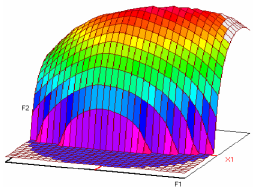
Année Universitaire : 2012-2013



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion industrielle de la qualité

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

Titre

La mise en œuvre de la fabrication d'un fromage frais pour enfant et la mise en place des cartes de contrôle et des plans d'expériences au niveau de conditionnement.

Présenté par:

Serrhini Fatima Zahra

Encadré par:

- Mr : LAALAM Jamal — **Domaines agricoles**
- Mme : Kandri Adiba — **FST Fès**

Soutenu Le jeudi 20 Juin 2013 devant le jury composé de:

- Mme : A. Kandri Rodi
- Mr : A. Lhassani
- Mr : H. Chtioui

Stage effectué à : Domaines agricoles « Douiet »

Avant propos

Dans le cadre de notre cursus de formation, nous sommes amenés à effectuer un stage de fin d'étude qui nous permettra d'enrichir notre formation pratique.

Le présent travail est le fruit du stage effectué à Douiet (Les domaines).

Ce stage m'a permis de découvrir le monde professionnel, il m'a été d'une bonne occasion de faire un pas dans le monde de travail et de savoir ce que ce dernier me réserve.

Il m'a été aussi un milieu d'apprentissage, d'épanouissement et d'ouverture sur les autres.

Remerciement

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

Qu'il me soit permis tout d'abord, d'exprimer ma profonde gratitude à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin à l'élaboration de mon travail au cour du stage au sein de la société DOUIET dans le département du laboratoire.

Saisissant l'opportunité qui m'a été offerte pour la rédaction du présent rapport, je remercie vivement le doyen de la faculté des sciences et techniques de Fès ainsi que tout le corps pédagogique de la FST.

Je tiens à remercier plus précisément mon parrain de stage Mr. LAALAM. Ainsi que Mr.Bennis, Mr. Alaoui pour leurs disponibilités, leurs assistance et leurs précieux conseils et orientations si utiles pour l'accomplissement de mon rapport. Ainsi que pour le soutien qu'ils m'ont apporté et la riche documentation qu'ils ont mise à ma disposition.

Je tiens à remercier les membres de jurys Mr Lhassani et Mr Chtioui.

Que ceux que je n'ai pas cités trouvent ici l'expression de mes sincères remerciements pour l'aide appréciable qu'ils m'ont apporté.

Merci énormément.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail : A mes chers PARENTS, A mon mari

Vous méritez tout éloge, vous qui avez fait de moi ce que je suis, Je ne pourrais le reconnaître en quelques lignes.

J'espère être à la hauteur de l'image que vous vous êtes faite de moi. A mon petit frère que j'adore et à qui je souhaite le courage et le succès dans l'avenir, A tous les membres de ma famille, A tous mes amis : Meryem, Sara et Zineb, et à tous mes collègues de la FST de Fès : Loubna Lahboub, Souaada Bennani, ainsi qu'à tous les stagiaires avec qui j'ai passé des moments agréables : Hanae, Soufiane, Asmae, Nawal, Wassim……..

A mes professeurs à la faculté des sciences et techniques de Fès et à mon encadrante Madame Adiba Kandri et à toute personne ayant participé à l'élaboration de ce travail. Je vous dis merci de tout mon cœur.

Sommaire

Introduction générale……1

Présentation générale du domaine de Douiet ……....2
Historique……...3
Les filières…….....4
Les labels du domaine de Douiet……5
Fiche signalétique…….....6
Organigramme……6

Partie1 : Etude bibliographique…….....7
Chapitre 1 : Le lait…….....8
I- Lait et produits laitiers…….....8
1) Définition du lait…….....8
2) Caractéristiques du lait……..8
3) Composition du lait……...9
4) Produits laitiers élaborés…….....9
II- Fromage……10
1) Définition du fromage……10
2) Classification des fromages……....10
3) Les différentes étapes en technologie fromagère……....12
Chapitre 2 : Plans d'expériences……...13
I- Introduction……13
1) Domaine d'application……13
2) Les objectifs……14
3) Les étapes de la mise en place d'un plan……15
Chapitre3 : Présentation de la méthode des cartes de contrôles……17
I- La maitrise statistique des procédés……17
II- Carte de contrôle……18

Partie 2 : Etude expérimentale……..22
Chapitre 1 : Elaboration du nouveau produit……23
1) Définition……23
2) Procédé de fabrication ……24
3) Processus de fabrication d'un fromage……...27
Chapitre 2 : Analyse de contrôle de qualité……..28
1) Analyse physico-chimique……..28
2) Contrôle sensoriel……30
Chapitre 3 : Etude de poids et du pH……31
1) Objectif de l'étude……...31
2) Etude de poids……33
3) Etude de pH……36
Chapitre 4 : La mise en place de la carte de contrôle au niveau de conditionnement……..40
1) Définition de pH et du poids……...40
2) Suivi de poids et du pH de fromage frais……40
Conclusion

Liste des tableaux

Tableau 1: fiche signalétique du Domaine de Douiet……5

Tableau 2: Caractères physiques du lait……8

Tableau 3 : matrice d'expérience pour 2 facteurs.....16

Tableau 4 : Détails des valeurs nutritives du fromage pour 100 g…… 30

Tableau 5 : Caractéristique du problème…… 32

Tableau 6 : Domaine expérimental…….....32

Tableau 7: Plan d'expérimentation…….....33

Tableau 8 : Analyse de la variance : réponse Y1 : Poids……33

Tableau 9 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1: Poids….34

Tableau 10 : Estimation des coefficients du modèle……...35

Tableau 11 : Analyse de la variance : réponse Y2 : pH……..36

Tableau 12 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2: pH……36

Tableau 13 : Estimation des coefficients du modèle……...37

Tableau 14 : Les résultats de mesures du poids de ce fromage frais……..41

Liste des figures

Figure 1: organigramme du Domaine de Douiet……..…..6

Figure 2 : Système de type boite noire……13

Figue 3 : Histogramme et courbe de Gauss……18

Figure 4 : Diagramme de fabrication du fromage frais crémé……24

Figure 5 : Diagramme de fabrication du fromage frais crémé……25

Figure 6 : Diagramme cause effet (5M) : gout du fromage……26

Figure 7 : Etude des résidus de la réponse Y1 : Poids……34

Figure 8 : Variation de la réponse – Poids dans le plan : (lait, crème) Facteur fixe : ferment= 0,8 g……35

Figure 9 : Etude des résidus de la réponse Y2 : pH……37

Figure 10 : Variation de la réponse – pH dans le plan : (lait, crème) Facteur fixe : ferment =0,8g……38

Figure 11 : Les coordonnées de l'optimum……39

Figure 12 : Variation de la réponse poids – pH dans le plan : (lait, crème)……39

Figure 13 : Histogramme : poids du fromage……..47

Figure 14 : Boite à moustache: poids du fromage……...48

Figure 15 : Diagramme d'effectif: poids du fromage……48

Figure 16 : carte de contrôle du poids du fromage et la variation du processus..49

Figure17 : Histogramme : pH du fromage……50

Figure 18 : Boite à moustache: poids du fromage……51

Figure 19 : Diagramme d'effectif: poids du fromage……..51

Figure 20: carte de contrôle du pH du fromage et la variation du processus…..52

Introduction générale

Pendant longtemps, on ne consommait au Maroc que les fromages produits par les fermes d'éleveurs. Cette fabrication fromagère permettait de conserver et de tirer profit du supplément de lait. Il s'agissait surtout de fromages frais, que l'on retrouve aujourd'hui dans la cuisine marocaine.

La transformation du lait, au Maroc, à l'échelle industrielle est assurée par le secteur privé. Cette transformation est définie à travers quatre principaux maillons : la production, la collecte, la transformation, la commercialisation et la consommation.

La ligne « fromagerie » du Domaine de douiet approvisionne essentiellement les Palais Royaux. Depuis une dizaine d'années, la demande en provenance de ces derniers, a considérablement augmentée.

Dans le souci de répondre plus efficacement aux exigences croissantes de privilégiée, la fromagerie du domaine a pour ambition de produire des fromages de qualité organoleptique supérieure, tout en conservant cette rigueur sanitaire.

A la fin de ce stage, j'ai essayé de rédiger un rapport descriptif contenant trois parties :

- la présentation générale de l'organisme d'accueil (Domaine de Douiet).
- La bibliographique qui décrit les différents types des produits laitiers et de fromage ainsi que le processus de leur fabrication chez les Domaines et Douiet.
- La partie pratique concernant le sujet de stage : la mise en œuvre de la fabrication d'un fromage frais pour enfant et la mise en place des cartes de contrôle et des plans d'expériences au niveau de conditionnement.

Présentation générale du Domaine de Douiet

12 000 hectares d'exploitations agricoles, des centaines de produits (fromages, saumon, fruits et légumes, khliî…), 130 milliards de chiffre d'affaires annuel… Les Domaines Royaux sont un royaume dans le royaume.

Le domaine douiet en fait partie avec une superficie d'environ 700Ha, dont 330Ha cultivable et deux forages « AIN ALLAH » « BOURKAIZ ».

Situé à15Km du nord ouest de Fès, le domaine douiet est constitué de divers secteur de production animale, agricole et laitière, Le domaine douiet emploie un effectif d'environ 800 personnes.

Historique

- 1970 : Création de la ferme dont la production est destiné uniquement au propriétaire.
- 1997 : Construction de la nouvelle usine de la production laitière dans le but d'élargir le champ de commercialisation et de viser une nouvelle clientèle
- 1998 : Création de trois départements distincts (élevage, horticulture et produits laitiers.)
- 2000 : Mise en place du système HACCP
- 2003 : Certification ISO 9001 version qui vise à accroître la satisfaction de ses clients.
- 2007 : Reconduite de la certification ISO 9001.
- 2007 : Certification ISO 22000 qui assure la sécurité du consommateur.

La production intégrée au sein des différents filières agricoles permet d'avoir une maîtrise complète, de la matière première jusqu'au produit fini. Ainsi les produits répondent contrôlés à toute étape de leur production et ce jusqu'au point de vente finale. De plus plusieurs sites de production sont certifiés selon les normes internationales en vainqueur (ISO, HACCP, BRC, GLOBALGAP, BIO).

Les filières

1) Filière élevage et culture :

Le secteur élevage a deux activités principales: l'élevage des bovins 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 par jour. Un système HACCP est en place pour maitriser les points critiques de l'élevage.

Le secteur Culture est scindé en trois zones : deux à Douiet et une à Ras El Ma/Oued N'ja.

Il comprend cinq activités principales : Arboriculture, Céréalière, Fourragère, Sériciculture, Rey gras.

2) Filière des produits laitiers :

Le département des produits laitiers comprend trois secteurs : Laiterie / fromagerie, Contrôle qualité, Recherches et développement.

Après réception du lait, ce dernier subit un contrôle avant sa transformation. Deux types de lait sont réceptionnés par le domaine : le lait du domaine et le lait de Kouacem.

La gamme de produit : Lait pasteurisé (entier et écrémé), Leben (nature, aromatisé et beldi) Jus de fruits au lait, Yaourt à boire : aromatisé (banane, vanille, amande, fraise et pêche), Yaourt ferme (nature ,0% MG, chèvre et aromatisé), Yaourt brassé, Yaourt crémeux, Fromages frais et affinés : fromage blanc, tome, mini tome, Emmental, cottage cheese, Zouaghi, affiné de chèvre… .Crème fraîche et beurre.

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.

Les labels du Domaine de Douiet

Le label de qualité « les domaines® » pour l'ensemble des produits d'épicerie, des fruites et de la saurisserie

- Le label de sélection des meilleurs produits toutes gammes confondues « les Domaines sélection® »
- Le label de fruits et légumes issus de l'agriculture biologique « les Domaines BIO® »
- Le label des produits laitiers « Chergui® »de produits laitiers
- Le label des produits cosmétiques « Tiyya® »
- La carte d'identité visuelle « les Domaines® »représentant les réseaux de boutiques.

Fiche signalétique

Le champ diagnostic est limité au département des produits laitiers, dont la fiche signalétique est la suivante :

RAISON SOCIALE	DOMAINE DOUIET
Forme juridique	Entreprise privée
Date de création de CHERGUI	1982
Activité	Production de produits laitiers
Effectif	120
Cadres	
Directeur du groupe	Mr Mohamed Saad BENNIS
Siège social	Route d'Azemmour Casablanca
Site de production	Douiet Fès
Téléphone	05 35 75 24 50
Fax	05 35 75 68 08
Mail	dd@douiet.co.ma
Site de distribution	Casablanca, rabat, Fès, Tanger, Marrakech, Oujda, Nador

Tableau 1: fiche signalétique du Domaine de Douiet

Organigramme

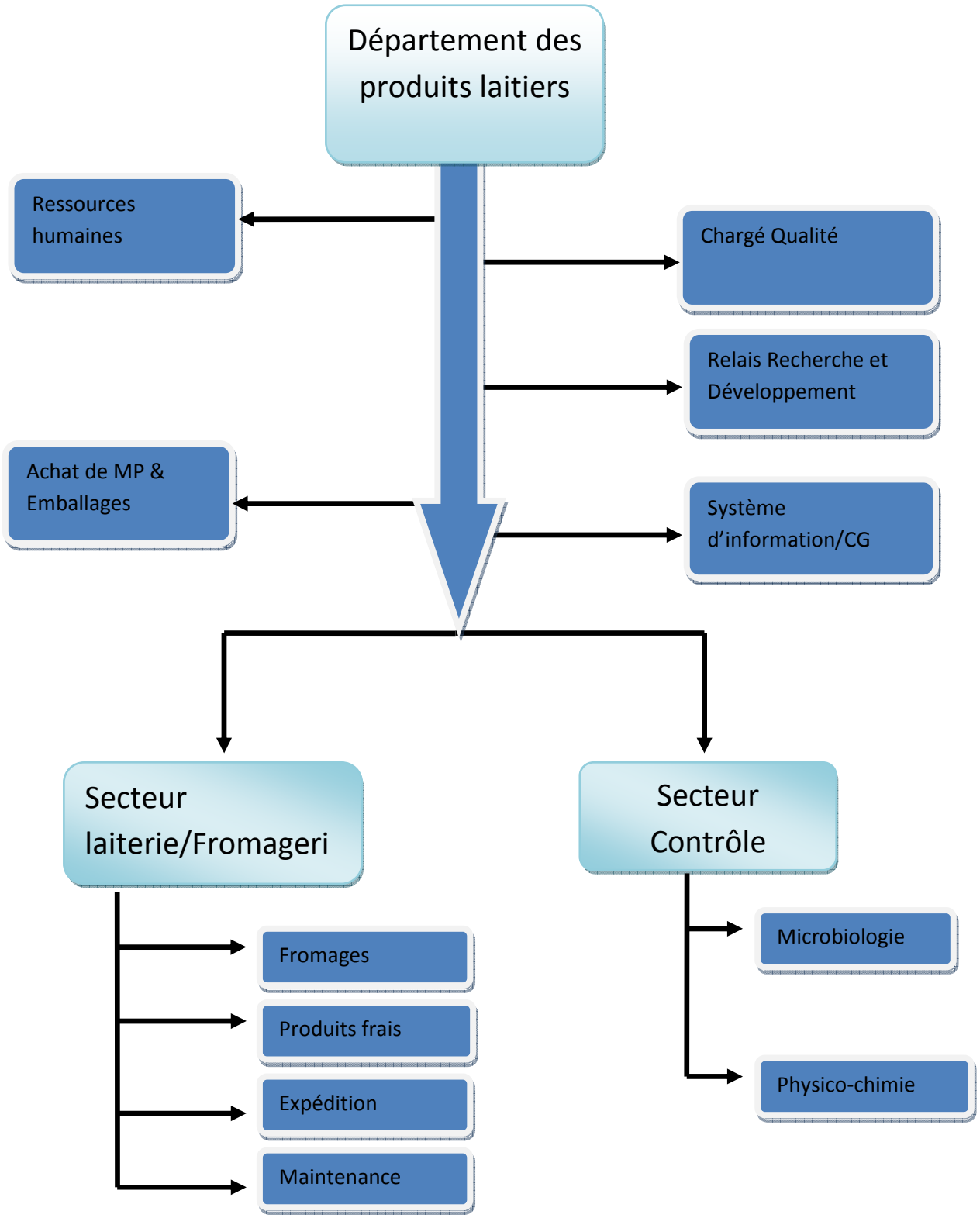


Figure 1: organigramme du Domaine de Douiet

Partie1: Etude bibliographique

Chapitre1 : le lait

I-Lait et produits laitiers

1) Définition du lait:

Le lait est un aliment de couleur généralement blanchâtre produit par les mammifères femelles, légèrement visqueux, dont la composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, elles varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite ou de l'allaitement, du point de vue réglementaire il est défini comme étant :

« Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement, ne pas contenir de colostrum et conserver sa saveur agréable. »

2) Caractéristiques du lait :

1. Caractéristiques physiques :

A la société Chergui, on s'intéresse plus au lait de vache qui est un mélange très complexe et très instable. Il contient une forte proportion d'eau, environ 87 %. Le reste constitue l'extrait sec total qui représente 130 g par litre, dont 35 à 45g de matières grasses. Les autres composants principaux sont les composants organiques (glucides lactose, lipides, protides, vitamines) et les composants minéraux (Ca, Na, K, Mg, Cl). Ce lait contient différents groupes de nutriments qui se répartissent en éléments bâtisseurs, protides, éléments énergétiques, glucides et les lipides. Le lait contient aussi des éléments fonctionnels, sels minéraux (Ca, P, K, Na, Mg, …), ainsi que des vitamines.

Sur le plan physique, c'est à la fois une solution (lactose, sels minéraux), une suspension (matières azotées) et une émulsion (matières grasses).

Caractères		**Valeurs**
Ph		6.5 à 6.6
Point de congélation		-0.55 à -0.57°C
Acidité		16 à 18°D
Chaleur spécifique à 15°C		0.940 cal/g °C
Activité d'eau		0.995
Viscosité dynamique à 25°C		2.20 Cp
Conductivité électrique à 25°C		$45 * 10^{-4}$ mS
Densité	Lait entier	1,032
	Lait écrémé	1,036

Tableau 2: Caractères physiques du lait

2. Caractéristiques chimiques :

Le pH du lait est légèrement acide (pH compris entre 6,4 et 6,8 pour le lait de vache). Il est légèrement basique pour le lait humain avec un pH compris entre 7 et 7,5. L'acidité du lait augmente avec le temps. En effet, le lactose va être dégradé en acide lactique.

3. Caractéristiques biologiques :

Le lait est également un milieu biologique : il contient des cellules sanguines et des micro-organismes (autour de 15 000 par ml). Le lait est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaires à l'alimentation humaine.

3) Composition du lait:

Le lait est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaires à l'alimentation humaine. 100 g de lait contient 87 g d'eau et 13 g de matières sèches. Les principaux constituants de l'extrait sec du lait sont :

La matière grasse : C'est le constituant le plus variable du lait, constituée d'un mélange d'acides gras saturés et non saturés qui se trouvent en suspension dans le lait sous forme de minuscules gouttelettes (globules gras) et forme une émulsion.

Protéines : On distingue deux groupes :

Les protéines de la caséine, qui représentent 80 % et Les séroprotéines, minoritaires 20 %

Le lactose : C'est un sucre disaccharide qui se présente sous forme de solution et qui est généralement le principal élément solide du lait. Son pouvoir sucrant est six fois plus faible que celui du saccharose. Il peut provoquer certaines intolérances. Les micelles protéiques ont un diamètre de l'ordre de 0,1 µm. Globalement.

Les composants secondaires du lait sont constitués par les sels, les enzymes, les vitamines et les oligo-éléments. Sa richesse en calcium et en phosphore font du lait un aliment très adapté à la croissance des jeunes enfants. Le phosphore y est fixé sous forme de phosphates. Le calcium s'associe au phosphate et à la caséine pour donner le complexe phosphocaséinate de calcium et forme un colloïde. On y trouve également du magnésium, du potassium et du sodium mais il est, du moins pour le lait de vache, pauvre en oligoéléments

4) Produits laitiers élaborés :

Les laits fermentés :

Les laits fermentés sont tous obtenus par la multiplication de bactéries lactiques dans sa préparation. L'acide lactique formé coagule le lait, et lui confère une saveur acide plus ou moins prononcée. Les caractéristiques propres des différents laits fermentés sont liées à la composition du lait, à la température d'incubation, à la flore lactique ou à la flore microbienne autre que lactique.
Le type de lait fermenté le plus consommé chez nous est le yaourt (ou yoghourt), il est obtenu par la multiplication dans le lait de deux bactéries lactiques spécifiques associées : Streptococcus thermophilus et Lactobacilles bulgaricus.

Les fromages :

Le fromage est un produit fermenté, frais ou affiné, plus ou moins riche en matières grasses.

II-Le fromage

Puisque je n'avais pas eu l'autorisation pour accéder à la fabrication des yaourts et des jus, du fait du déménagement de l'usine, on va présenter dans cette partie que les processus en relation avec la fromagerie, qui est installée près du laboratoire de contrôle qualité ou j'ai effectué mon stage de fin d'étude.

Il existe plusieurs types de fromages, chacun ayant ses spécificités. Ils varient selon la nature du lait (vache, brebis, chèvre), selon sa teneur en matière grasse (résultant de l'addition ou non de crème ou de lait entier), et selon leur mode de préparation (affinage, égouttage, pressage, cuisson), par la consistance de leurs pâtes, ainsi que selon la durée de conservation.

On distingue les fromages frais, non fermentés, fermentés à pâte molle, pâte dure ou demi-dure.

1) Définition du fromage

Le fromage est un produit fermenté, frais ou affiné, plus ou moins riche en matières grasses qui résulte de la coagulation de certaines protéines du lait (caséines) sous l'effet de l'acidification due à des ferments microbiens ou à l'action enzymatique de divers produits comme la présure.

2) Classification des fromages

Les fromages sont généralement classés selon leur fermeté, qui varie suivant le degré d'humidité. Les pâtes dures contiennent mois de 30 % d'humidité tandis que les pâtes molles ou fraîches peuvent en contenir jusqu'à 80 %. On trouve donc les fromages frais (ou non affinés), les fromages affinés à pâte molle, à pâte ferme et demi-ferme (ou pâte pressée), à pâte persillée et les fromages de chèvre.

- **Les fromages frais**

Les fromages frais (non affinés) ont coagulé sous l'action des ferments lactiques et non pas par l'ajout de présure. Ils sont uniquement égouttés. Ils ne sont pas vieillis et doivent être consommés rapidement. Cette catégorie inclut : le fromage cottage, la ricotta, le mascarpone, le fromage à la crème, et le quark.

On les utilise principalement en pâtisserie et dans des entremets, nature ou assaisonnés de légumes, de fruits ou d'épices.

- **Les fromages à pâte molle**

Les fromages à pâte molle sont affinés durant une période relativement courte, égouttés et moulés, mais non pressés et non cuits. Leur taux d'humidité varie entre 50 et 60 % et les matières grasses représentent de 20 à 26% du poids du fromage. Ils ont une croûte plus ou

moins veloutée et sont surtout mangés tels quels, avec du pain, car ils perdent beaucoup de saveur lorsqu'ils sont chauffés.

Les fromages à pâte molle se répartissent en deux catégories définies par l'aspect de la croûte : les fromages à croûte fleurie (recouverts d'une mince couche de duvet blanc ou moisissure) comme le camembert, le brie et le coulommiers, et les fromages à croûte lavée (par une saumure légère qui aide à maintenir l'humidité et la souplesse de la pâte et de la croûte) comme le munster, le pont-l'évêque ou l'époisses.

- **Les fromages à pâte pressée**

Les fromages à pâte pressée sont répartis en deux catégories : les pâtes demi-fermes et les pâtes fermes. La pâte des fromages demi-fermes est pressée mais non cuite, ce qui leur donne une consistance dense et une couleur jaune pâle. Parmi eux, on trouve le cheddar, le cantal, le reblochon, l'édam, le gouda et le monterey jack.

La pâte des fromages fermes est pressée et cuite, c'est-à-dire que le caillé est chauffé pendant moins d'une heure afin de l'affermir. Le résultat est une pâte compacte ornée parfois d'une croûte résistante et dont la texture peut être très granuleuse comme dans le cas du parmesan et du romano. Le gruyère, l'emmental, le jarlsberg, la raclette et le beaufort font également partie de cette catégorie.

- **Les fromages à pâte persillée**

Les fromages à pâte persillée sont aussi appelés «bleus». Ce sont des fromages ni cuits ni pressés dont le caillé est ensemencé de moisissures déposées dans la pâte à l'aide de longues aiguilles, pour obtenir une fermentation s'effectuant de l'intérieur vers l'extérieur. Ces fromages, comme le roquefort, le gorgonzola, le stilton, le bleu de Bresse ou le bleu danois, ont un goût poivré, fort et piquant et leur texture est habituellement friable.

Les fromages de chèvre sont des fromages à pâte molle et à croûte naturelle et peuvent être fabriqués à 100% de lait de chèvre ou être mélangés à du lait de vache. Ils présentent généralement une pâte fraîche ou molle à croûte fleurie, sont plus blancs que les fromages de lait de vache et ont une saveur plus prononcée. Ils sont souvent très salés afin de prolonger leur durée de conservation.

Dans cette catégorie, on trouve le crottin de Chavignol, le valençay, le chevrotin, mais aussi la feta.

3) Les différentes étapes en technologie fromagère :

La diversité de fromage est le fruit de la diversité des combinaisons de facteurs technologique, en générale on distingue les étapes suivantes :

A la ferme :

- Traite des vaches.
- Conservation du lait.
- Collecte et Transport vers la fromagerie.

A la fromagerie :

- Stockage du lait.
- Travail en cuve.
- Coagulation.
- Décaillage.
- Brassage.
- Chauffage (facultatif).
- Moulage.
- Égouttage.
- Acidification.
- Salage.
- Affinage et soins (retournement, lavage, brossage, …).
- Conditionnement.

Chapitre2 : plans d'expériences :

I-Introduction

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y, et des variables, xi. Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type y=f (xi).

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignement avec le minimum d'expérience. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette méthodologie seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

1) Domaine d'application

Le scientifique est souvent amené à comprendre comment réagit un système en fonction des facteurs susceptibles de le modifier (ce système connu sous le nom de boite noire (figure 2)). Pour visualiser cette évolution, il mesure une réponse et va ensuite essayer d'établir des relations de cause à effet entre les réponses et les facteurs.

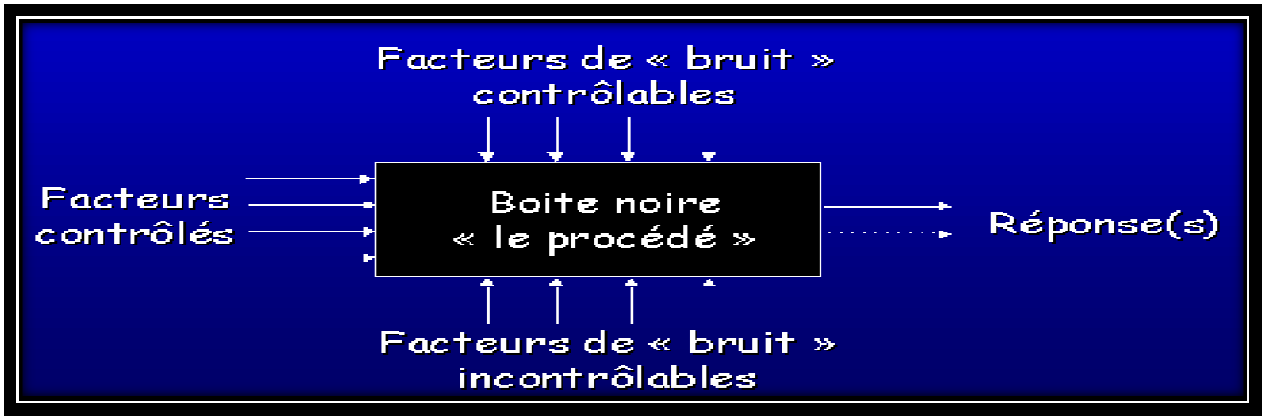


Figure 2 : Système de type boite noire

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

Parmi les facteurs on distinguera:

• les facteurs contrôlables qui dépendent directement du choix du technicien (pression, température, matériau …).

• les facteurs non contrôlables qui varient indépendamment du choix du technicien (conditions climatiques, environnement d'utilisation…).

• les facteurs d'entrée dont on cherche à analyser une influence (matière première, vitesse d'agitation, température, rendement …) Les facteurs étudiés dans un plan d'expériences sont bien entendu les facteurs d'entrée.

La réponse est la grandeur mesurée à chaque essai; le plan vise à déterminer quels facteurs l'influencent ou quelle est son évolution en fonction de ceux-ci. Cette grandeur est le plus souvent mesurable mais elle peut également être qualitative.

Dans ce cas ce peut être par exemple une appréciation visuelle sur l'état d'une surface ou une appréciation bon, moyen ou mauvais sur un produit alimentaire.

- Exemples des domaines d'application des plans d'expériences

  - Formation d'un composé chimique, d'un aliment, d'un médicament…
  - Détermination des facteurs clés dans la conception d'un nouveau produit ou d'un nouveau procédé.
  - Optimisation des réglages d'un procédé de fabrication ou d'un appareil de mesure.
  - Minimisation des défauts d'une machine…

2) Les Objectifs

Le succès de la démarche originale des plans d'expériences réside dans la possibilité d'interprétation de résultats expérimentaux avec un effort minimal sur le plan expérimental : la minimisation du nombre nécessaire d'expériences permet un gain en temps et en coût financier.

Pour ce faire, la méthode vise à optimiser la démarche expérimentale. Les points centraux de la méthode consistent à :

- ✓ Choisir le nombre n d'essais.
- ✓ Définir et mettre au point la matrice d'expérience (M) qui indique dans quelles conditions chacun des n essais doit être réalisé.

- ✓ Choisir le modèle de régression (E) qui dirigera la méthode d'interprétation.

(E) et (M) sont très liés, la nature du modèle a une influence sur n donc sur (M). La donnée d'un plan d'expérience est la donnée d'une matrice (M) (et donc de n), et d'un modèle (E).

3) Les étapes de la mise en place d'un plan d'expérience

L'originalité de la méthode des plans d'expériences est sa globalité dans le sens ou elle commence au niveau 0 de l'expérimentation c'est-à-dire la position du problème ; elle contingente la réalisation des essais et se poursuit jusqu'à la conclusion de l'étude. On peut, pour mettre en place un plan d'expérience, considérer les étapes suivantes :

1. Instruction du problème.
2. Construction de la matrice d'expérience.
3. Préparation et réalisation des essais.
4. Analyse des résultats.
5. Conclusion.
6. Validation éventuelle de la conclusion.

Instruction du problème

La phase d'instruction du problème est fondamentale et radicalement différente des techniques statistiques usuelles. En effet, il s'agit de réfléchir avant d'agir (ce qui n'est pas toujours le cas). Elle vise à définir et à donner des informations afin de choisir le modèle (E), la matrice (M) et le nombre d'essais (n). Cette étape est l'occasion de rassembler tout le personnel intervenant sur le système. On peut caractériser les étapes suivantes :

1. Définir le problème.
2. Définir l'objectif.
3. Recenser les contraintes.
4. Définir la (ou les) réponse(s).
5. Définir les facteurs.
6. Définir les modalités ou niveaux des facteurs.
7. Pressentir les interactions.

Construire la matrice d'expériences

❖ **Matrice d'expérience**

Dans cette étape, il s'agit de bâtir la matrice d'expérience c'est-à-dire de définir chacune des expériences à mener. Cette construction se présente sous forme d'un tableau appelé matrice d'expérience.

La matrice d'expériences est le tableau qui indique le nombre d'expériences à réaliser avec la façon de faire varier les facteurs et l'ordre dans lequel il faut réaliser les expériences.

Ce tableau est donc composé de +1 et de -1. Soit, par exemple, la matrice d'expériences suivante :

Expérience	X_1	X_2
1	-1	-1
2	+1	-1
3	-1	+1
4	+1	+1

Tableau 3 : matrice d'expérience pour 2 facteurs

Dans le cas où l'on ajoute à droite de la matrice d'expérience une colonne avec les réponses, on obtient la « matrice d'expériences et des réponses ».

Les différents types des plans d'expériences

Il existe actuellement un nombre important de plans différents. Chacun, par ses propriétés, permet de résoudre certains problèmes particuliers. On peut cependant diviser les plans d'expériences en deux grandes catégories :

- Les plans pour étudier (estimer et comparer) les effets des paramètres.
- Les plans pour régler les paramètres afin d'atteindre un optimum.

Le criblage des facteurs :

Rechercher rapidement, parmi un ensemble de facteurs potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement dans un domaine expérimental fixé.

Les études quantitatives des facteurs :

Etudier les facteurs retenus d'une façon plus fine: interactions possibles entre les différents facteurs.

Les études quantitatives des réponses :

- Rechercher l'optimum d'une ou plusieurs réponses expérimentales.

- Connaître en n'importe quel point du domaine expérimental d'intérêt la valeur d'une ou plusieurs réponses expérimentales.

Les mélanges :

- Etude de l'influence des quantités relatives de plusieurs constituants sur les manifestations d'un phénomène physico-chimique.
- Connaissance d'une ou plusieurs propriétés, dépendant de la proportion de chaque constituant dans le mélange étudié.

Chapitre3 : Présentation de la méthode des cartes de contrôles

I- La maitrise statistique des procédés

La maitrise statistique des processus(MSP) a pour but de mettre des outils statistiques de surveillance des processus de fabrication. L'outil de base de la MSP que nous étudierons est la carte de contrôle. Elle est constituée de tests statistiques paramétriques de conformité.

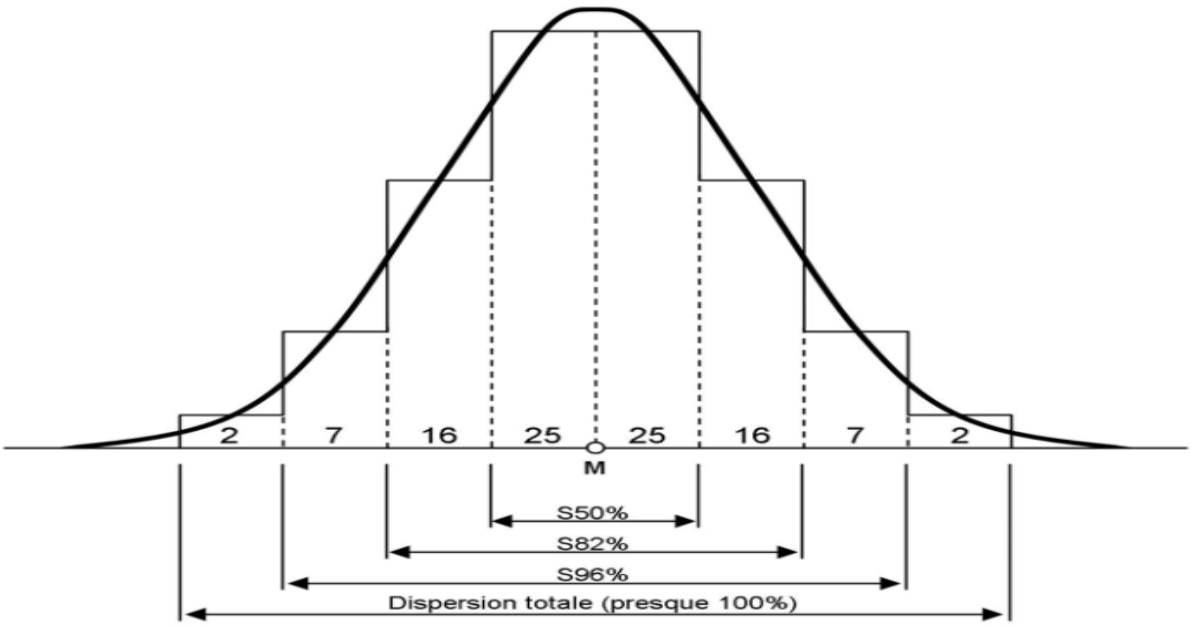
Un processus est sous contrôle s'il est statistiquement stable. Pour une fabrication comportant différente processus, l'étude porte sur chacun des processus pris séparément, sur le principe d'éléments placés en série.

Test de la loi normale

On vérifie la normalité d'un caractère X dans une population suivant la taille n de l'échantillon de cette population. On peut faire appel à des tests graphiques comme la droite d'henry si n<30, l'histogramme si n>30, ou par des tests statistiques comme le test de Shapiro et Wilk.

Indicateur de la normalité

Il est possible de visualiser la forme de la distribution des données à analyser en les représentants sous forme d'histogramme puis de comparer la forme de cet histogramme avec une cloche représentant une loi normale c'est la courbe de GAUSS, c'est l'exemple de la figure suivante :



Figue 3 : Histogramme et courbe de Gauss

II- Carte de contrôle

Une carte de contrôle est un outil utilisé dans le domaine du contrôle qualité afin de maîtriser statistiquement les procédés de fabrication. Elle permet de déterminer le moment où apparaît une cause assignable entraînant une dérive du processus de fabrication. Ainsi, le processus sera arrêté au bon moment, c'est-à-dire avant qu'il ne produise des pièces non conformes (hors de l'intervalle de tolérance).

Suivant le type de la caractéristique contrôlée, il existe deux grandes familles de cartes de contrôle :

- **La carte de contrôle aux mesures** qui permet de suivre une caractéristique mesurable de façon continue, par exemple une dimension, un poids…
- **La carte de contrôle aux attributs** qui permet de suivre une caractéristique non mesurable ou contrôlée à l'aide de calibres, par exemple un contrôle visuel, un contrôle réalisé avec un calibre mini-maxi permettant de trier les pièces non conformes.

Carte de contrôle aux mesures (de la moyenne et de l'étendue).

Ce sont les cartes les plus utilisées. Ces cartes sont établies ensemble et interprétées ensemble.

Cette carte de contrôle permet de visualiser l'évolution et la variation de la valeur moyenne des dimensions fabriquées. Elle est tracée par points successifs représentant la valeur moyenne d'échantillon prélevés à intervalles réguliers.

Le but est de comparer les performances moyennes de production dans le temps à l'aide d'une carte qui caractérise la tendance de la valeur centrale. On effectue plusieurs observations individuelles sur plusieurs sous-groupes numérotés à une fréquence de temps donnée (toutes les heures, trois fois par jour …). Sur chaque sous-groupe k chronologique on effectue n observations. On reporte sur la carte de moyenne la moyenne du sous-groupe en fonction de son numéro chronologique qui sera reporté sur l'axe horizontal des cartes de contrôle. En raison du théorème de la limite centrale, la moyenne des valeurs sur la carte de contrôle suit une loi normale que les observations soient normalement distribuées ou non.

Une production sera dite 'stable', si la tendance et la dispersion sont statistiquement constantes dans le temps. La carte de contrôle à la moyenne surveille le réglage du procédé, la carte des étendues surveille les dispersions.

On positionne les deux éléments suivants

Les valeurs relevées ou calculées

- La moyenne
- Limite de contrôle inférieure et supérieure résultant d'un calcul effectué à partir des valeurs relevées.

Ces deux valeurs sont les limites à l'intérieur desquelles le processus est sous contrôle. Les valeurs de la caractéristique contrôlée doivent se trouver à l'intérieur de ces limites, sinon ces valeurs sont hors contrôle et doivent être examinées.

- La moyenne $\overline{X}$

Dans le cas où une analyse sur un échantillon est répétée un certain nombre de fois (n) fois, La valeur moyenne de ces mesures est un nombre important, qui se calcule selon la formule suivante :

Avec: x est les mesures.

n est le nombre de mesures.

$$\bar{X} = \frac{\sum x_i}{n}$$

➢ L'étendue $\overline{R}$

L'étendue est la différence entre la valeur maximale et la valeur minimale du caractère statistique.

Étendue $= X_{max} - X_{min}$

Ces deux paramètres ($\overline{X}$ et $\overline{R}$) sont indépendants et complémentaires. La valeur moyenne peut varier sans que la dispersion ne varie et inversement.

❖ Limite de contrôle pour la moyenne

$$\mu - 3\sigma ; \mu + 3\sigma$$

➢ L'écart type est connu

Le calcul des limites de la carte de moyenne diffère selon que l'écart-type est connu ou lorsque l'écart-type du processus est connu, les caractéristiques de la distribution normale permettent de calculer les limites du contrôle. L'intervalle [$\overline{X}-3\sigma$; $\overline{X}+3\sigma$], contient 99,7 % des données et représente les limites LSC et LIC des cartes de contrôle.

$$\boxed{\begin{aligned} LSC &= \mu + 3\sigma_{\overline{x}} \\ LIC &= \mu - 3\sigma_{\overline{x}} \end{aligned}}$$

➢ L'écart type est inconnu

Dans beaucoup de cas, l'écart type σ est inconnu et doit être estimé par t (loi de Student) au lieu de la loi normale standard. On se sert alors d'un coefficient A2 qui dépend du nombre d'observations dans chaque échantillon et du type de carte utilisé. Les limites de contrôle sont estimées en utilisant l'étendue moyenne des observations à l'intérieur d'un sous-groupe comme mesure de variabilité.

$$\boxed{\begin{aligned} LSC &= \overline{\overline{X}} + A_2\overline{R} \\ LIC &= \overline{\overline{X}} - A_2\overline{R} \end{aligned}}$$

Avec:

$\overline{\overline{X}}$ La moyenne des moyennes.

R Étendue moyenne dans l'échantillon.

❖ Limite de contrôle pour l'étendue

$$\boxed{\begin{aligned} LSC &= D_4\overline{R} \\ LIC &= D_3\overline{R} \end{aligned}}$$

Avec A2, D3 et D4 sont les coefficients qui servent à calculer les limites de contrôle en fonction de la taille des échantillons et du type de carte en utilisant le tableau suivant :

Taille	A2	D3	D4
2	1,88	0	3,267
3	1,023	0	2,575
4	0,729	0	2,282
5	0,577	0	2,115
6	0,483	0	2,004

Carte de contrôle aux attributs

Les attributs sont des données fondées sur deux valeurs seulement (conforme/non conforme, succès/échec, passe/ne passe pas).

La technique des cartes de contrôle aux attributs, avec le même type de calcul des limites que les cartes aux mesures, est intéressante car elle permet de suivre les progrès réalisés en cours de production.

Par contre les cartes aux attributs ne donnent pas d'avertissement, en cas de changement dans le procédé, avant la production d'un nombre accru de non conformes.

De plus, pour obtenir une image significative de la production, des échantillons de grande taille sont nécessaires.

Il faut distinguer les produits non-conformes qui, soit ne respectent pas les spécifications techniques, soit présentent des défauts tellement graves qui sont rebutés, et d'autre part les non-conformités qui sont des défauts (apparences, rayures..) qui n'entraînent pas automatiquement la mise au rebut mais sont décomptés pour donner une mesures de la qualité de la production.

Partie 2

Etude expérimentale

Chapitre1: Elaboration du nouveau fromage

1) Définition

C'est un fromage frais, non salé, de consistance onctueuse, à base de lait de vache enrichi de crème de lait de vache, de 20 à 60 % de matières grasses, d'un poids moyen de 80 grammes, qui se présente enveloppé sous forme d'un cylindre de 8 cm de haut et 5 cm de diamètre. Sa fabrication, le plus souvent industrielle.

Il peut se consommer en dessert, sucré, additionné de confiture, de miel, etc. ou salé, poivré avec de fines herbes. Il sert également à farcir les viandes (volaille) ou à les recouvrir (lapin) du fromage mélangé à de la moutarde pour leur éviter de se dessécher à la cuisson.

Processus de fabrication des fromages frais :

On distingue deux types de fromage frais crémés :

- ✓ Un fromage frais à base du lait de 0% MG ou l'on utilise le ferment et la pressure dont le gout est acide puis en ajoute la crème après l'égouttage
- ✓ Un fromage frais ou l'on utilise le lait entier et on ajoute la crème à la dose désirée.

Composition

Le fromage blanc est souvent préparé à partir de lait de vache. Le pourcentage de matière grasse par rapport à la masse totale sèche peut varier par l'ajout de crème : 20 ou 40 %. Le fromage blanc à 40 % de matière grasse contient plus de 80 % d'eau.

Le fromage blanc est facile à digérer et ne présente pas les mêmes difficultés de digestion que le lait, puisqu'il a subi une transformation par ferments lactiques. C'est donc une bonne source de calcium et de protéines.

Cependant, le fromage blanc ayant un temps de caillage court, on y trouve du lactose en quantité non négligeable, ce qui peut poser des problèmes pour les personnes intolérantes à ce sucre.

2) Procédés de fabrication :

a) à partir du lait écrémé

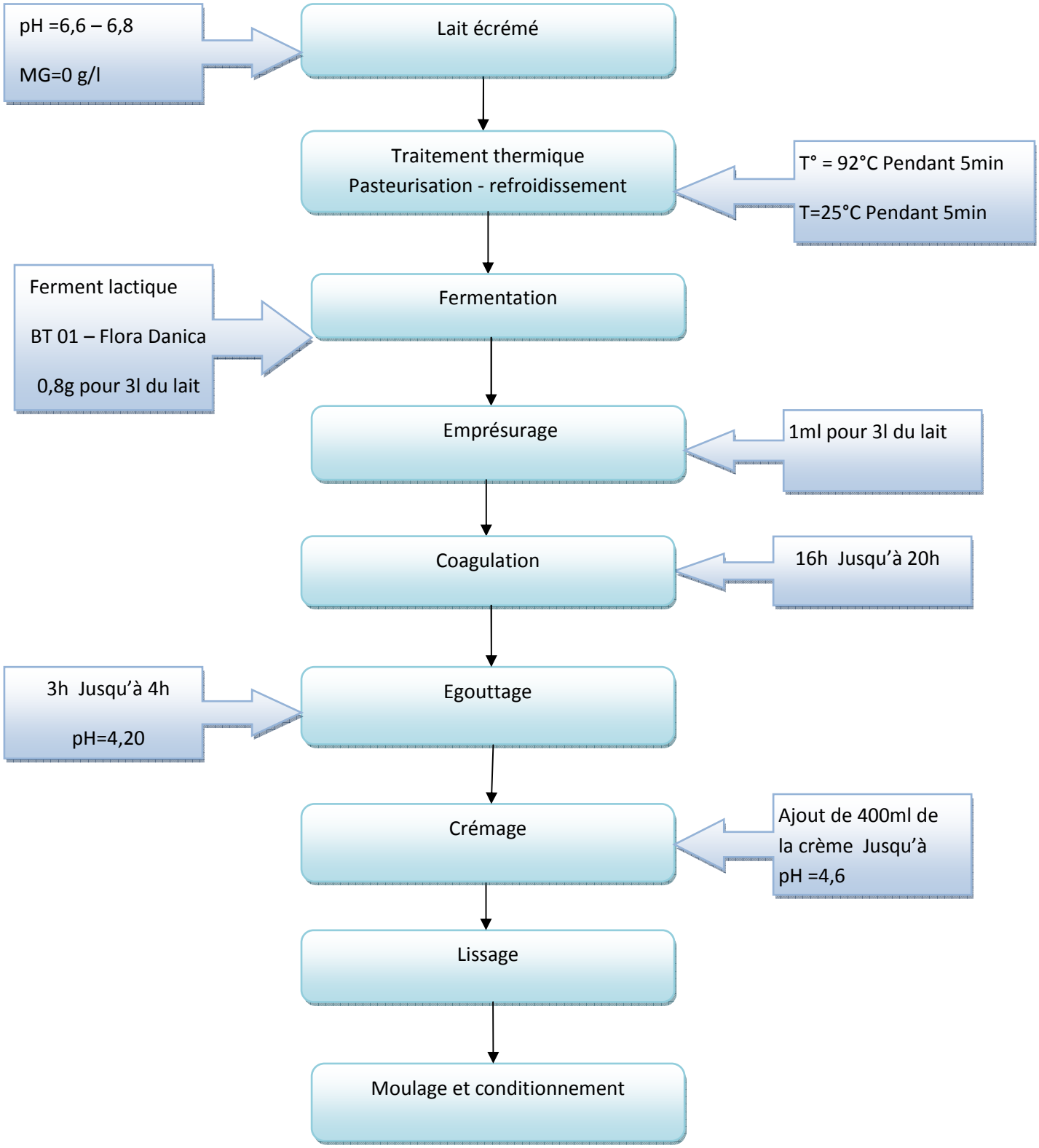


Figure 4 : Diagramme de fabrication du fromage frais crémé.

b) à partir du lait entier

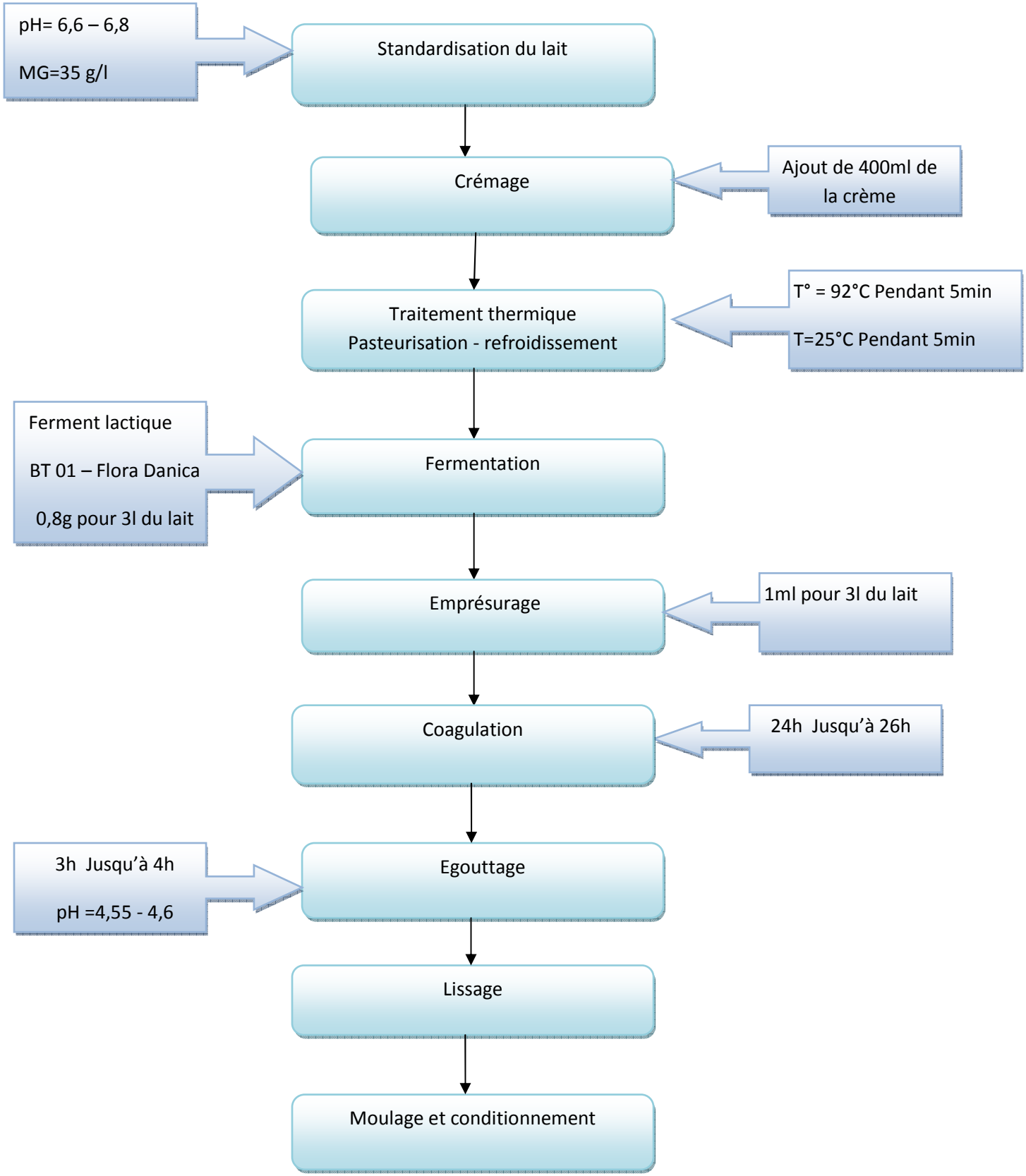


Figure 5 : Diagramme de fabrication du fromage frais crémé.

Discussion

D'après les résultats obtenus par les deux méthodes de fabrication du fromage frais crémé on a obtenu du fromage de même texture mais une différence de gout et de pourcentage de la matière grasse (40% pour le fromage à base du lait écrémé et 30% pour le fromage à base du lait entier) et du temps de coagulation (16h pour le fromage à base du lait écrémé et 20h pour le fromage à base du lait entier).

- ✓ La différence du gout est due à l'ajout de la crème fraiche avant le traitement thermique pour le fromage obtenu par la 2éme méthode se caractérise par un gout désagréable par contre le gout du fromage obtenu la 1ére méthode est bon.

- ✓ La différence du pourcentage de la matière grasse est due à la perte de cette dernière lors de l'égouttage.

- ✓ La différance du temps de coagulation est due au pourcentage de matière grasse présente dans le lait, autrement dit plus le lait contient de matière grasse plus la formation du callié prend du temps.

Donc il faut chercher les actions correctives à prendre afin d'améliorer le gout du fromage par la recherche des paramètres qui peuvent l'influencer par le diagramme cause-effet.

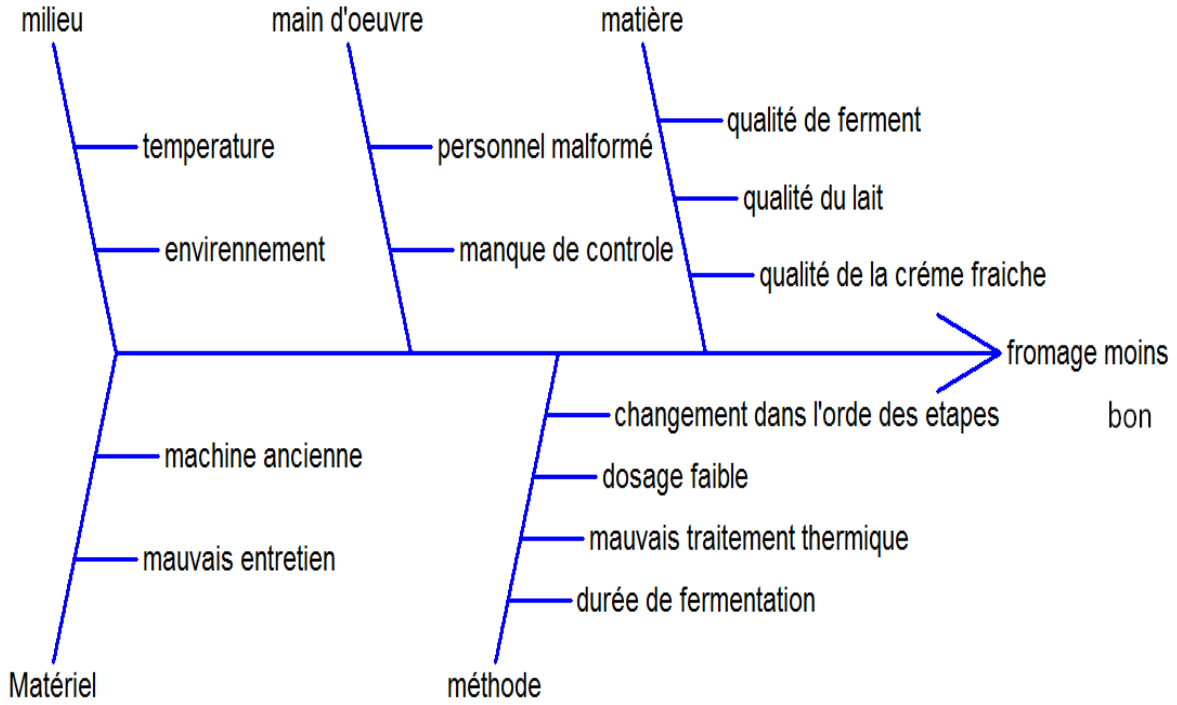


Figure 6 : Diagramme cause effet (5M) : gout du fromage

N .B : on s'est s'intéressé de préparer ce fromage par la 1ere méthode dans le gout est un caractère organoleptique très important pour satisfaire le plaisir du consommateur.

3) Processus de fabrication de ce fromage avec du lait 0%de la MG

On compte cinq étapes distinctes dans le processus de fabrication de ce fromage : **Le chauffage ou le traitement thermique, la fermentation, le caillage ou la coagulation, l'égouttage et finalement le moulage**.

1ére étape : Le chauffage ou le traitement thermique

Cette opération s'effectue après la standardisation l'ajout de la crème à la dose voulu et consiste à élever la température du mélange à 92°C puis à baisser la température brusquement à 25°C afin d'éliminer certaines bactéries présentent dans le lait.

2éme étape : Fermentation

L'acidification est le principe même de la transformation fromagère:

Principe :

Lactose → acide lactique → lactates

pH neutre pH acide pH neutre

Une bonne maîtrise de l'acidification limite le développement des bactéries par la production d'acide, donc la transformation du lactose en acide lactique se fait par les bactéries.

3éme étape : La coagulation

C'est une des premières opérations du processus fromager qui transforme le lait liquide en matière « solide ».

La coagulation est assurée par la présure, la présure est une enzyme naturelle permettant la coagulation du lait.

4éme étape : Egouttage

C'est un des deux principes fondamentaux de la transformation fromagère.

Egouttage = la séparation de l'eau du lait et du fromage.

5éme étape : Moulage

C'est la mise en forme du fromage tout en séparant le sérum du caillé.

La technique du moulage est plus moins complexe en fonction du type de fromage.

Chapitre2: Analyse et contrôle qualité de ce fromage:

1) Analyses physico-chimiques

Ces analyses concernent essentiellement les produits finis ainsi que les matières premières à savoir : le lait (liquide ou en poudre), les arômes, les fruits et concentré de fruits et ferments. Les contrôles physico-chimiques ont pour objectif de garantir au produit sa stabilité et sa consistance en ce qui concerne ses caractéristiques organoleptiques.

Les analyses effectuées : pH, matière grasse, EST et viscosité.

a. Mesure de pH

Ce contrôle est réalisé à l'aide d'un pH-mètre qui doit être préalablement étalonné avant de commencer les analyses.

- ✓ **Principe :** mesure de l'acidité d'un produit
- ✓ **Matériel :** pH-mètre à électrode de KCl
- ✓ **Réactifs :** Solution tampon 4 et 7, Solution saturée de KCl, Eau distillée
- ✓ **Mode opératoire :**

-Etalonnez l'appareil

-Rincez l'électrode et séchez-la.

-Plongez l'électrode dans le produit et attendez jusqu'à la stabilisation de la valeur puis notez la valeur.

-Rincez de nouveau l'électrode replongez la dans la solution de KCl.

Résultat : on obtient un fromage dont le pH est entre 4,53 et 4,68

b. Mesure de la teneur en Matière grasse (%MG)

Le but est de déterminer la teneur en matière grasse du produit. On utilise la méthode butyromètrique de Gerber.

- ✓ **Matériel :** Butyromètre (pour lait et produits laitiers ou crème ou fromage)
- ✓ **Réactifs :** Acide sulfurique, Alcool isoamilyque
- ✓ **Mode opératoire :**

-Introduire dans un butyromètre 5g de l'échantillon.

-Ajouter avec une pipette 10ml d'acide sulfurique en évitant de mouiller le col puis verser 1ml de l'alcool isoamilyque.

-Boucher le butyromètre et procéder à l'agitation par retournement jusqu'à dissolution des protéines

-Mettre les butyromètres dans une centrifugeuse pendant 5mn à une vitesse de 600tr /mn.

- ✓ **Lecture et expression des résultats :** On tient le butyromètre bien vertical, puis on examine le plan inférieur de colonne et on l'amène en coïncidence avec une division par une manœuvre approprié du bouchon, puis on effectue la lecture. La teneur en matière grasse en pourcentage est donnée par la formule suivante: (N1-N2)*100 Avec N1 : Valeur atteinte par le niveau supérieur de la colonne et N2 : Valeur inférieure

Résultat : on obtient un fromage de 40% de la MG.

c. Détermination de l'extrait sec total (EST)

L'extrait sec est la fraction massique des substances restantes après la dessiccation complète de l'échantillon. Elle est exprimée en pourcentage ou g/l.

- ✓ **Matériel :** Capsule en plastique, Etuve
- ✓ **Mode opératoire :**

-Placer la capsule sur la balance puis noter le poids affiché P_1.

-Déposer l'échantillon à analyser bien étalé, puis démarrer l'analyse en plaçant la capsule dans l'étuve à 102°C pendant 3H.

-Peser tout de suite la capsule de nouveau P_2.

- ✓ **Expression des résultats :** Le taux d'extrait sec total est calculé en faisant la différence entre les deux poids$P_1 - P_2$.

Résultat : on obtient un fromage de 80% d'extrait sec.

d .La viscosité

La mesure de la viscosité d'un fluide fait partie de la rhéologie, qui est la science des écoulements de la matière.

Plusieurs facteurs importants doivent être pris en compte dans la conception des usines alimentaires pour garantir la qualité des produits finis.

Dans l'industrie laitière, en particulier, les caractéristiques des produits laitiers peuvent être hors normes et rejetés si l'on ne maîtrise pas leur écoulement.

Résultat : on obtient un fromage de 43000cp dans les conditions suivantes (une vitesse=2tr/min avec une mobile S03 et à T°= 10°C).

2) Contrôle sensoriel :

Il consiste en la mise en évidence et la description des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes de sens. Il décrive la perception de la présence ou l'intensité d'une ou plusieurs propriétés. Essentiellement la texture, le goût et la synérèse.

a-Analyse du goût :

Dégustation des produits finis à j+1.

b-Analyse de la texture :

Description des caractéristiques de la texture des produits finis à j+1.

Résultat des différentes analyses pour 100 g de ce fromage frais

Cet aliment est essentiellement constitué d'eau. L'étude des vitamines met en valeur un apport léger en vitamines B12, B2 et B9. L'étude des minéraux montre un apport léger en Calcium et Phosphore.

Composition	Dosage
Eau	20g
Protéines	9,6g
Protéines brutes	9g
Lipides	40g

Tableau 4 : Détails des valeurs nutritives du fromage frais pour 100 g

Chapitre3 : Etude de poids et de pH du fromage

Mon but est d'améliorer le poids et le pH de ce fromage frais, en utilisant une dose de ferment minimale et avec des concentrations de matière grasse inférieures à celle utilisées habituellement, il est donc souhaitable d'étudier, comme paramètre la nature du lait et la dose de la crème fraiche ainsi du ferment qui entre dans la fabrication du fromage.

Dans ce cas, on a choisi un plan de surface de réponse pour l'optimisation du rendement et du pH du fromage.

Remarque : Connaissant maintenant les facteurs influents, nous pouvons les étudier d'une façon plus fine. Dans le cas de notre étude, on a fait appel à un plan de composite centré.

1) Objectif de l'étude

Etudier en détail les effets de trois facteurs potentiellement influents ainsi que les effets des différentes interactions entre le pH et le poids d'un fromage frais nature.

Ce qui nous intéresse, dans cette partie de l'étude, est de connaitre à n'importe quel point du domaine expérimental d'intérêt la valeur de la réponse expérimentale.

Connaissant ceci, il est très facile ensuite de déterminer la zone la plus intéressante que nous désignons par le terme : **zone compromis acceptable.**

On cherche à pouvoir prévoir en tout point intérieur au domaine expérimental la valeur de la réponse sans être obligé d'effectuer l'expérience.

Cette partie de l'outil méthodologique est appelée **méthodologie des surfaces de réponse.**

Résultats obtenus

❖ Le modèle

Y = b0 + b1 * X1 + b2 * X2 + b3 * X3 + b12 * (X1*X2)

Il s'agit d'un modèle polynomial de deuxième degré

❖ Caractéristiques du problème

Objectif de l'étude	Etude dans un domaine expérimental : surface de réponse
Nombre de variable	3
Nombre d'expérience	15
Nombre de coefficients	5
Nombre de réponse	2

Tableau 5 : Caractéristique du problème

Notre choix s'est porté sur le plan de Composite centré pour sa compatibilité avec les conditions expérimentales de notre étude ainsi que pour ses différents avantages notamment :

- Un nombre raisonnable d'expériences.
- Un réglage facile des différents paramètres.
- La possibilité de séquentialité.

L'étude porte sur trois facteurs, ce qui nécessite la réalisation de 15 essais (y compris 1 point au centre du domaine) pour la détermination les cinq coefficients du modèle mathématique postulé.

❖ Domaine expérimental

Facteur	Unité	Centre	Pas de variation
Nature du lait		0,5	0.5
Dosage du crème fraiche	ml	300	100
Dosage du ferment	g	0,8	0,2

Tableau 6 : Domaine expérimental

Après avoir obtenu le plan d'expérimentation, on exécute les expériences en suivant le même mode opératoire précédemment cité et on enregistre les résultats au logiciel Nemrodw.

❖ **Plan d'expérimentation**

La répartition des expériences est donnée dans le tableau suivant :

N°Exp	lait	Dose de la crème fraiche	Taux du ferment	Poids du fromage	pH
		ml	g	g	
1	0	200	0,6	956	4,67
2	1	200	0,6	968	4,69
3	0	400	0,6	962	4,7
4	1	400	0,6	964	4,63
5	0	200	1.0	958	4,53
6	1	200	1.0	964	4,57
7	0	400	1.0	967	4,59
8	1	400	1.0	971	4,58
9	0	300	0.8	958	4,64
10	1	300	0.8	965	4,60
11	0,5	200	0.8	960	4,65
12	0,5	400	0.8	963	4,62
13	0,5	300	0.6	962	4,71
14	0,5	300	1.0	964	4,67
15	0,5	300	0.8	965	4,56

Tableau 7: Plan d'expérimentation

❖ **Validation du modèle mathématique postulé**

2) Etude du poids

➢ ***L'analyse de la variance***

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

- ✓ La variation due à la régression.
- ✓ Erreur expérimentale.

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	172	4	43.1500	8.5728	0.306**
Résidus	50.333	10	5.0333		
Total	222.9333	14			

Tableau 8 : Analyse de la variance : réponse Y1 : Poids

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

- ***Le coefficient de détermination***

Ecart Type de la réponse	2,244
R2	0,774
R2A	0,684
Nombre de degrés de liberté	10

Tableau 9 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1: Poids

Le coefficient de détermination est égal à 0.774, ce qui signifie que 77.4% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable et aussi le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.

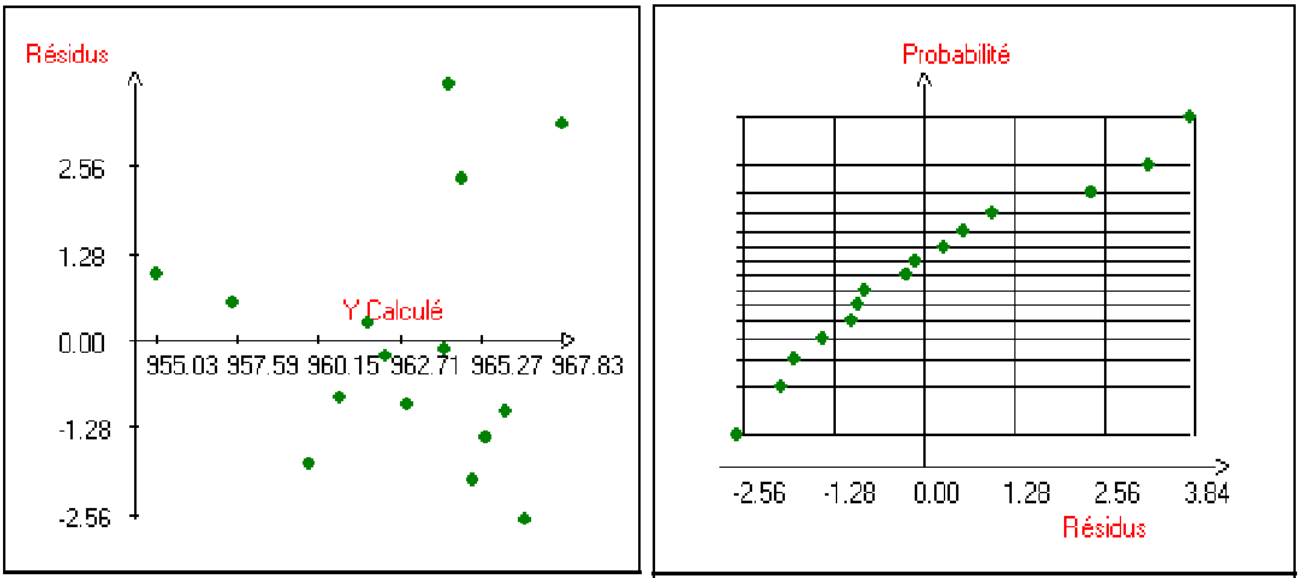


Figure 7 : Etude des résidus de la réponse Y1 : Poids

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autours de zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

❖ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui sont significativement différents de zéro et qui reflètent les effets des facteurs correspondants.

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	962,933	0.579	1662	0.01***
b1	3.100	0.709	4.37	0.147 **
b2	2.100	0.709	2.96	1.39 *
b3	1.200	0.709	1.69	11.9
b12	-1.5	0.793	-1.89	8,5

Tableau 10 : Estimation des coefficients du modèle

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Les deux coefficients b1et b2 sont significativement différents de zéro ; ces deux facteurs correspondants (la nature du lait et la quantité de la crème fraiche) sont influents sur le poids.

Pour améliorer le modèle, il faut éliminer les coefficients qui ne sont pas significativement différents de zéro et vérifier la validé du modèle par la suite.

❖ Etude graphique en 2D

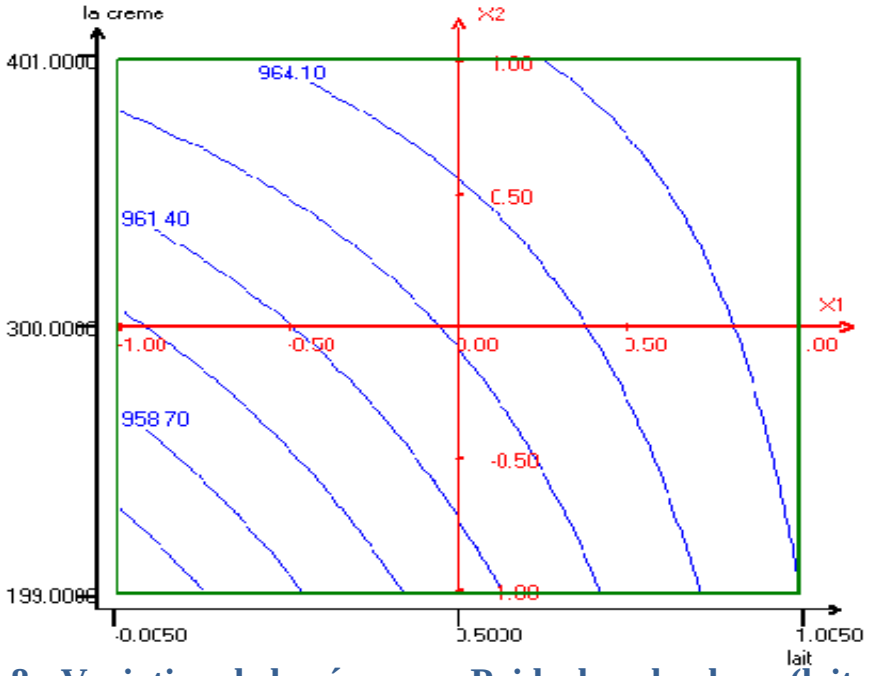


Figure 8 : Variation de la réponse – Poids dans le plan : (lait, crème)
Facteur fixe : ferment= 0,8 g

Pour atteindre un poids optimale il faut mener le réglage à :

- La quantité de crème fraiche = 400ml
- Utiliser le lait écrémé.

3) Etude de pH

➢ ***L'analyse de la variance***

Le tableau ci-dessous donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

✓ La variation due à la régression.

✓ Erreur expérimentale.

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	0,0305	4	0.0076	18.4747	0.177***
Résidus	0.0041	10	0.0004		
Total	0.0346	14			

Tableau 11 : Analyse de la variance : réponse Y2 : pH

L'analyse de la variance montre que la variance due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.

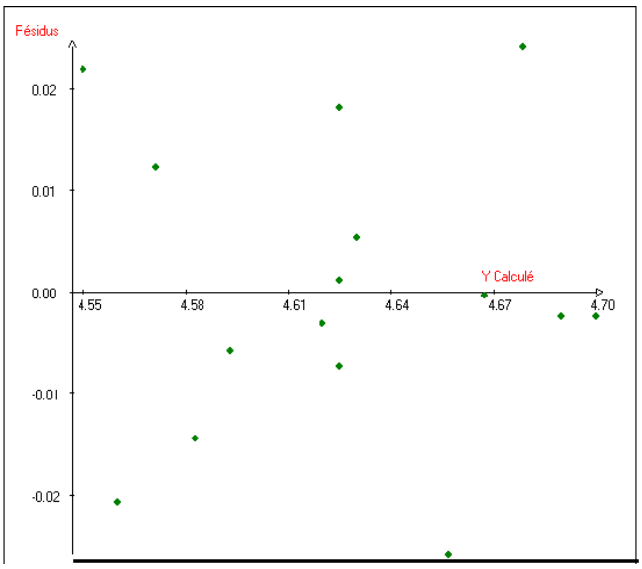
➢ ***Le coefficient de détermination***

Ecart Type de la réponse	0,0203
R2	0,881
R2A	0,833
Nombre de degrés de liberté	10

Tableau 12 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y2: pH

Le coefficient de détermination est égal à 0.881, ce qui signifie que 88.1% de la variable Y est attribuable à la variation de la variable de X.

Cette valeur est acceptable mais le coefficient de détermination ajusté montre que le modèle postulé est représentatif du phénomène étudié.



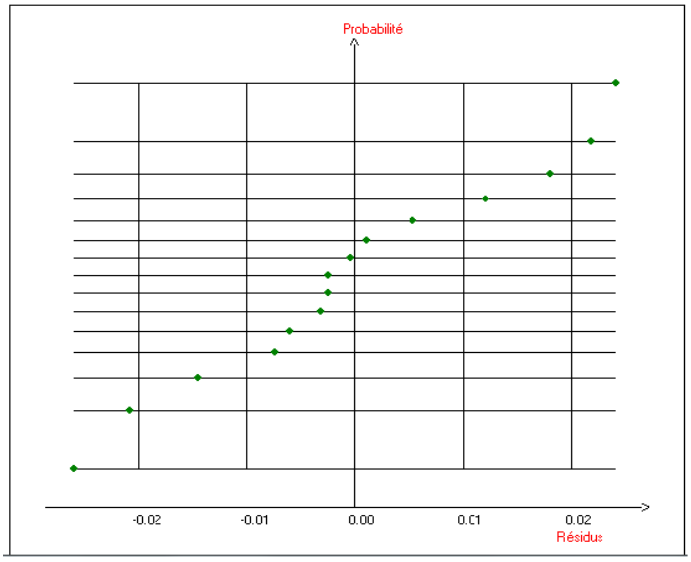


Figure 9 : Etude des résidus de la réponse Y2 : pH

Les figures ci-dessus montrent bien que les résidus sont distribués de façon aléatoire autours de zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variance et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

❖ La signification des coefficients du modèle

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui sont significativement différents de zéro et qui reflètent les effets des facteurs correspondants.

Nom	Coefficient	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
b0	4,629	0.005	883,10	0.01***
b1	-0,005	0.006	-0,78	45,9
b2	0	0.006	0	100
b3	-0.053	0.006	-8,26	< 0,01***
b12	-0,016	0.007	-2,26	4,54*

Tableau 13 : Estimation des coefficients du modèle

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que :

Les deux coefficients b1et b2 sont significativement différents de zéro ; ces deux facteurs correspondants (la nature du lait et la quantité de la crème fraiche) sont influents sur le pH.

Pour améliorer le modèle, il faut éliminer les coefficients qui ne sont pas significativement différents de zéro et vérifier la validé du modèle par la suite.

❖ Etude graphique en 2D

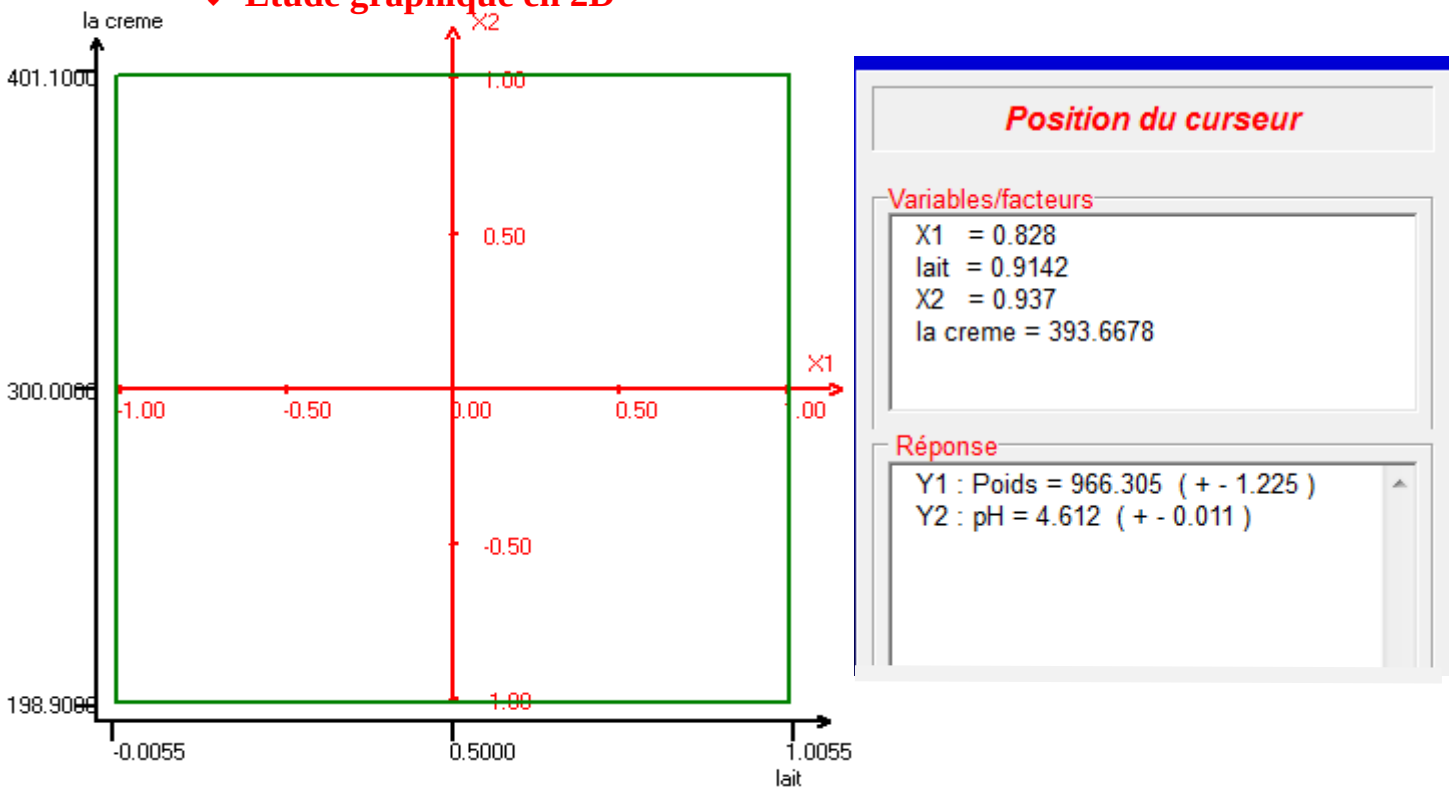


Figure 10 : Variation de la réponse – pH dans le plan : (lait, crème)

Facteur fixe : ferment =0,8g

Pour atteindre un pH optimale il faut mener le réglage à :

- La dose de ferment =0.8g.
- Une dose de crème entre 300ml et 400ml

Pour atteindre l'objectif d'optimisation du poids et du pH des jus de ce fromage, il faut améliorer le modèle mathématique postulé.

Après la validation du modèle, l'utilisation d'un plan de surface de réponse permettra de :

- Déterminer la zone de compromis acceptable dans laquelle l'objectif est visé est atteint.
- Connaitre la valeur de la réponse en n'importe quel point du domaine expérimental.
- Prévoir, par la suite, la réponse expérimentale sans savoir effectuer l'expérience.

Le résultat final montre que la nouvelle pectine utilisé par la société donne les mêmes résultats que la pectine utilisé habituellement.

❖ Désirabilité

Le but de notre étude c'est d'avoir un poids supérieur à 956 g et un pH entre 4,54 et 4,71.

Coordonnées de l'optimum

Variable	Valeur	Facteur	Valeur
X1	0.862287	lait	0.9311
X2	0.360936	la creme	336.0936
X3	-0.201932	ferment	0.7596

Caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	di %	Poid	di min %	di max
Y1	Poids	965.66	100.00	1	100.00	100.00
Y2	pH	4.63	100.00	1	74.63	100.00
	DESIRABILITE		100.00		86.39	100.00

Figure 11 : Les coordonnées de l'optimum

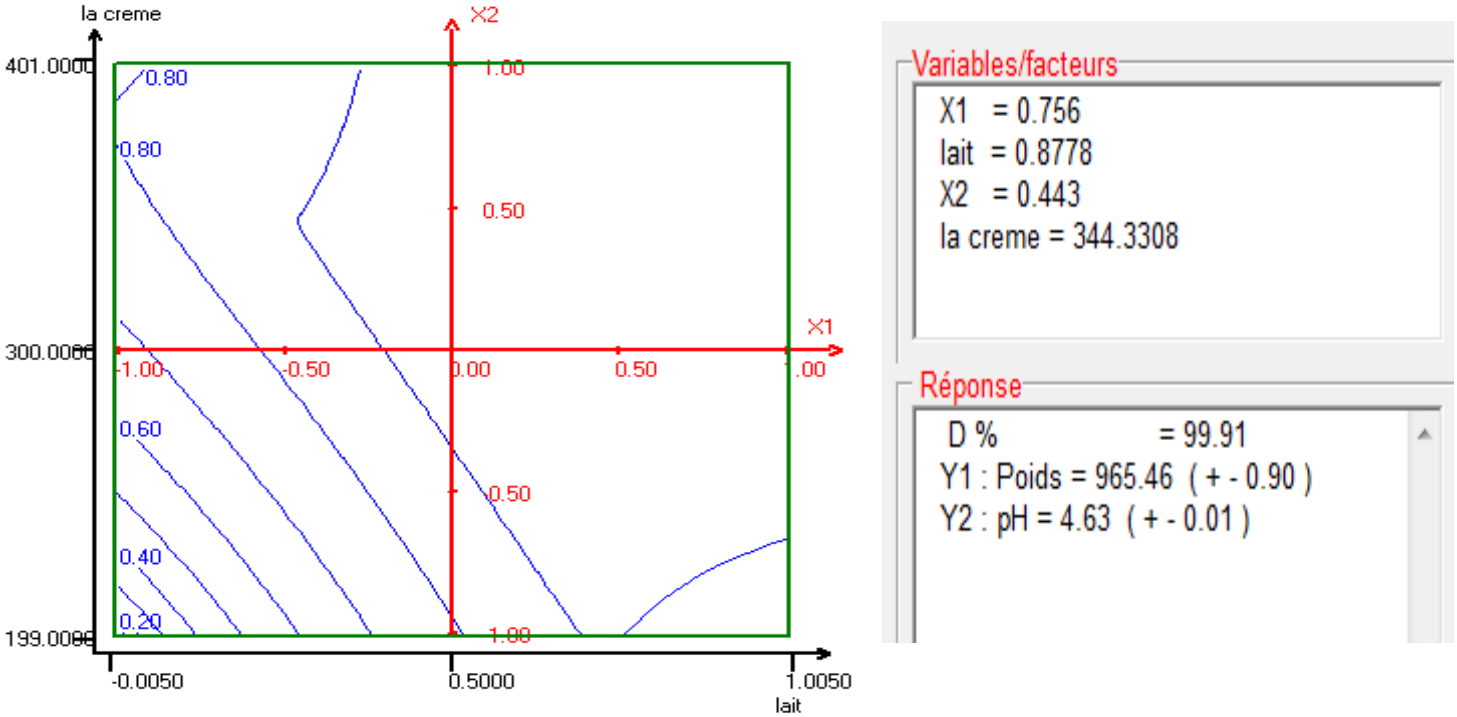


Figure 12 : Variation de la réponse poids – pH dans le plan : (lait, crème)

Chapitre4: La mise en place de carte de contrôle au niveau de conditionnement :

1) Définition

Le pH

Ce paramètre est très important pour la qualité du produit, un fromage frais avec un pH très acide signifie un produit non conforme, et c'est pour cette raison qu'on a du contrôler le pH.

Le Poids

Le poids est un paramètre très important il donne une indication sur le rendement du produit puisque le poids du produit fini est grand puisqu'on a un bon rendement.

Remarque : on prépare ce fromage frais avec les paramètres suivantes: 3l du lait écrémé et 0,8g de ferment et avec 400ml de la crème fraiche.

2) Le suivi de poids et du pH de fromage frais

Tous les résultats sont traités par le logiciel MINITAB

Traitement sur MINITAB :

MINITAB est un logiciel qui offre un large choix de méthodes de contrôle de qualité : cartes de contrôles, outils pour la planification de la qualité, l'analyse des systèmes de mesure, l'analyse de la normalité et l'analyse de fiabilité.

Tableau des mesures :

date	poids	pH
04-mars	998	4,65
05-mars	1000	4,63
06-mars	980	4,57
11-mars	974	4,61
12-mars	968	4,63
13-mars	990	4,6
18-mars	960	4,58
19-mars	982	4,62
20-mars	964	4,63
25-mars	980	4,64
26-mars	960	4,58
27-mars	953	4,59
01-avril	986	4,7
02-avril	980	4,63
03-avril	960	4,65
08-avril	970	4,6
09-avril	974	4,56
10-avril	968	4,53
15-avril	980	4,58
16-avril	980	4,62
17-avril	970	4,61
22-avril	980	4,64
23-avril	958	4,63
24-avril	956	4,63
06-mai	968	4,67
07-mai	980	4,58
08-mai	974	4,6
13-mai	970	4,56
14-mai	968	4,58
15-mai	965	4,6
20-mai	985	4,58
la moyenne	973,580645	4,60903226
écart type	11,6412319	0,03581013
val min	953	4,53
val max	1000	4,7
étendu	47	0,17

Tableau 14 : Les résultats de mesures du poids de ce fromage frais

Une série de mesure d'une même grandeur, on cherche à savoir si l'on peut considérer que ces mesures représentent une population sur laquelle les caractères mesuré (poids et pH) sont les variables aléatoires qui suit une loi normale.

Quatre tests seront présentés :

- Test visuel de normalité : Histogramme.
- Boite à moustache
- Test de normalité : test de Shapiro et Wilk.
- Test des points aberrants

Principe du test visuel :

Le premier test grossier que l'on pourra faire avant d'effectuer un test plus rigoureux (Shapiro et Wilk). On fera un histogramme en regroupant les données en classes.

Règles de décisions

Les graphiques étant fait on regarde si on enveloppe correspond approximativement à une courbe en cloche, si oui le caractère mesuré suit une loi normale donc l'hypothèse de normalité est vérifiée. Si non le caractère mesuré ne suit pas une loi normale donc l'hypothèse de normalité n'est pas vérifié.

Principe de la boite à moustache:

Il permet de représenter une distribution de valeurs sous forme simplifiée avec la médiane (trait épais), une boîte s'étendant du quartile 0.25 au quartile 0.75, et des moustaches qui s'étendent par défaut jusqu'à la valeur distante d'au maximum 1.5 fois la distance interquartile.

Objectif de la boite à moustache:

On cherche à représenter, pour chaque série de valeurs, la distribution de celles-ci de manière très simplifiée avec seulement la médiane et quelques autres valeurs caractéristiques de la série.

Principe du test Shapiro et Wilk :

On formule les deux hypothèses suivantes :

- ✓ H0 : les données Xi forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.
- ✓ H1 : la distribution est significativement différente d'une loi normale.

Le test est fondé sur :

- Le calcul d'une quantité W_{obs}
- La comparaison de cette Wobs pour un risque donnée à une valeur Wα.
- W α sera lu sur la table de Shapiro et Wilk.
- Wobs se calcul de la manière suivante :
  - Il faut classer les n mesure Xi par ordre croissant.

X1<X2<X3<……<Xn

- On calcul toutes les différences suivantes :

$d1 = X_n - X_1$

$d2 = X_{n-1} - X_2$

$d3 = X_{n-2} - X_3$

$di = X_{n-i+1} - X_i$

On calcul Wobs de la manière suivante :

- $\overline{X}$: Moyenne de mesures avec : aj sont des coefficients lus sur la table des coefficients, pour n donnée.
- On choisit un risque α (5% ou 1%) et on lit dans la table de Shapiro et Wilk le tableau de W (α,n).

$$W_{obs} = \left(\sum_{j=1}^{j=p} ajdj\right)^2 \Big/ \sum_{i=1}^{i=n}(X\overline{i} - X)^2$$

❖ Règles de décisions

Si Wobs > W (α, n): On accept H0

Si Wobs ≤ W (α, n): On rejette H0

❖ **Test Shapiro et Wilk**

➢ On classe les poids par ordre croissant :

953 < 956 < 958 < 960 < 964 < 965 < 968 < 970 < 974 < 980 < 982 < 985 < 990 < 996 < 998 <1000.

N.B : si n=2k on obtient k=n/2 différences

si n=2k+1 on n'utilise pas la médiane

Dans notre cas on ne va pas utiliser la médiane

$d1 = X_n - X_1$	⟹	d1= 1000 – 953=47	a1= 0.4254
$d2 = X_{n-1} - X_2$	⟹	d2=998 – 956 = 42	a2= 0.2944
$d3 = X_{n-2} - X_3$	⟹	d3 = 996 – 956=40	a3= 0.2487
$d4 = X_{n-3} - X_4$	⟹	d4= 990 – 960 = 30	a4= 0.2148
$d5 = X_{n-4} - X_5$	⟹	d5= 985 – 960 = 25	a5= 0.1870
$d6 = X_{n-5} - X_6$	⟹	d6 = 982 – 960 = 22	a6= 0.1630
$d7 = X_{n-6} - X_7$	⟹	d7 = 980 – 964 = 16	a7= 0.1415

$d8 = X_{n-7} - X_8 \Longrightarrow d8 = 980 – 965 = 15$ a8= 0.1219

$d9 = X_{n-8} - X_9 \Longrightarrow d9 = 980 – 968 = 12$ a9= 0.1036

$d10 = X_{n-9} - X_{10} \Longrightarrow d10 = 980 – 968 = 12$ a10= 0.0862

$d11 = X_{n-10} - X_{11} \Longrightarrow d11 = 980 – 968 = 12$ a11= 0.0697

$d12 = X_{n-11} - X_{12} \Longrightarrow d12 = 980 – 968 = 12$ a12= 0.0537

$d13 = X_{n-12} - X_{13} \Longrightarrow d13 = 980 – 970 = 10$ a13= 0.0381

$d14 = X_{n-13} - X_{14} \Longrightarrow d14 = 974 – 970 = 6$ a14= 0.0227

$d15 = X_{n-14} - X_{15} \Longrightarrow d15 = 974 – 970 = 6$ a15= 0.0076

$$\mathbf{W_{obs}} = \frac{(0{,}4254*47+0.2944*42+0.2487*40+\cdots\ldots+0.0076*6)^2}{(998-973{,}58)^2+(1000-973{,}58)^2+\cdots\ldots+(985-973{,}58)^2}$$

$$\mathbf{W_{obs}} = \frac{4280{,}469}{4065{,}543} = 1,\ 0528$$

Pour un risque α=5%, on lit dans la table de Shapiro et Wilk la valeur de W (α, 31) : on trouve : W (0.05, 31) = 0.986

Selon la règle de décision, on $W_{obs} > W_{(0.05,\ 31)}$ donc on accepte l'hypothèse H0 qui dit que les données forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.

- On classe les pH par ordre croissant :

4,53 < 4,56 < 4,57 < 4,58 < 4,59 < 4,6 < 4,61 < 4,62 < 4,63 < 4,64 < 4,65 < 4,67 < 4,7.

Dans notre cas on ne va pas utiliser la médiane

$d1 = X_n - X_1 \Longrightarrow d1 = 4{,}7 – 4{,}53 = 0{,}17$ a1= 0.4254

$d2 = X_{n-1} - X_2 \Longrightarrow d2 = 4{,}67 – 4{,}56 = 0{,}11$ a2= 0.2944

$d3 = X_{n-2} - X_3 \Longrightarrow d3 = 4{,}65 – 4{,}56 = 0{,}9$ a3= 0.2487

$d4 = X_{n-3} - X_4 \Longrightarrow d4 = 4{,}64 – 4{,}57 = 0{,}7$ a4= 0.2148

$d5 = X_{n-4} - X_5 \Longrightarrow d5 = 4{,}64 – 4{,}58 = 0{,}6$ a5= 0.1870

$d6 = X_{n-5} - X_6 \Longrightarrow d6 = 4{,}63 – 4{,}58 = 0{,}6$ a6= 0.1630

$d7 = X_{n-6} - X_7 \Longrightarrow d7 = 4{,}63 – 4{,}58 = 0{,}5$ a7= 0.1415

$d8 = X_{n-7} - X_8 \Longrightarrow d8 = 4{,}63 – 4{,}58 = 0{,}5$ a8= 0.1219

$d9 = X_{n-8} - X_9 \Longrightarrow d9 = 4,63 - 4,58 = 0,5$ a9= 0.1036

$d10 = X_{n-9} - X_{10} \Longrightarrow d10 = 4,63 - 4,58 = 0,5$ a10= 0.0862

$d11 = X_{n-10} - X_{11} \Longrightarrow d11 = 4,63 - 4,59 = 0,4$ a11= 0.0697

$d12 = X_{n-11} - X_{12} \Longrightarrow d12 = 4,63 - 4,6 = 0,3$ a12= 0.0537

$d13 = X_{n-12} - X_{13} \Longrightarrow d13 = 4,62 - 4,6 = 0,2$ a13= 0.0381

$d14 = X_{n-13} - X_{14} \Longrightarrow d14 = 4,62 - 4,6 = 0,2$ a14= 0.0227

$d15 = X_{n-14} - X_{15} \Longrightarrow d15 = 4,61 - 4,6 = 0,1$ a15= 0.0076

$$\mathbf{W_{obs}} = \frac{(0,4254*0,17+0.2944*0,11+0.2487*0,9+\cdots\ldots+0.0076*0,1)^2}{(4,65-4,61)^2+(4,63-4,61)^2+\cdots\ldots+(4,58-4,61)^2}$$

$$\mathbf{W_{obs}} = \frac{0,945565}{0,03847} = 24,5786$$

Pour un risque α=5%, on lit dans la table de Shapiro et Wilk la valeur de W (α, 31) : on trouve : W (0.05, 31) = 0.986

Selon la règle de décision, on $W_{obs} > W_{(0.05,\ 31)}$ donc on accepte l'hypothèse H0 qui dit que les données forment une distribution qui n'est pas significativement différentes d'une loi normale.

❖ **Test de point aberrant : Test de DIXON**

- Principe du test de Dixon

Le test de DIXON consiste à comparer la distance entre les points les plus éloignés du modèle et les points immédiatement plus voisins à l'étendue totale des résidus.
On commence à classer les résidus par ordre croissant :

Principe du test de Dixon

A la suite de ce classement, les points aberrants se trouvent soit en R1 soit en Rn. On calcule alors les rapports : (relations suivantes)

Si 3≤n≤7	$Q1=\frac{R2-R1}{Rn-R1}$	$Q2=\frac{Rn-Rn-1}{Rn-R1}$
Si 8≤n≤12	$Q1=\frac{R2-R1}{Rn-1-R1}$	$Q2=\frac{Rn-Rn-1}{Rn-R2}$
Si n>12	$Q1=\frac{R3-R1}{Rn-2-R1}$	$Q2=\frac{Rn-Rn-2}{Rn-R3}$

Les valeurs de Q1 ou Q2 sont d'autant plus élevées que les points extrêmes sont plus aberrants. Ces valeurs sont comparées à des valeurs limites QL qui dépendent du seuil de risque considéré (5% et 1 %), voir tables de DIXON. Le test se pratique de la manière suivante :

Q_1 ou Q_2 > Q α (1%) **R_1 ou R_n sont aberrants**

Q α (5 %) < Q_1 ou Q_2 < Q α (1 %) **R_1 ou R_n sont douteux**

Q_1 ou Q_2 < Q α (5 %) **R_1 ou R_n ne sont pas aberrants**

Dans notre cas on n'a N=31 donc : Q1=$\frac{R3-R1}{Rn-2-R1}$ et Q2=$\frac{Rn-Rn-2}{Rn-R3}$

- On classe les poids par ordre croissant :

953 < 956 < 958 < 960 < 964 < 965 < 968 < 970 < 974 < 980 < 982 < 985 < 990 < 996 < 998 <1000.

Q1=$\frac{R3-R1}{Rn-2-R1}$ = $\frac{958-953}{996-953}$ = $\frac{5}{43}$ = 0,11627

Q2=$\frac{Rn-Rn-2}{Rn-R3}$ = $\frac{1000-996}{1000-958}$ = $\frac{4}{42}$ = 0,09523

D'après le tableau de Dixon on détermine la valeur critique :

Q α = 0,414 pour α = 5% et Q α = 0,483 pour α = 1%

Q_1 et Q_2 < Q α (5 %) et Q_1 et Q_2 < Q α (1 %)

Discussion

On a Q1et Q2< la valeur critique pour 5% et 1% donc les valeurs 953 et 1000 ne sont pas des valeurs aberrantes.

- On classe les pH par ordre croissant :

4,53 < 4,56 < 4,57 < 4,58 < 4,59 < 4,6 < 4,61 < 4,62 < 4,63 < 4,64 < 4,65 < 4,67 < 4,7.

Q1=$\frac{R3-R1}{Rn-2-R1}$ = $\frac{4,57-4,53}{4,65-4,53}$ = $\frac{4}{12}$ = 0,33333333

Q2=$\frac{Rn-Rn-2}{Rn-R3}$ = $\frac{4,7-4,65}{4,7-4,57}$ = $\frac{5}{13}$ = 0,384615

D'après le tableau de Dixon on détermine la valeur critique :

Q α = 0,414 pour α = 5% et Q α = 0,483 pour α = 1%

Q_1 et Q_2 < Q α (5 %) et Q_1 et Q_2 < Q α (1 %)

On a Q1et Q2< la valeur critique pour 5% et 1% donc les valeurs 4,53 et 4,7 ne sont pas des valeurs aberrantes.

Donc on peut effectuer la carte de contrôle.

Résultats et discussion

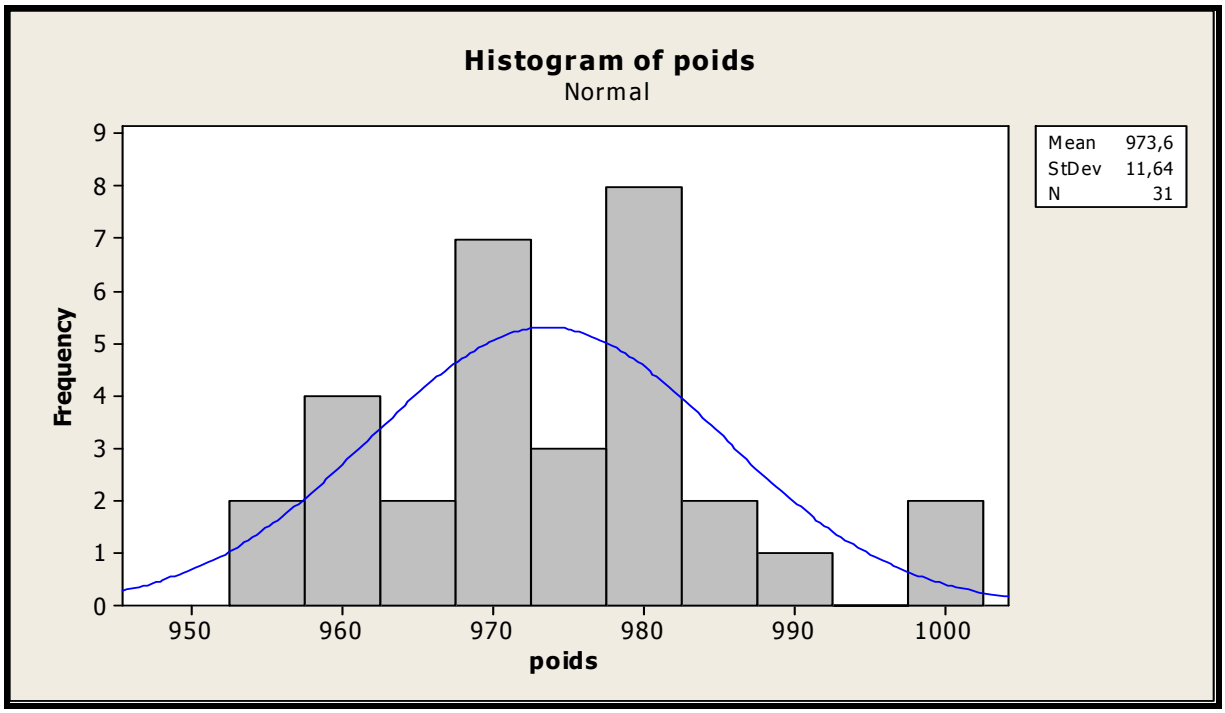


Figure 13 : Histogramme : poids du fromage

Discussion

L'histogramme est sous forme d'une cloche de Gauss on accepte l'hypothèse H0, la distribution des mesures n'est pas signification différente d'une loi normale.

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1	Median	Q3
pds	31	0	973,58	2,09	11,64	953,00	965,00	974,00	980,00

Comme l'indique le tableau, il y a variation de la moyenne des poids du fromage 973,58g avec un écart type égale a 11,64 entre les résultats, ce qui nous pousse a vérifié la distribution suivie par la variable poids.

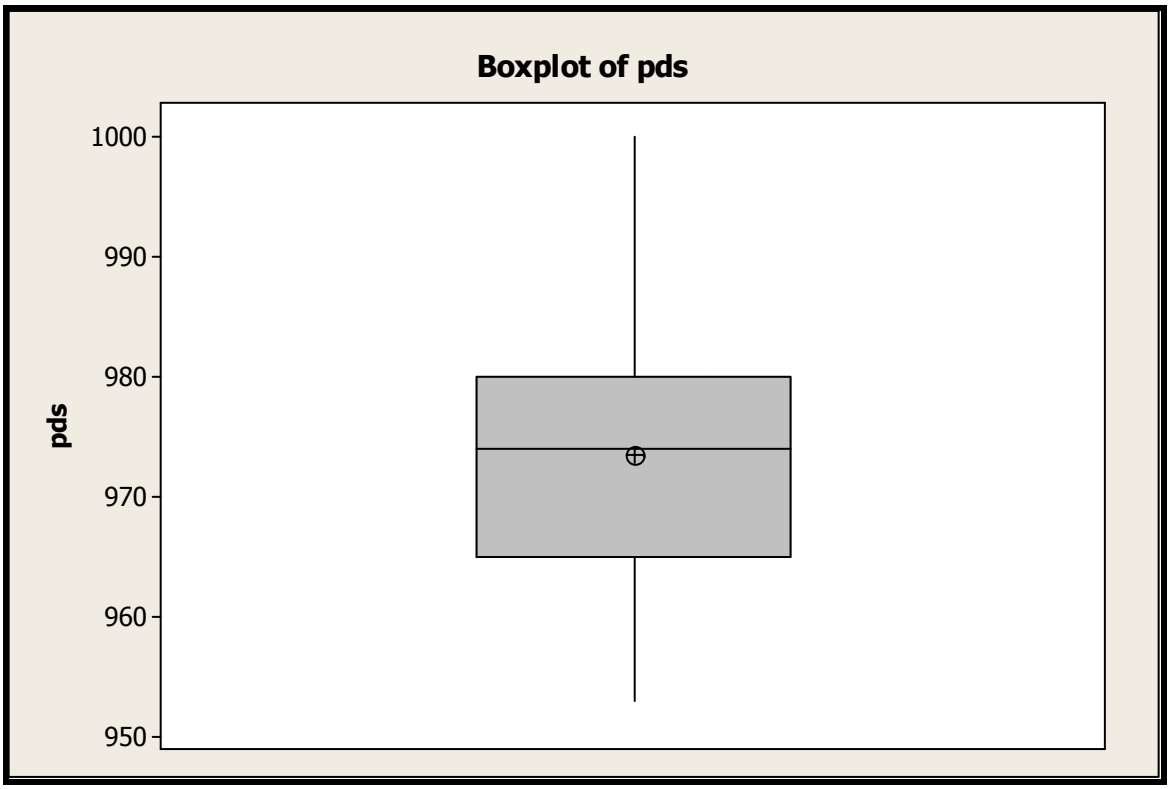


Figure 14 : Boite à moustache: poids du fromage

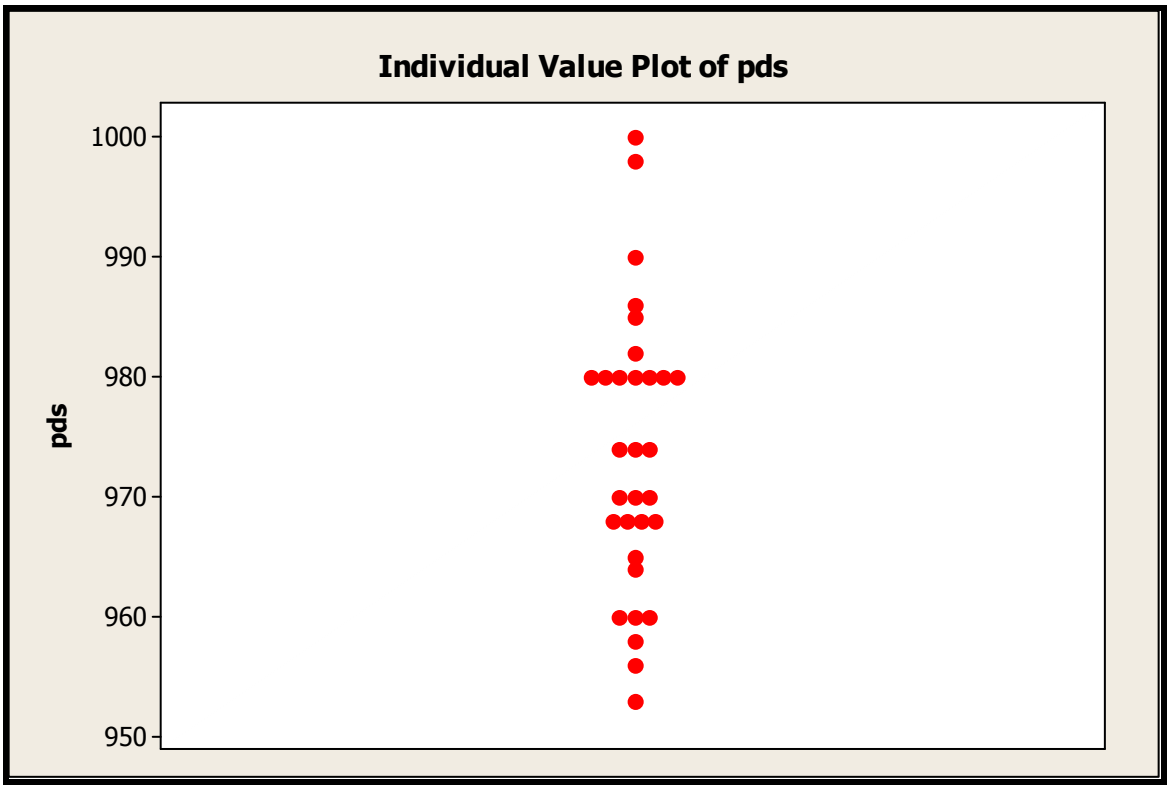


Figure 15 : Diagramme d'effectif: poids du fromage

Discussion

D'après les résultats obtenus la majorité des résultats se situe entre les quartiles Q1 et Q3 dans lequel 25 % des valeurs sont inférieures à Q1 et 75 % lui sont supérieures

Avec Q1= 965 Q3= 980 la médiane = 974

Et N=31 min =953 max= 1000

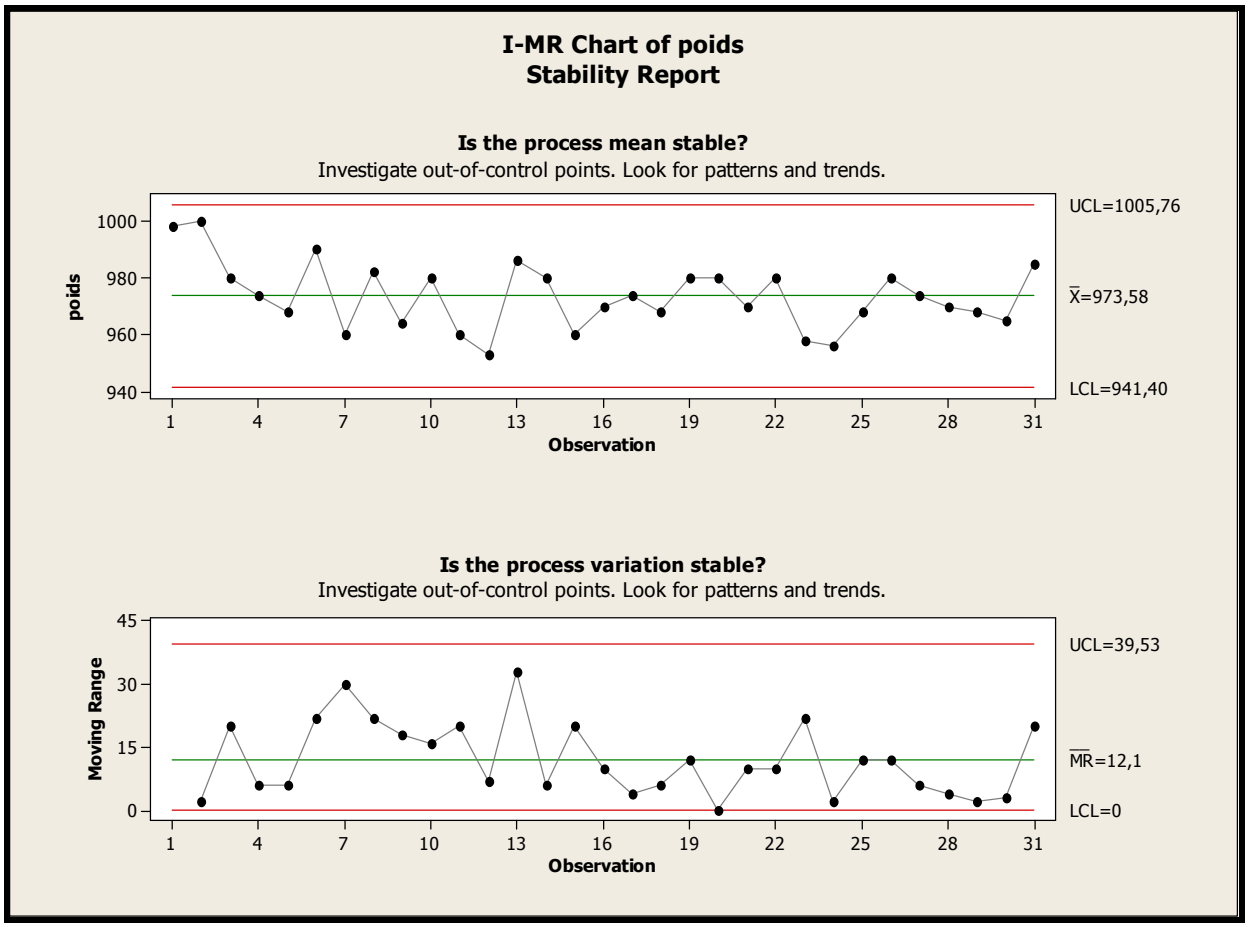


Figure 16 : carte de contrôle du poids du fromage et la variation du processus

Discussion

- ✓ Les limites de contrôles pour la moyenne :
  - Le poids moyen est 973.58 g.
  - La limite supérieure est 1005,76g.
  - La limite inférieure est 941,4g.
- ✓ Les limites de contrôles pour l'étendue
  - L'étendue moyenne est 12,1g
  - La limite inférieure est: 0 g.
  - La limite supérieure est: 39.53g.

Le procédé de fabrication est donc sous contrôle

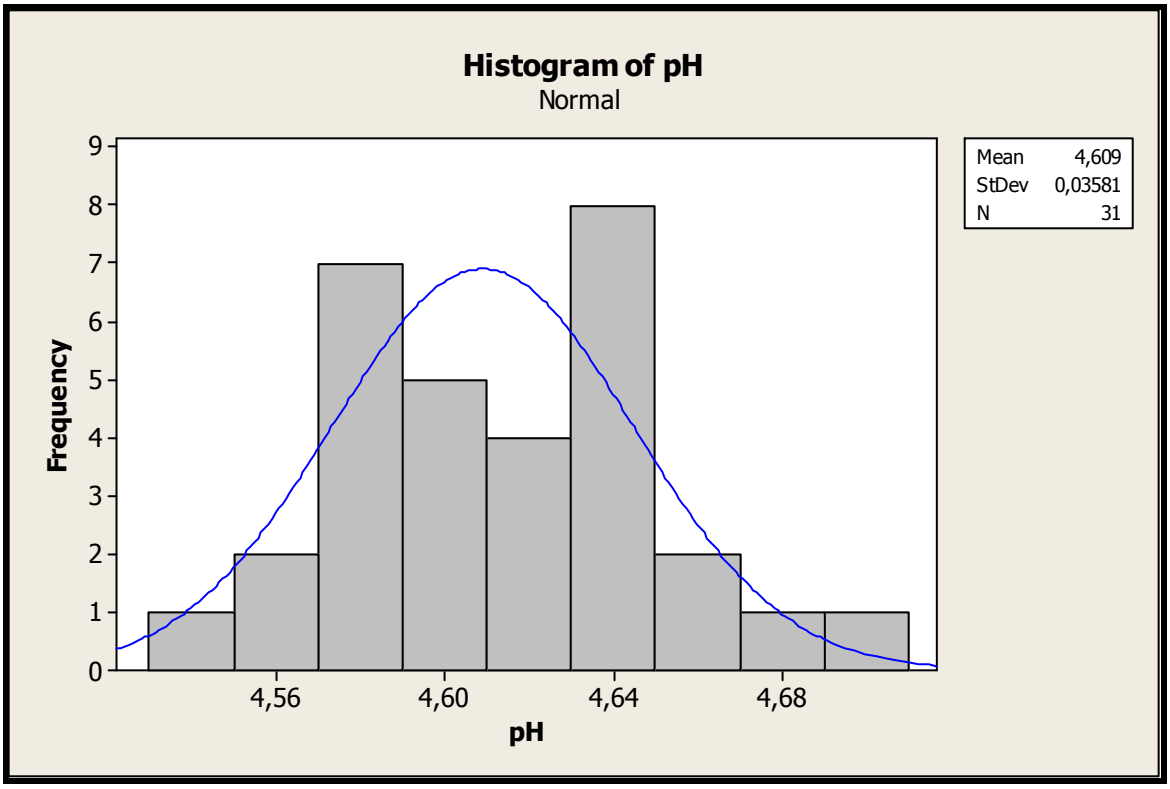


Figure17 : Histogramme : pH du fromage

Discussion

L'histogramme est sous forme d'une cloche de Gauss on accepte l'hypothèse H0, la distribution des mesures n'est pas signification différente d'une loi normale.

Variable	N	N*	Mean	SE Mean	StDev	Minimum	Q1	Median	Q3
pH	31	0	4,6090	0,00643	0,0358	4,5300	4,5800	4,6100	4,6300

Comme l'indique le tableau, il y a variation de la moyenne des poids du fromage 4,6090 avec un écart type égale a 0,0358 entre les résultats, ce qui nous pousse a vérifié si la distribution suivie par la variable pH.

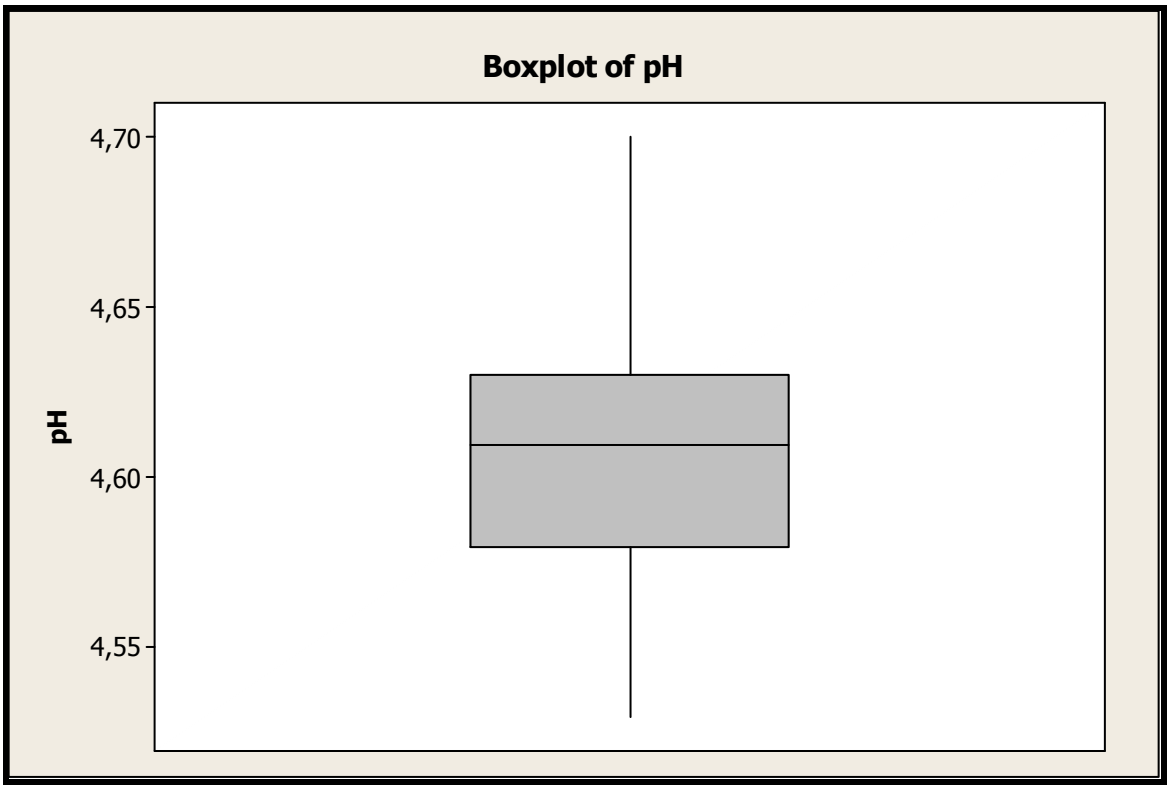


Figure 18 : Boite à moustache: poids du fromage

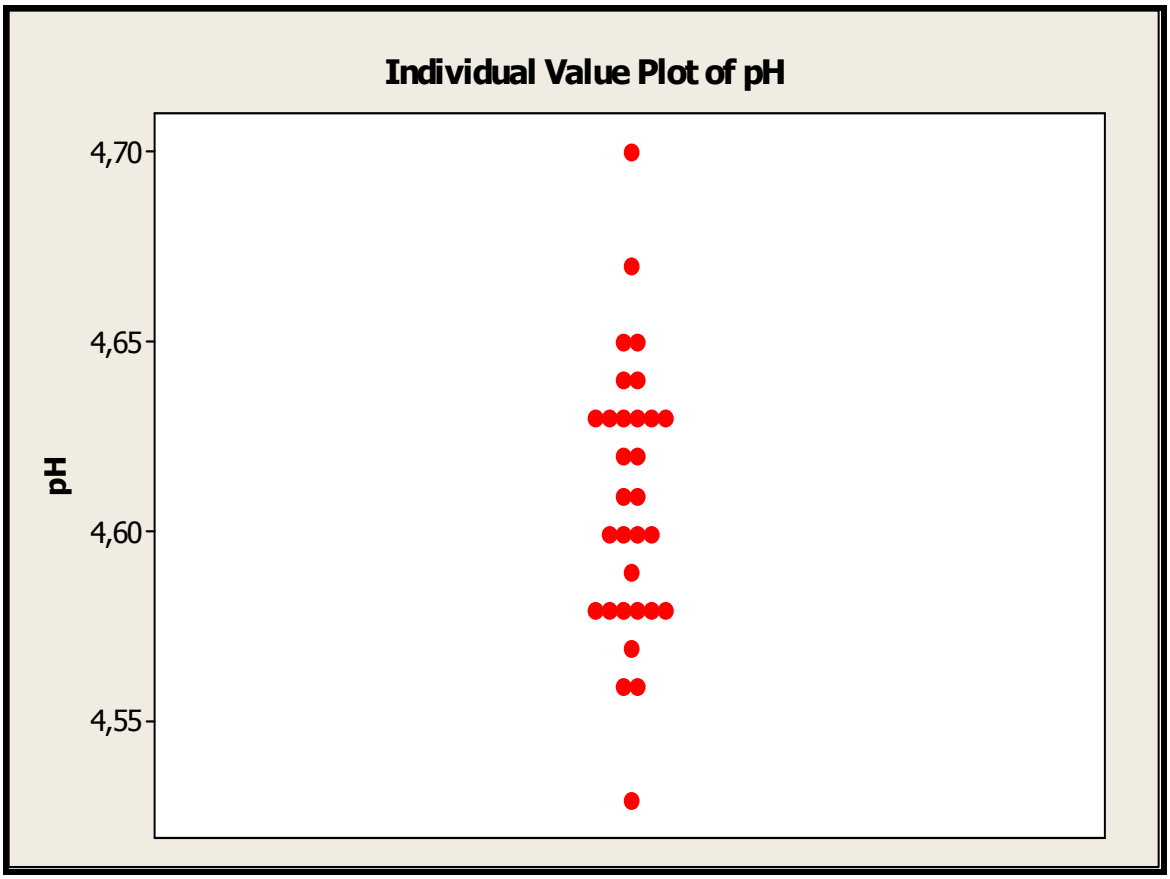


Figure 19 : Diagramme d'effectif: poids du fromage

Discussion

Descriptive Statistics: pH

D'après les résultats obtenus la majorité des résultats se situe entre les quartiles Q1 et Q3 dans lequel 25 % des valeurs sont inférieures à Q1 et 75 % lui sont supérieures

Avec Q1= 4,58 Q3= 4,63 la médiane = 4,61 Et N=31 min =4,53 max= 4,7

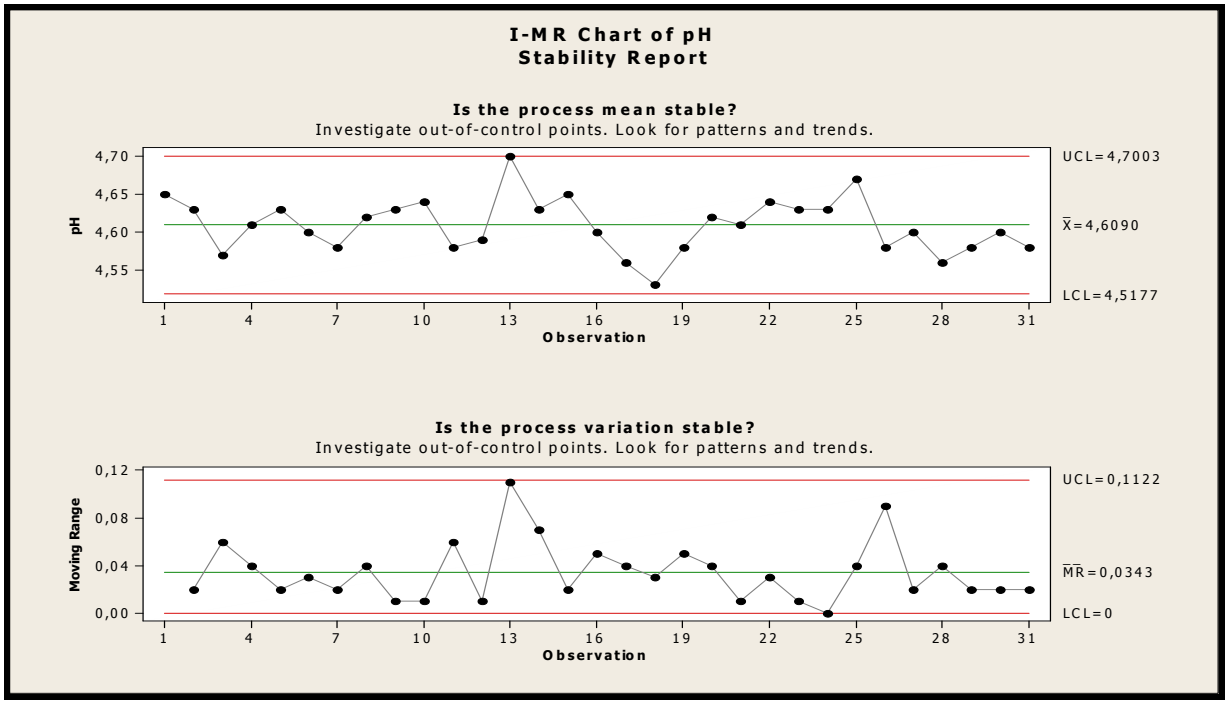


Figure 20: carte de contrôle du pH du fromage et la variation du processus

Discussion

- ✓ Les limites de contrôles pour la moyenne :
  - Le pH moyen est 4,6090.
  - La limite supérieure est 4,7003.
  - La limite inférieure est 4,5177.
- ✓ Les limites de contrôles pour l'étendue :
  - L'étendue moyenne est 0.0343.
  - La limite inférieure est: 0.
  - La limite supérieure est: 0,1122.

Le procédé de fabrication est donc sous contrôle.

Conclusion

A l'issue de ce travail de terrain (stage en usine), les principaux résultats auxquels nous avons abouti, grâce à l'utilisation de la méthode des plans d'expériences et des cartes de contrôles, se présentent comme suit :

- Elaboration d'un diagramme de fabrication qui permet d'avoir une répétabilité de la qualité souhaitée.
- Maitrise de processus de fabrication du produit.
- Obtention d'un produit avec une texture et un goût meilleur.

Nous avons déterminé les facteurs influençant sur le poids et le pH de ce fromage utilisant le plan de criblage.

On vat travailler juste avec s trois facteurs influençant sur le pH et le poids tel que :

- La nature du lait (écrémé ou entier).
- Le dosage de la crème fraiche.
- Le taux du ferment.

Ensuite, Notre but est de fabriqué avec un poids supérieure à 965g et un pH dans l'intervalle [4.53 ; 4.7] et un goût appréciable et c'est grâce au plan de surface de réponse comme autre outil d'analyse, on pourrait déterminer facilement les conditions opératoires (réglages) permettant d'atteindre la valeur de poids et de pH.

Le réglage qui permet d'atteindre cet objectif est le suivant :

- La nature du lait (écrémé ou entier).
- Le dosage de la crème fraiche.
- Le taux du ferment.

Ensuite, l'analyse des cartes de contrôle m'a permis de conclure que le procédé est maitrisable pour le poids et le pH de ce fromage.

Enfin au niveau de la qualification personnelle, le stage en entreprise est une occasion d'ouverture de l'université sur l'environnement économique et social. Il offre au stagiaire l'opportunité de confronter le savoir académique à la réalité du monde professionnel et des rapports sociaux.

Annexe

Coefficient du test de Shapiro & Wilk

	n								
i	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1	0.7070	0.7071	0.6872	0.6646	0.6431	0.6233	0.3052	0.5888	0.5739
2		0.0000	0.1677	0.2413	0.2806	0.3031	0.3164	0.3244	0.3291
3				0.0000	0.0875	0.1401	0.1743	0.1976	0.2141
4						0.0000	0.0561	0.0947	0.1224
5								0.0000	0.0399

	n									
i	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	0.5601	0.5475	0.5359	0.5251	0.5150	0.5056	0.4968	0.4886	0.4808	0.4734
2	0.3315	0.3325	0.3325	0.3318	0.3306	0.3290	0.3272	0.3253	0.3232	0.3211
3	0.2260	0.2347	0.2412	0.2460	0.2495	0.2521	0.2540	0.2553	0.2561	0.2565
4	0.1429	0.1586	0.1707	0.1802	0.1878	0.1939	0.1988	0.2027	0.2059	0.2085
5	0.0695	0.0922	0.1099	0.1240	0.1353	0.1447	0.1524	0.1587	0.1641	0.1686
6	0.0000	0.0303	0.0539	0.0727	0.0880	0.1005	0.1109	0.1197	0.1271	0.1334
7			0.0000	0.0240	0.0433	0.0593	0.0725	0.0837	0.0932	0.1013
8					0.0000	0.0196	0.0359	0.0496	0.0612	0.0711
9							0.0000	0.0163	0.0303	0.0422
10									0.0000	0.0140

	n									
i	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
1	0.4643	0.4590	0.4552	0.4493	0.4450	0.4407	0.4366	0.4328	0.4291	0.4254
2	0.3185	0.3156	0.3126	0.3098	0.3069	0.3043	0.3018	0.2992	0.2968	0.2944
3	0.2578	0.2571	0.2563	0.2554	0.2543	0.2533	0.2522	0.2510	0.2499	0.2487
4	0.2119	0.2131	0.2139	0.2145	0.2148	0.2151	0.2152	0.2151	0.2150	0.2148
5	0.1737	0.1764	0.1787	0.1807	0.1822	0.1836	0.1848	0.1857	0.1864	0.1870
6	0.1399	0.1443	0.1480	0.1512	0.1539	0.1563	0.1584	0.1601	0.1616	0.1630
7	0.1092	0.1150	0.1201	0.1245	0.1283	0.1316	0.1346	0.1372	0.1395	0.1415
8	0.0804	0.0878	0.0941	0.0997	0.1046	0.1089	0.1128	0.1162	0.1192	0.1219
9	0.0530	0.0618	0.0696	0.0764	0.0823	0.0876	0.0923	0.0965	0.1002	0.1036
10	0.0263	0.0368	0.0459	0.0539	0.0610	0.0672	0.0728	0.0778	0.0822	0.0962
11	0.0000	0.0122	0.0228	0.0321	0.0403	0.0476	0.0540	0.0598	0.0650	0.0697
12			0.0000	0.0107	0.0200	0.0284	0.0358	0.0424	0.0483	0.0537
13					0.0000	0.0094	0.0178	0.0253	0.0320	0.0381
14							0.0000	0.0084	0.0159	0.0227
15									0.0000	0.0076

Valeur critique de SHAPIRO-WILK

	$1-\alpha$								
n	0.01	0.02	0.05	0.10	0.50	0.90	0.95	0.98	0.99
3	0.753	0.756	0.767	0.789	0.959	0.998	0.999	1.000	1.000
4	0.687	0.707	0.748	0.792	0.935	0.987	0.992	0.996	0.997
5	0.686	0.715	0.762	0.806	0.927	0.979	0.986	0.991	0.993
6	0.713	0.743	0.788	0.826	0.927	0.974	0.981	0.986	0.989
7	0.730	0.760	0.803	0.838	0.928	0.972	0.979	0.985	0.988
8	0.749	0.778	0.818	0.851	0.932	0.972	0.978	0.984	0.987
9	0.764	0.791	0.829	0.859	0.935	0.972	0.978	0.984	0.986
10	0.781	0.806	0.842	0.869	0.938	0.972	0.978	0.983	0.086
11	0.792	0.817	0.850	0.876	0.940	0.973	0.979	0.984	0.986
12	0.805	0.828	0.859	0.883	0.943	0.973	0.979	0.984	0.986
13	0.815	0.837	0.866	0.889	0.945	0.974	0.979	0.984	0.986
14	0.825	0.846	0.874	0.895	0.947	0.975	0.980	0.984	0.986
15	0.835	0.855	0.881	0.901	0.950	0.975	0.980	0.984	0.987
16	0.844	0.863	0.887	0.906	0.952	0.976	0.981	0.985	0.987
17	0.851	0.869	0.892	0.910	0.954	0.977	0.981	0.985	0.987
18	0.858	0.874	0.897	0.914	0.956	0.978	0.982	0.986	0.988
19	0.863	0.879	0.901	0.917	0.957	0.978	0.982	0.986	0.988
20	0.868	0.884	0.905	0.920	0.959	0.979	0.983	0.986	0.988
21	0,873	0,888	0,908	0,923	0,960	0,980	0,983	0,987	0,989
22	0,878	0,892	0,911	0,926	0,961	0,980	0,984	0,987	0,989
23	0,881	0,895	0,914	0,928	0,962	0,981	0,984	0,987	0,989
24	0,884	0,898	0,916	0,930	0,963	0,981	0,984	0,987	0,989
25	0,888	0,901	0,918	0,931	0,964	0,981	0,985	0,988	0,989
26	0,891	0,904	0,920	0,933	0,965	0,982	0,985	0,988	0,989
27	0,894	0,906	0,923	0,935	0,965	0,982	0,985	0,988	0,990
28	0,896	0,908	0,924	0,936	0,966	0,982	0,985	0,988	0,900
29	0,898	0,910	0,926	0,937	0,966	0,982	0,985	0,988	0,990
30	0,900	0,912	0,927	0,939	0,967	0,983	0,985	0,988	0,900
31	0,902	0,914	0,929	0,940	0,967	0,983	0,986	0,988	0,990
32	0,904	0,915	0,930	0,941	0,968	0,983	0,986	0,988	0,990
33	0,906	0,917	0,931	0,942	0,968	0,983	0,986	0,989	0,990
34	0,908	0,919	0,933	0,943	0,969	0,983	0,986	0,989	0,990
35	0,910	0,920	0,934	0,944	0,969	0,984	0,986	0,989	0,990
36	0,912	0,922	0,935	0,945	0,970	0,984	0,986	0,989	0,990
37	0,914	0,924	0,936	0,946	0,970	0,984	0,987	0,989	0,990
38	0,916	0,925	0,938	0,947	0,971	0,984	0,987	0,989	0,990
39	0,917	0,927	0,939	0,948	0,971	0,984	0,987	0,989	0,991
40	0,919	0,928	0,940	0,949	0,972	0,985	0,987	0,989	0,991
41	0,920	0,929	0,941	0,950	0,972	0,985	0,987	0,989	0,991
42	0,922	0,930	0,942	0,951	0,972	0,985	0,987	0,989	0,991
43	0,923	0,932	0,943	0,951	0,973	0,985	0,987	0,990	0,991
44	0,924	0,933	0,944	0,952	0,973	0,985	0,987	0,990	0,991
45	0,926	0,934	0,945	0,953	0,973	0,985	0,988	0,990	0,991
46	0,927	0,935	0,945	0,953	0,974	0,985	0,988	0,990	0,991
47	0,928	0,936	0,946	0,954	0,974	0,985	0,988	0,990	0,991
48	0,929	0,937	0,947	0,954	0,974	0,985	0,988	0,990	0,991
49	0,929	0,937	0,947	0,955	0,974	0,985	0,988	0,990	0,991
50	0,930	0,938	0,947	0,955	0,974	0,985	0,988	0,990	0,991

Tableau de résultat du mois de mars 2013

date	Poids	pH
04-mars	998	4,65
05-mars	1000	4,63
06-mars	980	4,57
11-mars	974	4,61
12-mars	968	4,63
13-mars	990	4,6
18-mars	960	4,58
19-mars	982	4,62
20-mars	964	4,63
25-mars	980	4,64
26-mars	960	4,58
27-mars	953	4,59

Tableau de résultat du mois d'avril 2013

Date	poids	pH
01-avril	986	4,7
02-avril	980	4,63
03-avril	960	4,65
08-avril	970	4,6
09-avril	974	4,56
10-avril	968	4,53
15-avril	980	4,58
16-avril	980	4,62
17-avril	970	4,61
22-avril	980	4,64
23-avril	958	4,63
24-avril	956	4,63

Tableau de résultat du mois de mai 2013

date	Poids	pH
06-mai	968	4,67
07-mai	980	4,58
08-mai	974	4,6
13-mai	970	4,56
14-mai	968	4,58
15-mai	965	4,6
20-mai	985	4,58

Bibliographie

Les rapports :

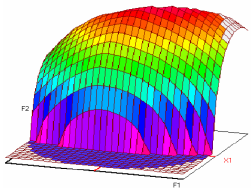
- PFE 2007-2008 Othman ELOUARARI (Etude statistique du poids des produits finis, centrale laitière El Jadida). Université Sidi Mohammed Ben Abdellah Ecole Supérieure de Technologie Département Génie des Procédés.
- PFE 2010-2011 Khoulane Wissal (contrôle qualité des produits laitiers) Faculté des sciences MEKNES.

Les sites :

- Cours plans d'expériences, Master Chimiométrie et Analyses chimiques
- Plan d'expériences pour surface de réponse de Jacques GOUPY, édition DUNOD 1999.
- Les plans d'expériences de l'expérimentation à l'assurance qualité de Giller SADO et Marie-christine SADO. Edition AFNOR Technique 1991.
- Carte de contrôle mesures.pdf

Les logiciels :

- Minitab (pour les cartes de contrôles, boite à moustache et l'histogramme).
- NemrodW pour la partie des plans d'expériences
- Statgraphics pour le diagramme causse-effet



Master ST CAC Agiq

Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

Nom et prénom: Serrhini Fatima Zahra

Année Universitaire : 2012/2013

Titre: la mise en œuvre de la fabrication d'un fromage frais pour enfant et la mise en place des cartes de contrôle et des plans d'expériences au niveau de conditionnement.

Résumé

Ce travail a pour but de produire un nouveau fromage frais pour enfant et la mise en place des cartes de contrôle et des plans d'expériences au niveau de conditionnement (Poids 'rendement' et pH).

Dans un premier lieu, j'ai élaboré ce produit après la réalisation de plusieurs d'essais puis j'ai cherché les facteurs optimums pour la réalisation de ce fromage et par la suite j'ai pris les résultats de plusieurs essais et j'ai établi la carte de contrôle pour le poids et le pH

Ensuite, l'analyse des cartes de contrôle m'a permis de conclure que le procédé est maitrisable pour le poids et le pH de ce fromage.

Enfin, à partir des plusieurs essais et a partir de calcule statistique que j'ai effectué on peut produire un nouveau fromage frais dans le pH et bien maitriser et avec un rendement rentable.

Mots clés: fromage frais, carte de contrôle, test de normalité, pH, maitrise statistique des procédés