UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES

Licence Es-Sciences et Techniques (LST)

TECHNIQUES D'ANALYSE ET CONTROLE DE QUALITE (TACQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

Validation de la Méthode de Nettoyage NEP au Sein de la Société Laitière CHERGUI

Présenté par :

♦ *SEQQAT Yousra*

Encadré par :

♦ **Mr. KAJJOUA Otmane (Société Laitière Chergui)**
♦ **Pr. MELIANI Abdeslam (FST – Fès)**

Soutenu Le 07 Juin 2016 devant le jury composé de:

- **Pr. MELIANI Abdeslam.**
- **Pr. IHSSANE Bouchaib.**
- **Pr. BOULAHNA Ahmed.**

Stage effectué à la Société Laitière CHERGUI

Année Universitaire 2015 / 2016

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents :

Pour leurs patience et tous les sacrifices qu'ils ont consentis pendant mes longues années d'étude. Aucune dédicace ne saurait leur exprimer mon profond amour et mon attachement.Que Dieu leur procure santé, bonheur et longue vie afin que je puisse leur combler à mon tour.

A mon frère et ma sœur :

Merci pour votre amour, votre soutien et votre aide qui m'ont été, tout au long de mon parcours estudiantin, précieux pour surpasser jour après jour.

A toute ma famille :

Je vous remercie pour votre encouragement et votre soutient, et c'est avec un immense plaisir que je vous dédie ce modeste travail.

A tous mes ami(e)s :

Je vous remercie pour tous les merveilleux moments qu'on a passés ensemble.

Je dédie aussi mon travail à *tous ceux qui m'ont soutenu* de près ou de loin tout au long de mon parcours estudiantin. Que Dieu leurs accorde la santé et la prospérité.

Remerciement

En premier lieu, je tiens à remercier **ALLAH**, le tout puissant, qui m'a donné la force d'accomplir ce modeste projet.

J'adresse ma plus grande reconnaissance à Monsieur le Directeur de l'usine d'Oued Nja du Domaine Douiet *Mr. BENSADIK Fayssal*, 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 KAJJOUA Othmane* responsable du laboratoire de contrôle de qualité, ainsi que *KHORMANE Abderrahim* pour leurs conseils judicieux, leur disponibilité et de me faire partager leurs connaissances, expérience et savoir-faire.

Et bien sûr sans l'aide des pilotes, des autocontrôles et toute l'équipe du process présenté par Mr : *Z.JAKANI*, *A.KAIBA* et *I.MOSLEH* qui ont partagé avec moi leurs précieuses connaissances dans cette étude ; ce travail n'aurait pas vu le jour, je tiens donc à les remercier vivement.

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

J'adresse aussi mes vifs remerciements à tous les membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce modeste travail, je leur manifeste ma profonde gratitude.

Enfin je tiens à adresser toute ma gratitude et ma sympathie à toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin, chacun de sa manière, pendant la période du stage.

Liste des figures

N° de figure	*Titre*	*Page*
Figure 1	Chronologie et historique des Domaines agricoles	3
Figure 2	Organigramme de l'usine Oued Nja	6
Figure 3	Diagramme de production du yaourt au Domaine DOUIET	9
Figure 4	Cercle de Sinner	13
Figure 5	Diagramme des valeurs aberrantes pour la soude	24
Figure 6	Diagramme des valeurs aberrantes pour l'acide	25
Figure 7	Diagramme des valeurs aberrantes pour l'acide après rectification	26

Liste des abréviations

MG	Matière grasse
MP	Matière de préparation
MPF	Matière de préparation fraie
NF	Norme française
HACCP	Hazard Analysis Critical Control Point
NEP	Nettoyage en place
CIP	Cleaning in place
ISO	International Organization for Standardization
BBT	Bleu de bromothymol
N	Nombre d'échantillons
EcTyp	Ecart-type
Min	Minimum
Max	Maximum
G	Rapport de Grubbs
P	Probabilité d'obtenir une valeur minimale aussi petite et une valeur maximale la plus grande possible.
obs	observé
crit	critique

Sommaire

Introduction générale ……1

Chapitre 1 : Généralités sur l'entreprise ……2
I. Présentation de l'organisme d'accueil ……3
1. Historique et évolution……3
2. Site Oued NJA……4
II. Procédé de fabrication……7
Chapitre 2 : Généralités sur le nettoyage et la désinfection……10
I. Introduction……11
II. Méthodes de nettoyage ……11
1. Le nettoyage manuel ……11
2. Le nettoyage semi-automatique……12
3. Le nettoyage automatique……12
4. Produits de nettoyage……12
III. Les paramètres influençant le nettoyage……13

Chapitre 3 : Mise au point sur le Nettoyage en place « NEP » ……15
I. Définition…. ……16
II. Les différentes étapes d'un cycle NEP……16
III. Agents de nettoyage……16
1. La soude caustique ou hydroxyde de sodium……16
2. L'acide nitrique……17
IV. Station NEP de l'usine……18
V. Types de NEP dans l'usine……19
1. Le nettoyage complet……19
2. Le nettoyage semi complet……19
3. Sanitation thermique ……19
VI. Avantages et attentes d'un système de nettoyage NEP……20

Chapitre 4 : Validation de la méthode de nettoyage NEP……21
I. Etude pratique……21
II. Test des valeurs aberrantes ……22
III. Justesse par test de Student……27

Recommandations……30

Conclusion générale……31

Bibliographie ……32

Annexes ……33

Introduction générale

Depuis quelques années, les entreprises sont confrontées à des variations de marchés très rapide et à une concurrence très vive. Pour résister, la qualité des produits fabriqués doit être sans reproche et au meilleur prix. Pour rester compétitives et garder leurs clients, les entreprises ont dû s'adapter aux exigences de leurs donneurs d'ordre.

Le choix du Domaine Agricole Royale CHERGUI comme lieu de stage trouve sa justification dans la place importante qu'elle occupe dans le secteur laitier au Maroc, exprimée aussi bien en chiffre d'affaire qu'en diversité des produits et dans la volonté exprimée de ses dirigeants de suivre de près les progrès technologiques et les rénovations des méthodes de fabrication.

L'hygiène en industrie alimentaire est avant tout un état d'esprit. Chacun, quelle que soit son intervention dans un processus de fabrication ou de nettoyage, est responsable de la qualité du produit fini. Suite à ce concept, le domaine Douiet a mis en place, au niveau de la production laitière un investissement important en terme de qualité de produit, qui est la conception du mode 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 licence sciences et technique. 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 :

- *1er chapitre* : présentant le domaine Douiet et le site oued nja, ainsi que le procédé de fabrication des produits laitiers.
- *2ème chapitre* : consacré au nettoyage et désinfection.
- *3ème chapitre* : traite le type de nettoyage adopté par l'usine qui est la NEP.
- le dernier chapitre traite l*a partie expérimentale* : décrivant le sujet de stage et le travail effectué.
- une conclusion générale.

Chapitre 1

Généralités sur l'entreprise « Domaine Agricole 'Oued Nja'» :

- Présentation de l'entreprise.

-Procédé de fabrication des produits laitiers.

I. Présentation de l'organisme d'accueil :

Cette partie présente de manière générale les domaines agricoles, ainsi que l'usine Oued Nja de sa filière la production laitier à Fès « Domaines Douiet » où s'est déroulé mon projet de fin d'étude.

1. Historique et évolution :

Les origines du Domaine DOUIET remontent aux années 70, plus exactement c'est en 1977 qu'a été créé la ferme mais dont la production a été destinée uniquement aux propriétaires. Et ce n'est qu'en 1997 qu'une nouvelle usine destinée à la production laitière fut créé dont le but essentiel était d'élargir le champ de commercialisation et de viser une nouvelle clientèle. Apres un an, c'est-à-dire en 1998, la société a réussi la création de trois départements distincts à savoir celui de l'élevage, l'horticulture, et les produits laitiers. Il s'étend sur une superficie de 700 Ha dont 330 Ha est cultivable et qui dispose de 2 forages «Ain Allah» ainsi que «Bourkaize» situé à 15 Km au nord-ouest de la ville de Fès. IL est constitué de divers secteurs de production animale, agricole et laitiers, et emploi un effectif qui varie entre 700 et 1000 employés dont 32 cadres, et a pour mission:

- la production.
- la transformation.
- la commercialisation des produits.

L'évolution des domaines agricoles a connu des améliorations importantes dès son apparition jusqu'à l'année 2010. Ses améliorations sont représentées selon la chronologie suivante (figure1).

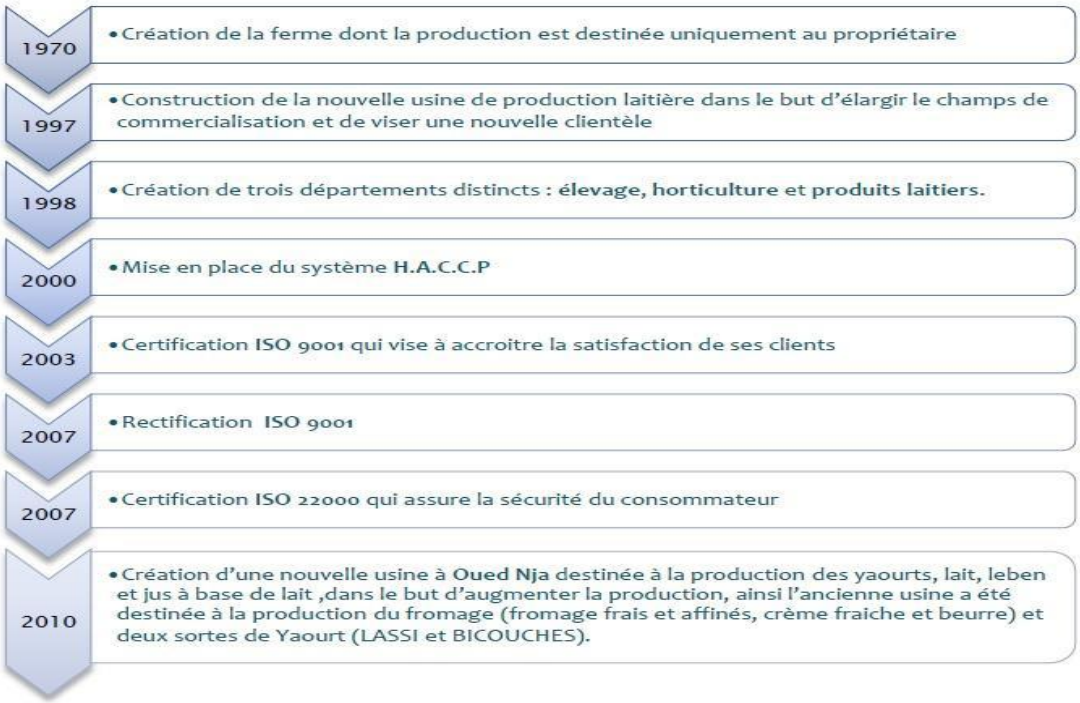


Figure 1 : Chronologie et historique des Domaines agricoles

Les objectifs stratégiques du Domaine sont axés sur la production et la transformation de produits agricoles et agroalimentaires de qualité, dans le respect de l'environnement, tout en contribuant au développement technologique du secteur agricole du pays.

Le Domaine de Douiet dispose de trois filières distinctes qui sont :

Filière Élevage :

Le secteur élevage a deux activités principales : l'élevage des bovins (jeunes bovins, vaches laitières, génisses) et des caprins. Ce secteur est considéré comme la base de la production laitière car le volume et la qualité des produits laitiers sont tributaires de la quantité et de la qualité du lait collecté chaque jour. Le secteur comprend deux complexes placés sous la responsabilité du chef du secteur.

Filière Horticulture :

Le secteur horticulture est scindé en trois zones : deux à Douiet et une à Ras El Ma. Il comprend quatre activités principales :

-Productions végétales (fourrages et céréales).
-Production maraîchère (divers légumes).
-Arboriculture (pêche, vigne,…).
-Floriculture.

Filière des Produits Laitiers :

Le secteur production et transformation laitière a été créé en 1997 sur une surface de 2150m2 et il réalise environ 80% du chiffre d'affaire du domaine de Douiet. Il présente une capacité de production d'environ de 72000 litres par jour soit 27 millions de litres par an, cette quantité peut atteindre jusqu'à 165000 pendant le mois de ramadan.

La production des produits laitiers s'organise en deux sections, à savoir : la fromagerie et la laiterie. Cette dernière a été déplacée à Oued Naja de Fès en 2011.

Ces deux services mettent en jeux des moyens humains et logistiques pour fabriquer des produits de haute qualité portant la marque de « ***CHERGUI*** ».

2. Site Oued NJA :

2.1/- Infrastructure de l'usine :

Le groupe des domaines agricoles a décidé d'ouvrir une nouvelle unité à Oued Nja dans le but d'augmenter la production et de diversifier ses produits, vu que l'ancienne usine de transformation laitière Douiet a une capacité de production insuffisante qui ne permet pas de satisfaire les besoins croissants des consommateurs.

L'usine Oued Nja est composé d'une infrastructure pour assurer la conformité des produits aux exigences des clients, qui est constituée de :

- *Service laboratoire* : composé d'un laboratoire d'autocontrôle microbiologique et physico-chimique pour le contrôle de qualité des produits tout au long de la chaine de production,
- *Service maintenance* : chargé de toutes les réparations au sein de l'usine afin d'assurer le bon déroulement de la production ainsi que le bon fonctionnement des équipements,
- *Un magasin* : d'une superficie de 800m2 pour le stockage des matières premières : lait en poudre, arômes, fruits, sucre, cartons, pots en plastique….
- *Salle d'extrusion* : pour la fabrication des bouteilles en plastique,
- *Salle de reconstitutions* : pour la préparation des mix et l'ajout des additionneurs,
- *Salle de process* : elle inclue les cuves de stockage, de maturation et tampon, les autoclaves et les écrémeuses,
- *Salle de conditionnement* : pour la transformation du lait, composée de trois lignes de production d'une capacité d'environ 60.000litres/jour :
    - ligne carton : Lait pasteurisé (entier et écrémé) et Leben (nature, raîb aromatisé et beldi),
    - ligne yaourt : Yaourt ferme : (nature, chèvre et aromatisé), Yaourt brassé fruités et Yaourt crémeux (aromatisés),
    - ligne bouteille : Jus de fruits lacté et yaourt à boire fruité (vanille, fraise, avocat, pêche et amande).
- *Des chambres chaudes* pour la fermentation des produits,
- *Des chambres froides* pour le stockage des produits finis,
- *Une centrale des utilités* : pour la production de la vapeur, l'eau glacée et l'air comprimé,
- *Des camions de distribution*,
- *Des équipements informatiques*,
- *Des équipements de communication.*

2.2/- Fiche signalétique de l'usine :

Dénomination sociale	**Domaine Douiet**
Forme juridique	Entreprise privé
Date de création	2010
Activité	Production des produits laitiers
Effectif (personnel)	122
Directeur de groupe	Mr Fayçal BENSEDDIK
Siège social	Route d'Azemmour Casablanca
Téléphone / Fax	0535 75 24 50 / 05 35 75 68 08
Email	dd@douiet.co.ma

2.3/- L'Organigramme :

L'organigramme ci-dessous illustre la structure des niveaux hiérarchiques et fonctionnels de l'usine Oued Nja :

Figure 2 : Organigramme de l'usine Oued Nja

2.4/- Gamme de produit :

Les produits laitiers fabriqués par l'usine oued Nja sont les suivants :

- **Lait** : lait entier, lait 0%**,**
- **Yaourt ferme "JNAN" :**
  - Bovin : Nature sans sucre, nature sucré, fraise, coco, vanille, abricot ;
  - Chèvre : Nature sans sucre, nature sucré ;
- **Yaourt brassé "brassé" :**
  - Brassé fruité : orange, fraise, abricot, ananas et sans sucre ;
  - Finesse sucré fruité : poire, cerise, myrtille et DFC ;
  - Bifidus : musli et nature ;
- **Yaourt "crème" :** mangue, vanille, fraise, citron et fruit de bois ;
- **Yaourt à boire "DAYA" :** Pèche, amande, avocat, vanille ;
- **Raib :** Banane et citron ;
- **Jus lactés :** Orange-fraise, pèche –abricot, mangue ;
- **Raibi :** Grenade et tropical ;
- **Leben :** Beldi et nature.

II. Procédé de fabrication des produits laitiers :

1)- Traitement du lait :

Au sein de l'usine Oued Nja, le lait cru passe par plusieurs phases de traitement dans différentes machines et différents équipements afin d'obtenir un produit fini prêt à être consommer par les utilisateurs. La production s'effectue habituellement en continu dans un procédé fermé dont les principaux éléments sont raccordés par des conduites. Le type de traitement appliqué et la conception du procédé dépendent du produit fini. Les opérations de base du traitement du lait s'effectuent comme suit :

- **Réception du lait :**

Le lait cru arrive des domaines de Douiet, Kouacem, Bouderra et Sid Lkamel dans des camions citernes. Il est contrôlé par diverses analyses afin d'en vérifier la qualité et la température du lait dans la réception. Le lait frais, collecté au plus tard 72 h après la traite, doit être contrôlé dès sa réception pour produire un lait de consommation de qualité irréprochable, avec le goût désiré, une belle apparence et une longue conservabilité, selon les critères suivants, puis stocké à froid(<5°C).

Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait doit subir certains tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir :

- Point de congélation (mouillage).
- Détermination de la teneur en MG.
- pH.
- Extrait sec total (EST).
- Matière azotée protéique (MAP).
- Test sensoriel: Analyse gustative, olfactive et visuel du produit (Goût, couleur et odeur).

Durant le déchargement, le lait traverse un filtre pour éliminer les impuretés et corps étrangers, puis un dégazeur dans le but d'évacuer toutes les odeurs et les bulles de gaz étrangères trouvés dans le lait. Sous l'action d'une pompe centrifuge, le lait va s'écouler dans un échangeur à plaques, traversé par l'eau glacée à contre-courant avec le lait, dont le but est de le refroidir à une température moins de 4 °C, pour stopper l'activité microbienne.

- **Refroidissement et stockage du lait cru :**

Après sa filtration et son dégazage, le lait subit un refroidissement à 4°C±2 afin de limiter le développement des germes, puis stocké dans des cuves. Les cuves de lait entier sont équipées de doubles enveloppes calorifugées afin de maintenir la température du lait à moins de 4°C et d'agitateurs pour assurer un mélange homogène et éviter le crémage spontané du lait. Le stock ne doit pas dépasser 48 heures pour éviter la protéolyse et la lipolyse.

- **Thermisation du lait :**

C'est la première étape de la chaîne de production au sein de l'usine, c'est un léger chauffage que subit le lait (de 45 °C pendant quelques minutes à 75 °C pendant 15 secondes),elle a pour deux but: elle permet d'une part la destruction d'un nombre considérable de microorganisme et facilite d'autre part l'étape de l'écrémage.

- **Ecrémage et Standardisation** :

Afin d'obtenir la matière première pour fabriquer de la crème et du beurre, il faut séparer la matière grasse du lait. L'écrémage est aussi une technique utilisée dans les filières de fabrication des produits laitiers pour standardiser la matière grasse. On obtient ainsi un lait et des produits à teneur précise en matière grasse. L'écrémage est effectué mécaniquement en séparant le lait et la crème par centrifugation à l'aide du séparateur centrifuge.

- **Pasteurisation :**

Constitue l'étape la plus importante dans le traitement du lait, c'est un traitement thermique qui consiste à faire augmenter la température du lait jusqu'à 90-95°C pendant 5 min afin d'assurer la destruction de 90% de tous les germes pathogènes et d'augmenter sa durée de conservation ; ainsi que la formation de l'acide formique qui active les bactéries lactiques.

- **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.

- **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, Raîb 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).

- **Stockage/ Expédition :**

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

2)- Exemple de production des yaourts :

Les différentes étapes de production des yaourts au sein de l'usine Oued Nja s'effectuent comme l'indique le diagramme suivant :

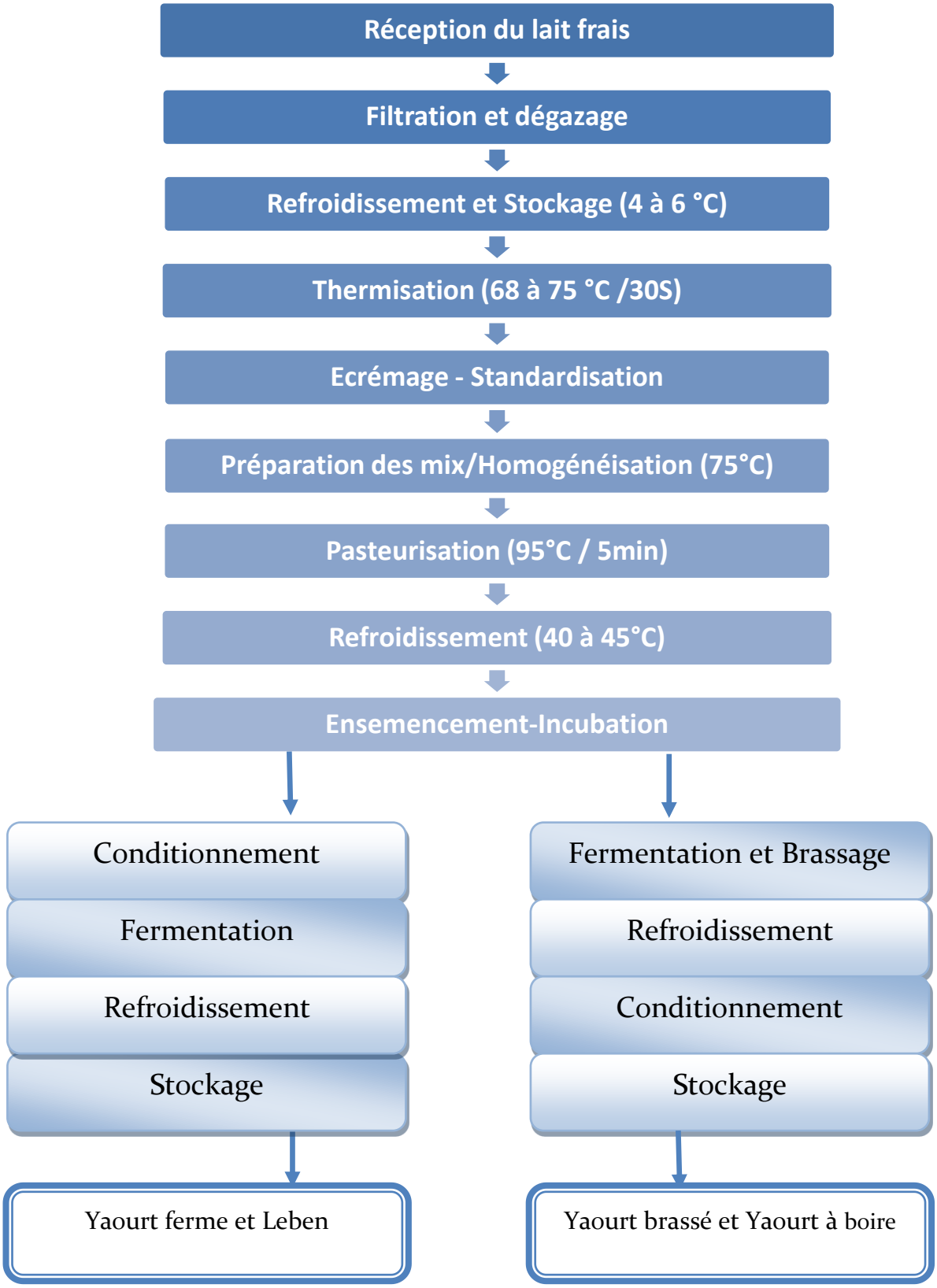


Figure 3 : Diagramme de production du yaourt au Domaine DOUIET

Chapitre 2

Généralités sur le nettoyage et la désinfection

I. Introduction :

L'hygiène est une préoccupation de base lors du traitement de produits d'alimentation, chaque installation à besoin d'un bon processus de nettoyage et désinfection contrôlé. Effectué automatiquement ou manuellement, le nettoyage doit être fiable et répétitif en respectant les réglementations d'hygiène strictes de l'industrie alimentaire.

Donc un bon nettoyage et une bonne désinfection sont essentiels pour garantir une production sûre. Le nettoyage a pour but d'éliminer les substances indésirables, mais il est nécessaire de désinfecter pour obtenir un matériel exempt en bactéries.

Il faut aussi distinguer entre : (Selon la norme NF V01-002:2008) [1]

- ✓ Nettoyer : Est une opération qui a pour but de rendre physiquement les surfaces propre en les débarrassant de leurs souillures visibles (physiques ou chimiques).
- ✓ Désinfecter : tuer et/ou éliminer les micro-organismes.
- ✓ Rincer : éliminer le produit de nettoyage ou le désinfectant, les saletés libérées et les micro-organismes tués.

Le nettoyage et la désinfection ont été pratiqués depuis très longtemps et de façon empirique. De nos jours, le problème du nettoyage et de la désinfection est étroitement lié à l'hygiène selon la méthode HACCP (=Hazard Analysis Critical Control Point=Analyse des dangers - points critiques pour leur maîtrise) qui est une méthode d'assurance qualité particulièrement bien adaptée à la maîtrise des points critiques. L'intérêt du nettoyage et de la désinfection dans l'application de ce concept HACCP est notamment dans la maîtrise de la durée de vie des produits et leur consommation. Le nettoyage et la désinfection sont apparus comme un outil essentiel pour l'application du système HACCP dans les industries alimentaires. Ce système présente une approche systématique, structurée et rationnelle pour la maîtrise de l'hygiène (dangers microbiologiques, physiques et chimiques) des aliments, car une politique d'hygiène mal adaptée se traduit par une augmentation de la contamination biologique avec possibilité de développement de micro-organismes pathogènes entraînant un risque de toxi-infection alimentaire.

II. Méthodes de nettoyage :

En général, on peut distinguer 3 types de nettoyage : manuel, semi-automatique et automatique.

1. Le nettoyage manuel :

Le nettoyage manuel nécessite l'implication du personnel, les opérateurs doivent être formés et habilités à réaliser le nettoyage. L'équipement est démonté puis les pièces sont transférées jusqu'à la laverie. A l'aide d'outils validés (lingettes, écouvillons, brosses, …), les pièces des équipements sont nettoyées grâce à l'action mécanique générées par les opérateurs. Ce mode de nettoyage est très intéressant pour les petites pièces ou les zones difficiles à nettoyer qui ne seraient pas accessibles par d'autres moyens.

2. Le nettoyage semi-automatique :

Il s'agit d'un enchainement d'opérations de nettoyage manuelles et automatiques.
Ce nettoyage permet de limiter l'intervention de l'opérateur comme la préparation de la solution détergente (réduction du risque d'accident lors de la manipulation du détergent).
Après le prélavage manuel, l'opérateur pourra démonter les pièces de l'équipement pour les installer dans le système de lavage. Il y a donc une possible manutention de pièces plus ou moins lourdes pour l'opérateur.

3. Le nettoyage automatique :

L'équipement est nettoyé sans démontage préalable : c'est le nettoyage en place (NEP) ou «CIP : cleaning in place » en anglais. L'opérateur n'intervient pas dans le nettoyage, il est seulement présent pour s'assurer du bon déroulement du nettoyage et vérifie les données brutes qui sont enregistrées sur un rapport papier ou une supervision. Pour ce type de nettoyage, il faut que des installations de lavage soient présentes à l'intérieur des locaux et que des buses de nettoyage soient présentes à l'intérieur de l'équipement. Ce sont des installations lourdes et coûteuses mais elles permettent d'obtenir la meilleure reproductibilité de nettoyage et diminuent les risques pour les opérateurs.

4. Produits de nettoyage :

✓ Les détergents :

Le choix du détergent doit se faire de façon rationnelle de manière à éliminer une souillure donnée sans altérer les surfaces des équipements et ne pas être une source, ni un vecteur de contamination du produit.
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 ».

✓ Les tensioactifs :

On distingue les tensioactifs anioniques, cationiques et amphotères et 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.

✓ Les sequestrants 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 Tétra-acétique et les phosphonates.

✓ Les solutions alcalines :

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 augmentent 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 seront 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.

✓ Les solutions 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.

III. Les paramètres influençant le nettoyage :

Le nettoyage se définit par l'interaction de quatre facteurs qui permettent d'obtenir un équipement visuellement propre et sec.

Ces quatre paramètres sont réunis dans le cercle de Sinner (figure 4). Ces paramètres sont interdépendants et sont la clé d'un nettoyage réussi, il faut donc trouver le meilleur équilibre possible entre ces quatre facteurs [2].

Les 4 facteurs clés du nettoyage sont :

- **L'action chimique** : elle est apportée par l'utilisation d'un agent de nettoyage donné, cette action sera dépendante du détergent choisi et de son dosage. Dans certains cas, on peut nettoyer sans détergent.
- **L'action mécanique** : elle joue un rôle très important dans l'efficacité du nettoyage, l'action mécanique sera différente si le lavage est manuel ou automatique. En effet, le nettoyage manuel dépendra des actions de frottements réalisés par les opérateurs.

Concernant le nettoyage automatique, ce sera la distance buse de nettoyage/surface et l'angle d'impact de la solution de lavage sur la surface à nettoyer qui auront une influence sur l'efficacité du nettoyage.

- ***La température de lavage*** : la température peut accélérer ou ralentir l'effet nettoyant de certains principes actifs. Il faut donc déterminer la température optimale de lavage pour permettre une bonne élimination des salissures et une meilleure efficacité du détergent.
- ***Le temps*** : le temps de contact entre le détergent et la surface à nettoyer est un paramètre critique pour que l'action du détergent soit efficace. Pour le nettoyage automatique, la détermination de la durée d'action est très importante pour garantir un bon nettoyage.

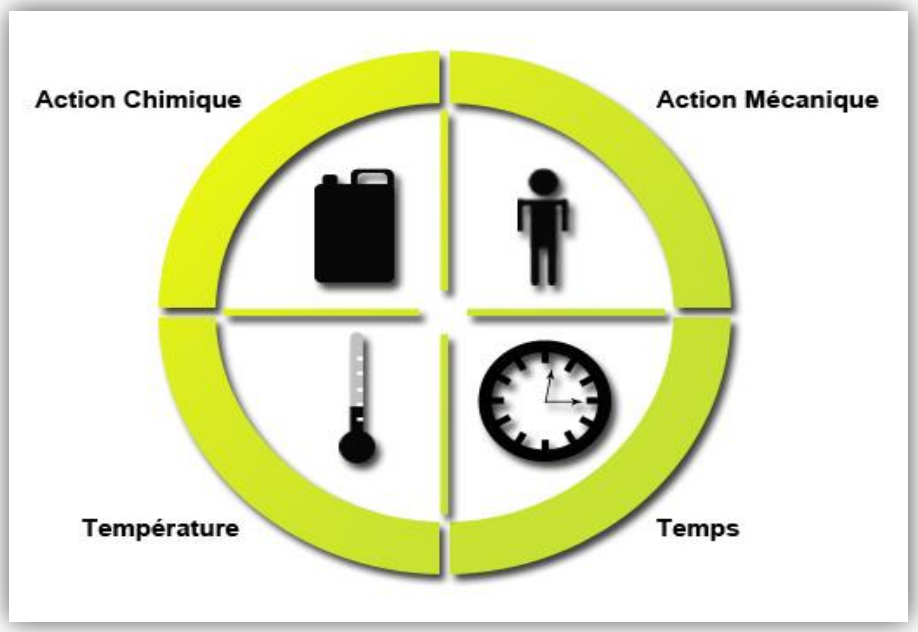


Figure 4 : Cercle de Sinner

Chapitre 3

Mise au point sur
le Nettoyage En Place « NEP »

I. *Définition :*

NEP/CIP (Nettoyage En Place/Clean In Place) est un concept où des solutions de nettoyage et de désinfection circulent dans le circuit sans qu'il soit nécessaire de démonter les installations à traiter. Largement automatisé, le dispositif applique des programmes faisant intervenir successivement différents produits de nettoyage, une désinfection et terminant le cycle par un rinçage. Il est utilisé pour des systèmes fermés composés de tuyauteries reliant différents équipements et cuves. Les opérations de nettoyage se réalisent ainsi sans démontage des équipements.

II. *Les différentes étapes d'un cycle NEP :*

Un programme standard peut inclure [3] :

- ✓ *Vidange des conduites :* par pousse à l'eau ou à l'air pour récupérer le produit alimentaire encore présent dans les installations et les éliminer des surfaces ;
- ✓ *Pré rinçage :* circulation d'eau chaude ou de l'eau froide (combinés à la pousse à l'eau) pour éliminer les substances faiblement liées à la surface ;
- ✓ *Phase de détergence :* action chimique du nettoyage (acide ou alcalin) ayant pour but d'agir sur le dépôt de façon à favoriser son éliminer de la surface ;
- ✓ *Post-rinçage :* on parle aussi de rinçage final ou de rinçage intermédiaire avant désinfection dans lequel les dépôts et résidus chimiques sont éliminés par circulation d'eau;
- ✓ *Désinfection :* si nécessaire, afin d'éliminer les traces de détergent ;
- ✓ *Rinçage final :* par circulation d'eau avant une nouvelle transformation des produits.

III. *Agents de nettoyage :*

1. La soude caustique ou hydroxyde de sodium :

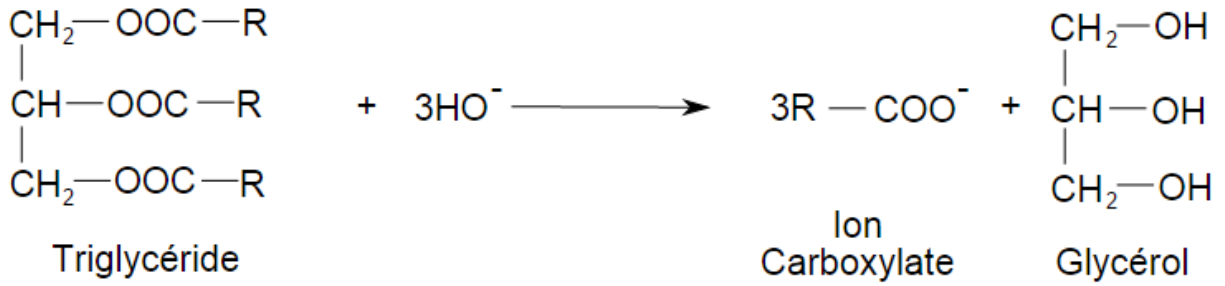
La soude de formule chimique NaOH, se présente sous deux formes :

a) Soude solide : grosses écailles, écailles normales, macro perles (diamètre 2 à 4 mm), micro perles (diamètre 0,7 mm).
b) Lessive de soude : Elle contient 33% à 40%.

La soude solide est hygroscopique, cette propriété rend difficile tout dosage automatique de soude solide dans des ambiances humides.
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 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.

☞ **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

-A*nticorrosion* : En fonction des métaux.

2. L'acide nitrique :

L'acide nitrique HNO3 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.

☞ **Propriétés détergentes :**

- 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'in-oxydabilité 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. *Station NEP de l’usine :*

La station NEP dans l’usine a pour rôle de nettoyer les différentes installations au sein de l’usine.
La zone consacrée aux installations du 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) :** remplie 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 (HNO3) :** 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 fraiche :** 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.
- De plus, on trouve aussi le *système de régulation* avec sondes de température et de conductivité et *les groupes de pompes et de vannes* pour, d’une part, faire circuler les solutions nettoyantes dans les équipements à nettoyer et pour, d’autre part, les récupérer le cas échéant dans les cuves adéquates ou les envoyer à l’égout.

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 nouveau. Il faut également vider la cuve de l’eau de rinçage et la nettoyer pour éviter une contamination de la canalisation.
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 type d’installation est 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.

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 pré-réglée, 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.

V. *Types de NEP dans l'usine :*

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

N.B : ces trois modes de NEP sont effectués de façon automatique à partir du système de contrôle et commandes.

VI. *Avantages et attentes d'un système de nettoyage NEP :*

Les systèmes de NEP sont capables de contrôler, surveiller et indiquer les paramètres critiques utilisés dans les procédés de nettoyage automatisés. Typiquement, les paramètres tels que le Temps, l'Action, la Concentration du détergent et la Température (TACT) déterminent l'état de propreté atteint par le process. Le contrôle efficace de ces paramètres permet d'obtenir des performances de nettoyage constantes.

De plus, les systèmes de NEP garantissent mieux la sécurité de l'opérateur et du process. Par exemple, le nettoyage sans démontage de l'équipement du process réduit l'exposition de l'opérateur aux détergents dangereux. En outre, le risque d'endommager les équipements du process est minimisé car le montage et le démontage de l'équipement sont sujets à erreur humaine, ce qui est susceptible de conduire à des dysfonctionnements graves pour l'équipement. Par ailleurs, ces systèmes peuvent éviter au personnel d'avoir à pénétrer à l'intérieur de la cuve pour nettoyer des pièces tranchantes ou des endroits difficiles à nettoyer, ce qui réduit le risque supplémentaire de blessures corporelles.

Chapitre 4

Partie expérimentale :

« Validation de la méthode de nettoyage NEP au sein de la société laitière CHERGUI »

I. Etude pratique :

❖ Objectif :

Il s'agit de vérifier la concentration de la solution détergente lors de sa circulation que ça soit pour la soude ou pour l'acide. Ainsi, pour que le nettoyage soit efficace, il faut que cette concentration trouvée soit conformes aux normes adoptées par l'entreprise.

❖ Prise d'essai :

La prise d'échantillons des solutions est faite au niveau des équipements qui subissent des nettoyages complet ou semi complet, exactement à partir des vannes qui s'ouvrent manuellement, ces vannes existent au niveau de chaque équipement. Les échantillons à analyser sont mis dans des pots en plastique dans le but de mesurer leurs concentrations dans le laboratoire par dosage acido-basique.

❖ Mode opératoire :

Afin de déterminer la concentration des différents échantillons effectués au niveau de la circulation des détergents de nettoyage, on aboutit à un titrage colorimétrique de l'acide et de la soude. On procède au titrage colorimétrique des solutions NaOH ou d'acide de concentrations connues à l'aide des solutions de NaOH ou d'acide chloridrique HCl; le virage est révélé par l'utilisation du BBT.

Le mode opératoire du dosage est comme suivant :

- On ajuste le zéro sur la burette contenant la solution titrante.
- Dans un bêcher, à l'aide d'une pipette, on mesure 10ml de la solution à titrer.
- On ajoute 4 à 5 gouttes du BBT.
- Initialement la coloration est : bleue si l'échantillon est la soude NaOH, et jaune si l'échantillon est l'acide nitrique.
- On ajoute lentement la solution titrante en mélangeant.
- Le titrage s'arrête à coloration verte.
- On note le volume versée V pour en déduire la concentration selon la relation

$$\boldsymbol{Cb = \frac{Ca \times Va}{Vb}} \quad \boldsymbol{ou} \quad \boldsymbol{Ca = \frac{Cb \times Vb}{Va}}$$

- Après avoir calculé la concentration, on la multiplie par la masse molaire M pour obtenir la concentration molaire :

$$\boldsymbol{Cm = C \times M}$$

- La concentration molaire obtenue est donc convertie en pourcentage en la divisant par $\rho(eau) = 1000 g/l$: $\% = \boldsymbol{\frac{Cm}{\rho(eau)}}$

- **Introduction :**

En 1er temps, pour savoir si la série de mesure contient des valeurs extrêmes on aboutit à la réalisation d'un test des valeurs aberrantes qui est le test de GRUBBS.

Par la suite, on va mesurer la justesse par le test de STUDENT pour savoir si la moyenne de la série de mesure est différente ou non de la norme.

II. Test des valeurs aberrantes :

Définition d'une valeur aberrante :

Avant d'exposer des concepts relatifs aux valeurs aberrantes, il est nécessaire de les définir de manière plus précise. De nombreux auteurs ont cherché à décrire le terme de valeur aberrante et les définitions fournies ont évolué au cours du temps. Grubbs (1969) définit une valeur aberrante comme étant « *une observation qui semble dévier de façon marquée par rapport à l'ensemble des autres membres de l'échantillon dans lequel il apparaît* ».
D'une manière générale, on appelle valeur aberrante (ou extrême) une donnée observée pour une variable qui semble anormale au regard des valeurs dont on dispose pour les autres observations de l'échantillon.

Test des valeurs aberrantes :

Lors de la phase de mesure ou de récupération de données, des erreurs peuvent se glisser pour cela on doit disposer d'un test de valeur aberrantes permettant de détecter ces valeurs et les traiter.

L'objectif général d'une méthode statistique [4] destinée à l'examen de valeurs aberrantes de nature aléatoire est de fournir des moyens pour vérifier si une déclaration subjective de la présence d'une valeur aberrante dans un ensemble de données possède des implications objectives importantes pour l'analyse des données.

Test de GRUBBS :

Parmi les tests définis précédemment, on trouve le test de Grubbs [5] qui permet de déterminer si la valeur la plus grande, la valeur la plus petite, la valeur la plus grande ou la plus petite, ou dans le cas du test de Grubbs double, si les deux valeurs les plus grandes, ou si les deux plus petites peuvent être considérées comme extrêmes (ou aberrantes). Ce test suppose que les données correspondent à un échantillon provenant d'une population qui suit une loi normale.

☞ Réalisation du test de Grubbs simple :

- Il faut classer les n mesures x_i par ordre croissant : $x_1 \leq x_2 \leq \ldots\ldots\ldots \leq x_n$
- Pour vérifier si la valeur la plus grande ou la plus petite est aberrante, on calcule les deux rapports suivants :

$$G_a = \frac{x_n - \bar{x}}{s} \qquad G_b = \frac{\bar{x} - x_1}{s}$$

Avec : $\bar{x}$ la moyenne de toutes les données et s leur écart type.

- On lit les valeurs critiques dans la table du test de Grubbs simple pour n mesures aux risques 5% et 1%.

- **Règle de décision :** Si le plus grand des deux rapports est supérieur à la valeur lue dans la table de Grubbs simple au risque d'erreur (5% ou 1%), la donnée est considérée comme aberrante ou suspecte.

Dans notre analyse, on applique le test de Grubbs avec un risque d'erreur de 1% à l'aide du logiciel statistique MiniTAB. Les résultats sont comme suivants :

☞ Application test de GRUBBS :

N.B : Les valeurs de X dans le cas de la soude ainsi que l'acide sont représentés sous forme de tableaux dans les « annexes »

A. Cas de la soude :

Méthode :

H_0 (Hypothèse nulle) : Toutes les valeurs proviennent de la même population normale.

H_1 (Hypothèse alternative) : La valeur la plus petite ou la plus grande est une valeur aberrante.

Seuil de signification : α = 0,01

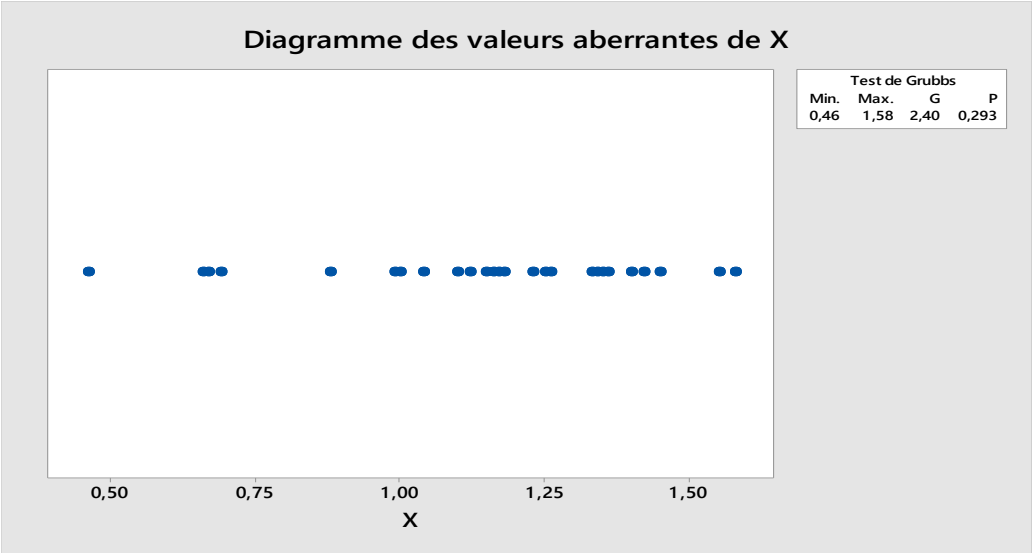


Figure 5 : Diagramme des valeurs aberrantes pour la soude

Test de Grubbs :

Variable	N	Moyenne	EcTyp	Min.	Max.	G	P
X	26	1,1458	0,2861	0,4600	1,5800	2,40	0,293

Interprétation :

D'après le diagramme des valeurs aberrantes, on remarque l'absence de valeurs non significatives pour le seuil de signification de 1% parmi les échantillons effectués dans le cas de la soude.

☞ *Conclusion :*

On peut donc conclure qu'après le résultat du test de valeurs aberrantes que l'ensemble de données correspondantes à la soude ne contiennent aucune valeur non significatives, ainsi sont valables pour l'exploitation.

B. Cas de l'acide :

Méthode :

Hypothèse nulle : Toutes les valeurs proviennent de la même population normale.
Hypothèse alternative : La valeur la plus petite ou la plus grande est une valeur aberrante.
Seuil de signification : $\alpha = 0,01$

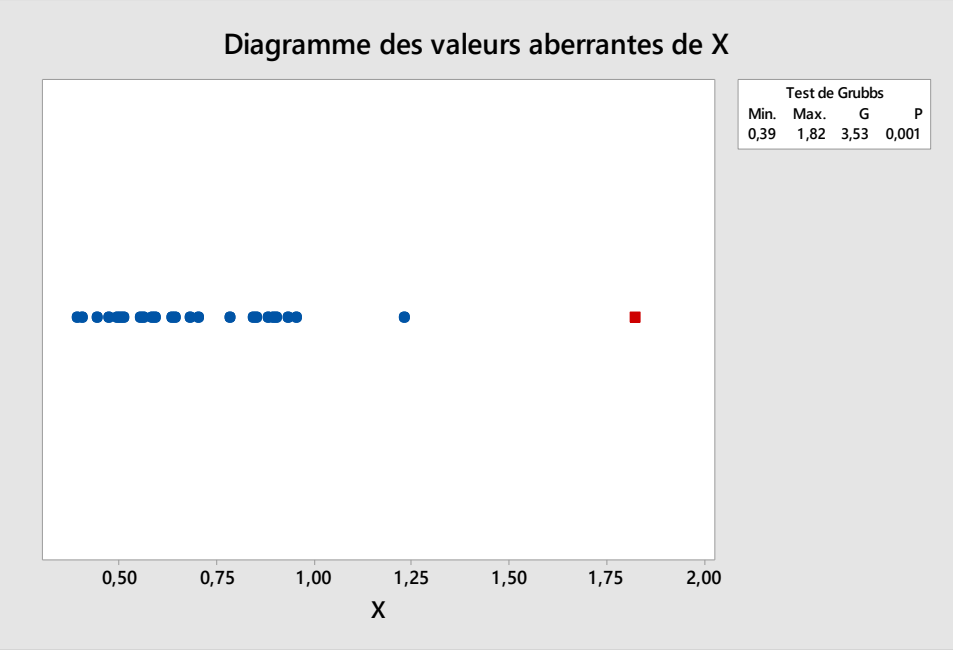


Figure 6 : Diagramme des valeurs aberrantes pour l'acide

Test de Grubbs :

Variable	N	Moyenne	EcTyp	Min.	Max.	G	P
X	25	0,7280	0,3091	0,3900	1,8200	3,53	0,001

Valeur aberrante :

Variable	Ligne	Valeur aberrante
X	25	1,82

Interprétation :

D'après le résultat du test de Grubbs on remarque, dans le cas de l'acide, la détection d'une valeur aberrante pour le seuil de 1% qui est la valeur la plus grande parmi les données.

☞ *Rectification :*

Après élimination de la valeur aberrante détectée parmi les données précédant, on refait le test une autre fois. Les résultats sont comme suivants :

Méthode :

Hypothèse nulle : Toutes les valeurs proviennent de la même population normale
Hypothèse alternative : La valeur la plus petite ou la plus grande est une valeur aberrante
Seuil de signification : $\alpha = 0,01$

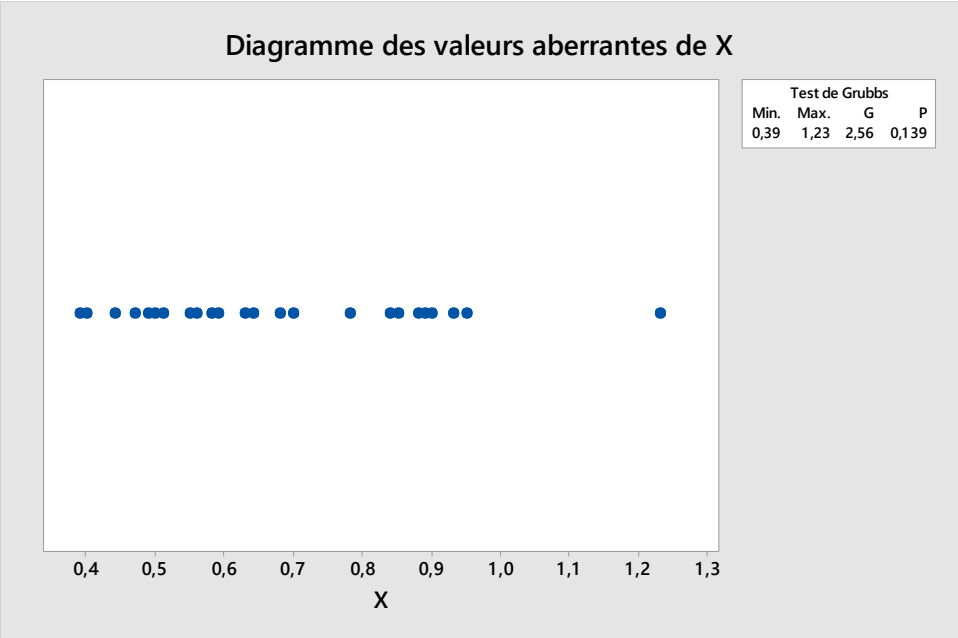


Figure 7 : Diagramme des valeurs aberrantes pour l'acide après rectification

Test de Grubbs :

Variable	N	Moyenne	EcTyp	Min.	Max.	G	P
X	24	0,6825	0,2137	0,3900	1,2300	2,56	0,139

Interprétation :

D'après le diagramme effectué pour la 2ème fois, on remarque l'absence de toutes valeurs extrêmes dans l'échantillon pour le seuil de signification de 1%.

☞ *Conclusion :*

D'après l'application du test de Grubbs, on remarque qu'il y a une valeur aberrante qui peut conduire à des estimations biaisées de paramètres et donc à une interprétation des résultats qui peut être très altérée.

La présence de cette valeur aberrante peut être objet d'une *erreur de mesure* liée à la méthode de mesure, des inadéquations au niveau des instruments de mesure lors du dosage. Une autre source de variabilité apparaît dans la collecte imparfaite des données, qui est la présence d'un *événement particulier* qui a perturbé le nettoyage au point de le rendre incomparable aux autres. De même, des *erreurs* lors du traitement *informatique* ou des erreurs de gestion des données peuvent conduire à des observations erronées. De telles situations se présentent quand les *erreurs humaines* mènent à l'enregistrement évident de données incorrectes.

Dans de tels cas, il faut soit corriger la valeur extrême si c'est possible, ou sinon supprimer l'observation. Le test de Grubbs est refait après élimination de la valeur suspecte où le diagramme mentionne l'absence de toutes données aberrantes et donc l'échantillon est acceptable pour toute analyse à la suite.

III. Justesse par test de Student :

Définition de la justesse :

Si l'on adopte la définition de la norme NF ISO 3534, La justesse représente l'étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et la valeur conventionnellement vraie de l'échantillon (la valeur de référence acceptée). La mesure de la justesse est exprimée en termes de biais, celui-ci représentant la différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essais – c'est-à-dire la valeur la plus »probable qu'on peut estimer à partir des résultats obtenus – et la valeur de référence acceptée. La justesse se mesure, à un niveau donné de concentration, dans la zone quantifiable pratique de la méthode.

Test de Student :

C'est un test de conformité ; utilisé pour savoir si la moyenne d'une série de mesures est différente ou non de la norme.

On considère dans une population n suivant une loi normale [6], et soit X la variable quantitative sur la population et s son écart type. On cherche à comparer la moyenne inconnue $\bar{y}$ de la population avec un standard m.

Les deux hypothèses de concurrence sont :

- H_0 : la moyenne observée $\bar{x}$ est conforme au standard m.
- H_1 : la moyenne observée $\bar{x}$ est significativement différente du standard m.

La statistique calculée est : $\boldsymbol{T_{obs} = \frac{|\bar{x} - m|}{\frac{s}{\sqrt{n}}}}$; on compare alors la valeur observée $\boldsymbol{T_{obs}}$ à la valeur critique de Student à n-1 degré de liberté.

- **Règle de décision :**

Si $\boldsymbol{T_{obs} < T_{crit}}$ alors la différence entre les deux moyennes ou entre la valeur moyenne et la standard m n'est pas significative, on accepte donc l'hypothèse $\boldsymbol{H_0}$.

Si $\boldsymbol{T_{obs} \geq T_{crit}}$ alors les deux moyennes sont significativement différentes.

☞ *Application Test de Student :*

A. Cas de la soude :

Soit :

- H_0 : la moyenne observée $\bar{x}$ est conforme au standard m.
- H_1 : la moyenne observée $\bar{x}$ est significativement différente du standard m.

Donc : $\boldsymbol{T_{obs} = \frac{|\bar{x} - m|}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = \frac{|1{,}145 - 1|}{\frac{0{,}2861}{\sqrt{26}}} = 2{,}58}$

Avec : $\boldsymbol{T_{crit} = 2{,}485}$ (d'après la table de la loi de Student avec P=0,99 et ϑ= n-1 =25)

Interprétation :

On remarque que $\boldsymbol{T_{obs} > T_{crit}}$, donc la moyenne observée et la moyenne standard sont significativement différentes.

☞ *Conclusion :*

Selon le test de Student, la différence entre $\bar{x}$ et la norme m est significative, donc la dispersion des données est hétérogène ainsi que la phase de nettoyage lors de la circulation de la soude n'est pas conforme aux normes déterminée (m= 1%).

Cette déviation de la moyenne trouvée de la norme de concentration adoptée par l'entreprise peut être due à de causes multiples, parmi ces causes on peut citer :

- Une défaillance au niveau de la sonde de conductivité qui est présente dans les cuves de la soude ce qui produira ainsi une déviation de conductivité et donc de la concentration.

- Un manque de contrôle marqué par l'exécution du nettoyage par le superviseur malgré la présence d'une anomalie.
- L'absence d'une limite de détection qui peut avoir un impact très important sur la non-conformité de la concentration à la valeur standard, et qui est due au fonctionnement incorrecte de la pompe doseuse de la lessive de la soude dans la cuve de la soude NEP.

Afin d'éviter cette différence à la norme, il nécessaire d'annoncer l'augmentation ou la diminution de la conductivité pour arrêter le nettoyage et aboutir à des actions correctives tel que l'ajout de l'eau dans le cas de l'augmentation de la conductivité ou ajouter la soude quand la conductivité diminue.

B. Cas de l'acide :

Soit :

- H_0 : la moyenne observée $\bar{x}$ est conforme au standard m.
- H_1 : la moyenne observée $\bar{x}$ est significativement différente du standard m.
-

Donc : $\boldsymbol{T_{obs} = \frac{|\bar{x} - m|}{\frac{s}{\sqrt{n}}} = \frac{|0{,}6825 - 0{,}7|}{\frac{0{,}2137}{\sqrt{24}}} = 0{,}4}$

Et : $\boldsymbol{T_{crit} = 2{,}5}$ (d'après la table de la loi de Student avec P=0,99 et ϑ= n-1 =23).

Interprétation :

On remarque que $\boldsymbol{T_{obs} < T_{crit}}$, alors la différence entre la moyenne observée et la moyenne de référence n'est pas significative et on accepte donc l'hypothèseH_0 .

☞ *Conclusion :*

Puisque la différence entre $\bar{x}$ et la norme m n'est pas significative, selon le test de Student, on peut donc conclure que la dispersion des données est homogène ainsi que la phase de nettoyage précisément lors de la circulation de l'acide est normalisée (m= 0,7%).

☞ Recommandations :

Toute entreprise ambitieuse cherche à améliorer ses processus de production et à optimiser les coûts de reviens de ses produits tout en restant dans les normes prédéfinis par la loi et les exigences nationales et internationales.

La méthode de nettoyage adopté au sein des domaines agricoles d'Oued Nja, est une installation très importante dans ce site, donc il était préférable de penser à l'optimiser afin de bien la maitriser.

C'est pour ces raisons-là, qu'on propose une amélioration du nettoyage en place :

- ✓ Effectuer une mise à jour du système NEP par insertions d'options de contrôle des paramètres critiques tel que l'établissement des limites de détections qui influencent essentiellement sur la conductivité et la concentration.
- ✓ Afin d'éviter tout risque d'erreur de la conductivité, il est indispensable de fixer un contrôle continue du système NEP ainsi que les agents de nettoyage, induit par un pointage mensuelle des valeurs de travail par rapport aux normes déterminées.

Conclusion générale

La société du domaine Douiet s'est lancée dans une démarche qualité pour assurer, satisfaire et fidéliser ses clients, et aussi pour être conforme à la réglementation marocaine et européenne en vigueur.

Le travail au sein de l'usine Oued Nja dans le domaine de la production laitière m'a permis d'abord de me familiariser avec l'univers de l'industrie et ses différents aspects et m'a offert aussi l'opportunité de découvrir réellement un processus de production. Je tiens à témoigner aussi l'importance de ce travail qui m'a permis d'améliorer et approfondir mes connaissances en ce qui concerne les tests des valeurs aberrantes et la loi de Student, utilisés dans ce travail.

Le thème de mon stage s'est basé sur la validation du système de nettoyage en place adopté par l'usine, en faisant une étude comparative entre des valeurs utilisées et les valeurs standards que ça soit pour la soude ou l'acide qui sont utilisés comme agents de « nettoyage».

Au terme de cette étude nous pouvons conclure la conformité de la concentration de l'acide nitrique aux normes de travail, néanmoins la présence d'une faible anomalie au niveau de la soude peut être due à des causes multiples dont des actions correctives doivent être pris en considération pour permettre d'éviter cette déviation.

Webographie

[1] : http://genie-alimentaire.com/spip.php?article23;

[2] : http://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-01110167/document;

[3] :http://energie.wallonie.be/servlet/Repository/dai-fichesureindustrie-installationscip-edition2010.pdf?ID=16787.

Bibliographie

[4] : Viviane Planchon (2005), Traitement des valeurs aberrantes : concepts actuels et tendances générales ;

[5] : O.Squalli / M.Ijjali : L'utilisation pratique des traitements statistiques sous « excel », Cours Master CAC {FST FES} ;

[6] : Aide-mémoire : guide d'application des techniques statistiques dans les laboratoires.

Annexes

Valeurs de X pour la soude :

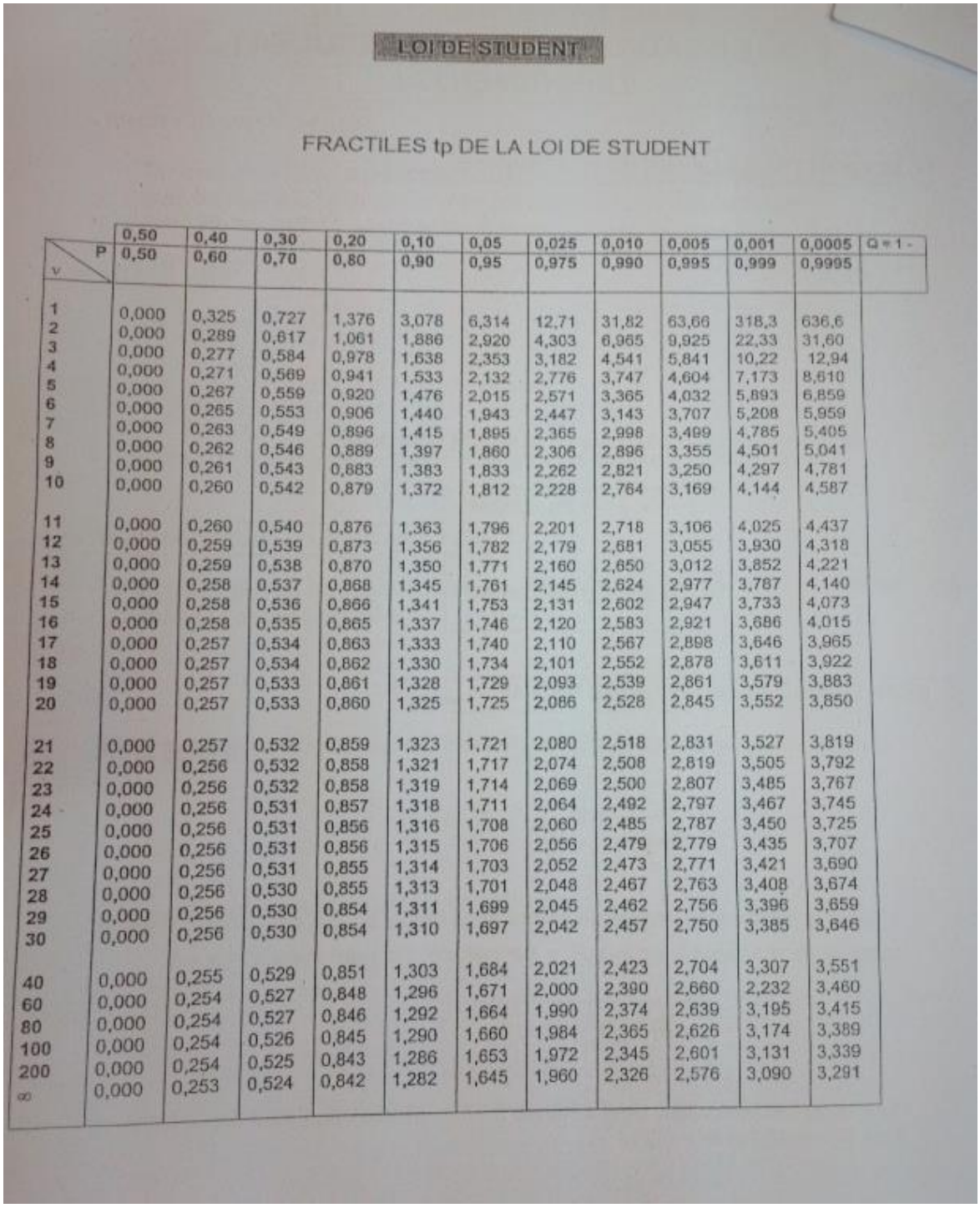
	X (%)
1	0,46
2	0,66
3	0,67
4	0,69
5	0,88
6	0,99
7	1,00
8	1,04
9	1,10
10	1,12
11	1,15
12	1,16
13	1,17
14	1,18
15	1,23
16	1,25
17	1,26
18	1,33
19	1,34
20	1,35
21	1,36
22	1,40
23	1,42
24	1,45
25	1,55
26	1,58

Valeurs de X pour l'acide :

	X (%)
1	0,39
2	0,4
3	0,44
4	0,47
5	0,50
6	0,51
7	0,55
8	0,56
9	0,58
10	0,59
11	0,63
12	0,64
13	0,68
14	0,70
15	0,78
16	0,84
17	0,85
18	0,87
19	0,9
20	0,92
21	0,95
22	0,97
23	1,23
24	1,82

p laboratoires	Une plus grande ou une plus petite	
	1%	5%
3	1,155	1,155
4	1,496	1,481
5	1,764	1,715
6	1,973	1,887
7	2,139	2,020
8	2,274	2,126
9	2,387	2,215
10	2,482	2,290
11	2,564	2,355
12	2,636	2,412
13	2,699	2,462
14	2,755	2,507
15	2,805	2,549
16	2,852	2,585
17	2,894	2,620
18	2,932	2,651
19	2,968	2,681
20	3,001	2,709

Valeurs critiques pour le test de Grubbs



LOI DE STUDENT

FRACTILES tp DE LA LOI DE STUDENT

P / ν	0,50	0,40	0,30	0,20	0,10	0,05	0,025	0,010	0,005	0,001	0,0005	Q = 1 -
	0,50	0,60	0,70	0,80	0,90	0,95	0,975	0,990	0,995	0,999	0,9995	
1	0,000	0,325	0,727	1,376	3,078	6,314	12,71	31,82	63,66	318,3	636,6	
2	0,000	0,289	0,617	1,061	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	22,33	31,60	
3	0,000	0,277	0,584	0,978	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	10,22	12,94	
4	0,000	0,271	0,569	0,941	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	7,173	8,610	
5	0,000	0,267	0,559	0,920	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	5,893	6,859	
6	0,000	0,265	0,553	0,906	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,208	5,959	
7	0,000	0,263	0,549	0,896	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	4,785	5,405	
8	0,000	0,262	0,546	0,889	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	4,501	5,041	
9	0,000	0,261	0,543	0,883	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	4,297	4,781	
10	0,000	0,260	0,542	0,879	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,144	4,587	
11	0,000	0,260	0,540	0,876	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,025	4,437	
12	0,000	0,259	0,539	0,873	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	3,930	4,318	
13	0,000	0,259	0,538	0,870	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	3,852	4,221	
14	0,000	0,258	0,537	0,868	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	3,787	4,140	
15	0,000	0,258	0,536	0,866	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	3,733	4,073	
16	0,000	0,258	0,535	0,865	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	3,686	4,015	
17	0,000	0,257	0,534	0,863	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,646	3,965	
18	0,000	0,257	0,534	0,862	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,611	3,922	
19	0,000	0,257	0,533	0,861	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,579	3,883	
20	0,000	0,257	0,533	0,860	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,552	3,850	
21	0,000	0,257	0,532	0,859	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,527	3,819	
22	0,000	0,256	0,532	0,858	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,505	3,792	
23	0,000	0,256	0,532	0,858	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,485	3,767	
24	0,000	0,256	0,531	0,857	1,318	1,711	2,064	2,492	2,797	3,467	3,745	
25	0,000	0,256	0,531	0,856	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,450	3,725	
26	0,000	0,256	0,531	0,856	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,435	3,707	
27	0,000	0,256	0,531	0,855	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,421	3,690	
28	0,000	0,256	0,530	0,855	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,408	3,674	
29	0,000	0,256	0,530	0,854	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,396	3,659	
30	0,000	0,256	0,530	0,854	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,385	3,646	
40	0,000	0,255	0,529	0,851	1,303	1,684	2,021	2,423	2,704	3,307	3,551	
60	0,000	0,254	0,527	0,848	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	2,232	3,460	
80	0,000	0,254	0,527	0,846	1,292	1,664	1,990	2,374	2,639	3,195	3,415	
100	0,000	0,254	0,526	0,845	1,290	1,660	1,984	2,365	2,626	3,174	3,389	
200	0,000	0,254	0,525	0,843	1,286	1,653	1,972	2,345	2,601	3,131	3,339	
∞	0,000	0,253	0,524	0,842	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,090	3,291	

Table de Student