance Pas d'abaissement de la tension superficielle

Emulsion Pas d'action directe mais favorise l'action des émulateurs

Dissolution Hydrolyse de la matière organique, très efficace grâce à son alcalinité

Saponification De la matière grasse excellente, surtout à haute température

Dispersion Pas d'effet

Antitartre Favorise la précipitation de la dureté carbonatée. utilisée seule, elle ne possède pas de propriétés séquestrantes et, de ce fait, provoque la précipitation par déplacement du calcium et du magnésium des sels de l'eau sous forme incrustante

Anticorrosion En fonction des métaux (voir propriétés chimiques).

#### **L'acide nitrique :**

- Formule chimique:  $\text{HNO}_3$
- Poids moléculaire: 63
- L'acide nitrique presque pur (99,7%) a une densité de 1,52.

#### **Propriétés chimiques :**

L'acide nitrique est un acide fort et un oxydant puissant.

Il rend passifs certains métaux tels que le fer, l'acier et l'aluminium: il y a formation de complexes d'oxyde et de nitrure qui empêchent la poursuite de l'attaque. Ces métaux peuvent donc servir pour certains éléments d'équipement et récipients de stockage pour de l'acide (de 55 à 65%) si l'agitation est faible ou nulle et si la température n'est pas trop élevée.

L'acier inoxydable (nuance 304) est très utilisé pour les réservoirs de stockage.

Le mélange acide chlorhydrique, acide nitrique, appelé "eau régale" peut attaquer l'or

Il faut donc faire très attention à ne pas mélanger ces deux acides.



Si la solution est portée à ébullition, il y a formation de vapeurs nitreuses toxiques.

#### Propriétés détergentes :

- Transformation de la matière organique en acide oxalique. Il attaquera donc la chair.
- Passivation des métaux tels que l'aluminium et l'inox, par contre, il détériore rapidement les alliages cuivreux. Il est utilisé surtout sur des installations en inox car il reforme en continu la couche passive qui confère l'inoxydabilité à l'acier.
- Son pouvoir oxydant a tendance à détruire les agents tensio-actifs qui ne seront donc pas stables dans des solutions concentrées.
- Sur l'acier inoxydable, on obtient une élimination rapide des concrétions minérales et des particules de métaux étrangers pouvant former des couples de corrosion.
- L'utilisation principale de l'acide nitrique sera en laiterie pour l'élimination de la "pierre de lait".

#### IV.4. procédure de nettoyage

##### 1. La station NEP

La station NEP dans l'usine a pour rôle de nettoyer les différentes installations au sein de l'usine.

La zone de NEP est constituée de six cuves :

- **Cuve de l'eau récupérée** : contient l'eau de rinçage, elle sera utilisée pour le pré-rinçage dans la session suivante de nettoyage.
- **Deux cuves de la soude (NaOH)** : remplies de la lessive de soude à une concentration massique située entre 1g/100ml et 3g/100ml d'eau et une température entre 60°C et 70°C.
- **Cuve de l'acide (HNO<sub>3</sub>)** : remplie de l'acide nitrique à une concentration de 0,3g/100ml et 1g/100ml d'eau et une température entre 55°C et 65°C.
- **Cuve d'eau fraîche** : remplie d'eau propre, utilisée pour le rinçage final de l'installation.
- **Cuve de l'eau chaude** : remplie d'eau chaude à une température de 90°C pour la désinfection.

Le nettoyage dans l'usine oued nja se fait de manière automatisée selon les

procédures suivantes :

- ☞ Pré-rinçage par l'eau récupérée pour l'élimination des taches de produit résiduelles et de la mousse.
- ☞ Nettoyage avec la soude pour éliminer les dépôts organiques (de matière grasse) et neutraliser l'acide lactique.





- ☞ Rinçage de la soude par l'eau pour l'élimination de la soude avec le routeur vers la cuve de l'eau récupérée.
- ☞ Nettoyage avec l'acide pour la neutralisation du milieu.
- ☞ Rinçage final de l'installation par l'eau fraie

Au moment où le nettoyage se déclenche, les solutions détergentes sont pompées à partir des cuves de stockage vers les différentes zones à nettoyer.

Après une utilisation répétée plusieurs fois, de la solution de la soude dans la station NEP, cette solution devrait être vidangée. Pour nettoyer les cuves de stockage et les remplie de nouveaux. Il faut également vider la cuve de l'eau de rinçage et la nettoyer pour éviter une contamination de la canalisation.

Les solutions détergentes et l'eau chaude doivent être gardées toujours dans des cuves isolées, à une température déterminée maintenues constate par des échangeurs.

L'eau de rinçage de la soude et l'eau de rinçage final sont recueillies dans la cuve d'eau récupérées et utilisée comme eau de pré-rinçage dans le nettoyage suivant.

Ce types d'installation et très automatisé. Les cuves possèdent des électrodes de contrôle des niveaux haut et bas. La circulation des solutions détergentes lors du nettoyage à travers les installations à nettoyer se fait en boucle fermée pendant un temps donné avec une concentration bien déterminée pour garantir un nettoyage efficace et éviter tout risque de contamination. Dans chaque ligne on trouve un transmetteur de conductivité (conductimètre) au retour de la solution vers la cuve afin de déclencher la boucle de nettoyage à une concentration bien déterminée. La conductivité et proportionnelle aux concentrations habituellement utilisées pour le nettoyage dans les domaines agro-alimentaire.

Après le passage des solutions détergentes dans le circuit avec le retour vers la solution NEP, l'étape suivante est le rinçage par l'eau, la concentration des solutions détergentes est ajustée au fur et à mesure, à une valeur préréglée, une vanne de diversion achemine le liquide à l'égout et non pas à la cuve de la station NEP. Les programmes des installations NEP dans l'usine sont commandés par un automate.

## **2. Les types d'application possible de nettoyage dans l'usine sont :**

### **1) Le nettoyage complet :**

Ce type de nettoyage suit la succession suivante :

- Eau récupérée avec le retour pour l'égout.
- Eau fraiche avec le retour pour l'égout.
- Eau chaude avec le retour pour l'égout.



- Vidange du circuit.
- Première entrée de la soude.
- Vidange.
- Deuxième entrée de la soude.
- Circulation de la soude.
- Entrée de l'eau pour pousser la première soude.
- Vidange de la soude.
- Entrée de l'eau pour pousser la deuxième soude.
- Eau fraîche avec le retour pour l'égout.
- Première entrée de l'acide.
- Vidange du circuit.
- Deuxième entrée de l'acide.
- Circulation de l'acide.
- Entrée de l'eau pour pousser le premier acide.
- Vidange de l'acide.
- Entrée de l'eau pour pousser le deuxième acide.
- Eau fraîche avec le retour pour l'égout.

## 2) Le nettoyage semi complet :

Le nettoyage semi complet se déroule avec la succession des mêmes étapes que celui de nettoyage complet sauf qu'il se limite à l'étape de la soude c'est-à-dire sans intervention de l'acide nitrique.

## 3) Sanitation thermique :

La sanitation thermique n'utilise que l'eau chaude (90°C), celle-ci circule en boucle fermée pendant un temps bien déterminé et un débit programmé.

## 3. Fréquences du nettoyage et désinfection au sein de l'usine :

Le module NEP de l'usine ouad nja est constitué de 5 lignes de nettoyage et désinfection, chaque ligne est responsable du nettoyage d'une partie bien déterminée dans l'usine avec une fréquence et des conditions bien déterminée :



**Ligne 1 :**

ligne type	type de nettoyage	Fréquence
ligne de dépotage et d'envoi du lait	Complet	Une fois par 72 heures
	Semi complet	Après chaque utilisation
	Sanitation	
Ligne camion lait	Complet	
	Semi complet	Après chaque utilisation
	Sanitation	
Cuve de stockage du lait cru	Complet	Chaque 72h
	Semi complet	Après chaque vidange
	Sanitation	
Thermiseur	Complet	1 fois par 24h
	Semi complet	Après chaque utilisation
	Sanitation	Avant utilisation et après arrêt dépassant 1h30

**Ligne 2 :**

ligne type	type de nettoyage	fréquence
Ligne de mélange (triblender)	Complet	Une fois par 48h et après incident
	Semi complet	Entre famille de jus et autres familles de produits et après un temps d'inoccupation dépassant 1h30
	Sanitation	Avant utilisation et après



		arrêt dépassant 1h30
--	--	----------------------

**Ligne 3 :**

ligne type	type de nettoyage	fréquence
Cuves de stockage de lait thermisé	Complet	Une fois par 72h et après incident
	Semi complet	Une fois par 24h et après un temps d'inoccupation supérieur à 1h
	Sanitation	
Cuves de mélange	Complet	Une fois par 48h et après incident
	Semi complet	Entre famille de jus et autres familles de produits et après un temps d'inoccupation dépassant 1h30
	Sanitation	
Pasteurisateur	Complet	Une fois par jour
	Semi complet	passage d'un jus vers le lait ou le mixe ou en cas de baisse de température
	Sanitation thermique	Avant utilisation
	Sanitation chimique	1 fois par 15j

**Lignes 4 et 5 :**

ligne type	type de nettoyage	Fréquence
------------	-------------------	-----------



Cuves d'incubation	Complet	Après chaque produit ensemencé
	Semi complet	A chaque passage d'un jus vers un produit fermenté
	Sanitation thermique	Avant utilisation et après 1h30 du dernier nettoyage
	Sanitation chimique	1 fois par 15j
Cuves de stockage tampon	Complet	Après chaque produit ensemencé
	Semi complet	A chaque passage d'un jus vers un produit fermenté
	Sanitation thermique	Avant utilisation et après 1h30 du dernier nettoyage
	Sanitation chimique	1 fois par 15j
Ligne conditionnement carton	Complet	Une fois par jour
	Semi complet	A chaque passage d'un produit fermenté ou jus vers le lait
	Sanitation	Avant utilisation, entre produits et après un temps d'arrêt dépassant 1h
Ligne conditionnement yaourt	Complet	Une fois par jour
	Semi complet	Après les brassés fruités
	Sanitation	Avant utilisation, après arrêt dépassant 1h et après brassés aromatisés



Ligne bouteille	Complet	Une fois par jour
	Semi complet	Après changement de famille de produit
	Sanitation	Entre deux batch et en cas d'arrêt dépassant 1h

NB : il est recommandé de :

- ✓ Prévoir une sanitation dans les cas exceptionnels suivants :
  - Passage d'un arôme fort vers un arôme faible.
  - Après un temps d'inoccupation dépassant 1h30.
- ✓ En cas d'une intervention de la maintenance touchant les zones sensibles (en contact avec le produit) ou un arrêt prolongé dépassant 4h, faire un nettoyage complet.
- ✓ Tout produit pasteurisé ayant une durée de séjour dépassant 24h ne doit pas être conditionné.
- ✓ Contrôler le débit et le fonctionnement des boules de nettoyage au moment des opérations de nettoyage
- ✓ Refaire tout nettoyage non enregistré sur le système.

#### IV.5. Validation chimique de la méthode de nettoyage

##### prises d'essais 1)

La prise d'échantillons de la solution et faite au niveau des équipements qui subissent des nettoyages aux sanitations, exactement à partir des vannes qui s'ouvrent manuellement, les vannes excite au niveau de chaque équipement, les échantillons à analyser sont mises dans des pots en plastique dans le but des mesurés la conductivité correspondant dans le laboratoire.

##### 2) vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par la soude :

Les normes de la concentration de la soude fixée par la société sont :

LMI de la conductivité en ms	Cible de la conductivité en ms	LMS de la conductivité en ms
------------------------------	--------------------------------	------------------------------

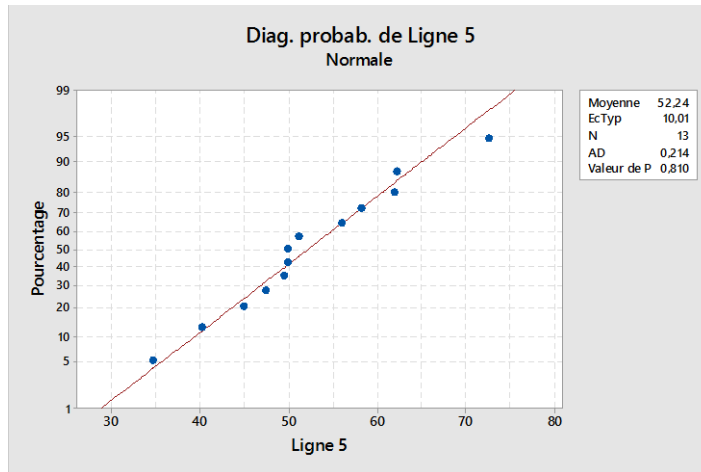


35	55	65
----	----	----

### 1) les résultats obtenus

Les résultats des analyses des échantillons pour chaque ligne sont présentés sous forme de carte de contrôle :

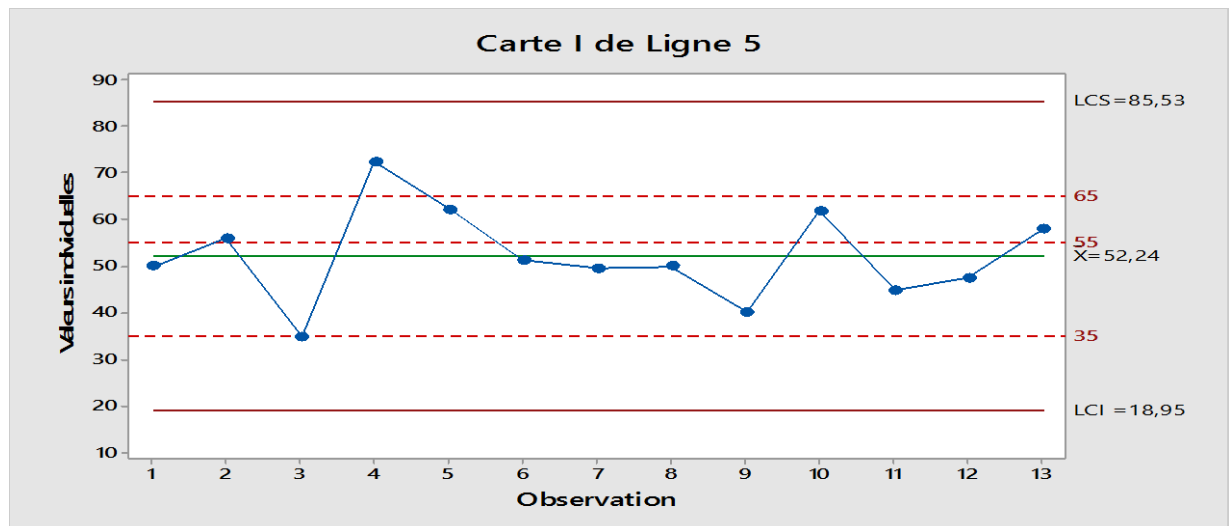
#### Pour la ligne 5 :



**Figure 5 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

Moyenne=52,24 ; écart type=10,01

D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.

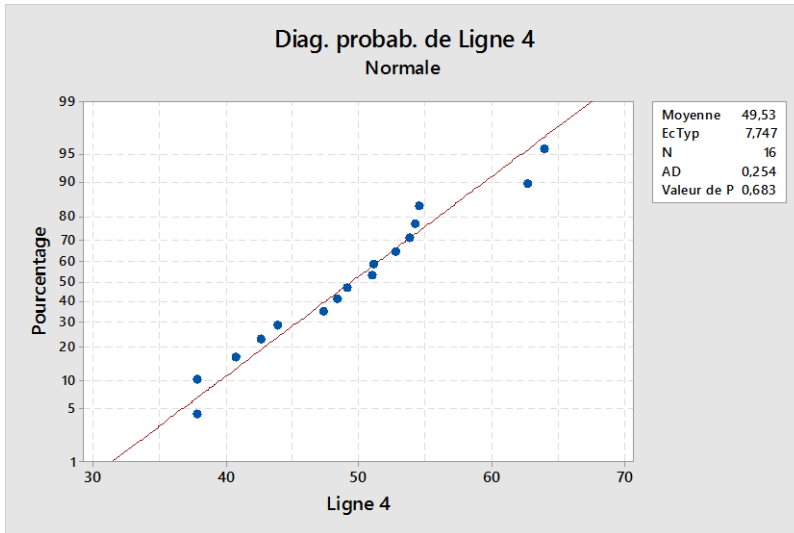


**Figure 6 : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI on en déduit que la variation de la conductivité est stable, et donc le procédé est sous contrôle.

Par contre, si on se réfère aux normes fixés normes fixé par la société on remarque qu'il y a une valeur dépassant la limite supérieure LMS ce qui veut dire que le procédé de nettoyage n'est pas sous contrôle.

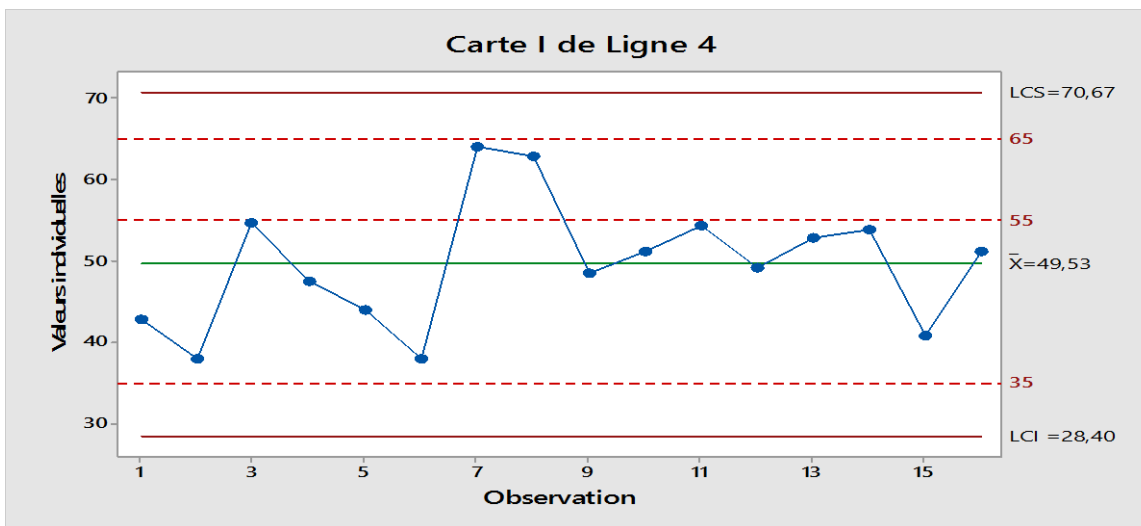
**Pour la ligne 4 :**



**Figure 7 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

Moyenne=49,53 ; écart type=7,747

D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.

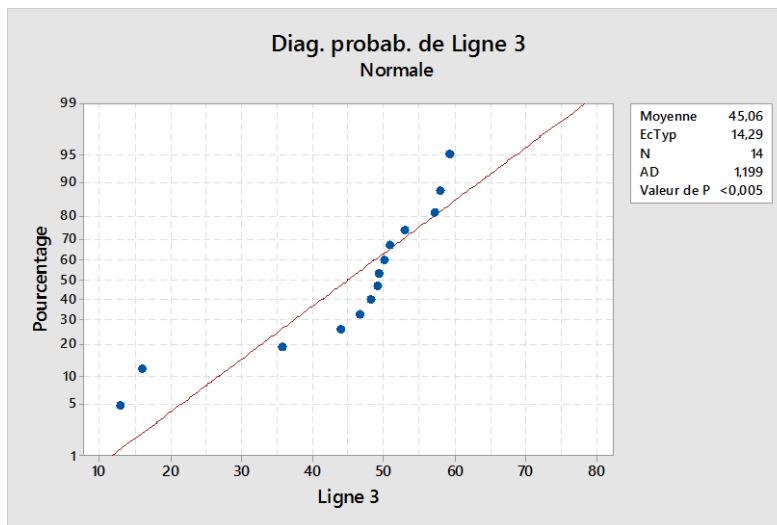


**Figure 8 : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

À partir de la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. C'est le cas également concernant les normes fixés par la société.

**Pour la ligne 3 :**





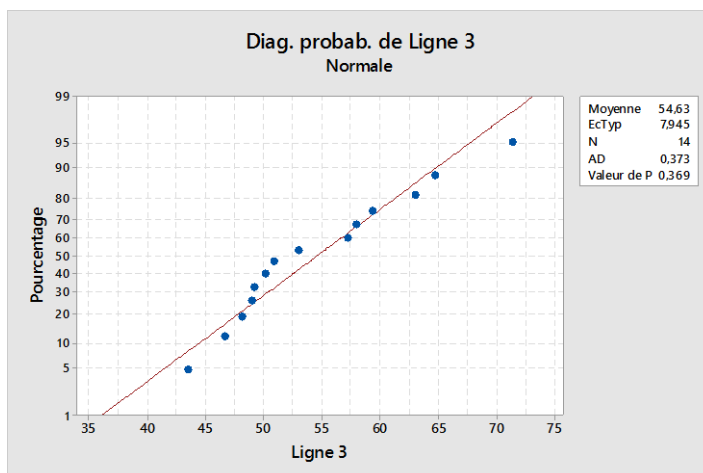
**Figure 9 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 3 (nettoyage complet)**

Moyenne=52,06 ; écart type=12,57

D'après la courbe d'Henry la population ne suit pas la loi normale.

On remarque la présence d'une valeur aberrante due à la diminution de la puissance de la pompe doseuse.

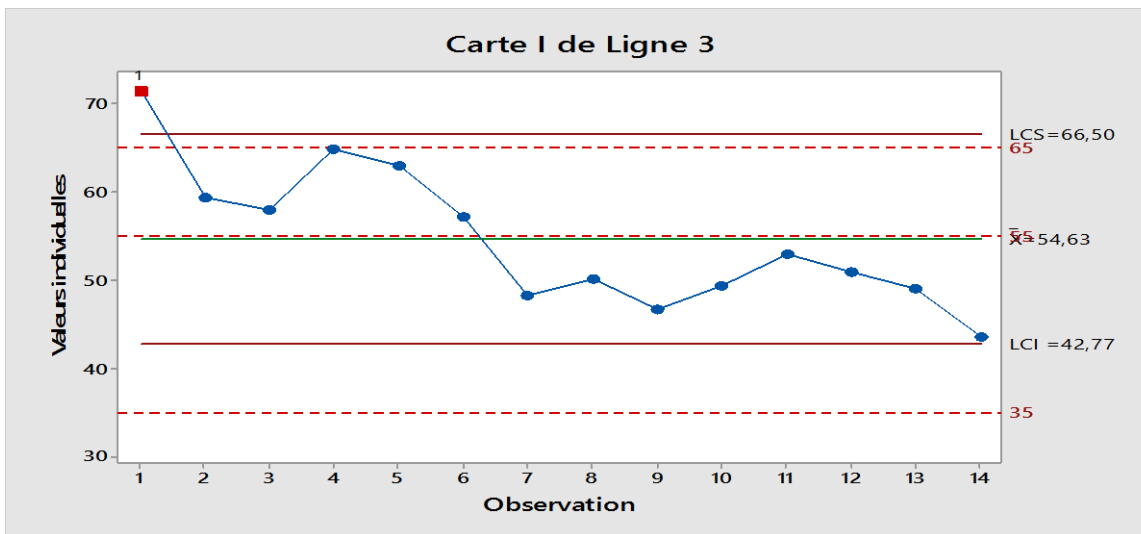
Après le changement de la pompe on a obtenu les résultats suivants :



**Figure 10 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 3 après la correction (nettoyage complet)**

Moyenne=52,06 ; écart type=12,57

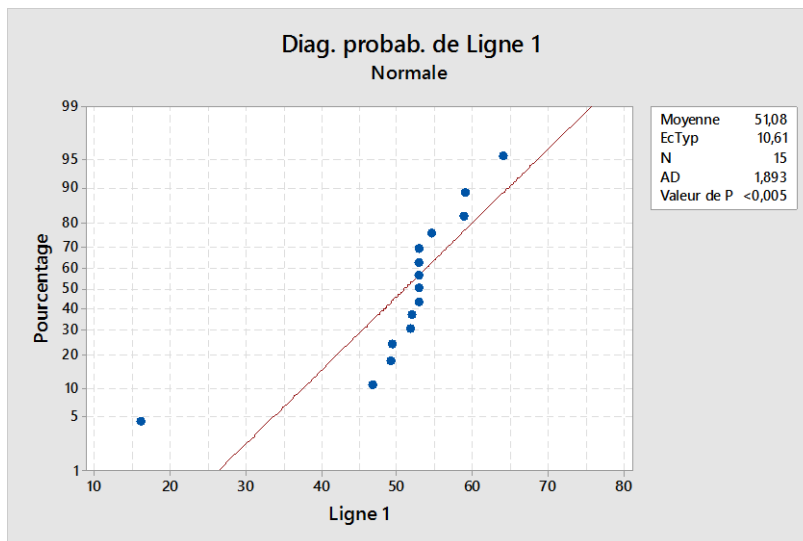
D'après la courbe d'Henry la population suit la loi normale.



**Figure 11 : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 3 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque la présence d'un point supérieur à la limite LCS donc on conclue que la variation de la conductivité n'est pas stable, et par conséquent on peut dire que le procédé n'est pas sous contrôle. Le même constat peut être fait pour les normes fixées par la société.

**Pour la ligne 1 :**



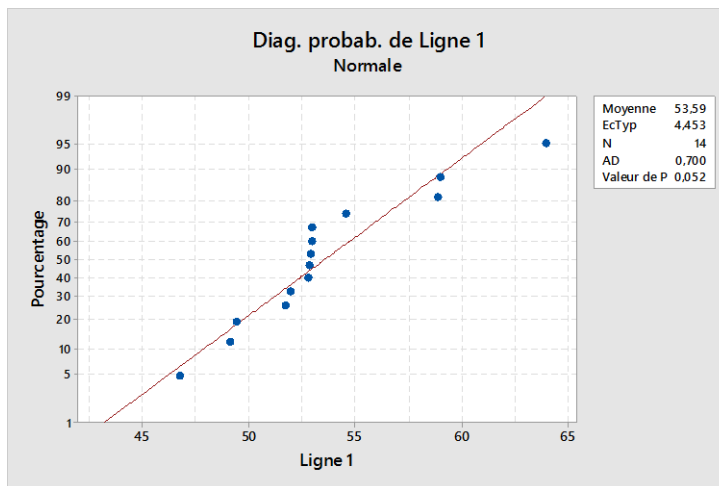
**Figure 12 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 1 (nettoyage complet)**

Moyenne=51,08 ; écart type=10,61

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

D'après la droite d'henry on remarque la présence d'une valeur aberrante due à la diminution de la puissance de la pompe doseuse.

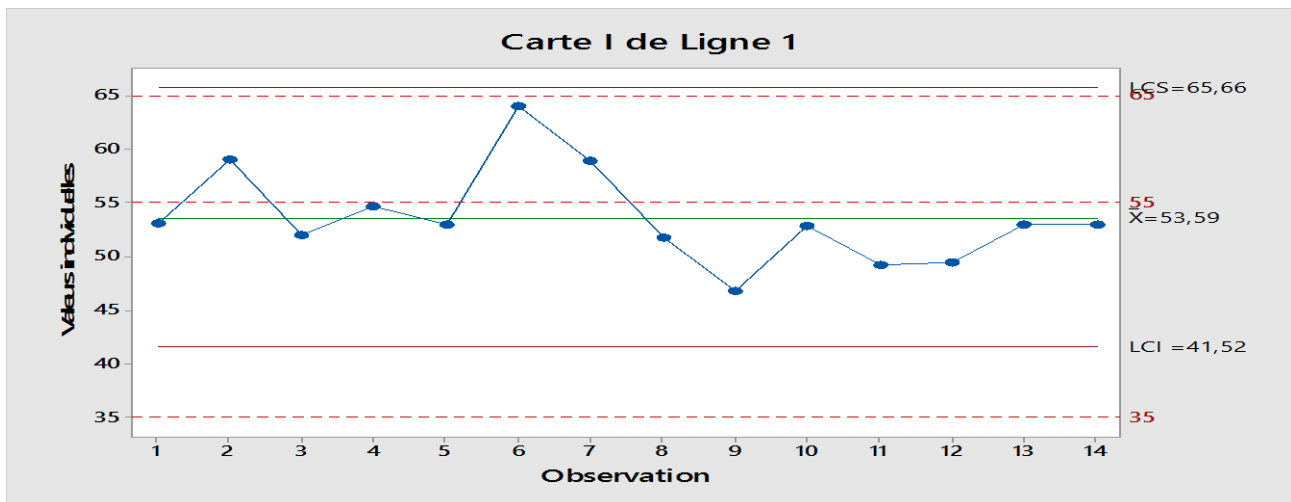
Après le changement de la pompe on a obtenu le résultat suivant :



**Figure 13 : courbe du test de normalité pour la soude dans la ligne 1 après la correction (nettoyage complet)**

Moyenne=53,59 ; écart type=4,453

D'après la courbe d'Henry la population suit la loi normale.



**Figure 14 : la carte de contrôle pour la soude dans la ligne 1 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on en conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédé est sous contrôle. Le même constat peut être fait pour les normes fixées par la société, le procédé est également sous contrôle.

## 2) Conclusion :

Les analyses des systèmes et de la phase de soude au cours du nettoyage montrent une stabilité aux niveaux des lignes quatre et Cinque.



Par contre, les analyses des résultats des tests de normalité aux niveaux des lignes un et trois, nous montrons la présence de cas anormales, résultant de la diminution de la capacité de la pompe doseuse d'injecté la lessive de la soude dans la cuve de la soude NEP, après la correction des systèmes et changement des pompes doseuses, les résultats suivent les tests de normalité.

D'après l'analyse de la carte de contrôle correspondante à la ligne trois on remarque la présence d'une valeur supérieure à la limite LCS. En fait ces résultats montrent l'absence d'une alarme d'alerte au niveau de système NEP lors du passage des consignes mis par la société.

### 3) vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par l'acide :

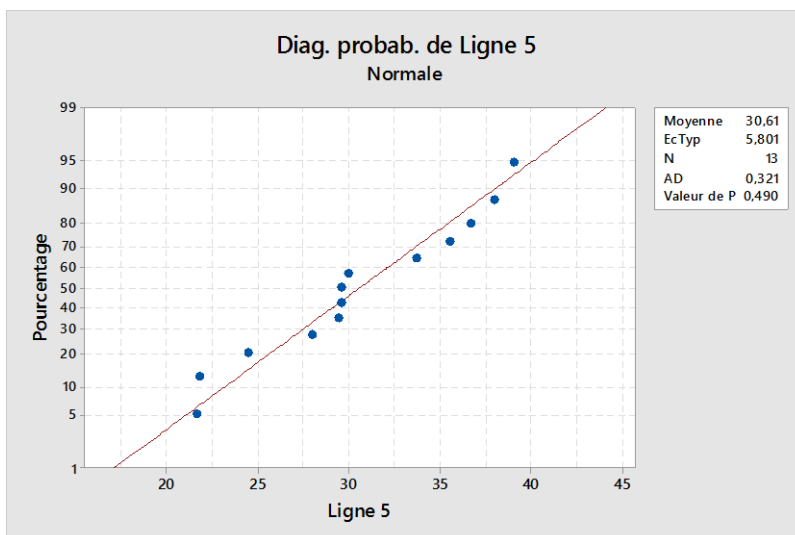
Les normes de la concentration de l'acide fixée par la société sont :

LMI de la conductivité ms	Cible de la conductivité en ms	LMS de la conductivité en ms
25	35	45

#### 1) les résultats obtenus

Les résultats des analyses des échantillons pour chaque ligne sont présentés sous forme de cartes de contrôle :

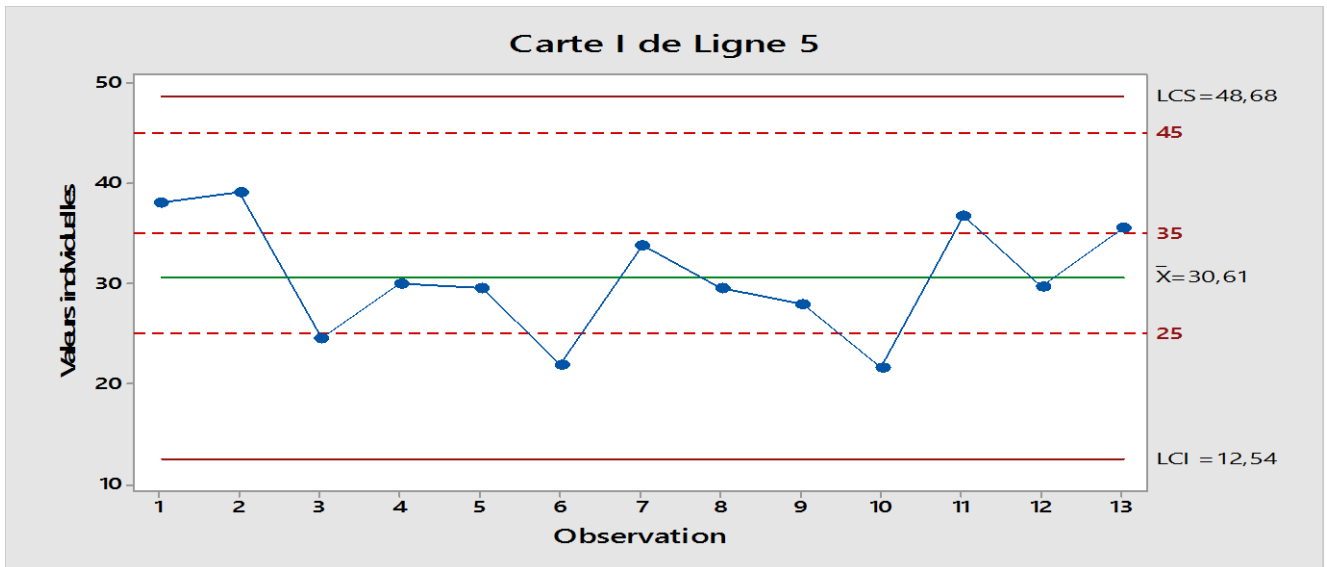
#### Pour la ligne 5 :



**Figure 15 : courbe du test de normalité pour l'acide dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

Moyenne=30,61 ; écart type=5,801

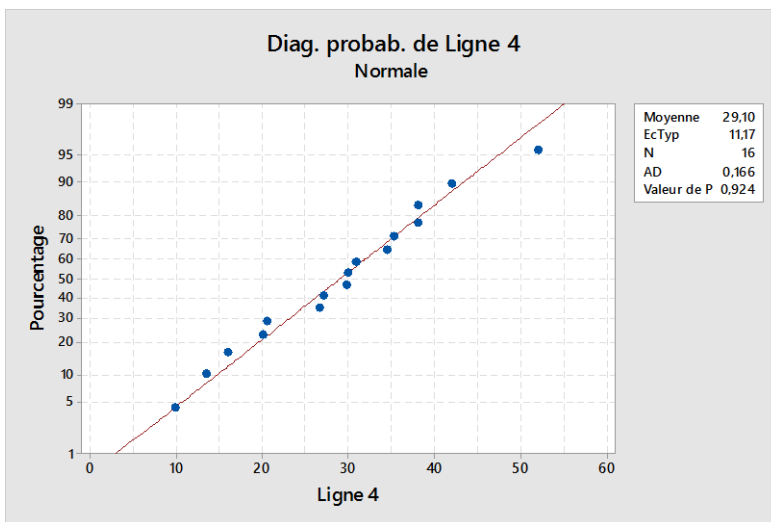
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 16 : la carte de contrôle pour l'acide dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. Ce qui n'est pas le cas pour les limites fixées par la société d'un point dépassant la LMI et donc le procédé n'est pas sous contrôle.

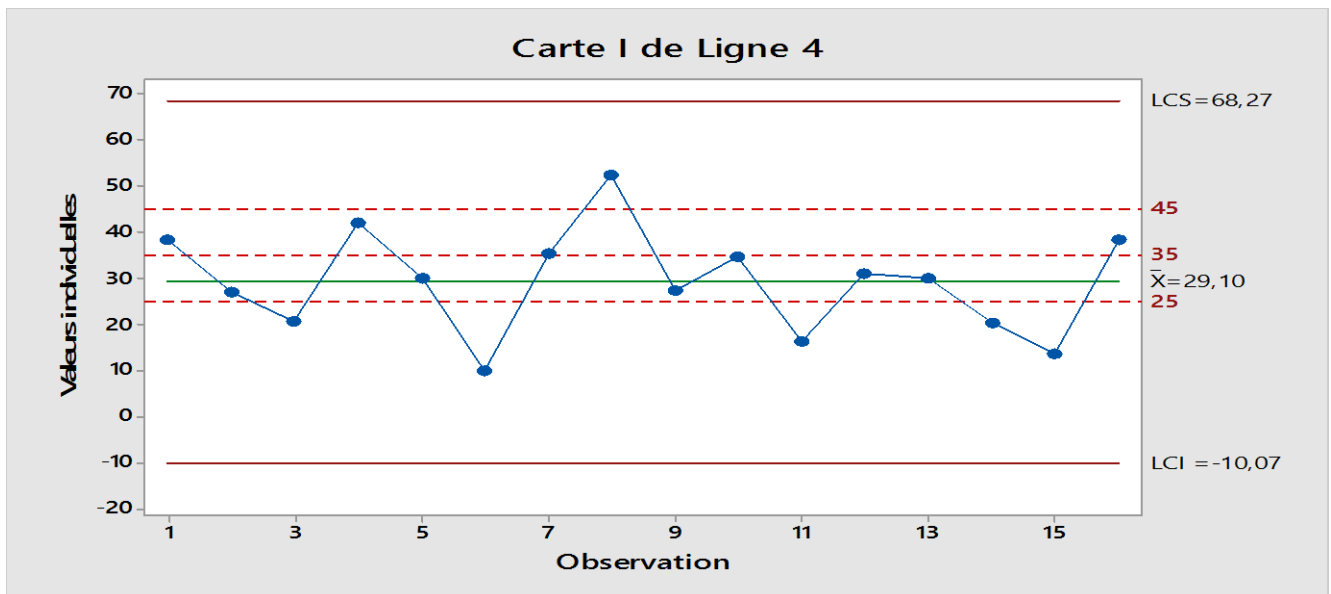
**Pour la ligne 4 :**



**Figure 17 : courbe du test de normalité pour l'acide dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

Moyenne=29,10 ; écart type=11,17

D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 18 : la carte de contrôle pour l'acide dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédé est sous contrôle. Cependant, la présence de point dépassant les limites LMS et LMI, montre que le procédé n'est pas sous contrôle d'après les normes fixées par la société.

**2) Conclusion :**

En somme, Les analyses des résultats obtenues par le test de normalité dans les deux lignes montrent que les valeurs suivent la loi normale. Or, l'analyse des résultats obtenus à partir des cartes des contrôles montre que l'opération n'est pas sous le contrôle, on en conclue que le système de nettoyage NEP ne peut pas détecter la présence d'une défaillance au niveau de l'opération de nettoyage.

**4) vérification de la stabilité de la procédure de nettoyage par l'eau fraiche :**

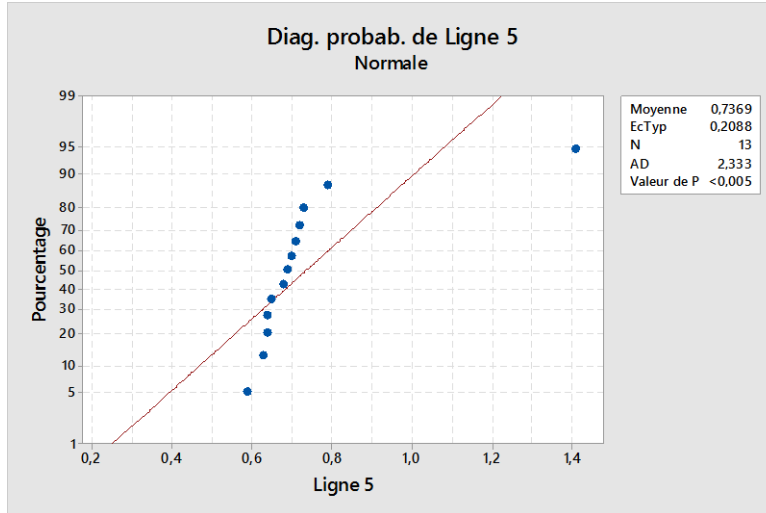
Les normes de la concentration de l'eau fraiche fixée par la société sont :

LMI de la conductivité ms	Cible de la conductivité en ms	LMS de la conductivité en ms
0	0,63	1

**1) les résultats obtenus**

Les résultats des analyses des échantillons pour chaque ligne sont présentés sous forme de cartes de contrôle :

**Pour la ligne 5 :**



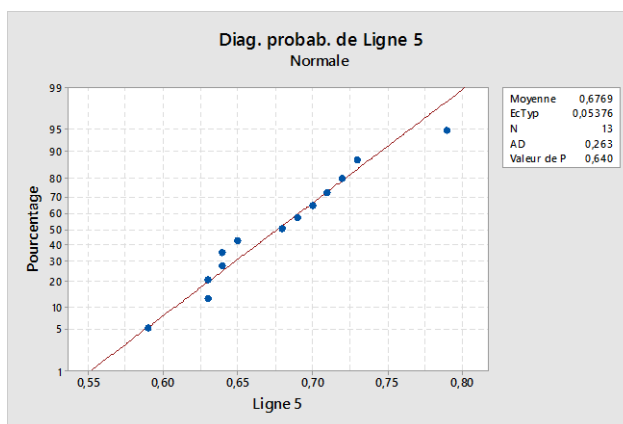
**Figure 19 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

Moyenne=0,7369 ; écart type=0,2088

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence de valeurs aberrantes est due au volume d'eau utilisé dans le rinçage final.

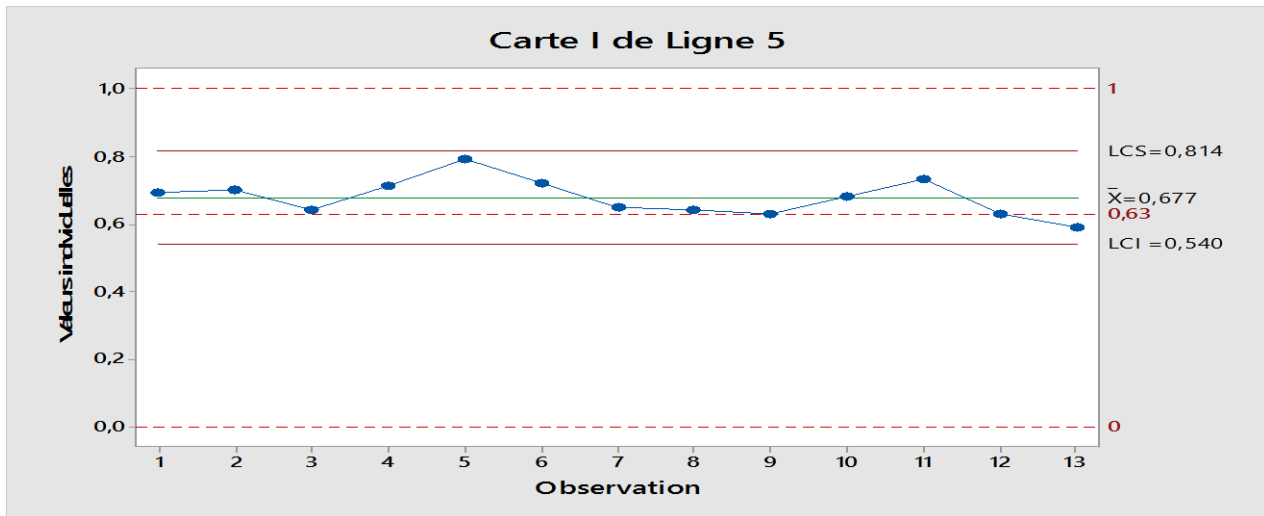
Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :



**Figure 20 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

Moyenne=0,6769 ; écart type=0,05376

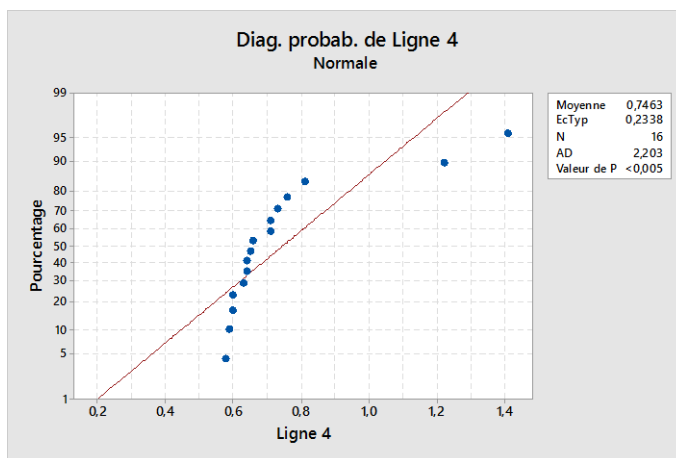
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 21 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. De même pour les limites LMS et LMI montrant que le procédé est également sous contrôle d'après les normes fixés par la société.

**Pour la ligne 4 :**



**Figure 22 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

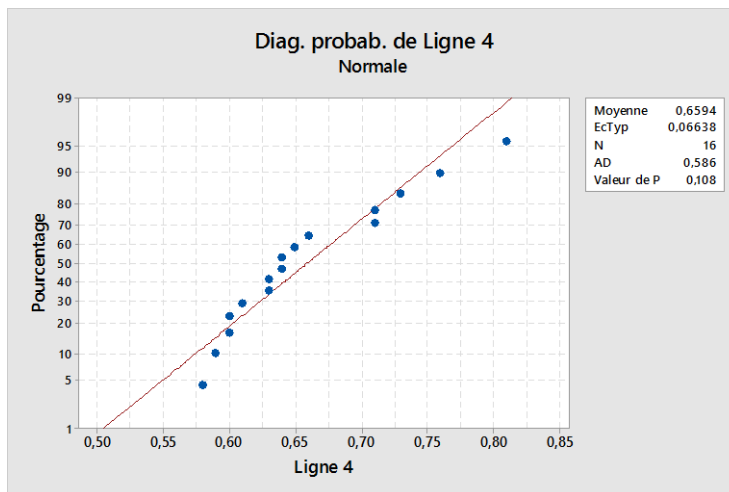
Moyenne=0,7369 ; écart type=0,2088

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence d'une valeur aberrante est due au volume d'eau utilisé dans le rinçage final.

Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :

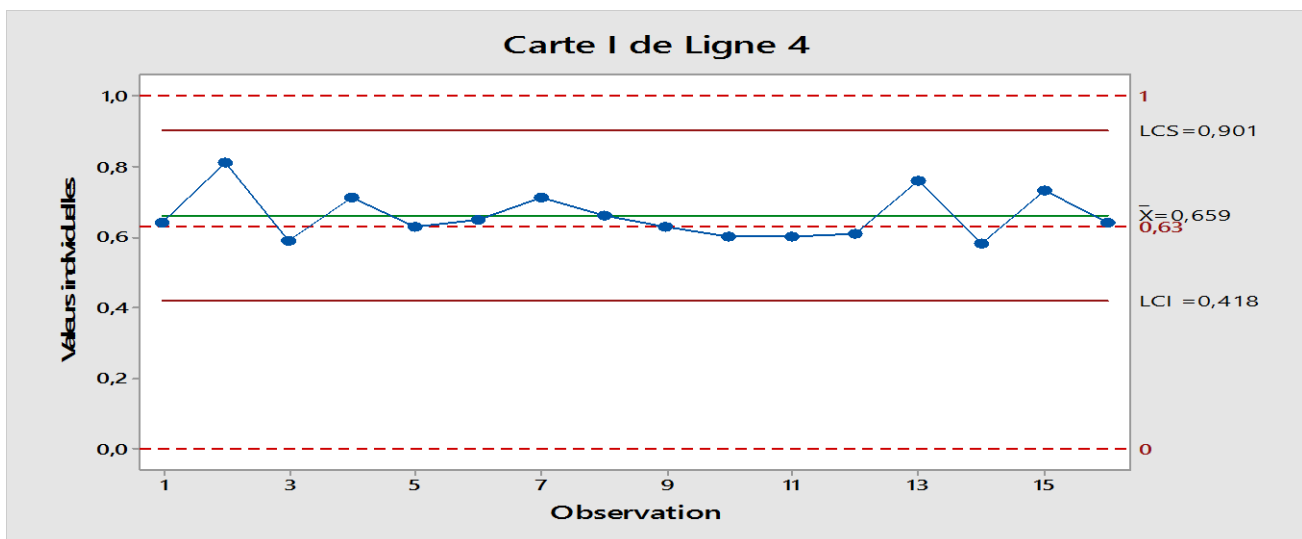




**Figure 23 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

Moyenne=0,6769 ; écart type=0,053576

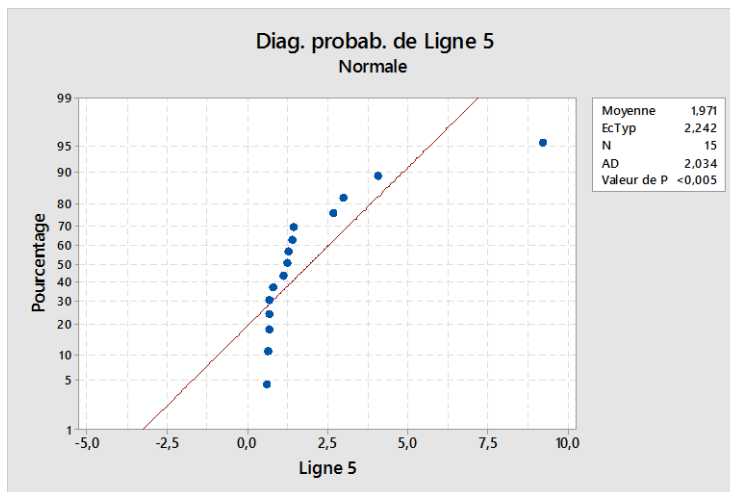
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 24 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. Le même constat peut être fait pour les limites LMS et LMI.

**Pour la ligne 5 nettoyage semi complet :**



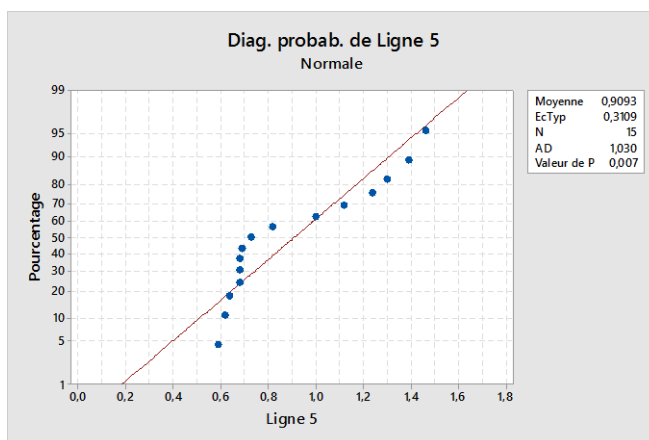
**Figure 25 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=1,996 ; écart type=2,569

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence d'une valeur aberrante dé au volume d'eau utilise dans le rinçage final.

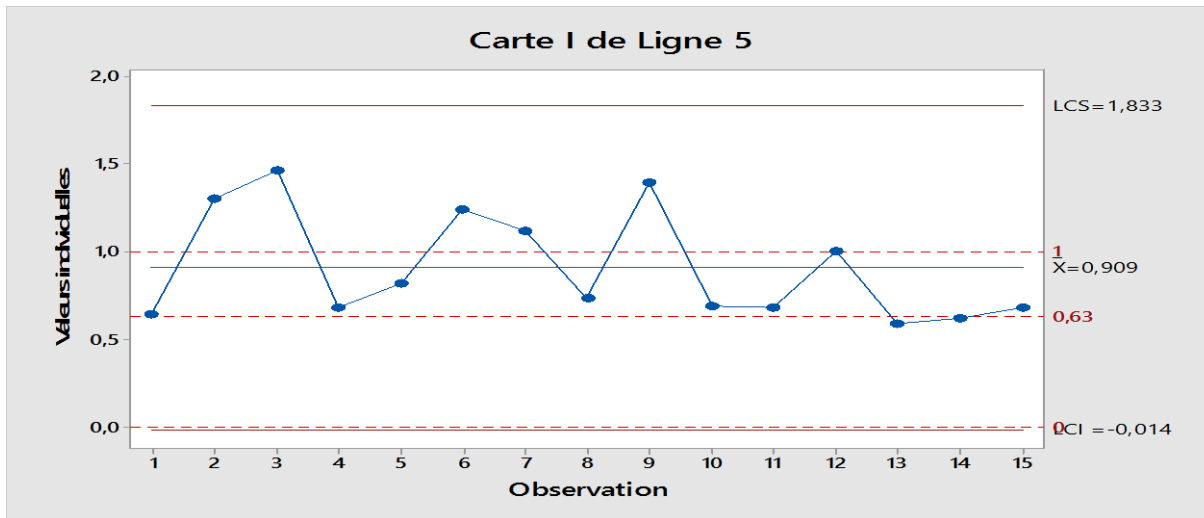
Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :



**Figure 26 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=0,7335 ; écart type=0,1478

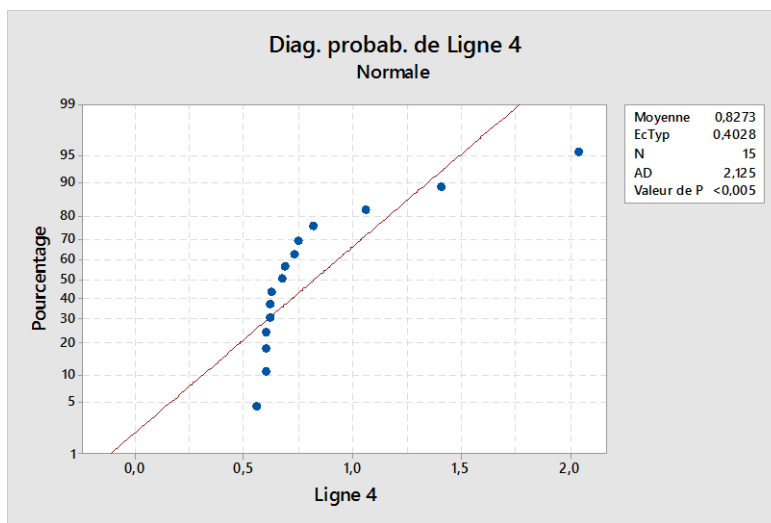
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 27 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 5 (nettoyage semi complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que le procédé est sous contrôle. Par conséquent le procédé n'est également pas sous contrôle d'après les normes fixées par la société.

**Pour la ligne 4 nettoyage semi complet :**



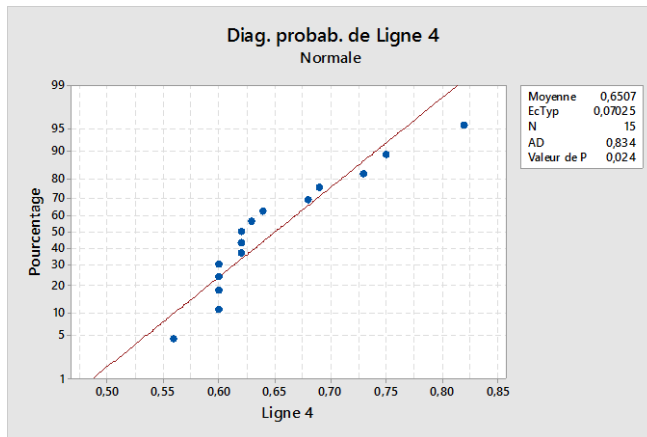
**Figure 28 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=0,8273 ; écart type=0,4028

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence d'une valeur aberrante est due au volume d'eau utilise dans le rinçage final.

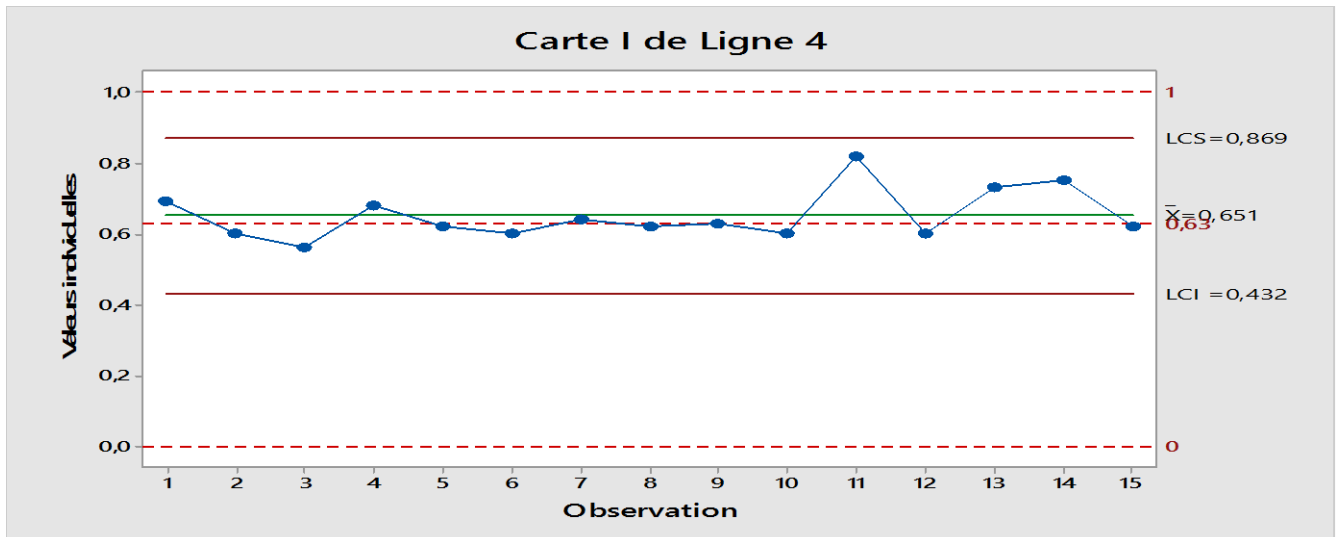
Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :



**Figure 29 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=0,6507 ; écart type=0,7025

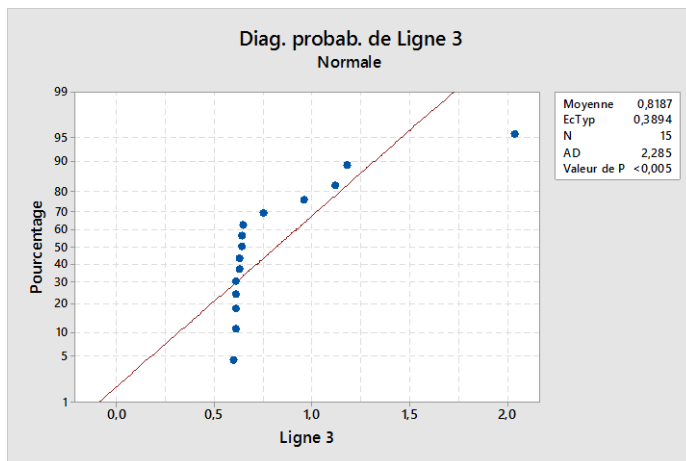
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 30 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 4 (nettoyage complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédé est sous contrôle. Pour les normes fixées par la société, les valeurs sont à l'intérieur des limites LMS et LMI, on constate que le procédé de nettoyage est pratiquement sous contrôle également.

**Pour la ligne 3 :**



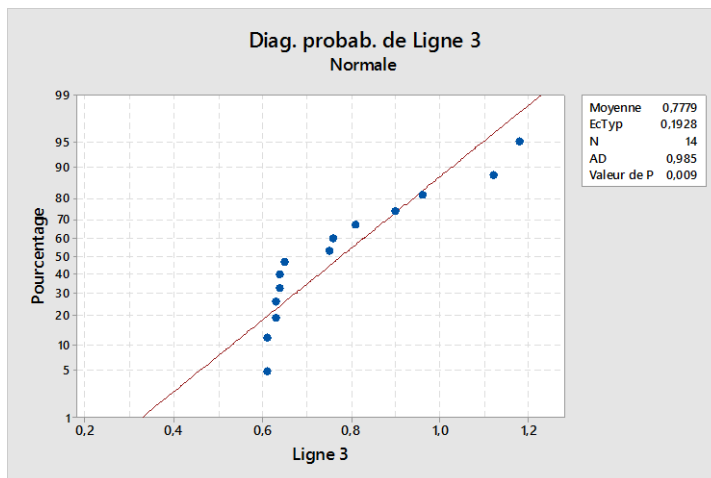
**Figure 31 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 3 (nettoyage complet)**

Moyenne=0,8187 ; écart type=0,3894

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence des valeurs aberrantes due au volume d'eau utilise dans le rinçage final.

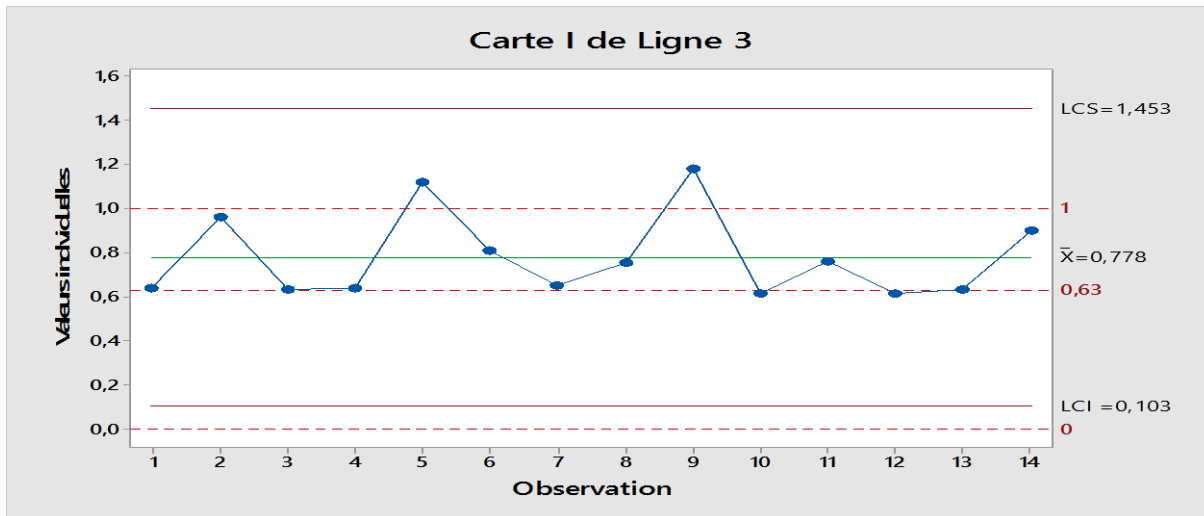
Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :



**Figure 32 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 3 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=0,7314 ; écart type=0,2010

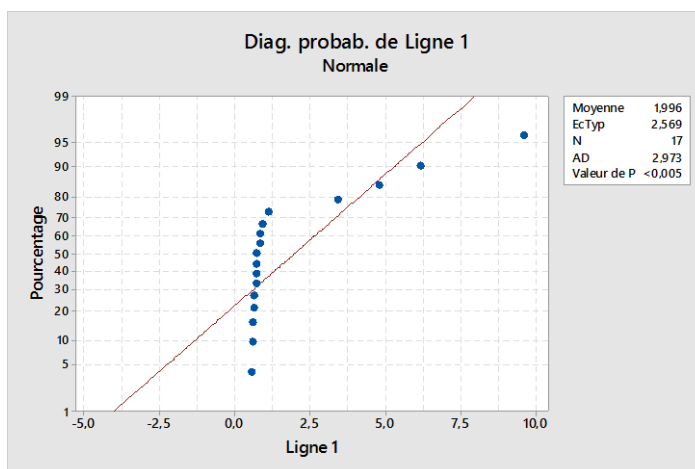
D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 33 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 3 (nettoyage semi complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. Par contre, le procédé n'est pas sous contrôle d'après les normes fixées par la société.

**Pour la ligne 1 :**



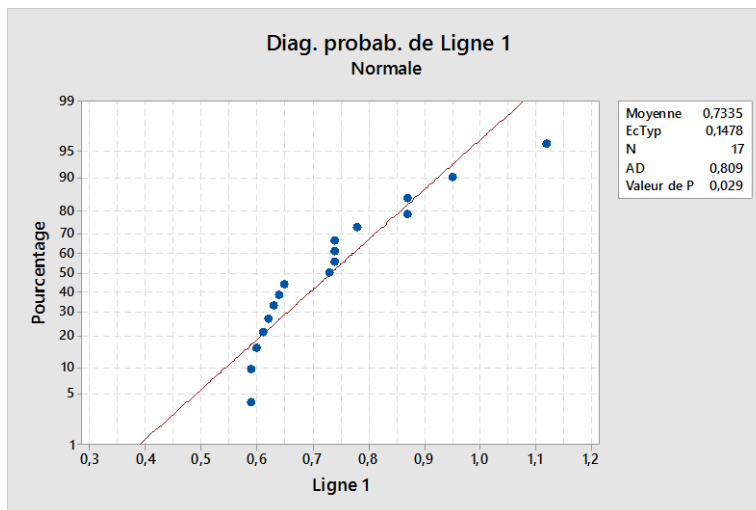
**Figure 34 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=1,996 ; écart type=2,569

D'après la courbe d'henry la population ne suit pas la loi normale.

La présence des valeurs aberrantes due au volume d'eau utilise dans le rinçage final.

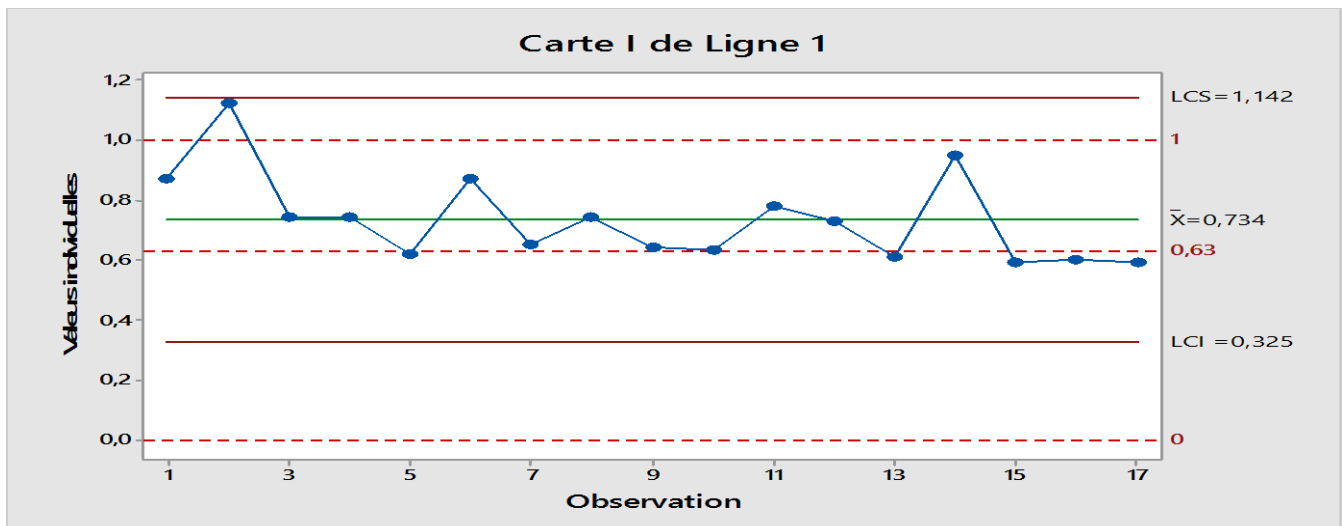
Après la correction des systèmes on a obtenue les résultats suivants :



**Figure 35 : courbe du test de normalité pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage semi complet)**

Moyenne=0,7335 ; écart type=0,1478

D'après la courbe d'henry la population suit la loi normale.



**Figure 36 : la carte de contrôle pour l'eau fraiche dans la ligne 1 (nettoyage semi complet)**

D'après la carte de contrôle ci-dessus on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LCS et LCI donc on conclue que la variation de la conductivité est stable, le procédés est sous contrôle. Or, le procédé n'est pas sous contrôle pratiquement puisque on a la d'une valeur qui dépasse la limite supérieure LMS.

## 2) Conclusion :

Les résultats du test de normalité indiquent la présence de valeurs aberrantes dues au volume d'eau utilisée au niveau de la dernière phase de nettoyage pour les lignes 2, 3, 4 et 5.



Cette dernière phase a été refaite, et le test de normalités a montré que les résultats suivent la loi normale.

Pour la ligne 1 les valeurs aberrantes semblent être dues à la présence d'une fuite au niveau de la vanne (v09.108) du routeur de la solution de soude, ce qui engendre l'augmentation de la conductivité étant donné la concentration de la soude dans la phase de rinçage finale. Après avoir refait cette phase, nous avons trouvé que les résultats suivent la loi normale.

Par ailleurs, les résultats obtenus à travers les cartes de contrôle des lignes 3 et 5 montrent que le procédé de nettoyage n'est pas sous contrôle et par conséquent on peut dire qu'un tel système ne peut être capable détergente dans l'eau de rinçage final.

### **Conclusion générale**

La contamination chimique dans l'industrie agro-alimentaire et l'un des facteurs qui connaît une importance croissante au cours des dernières années. Dans ce contexte l'usine ouad nja a mis en œuvre des moyens qui peuvent être préventifs et qui concernant la conception des locaux, la maîtrise du milieu, l'application stricte des procédures contribuant à limiter les contaminations : il s'agit des opérations de nettoyage, les quelles pouvant être une source de contamination si les procédures ne sont pas bien respectées.

Au préalable, l'objectif fixé et de valider dans un premier temps toutes les méthodes de nettoyage de l'intégral des équipements du site y compris la recherche des traces de détergents dans l'eau de rinçage final, et dans un deuxième temps de valider tout l'équipement de l'installation de NEP.

A prés la qualification des équipements de l'installation du module NEP, nous avons pu détecter plusieurs anomalies au niveau des circuits et des vannes. Les positions des conductimètres dans les lignes 3, 4 et 5 peuvent perturber les résultats de la conductivité, autrement dit de la concentration des solutions détergentes.

Par ailleurs les cartes de contrôle des solutions détergentes, nous ont permis de déduire que l'opération de nettoyage n'est pas sous contrôle, ce ci peut permis de déduire :

- Une perte de la matière si la conductivité dépasse la LMS fixé par la société.
- Une inefficacité du nettoyage si la conductivité est inférieur à la LMI fixée par la société.



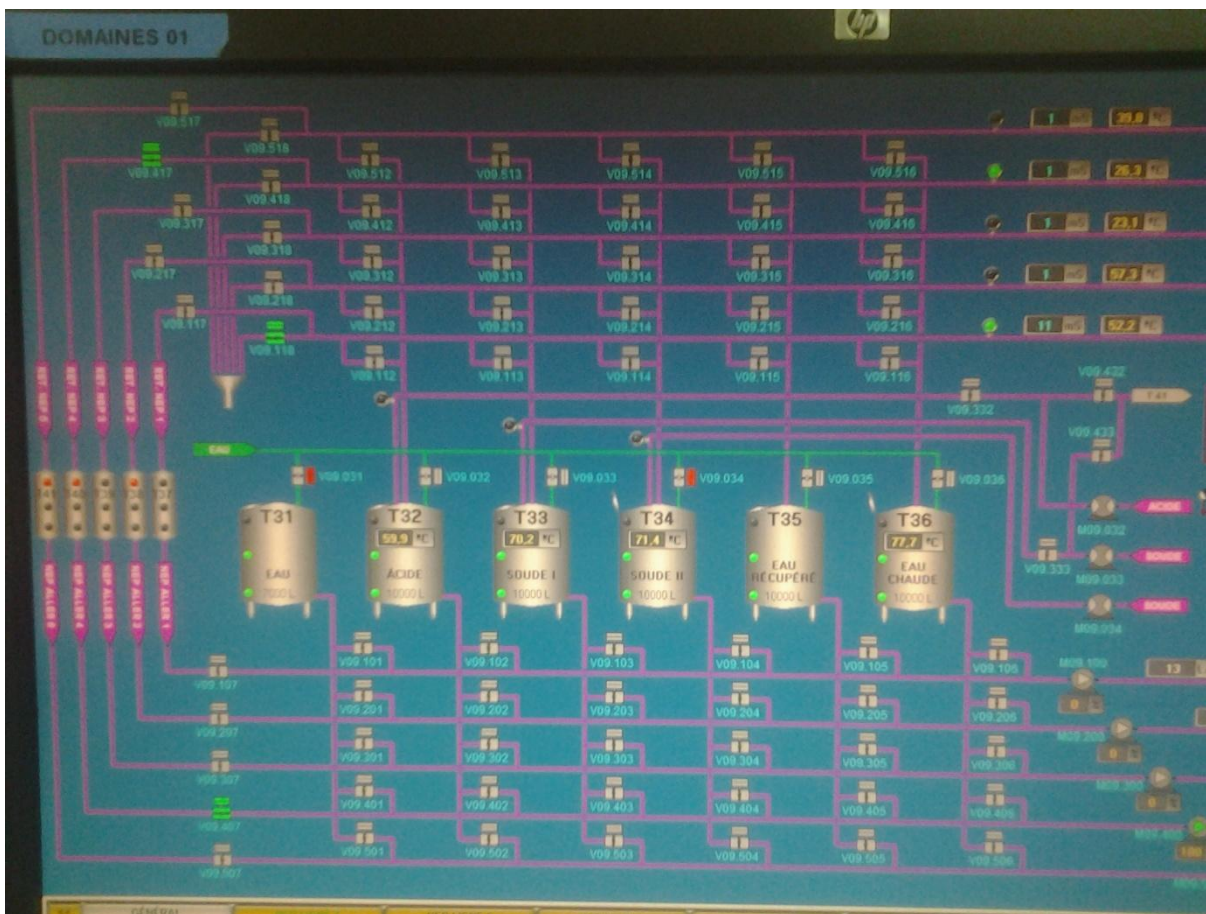


- Ou encore une contamination chimique si la conductivité dépasse la LMS, le volume d'eau du rinçage ne sera plus suffisant pour éliminer toutes les traces de solution détergentes.

L'analyse de cartes de contrôle de la phase finale de nettoyage montre la présence de traces de la solution détergente, pouvant provoquer une contamination chimique au niveau des différents produits laitiers.

Il faut signaler que le système de nettoyage manque d'alarmes d'alertes pouvant détecter automatiquement toute anomalie dans les différentes opérations de nettoyage.

#### ANNEXE : 1





### Bibliographie :

- (1). JACQUET B. - 1968, «Hygiène en charcuterie et dans l'industrie de la viande». Centre technique de la salaison charcuterie et des conserves de viande, CDIUPA, Paris, Avril, n026210, 87.
- (2). KLUGER. D.-, 1978, «Les quatre facteurs de l'hygiène dans l'industrie de la viande », RTVA, 140,42-43.
- (3). khady Sow , N (2003) : efficacité du nettoyage et de la désinfection du matériel et des surfaces de production dans l'industrie de traitement de poissons: cas de Sénégal pêche, diplôme d'études approfondies de productions animale, école inter - états des sciences et médecine vétérinaire, dakar(sénégal)
- (4). agence de fédérale pour la sécurité de la chaîne alimentaire (2012), dossier n : G-034, guide d'autocontrôle pour la production et la vente de produits laitiers à la ferme.
- (5). baricault, A (2014) : validation de nettoyage dans l'industrie pharmaceutique : cas pratique d'un projet de changement d'agent de nettoyage, diplôme d'état de docteur en pharmacie, université bordeaux 2 : u.f.r. des sciences pharmaceutique, bordeaux
- (6) Groupe permanent d'étude des marchés de produits divers de l'industrie chimique et parachimique (GPEM/CP) (1999), guide pour le nettoyage des locaux, direction des affaires juridiques, paris, page : 12.
- (7) Conte, L (2003) : validation des procédures de nettoyage. Application à un cas concret dans l'industrie pharmaceutique, diplôme d'états de docteur en pharmacie, faculté de pharmacie université Henri Poincaré, Nancy
- (8). Le nettoyage en salle propre, guide, méthodes et bonnes pratiques. Document réalisé pour le guide de l'ultra propreté, Bureau de la connaissance des marchés industriels, 5e édition, 2005

