

Année Universitaire : 2021-2022

**Filière ingénieurs**  
**Industries Agro-alimentaires**



Rapport de stage de fin d'études

**Titre : Etude et maîtrise de la fiabilité des capteurs  
DCO et minimisation des pertes matières premières  
en rejets**

Stage effectué à : Fromageries Bel Maroc, Site du Tanger

**Réalisé par l'élève-ingénieur:**

**Nom et prénom : ASNAI Oussama**

**Encadré par:**

- Mr. HNIDA Brahim ..... Fromageries Bel Maroc à Tanger
- Mr. ABROUK Bassam ..... Fromageries Bel Maroc à Tanger
- Pr. El GHAZOUALI Ahmed..... FST de Fès

Présenté le 18 Juillet 2022 devant le jury composé de:

- Mr. El GHAZOUALI Ahmed..... Professeur à FST Fès
- Mr. ALILOU EL Houssine..... Professeur à FST Fès
- Mr. TAHIRI JAOUTI Ali Mohamed..... Professeur à FST Fès

## **Remerciements**

Au terme de ce projet de fin d'étude, je tiens à remercier le responsable des ressources humaines de Fromageries Bel Maroc d'avoir accepté ma présence au sein de leur société.

J'exprime mes reconnaissances à l'égard de monsieur Hnida Brahim responsable fabrication S1 et mon encadrant industriel au sein de la société Fromageries Bel Maroc pour son guidance, et son soutien tout le long de mon stage.

J'exprime également mes reconnaissances à l'égard de monsieur Abrouk Bassam adjoint du responsable conditionnement S1, Monsieur Benablwahed Mohamed chef d'équipe fabrication S2, Monsieur Elouakili Khalid chef fluides, Monsieur Zaïdi Jawad coordinateur du responsable fabrication S1, Laarbi Hassoun chargé saisie pour fabrication S1 et finalement monsieur Bennasser Mohamed adjoint du responsable fabrication S1 pour toutes leurs aides, leur soutien, et leur serviabilité pendant toute ma période de mon stage ainsi que pour leurs qualités humaines précieuses.

Mes profonds remerciements également pour monsieur El Ghazouali Ahmed professeur de la chimie à la faculté des sciences et techniques de Fès et mon encadrant universitaire pour toutes ses aides et la patience dont il a fait preuve et les conseils pertinents qu'il m'a prodigué le long de ce travail, j'adresse aussi mes remerciements aux membres du jury, monsieur Ali Mohamed Tahiri Jaouti, et monsieur Houssine Alilou d'avoir accepté de juger mon travail durant la soutenance.

Mes chaleureux remerciements vont également à l'ensemble du personnel de la société Fromageries Bel Maroc qui était toujours prêt à répondre positivement à mes demandes et à me rendre service en tout besoin.

Mes remerciements aussi pour ma famille et toute personne qui a contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail dans les meilleures conditions.

**Merci à tous.**

## **Filière Ingénieurs IAA**

### **Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme d'ingénieur d'Etat**

**Nom et prénom: ASNAI Oussama**

**Année Universitaire : 2021/2022**

**Titre: Etude et maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO et minimisation des pertes en rejets.**

#### **Résumé**

Tant qu'elle est parmi les sociétés leader de l'agroalimentaire à l'échelle nationale et internationale, et puisqu'elle est connue par son élaboration et sa production du fromage de haute gamme, et de très bonne qualité grâce à la mise en place de plusieurs normes et référentiels mondiales qui visent à maintenir la sécurité et la conformité du produit fini, J'ai choisi en toute confiance d'effectuer mon stage PFE au sein de la société fromageries Bel Maroc et dont l'objectif était de départ la familiarisation concrète avec le milieu industriel, en termes de la production, l'assurance de qualité, la gestion et management au sein d'une société industrielle alimentaire. Approfondir les connaissances et les acquis envers le secteur fromagerie, les procédés de fabrication des différents types du fromage, les matières premières utilisées, et les contrôles de qualités effectués.

En conséquence, et afin d'optimiser et améliorer le processus de production au sein de cette industrie, la mission principale durant cette période, était l'étude et la maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO, renforcement de leur fiabilisation par l'application de plusieurs standards et actions amélioratrices. Pour qu'ensuite on peut contribuer à la réduction et la minimisation de la charge des pertes MP en rejets, en déterminant toutes les causes principales des anomalies grâce à la démarche DMAIC.

**Mots clés:** Demande chimique en oxygène (DCO), fiabilité des capteurs DCO, pertes matières premières en rejets, démarche DMAIC.

## **Abstract:**

Since it is among the leading companies in the food industry nationally and worldwide, and for the reason that it is known for its elaboration and production of high quality cheese, through the implementation of several standards and worldwide referential which aim at maintaining the safety and the conformity of the final product, I chose in all confidence to carry out my internship SFP in Bel Morocco cheese and whose the objective was at first to familiarize with the industrial environment, in terms of the production, the quality assurance, and the right management within a food industry. Then deep in my knowledge and my info in the cheese sector, the manufacturing processes of the different types of cheese, the raw materials used, and the quality controls performed.

Consequently, and in order to optimize and improve the production process within the industry, the main mission during this period, was the study and the control of the COD sensors reliability, trying to reinforce it through the application of several standards and improving actions. Then after, it would be able to contribute in the reduction and minimization of raw materials losses in rejects, by determining the main causes of anomalies through the use of the DMAIC approach.

**Keywords:** Chemical oxygen demand (COD), reliability of COD sensors, raw material losses in rejects, the DMAIC approach.

## **LISTE DES FIGURES**

Figure 1 : Organigramme société FBM

Figure 2 : Organigramme service exploitation

Figure 3 : Plan de la zone production

Figure 4 : Gamme de produits de la FBM

Figure 5 : Diagramme de fabrication du fromage fondu

Figure 6 : Diagramme de fabrication du fromage frais fondu

Figure 7 : Comparaison des besoins en réactifs entre protocole par titrage et test en cuve

Figure 8 : Photo d'un capteur DCO

Figure 9 : Composantes du capteur DCO

Figure 10 : Ensemble de mesure de DCO

Figure 11 : Etapes de calibrage du capteur

Figure 12 : Standards de la vérification du capteur DCO

Figure 13 : Anomalies affectant la fiabilité des capteurs DCO

Figure 14 : Régression linéaire entre la DCO et ES

Figure 15 : Carte contrôle capteur DCO S2

Figure 16 : Etapes de la méthode DMAIC

Figure 17 : Identification de la cause racine des pertes MP par le diagramme de Pareto

Figure 18 : Causes racines des pertes MP en rejets

Figure 19 : Motifs de la perte MP

Figure 20 : Efficacité de la récupération sur les rejets soude

Figure 21 : OPL suivie et contrôle de la DCO capteur STEP

Figure 22 : KPI de suivi journalier de la DCO S1

## **LISTE DES TABLEAUX**

Tableau 1 : Fiche signalétique de la FBM

Tableau 2 : Fiche technique du capteur DCO

Tableau 3 : Fréquence du calibrage ajusté à chaque capteur

Tableau 4 : Objectifs et limites en vue de la DCO et l'ES

Tableau 5 : Bilan d'extrait sec cumul journalier de l'année 2022

Tableau 6 : Actions correctives et amélioratrices de la fiabilité des capteurs DCO

Tableau 7 : Matériel utilisé pour l'étude de la fiabilité du capteur DCO STEP

Tableau 8 : Comparaison de moyennes de deux séries par l'utilisation du Test Student

Tableau 9 : Test Student sur Excel (comparaison de deux moyennes)

Tableau 10 : Matériel utilisé pour l'étude de la corrélation

Tableau 11 : Analyses ES et DCO

Tableau 12 : Tolérances de la DCO maximale et minimale

Tableau 13 : Calcul d'étendue DCO des ateliers

Tableau 14 : Calcul LCS et LCI du DCO pour chaque atelier

Tableau 15 : Classement de la quantité des pertes MP par chaque cause

Tableau 16 : Actions correctives des anomalies de la perte MP

## LISTE DES ABREVIATIONS

BL	Bac légère
BT	Bac tampon
COT	Carbone organique total
CV	Coefficient de variation
DCO	Demande chimique en oxygène
DMAIC	Définir, Mesurer, Analyser, Innover, Contrôler
ES	Extrait sec
FB	Fromageries Bel
FBM	Fromageries Bel Maroc
KPI	<i>Key performance indicator</i> (indicateur du clé de performance)
LC	Limite centrale
LCI	Limite de contrôle inférieure
LCS	Limite de contrôle supérieure
Moy	Moyenne
MP	Matière première
NEP	Nettoyage en place
OPL	<i>One point lesson</i> (leçon en un point)
PE	Petites eaux
R	Etendue
SEP	Stérilisation en place
SILAIM	Société industrielle d'alimentation
T	Température
t	Temps
TC	Technicien conducteur
TI	Tolérance inférieure
TS	Tolérance supérieure
UHT	Ultra haute température
VIS-NIR	<i>Visible-near-infrared</i> (visible-proche-infrarouge)

# SOMMAIRE

Introduction générale .....	10
Chapitre 1 : Tout à savoir sur le groupe Bel et la société Fromageries Bel Maroc – site du Tanger .....	12
1. Présentation du groupe fromageries Bel.....	13
2. Présentation de la société Fromagerie Bel Maroc (FBM) .....	13
3. Historique de la société FBM site du Tanger.....	13
4. Fiche technique de la société FBM .....	14
5. Organigramme de la l’usine.....	15
6. Gamme de produits de la société .....	17
7. Diagrammes de fabrication .....	18
7.1. <i>Fromage fondu</i> .....	19
7.2. <i>Fromage frais fondu</i> .....	20
Chapitre 2 : Analyse DCO. Intérêt et fonctionnement des capteurs DCO .....	21
1. La demande chimique en Oxygène (DCO).....	22
1.1. <i>Définition</i> .....	22
1.2. <i>Protocole de mesure laboratoire</i> .....	22
2. Test en cuve pour la mesure DCO selon ISO 15705.....	23
3. Capteurs DCO .....	24
3.1. <i>Rôle des capteurs DCO</i> .....	24
3.2. <i>Principe de mesure DCO</i> .....	25
3.3. <i>Caractéristiques et limites d’utilisation des capteurs DCO</i> .....	27
3.4. <i>Fréquence et système de vérification des capteurs DCO</i> .....	28
3.5. <i>Conversion de DCO en ES</i> .....	31
3.6. <i>Objectifs de la société en matière de la DCO et ES</i> .....	32
Chapitre 3 : Maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO.....	34
1. Problématique .....	35
2. Anomalies de fiabilité.....	35
3. Maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO.....	36
Confirmation de la fiabilité des capteurs DCO (étude statistique) .....	38
Création d’un graphe de corrélation DCO et ES .....	41
Création des cartes de contrôle DCO .....	43
Chapitre 4 : Minimisation et réduction des pertes en rejets par la démarche DMAIC .....	46
1. Description et avantages de la démarche DMAIC .....	47
2. Application de la démarche DMAIC.....	48

Conclusion générale .....	59
Bibliographie.....	60
Annexes .....	61
Annexe 1: ES cumul STEP et ES de l'ensemble des zones S1 S2.....	61
Annexe 2: Mesures DCO capteur et DCO labo de 11 échantillons.....	63
Annexe 3: Table Student-t.....	63
Annexe 4: Moyennes journalières DCO mesurés par les capteurs.....	64
Annexe 5: valeurs de la constante A.....	65
Annexe 6: réactifs pour la mesure de la demande chimique en oxygène. ....	66
Annexe 7: Pertes hebdomadaires en MP durant l'année 2022.....	66

# Introduction générale

Rattachée au groupe Bel International, la société Fromageries Bel Maroc (FBM) doit rester compétitive. Pour cela elle se doit de maîtriser son activité afin d'optimiser ses ressources et puisque le coût des matières premières et leur livraison augmentant de manière croissante (poudre du lait, beurre...etc.), il devient fondamental de les optimiser en s'assurant que chaque gramme de matière commandée soit utilisé et non gaspillé.

En ce terme, en 2017, la société a lancé un nouveau projet d'installation des capteurs DCO au sein de son usine, permettant un meilleur suivi des pertes matière première (MP) dans les effluents, et un efficace pilotage en ce qui concerne le gaspillage de la MP propre à chaque atelier, cela s'articule autour du principe **efficacité matière** qui est très important pour chaque société industrielle.

Efficacité matière, comme définition, c'est utiliser la juste quantité de matières pour son activité, en limitant les pertes, les rebuts et les invendus à toutes les étapes de la production; c'est aussi trier et valoriser ses déchets pour leur donner une deuxième vie.

A nos jours, le souci présent au sein de la société FBM concernant la perte en MP, est le manque de la fiabilité des capteurs DCO, et la peine du suivi et contrôle des pertes MP dans différentes zones dans l'industrie.

Et par conséquent, le périmètre de ma mission était principalement la contribution à fiabiliser ces capteurs, et la minimisation des pertes en rejets. Les principales perspectives sont donc :

- Identification des causes qui impactent la fiabilité des capteurs DCO.
- Trouver les meilleures solutions qui visent à renforcer la fiabilité de ces capteurs.
- La mise en jeu de bonnes pratiques pérennes pour réduire les pertes MP en effluents.

En effet, l'objectif global est de respecter au maximum l'équation suivante :

**Quantité commandée = quantité produite = quantité vendue**

**(Par la minimisation des pertes)**

En tant qu'un élève ingénieur préparant le rapport du stage PFE, j'ai l'opportunité de partager et diviser ce travail à quatre chapitres principaux :

**Chapitre 1 :** Description générale du groupe Bel et la société Fromageries Bel Maroc, ses activités, ses diverses gammes de produits, et les diagrammes de fabrication des deux types du fromage 'frais' et 'frais fondu'. (Partie bibliographique)

**Chapitre 2 :** Analyses DCO, intérêt et fonctionnement des capteurs DCO. (Partie théorique)

**Chapitre 3 :** Etude et maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO. (Partie pratique technique)

**Chapitre 4 :** Minimisation des pertes MP en utilisant la démarche DMAIC. (Partie pratique qualité).

# **Chapitre 1 : Tout à savoir**

**sur le groupe Bel et la**

**société Fromageries Bel**

**Maroc – site du Tanger**

L'objectif de ce chapitre est de décrire et détailler les fondamentaux sur le groupe Bel et la société FBM, son historique, son organigramme, ses diverses gammes de produits et ses diagrammes de fabrication.

### **1. Présentation du groupe fromageries Bel**

Bel est un groupe familial international d'origine française, fondé par Jules Bel en 1865, et spécialisé dans l'élaboration et la fabrication de fromages de marque de qualité (fromage frais et fondu) originaux et accessibles à tous. Présent avec 33 sites de production dans près de 120 pays à travers des marques internationales fortes comme La vache qui rit, Mini Babybel, Kiri, Leerdammer, Apéricube et de nombreuses marques régionales bien implantées.

Bel a réalisé, en 2020, un chiffre d'affaires de 3,455 milliards d'euros. [1]

### **2. Présentation de la société Fromagerie Bel Maroc (FBM)**

Le 1er juin 1974, Fromageries Bel ont opté pour la création de la compagnie franco-marocaine de distribution des fromages fondus (COFORMA) à Casablanca. Mais face à l'augmentation de la demande sur le marché national, le groupe Bel a décidé de créer avec une participation de capitaux marocains, le 1er janvier 1977, la société industrielle d'alimentation (SIALIM) dans la zone industrielle de Moghoha à Tanger, sur une surface de 1200m<sup>2</sup>.

L'usine de Tanger est divisée en trois plateformes ou autrement trois zones. "Sialim1" s'occupe de la fabrication de fromage fondu de forme triangulaire, "Sialim 2" s'occupe de la fabrication de fromages fondu et frais fondu en pots et de forme carrée, et "Sialim 3" est une station d'épuration des eaux et contient des salles de dépôt et stockage des produits chimiques, emballages et autres salles pour tout les déchets industriels. [2]

### **3. Historique de la société FBM site du Tanger**

Les dates marquantes de l'existence de l'usine se présentent ainsi [2]:

- 1977: démarrage de la production,
- 1995: démarrage de l'export vers le Moyen Orient et l'Afrique subsaharienne,
- 1999: construction du bâtiment technique, la salle de lavage et le laboratoire,
- 2001: certification Système Management Qualité ISO9001 version 2000,
- 2003: extension de SIALIM qui deviendra ensuite Fromageries Bel Maroc «FBM»,
- 2007: certification Système de Management de la Sécurité des Denrées Alimentaires ISO22000 version 2005,

- 2010: certification Management de la Santé et la Sécurité au Travail OHSAS 18001 version 2007,
- 2011: certification Systèmes de Management Environnemental ISO14001 version 2004, et NM 00.5.601 pour la Conformité Sociale.
- 2013: certification Management de la Sécurité Alimentaire FSSC22000 version 2010.

#### 4. Fiche technique de la société FBM

Ce tableau présente la fiche signalétique de la société Fromageries Bel Maroc :

Tableau 1 : fiche signalétique de la FBM

<b><i>Raison Sociale</i></b>	<b><i>Fromageries Bel Maroc</i></b>
Régime juridique	Société Anonyme(S.A)
Secteur d'activité	Agroalimentaire
Branche d'activité	Production et commercialisation du fromage frais fondu et fromage fondu
Capital Social	46200 000Dirhams
Registre Commercial	1752915
Identification Fiscale	N°04902802
Siège social et usine	Zone industrielle de Moghogha, route de Tétouan, Tanger
Effectif	1100 employés
Téléphone	05 39 35 17 40
Fax	05 39 35 17 41
Service commercial & Administratif des ventes	Rue Sidi Bennour, AinBorja, Casablanca
Email	fromageriesbelmaroc@groupe-bel.com
Site Web	www.bel-group.com

## 5. Organigramme de la l'usine

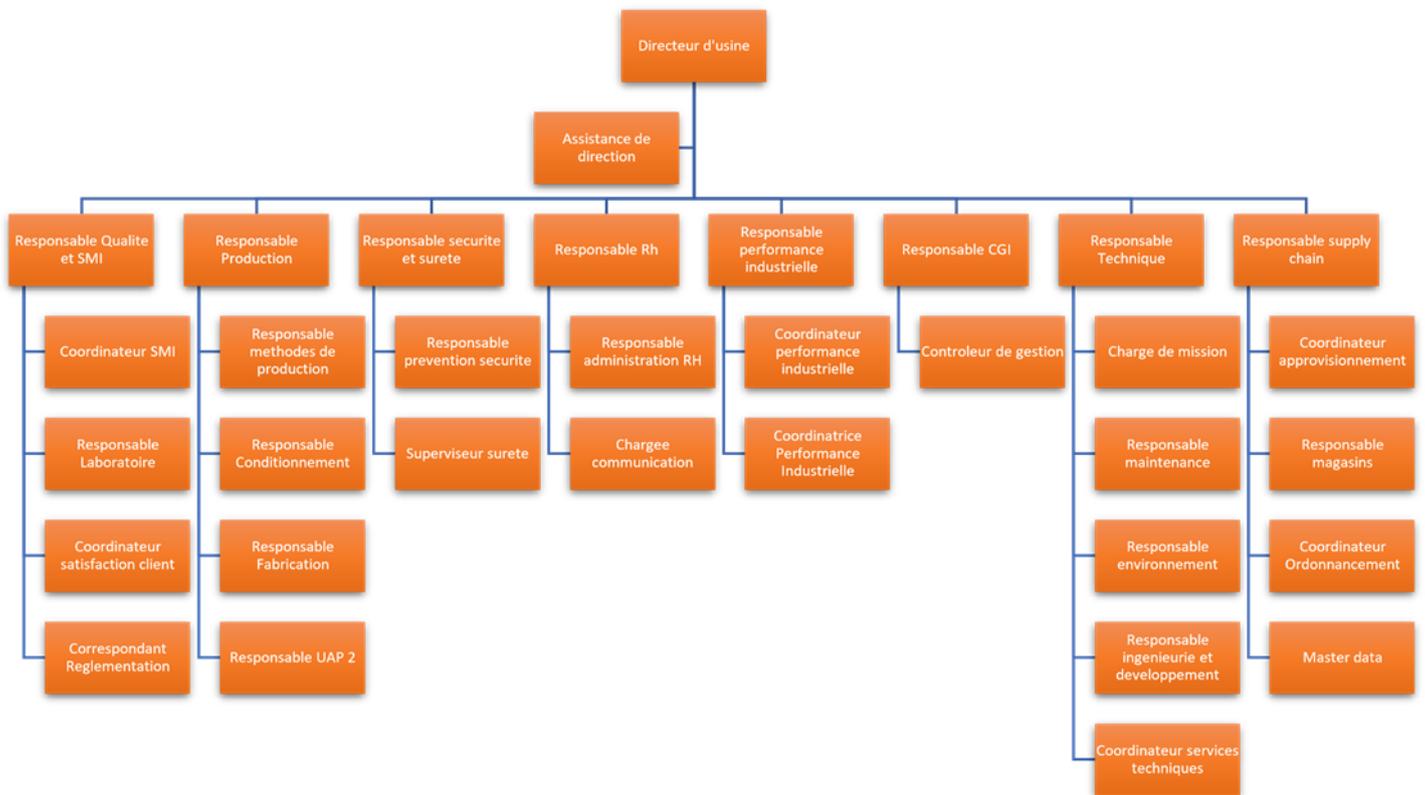


Figure 1 : organigramme de la société FBM

Mon stage s'est déroulé dans le service exploitation, ses missions s'agissent d' :

- Assurer la production en conformité avec les prévisions des ventes et donc le déroulement normal de l'activité de la société;
- Veiller au respect des procédures qualité des produits;
- Augmenter la capacité de production et d'approvisionnement;
- Mettre en œuvre le planning de la production trimestriel et les programmes de production de la semaine fournis par le service logistique et ordonnancement.

La figure 2 schématise l'organigramme de ce service, ses principaux responsables et l'arbre de leur équipe et employés. Par contre, la figure 3 montre le plan ou plutôt la cartographie de la zone d'exploitation et l'espace de chaque atelier qui fait partie de ce service.

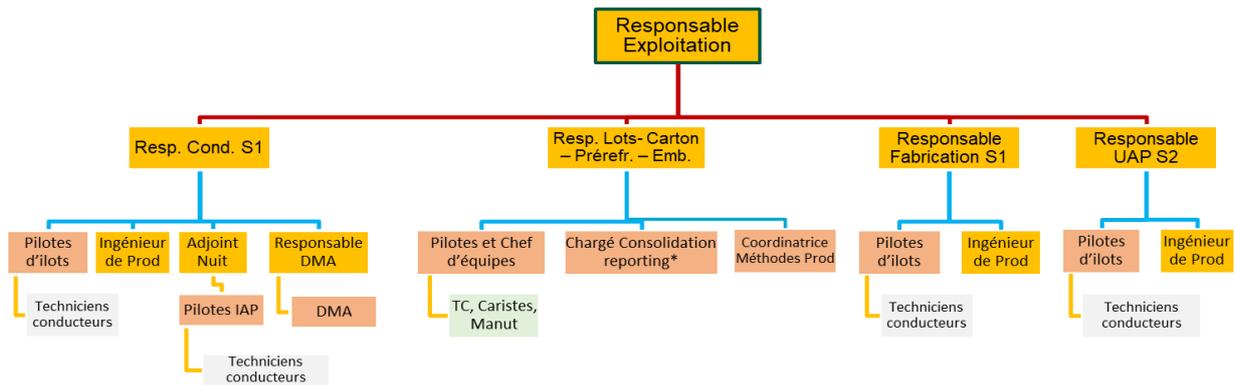


Figure 2 : organigramme service exploitation

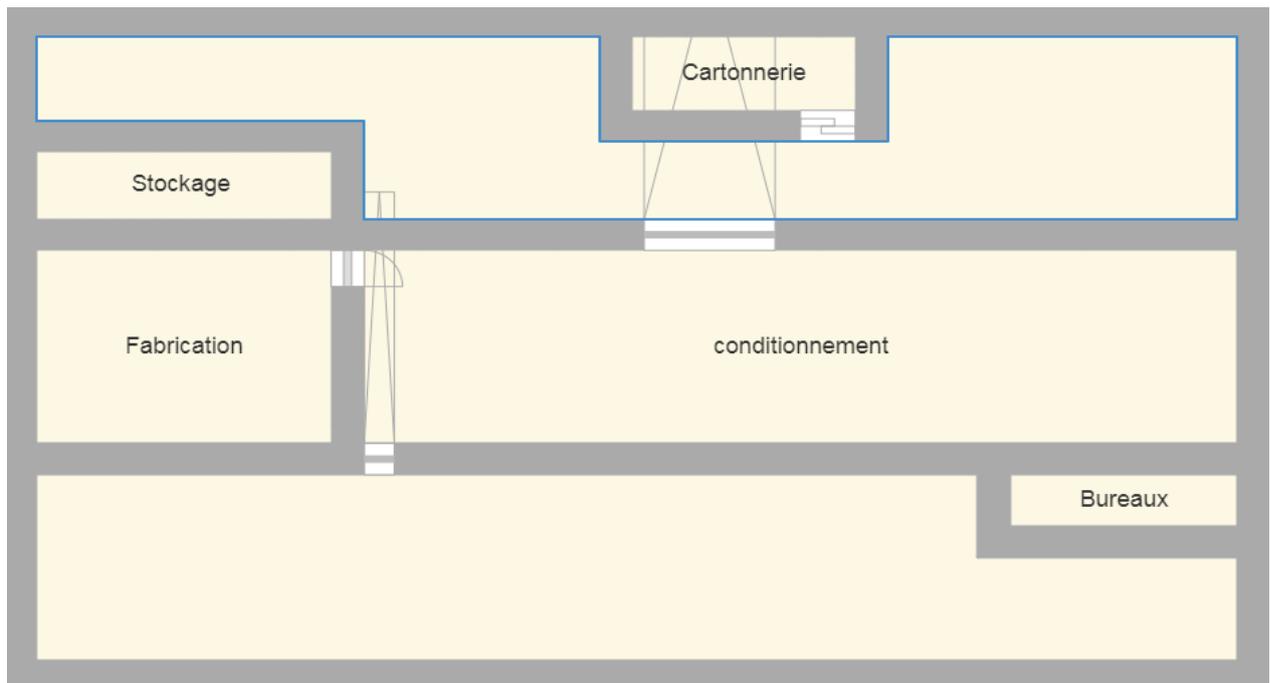


Figure 3 : plan de la zone production

### ***La cartonnerie***

La partie cartonnerie alimente la chaîne de conditionnement en boîtes de carton. Les machines destinées à faire ce genre d'emballages ont appelées QUATTRO.

### ***La fabrication***

Cet atelier s'en charge d'alimenter les machines CORAZZA en crème, suite à une succession des étapes débutant par la réception et contrôle de la MP jusqu'à l'étape finale du crémage de la pâte.

### ***Le conditionnement***

SIALIM 1 dispose de 4 lignes de conditionnement (A1, A2, B1 et B2) contenant plusieurs machines intitulées CORRAZA, GRANDIS, EMPILEURS, et SCOTCHEUSES.

Les CORRAZA sont alimentées en produit fini par une pompe et des tuyauteries qui sont calorifugées pour maintenir la température en 80 °C durant le circuit de transport avec les cuves brassoires légères.

Le conditionnement du produit fini dans cet atelier est divisé en 3 phases :

Conditionnement primaire :

Assuré par la CORAZZA, la composante « couleuse » sert à mettre directement la crème présente dans la trémie dans une coquille d'aluminium qui est fermée et sellée par la suite grâce à un poinçon en but de maintenir l'étanchéité de la portion produite.

Conditionnement secondaire :

Aussi assuré par la CORAZZA, spécialement l'emboîteuse qui se charge d'assembler et regrouper chaque 8, 16 ou 24 portions en les mettant dans une boîte de carton, ensuite cette boîte traverse la GRANDIS qui s'en charge d'ajouter une banderole autour d'elle, celle-ci possède aussi un rôle promotionnel, la GRANDIS possède ainsi une machine pour vérifier la présence des corps étrangers dans le produit fini, elle s'appelle détecteur Rayon x, et enfin la trieuse qui s'en occupe d'éliminer toutes les boîtes or poids objectif.

Conditionnement tertiaire :

C'est l'emballage des boîtes dans des caisses en carton pour transport, stockage et identification. Cet emballage est effectué grâce à la machine SCOTCHEUSE.

## **6. Gamme de produits de la société**

La figure 4 montre les différentes marques de fromages fabriqués par la société FBM destinées à l'import et l'export.



Figure 4 : Gamme de produits de la FBM

## 7. Diagrammes de fabrication

L'usine fabrique une diversité de produits, les uns destinés à l'export et d'autres au marché national.

*Fromage Fondu* : son fabrication s'effectue au sein de la SIALIM 1 en portions triangulaires « La vache qui rit (Nature, light et aromatisé), Les enfants, La belle vache, et Picon », rectangulaires « Mars levant, Mini bloc » et en pots « Extra gold et White » au niveau du SIALIM 2.

*Fromage Frais Fondu* : son fabrication s’effectue uniquement au sein de la SIALIM 2 sous l’abréviation BPS (blocs – portions – stick pack) en portions carrées comme « Kiri (Nature, light et aromatisé), en pots et en blocs, comme les marques « Kiri douceur de Jben et Kiri Al Jarra ». les diagrammes de fabrication des deux types du fromage sont listés dans les figures ci-dessus :

### 7.1. Fromage fondu

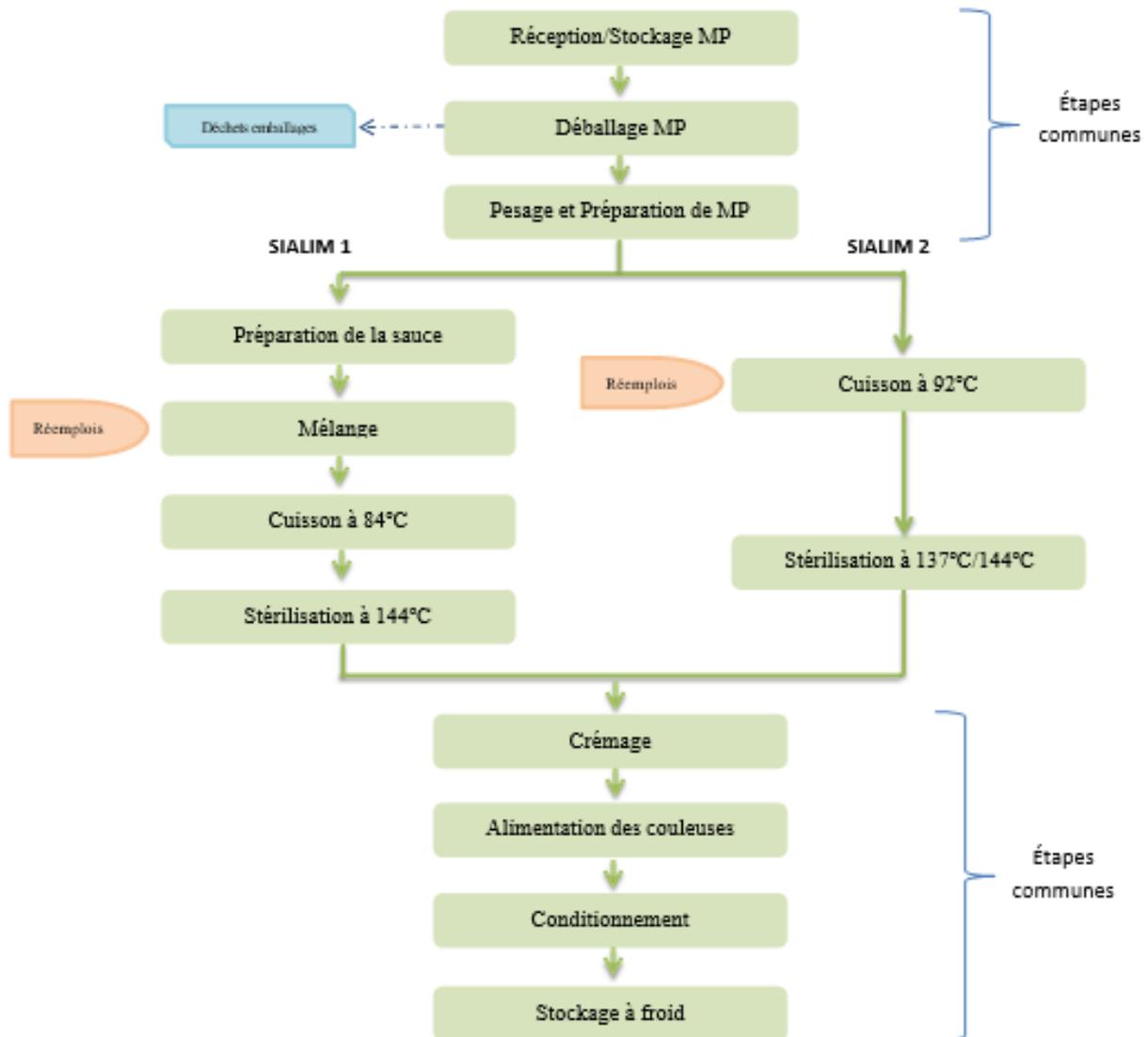


Figure 5: diagramme de fabrication du fromage fondu

**Déchets emballages** : collectés et envoyés au SIALIM 3 pour les préparer et les transmettre aux sous-traitants chargés en traitement des déchets.

**Les réemplois** : tout fromage ou crème qui devient déchet, mais il est valorisé ultérieurement.

**Les étapes communes** : sont les étapes identiques et similaires entre les diagrammes de fabrication du fromage frais fondu et fromage fondu.

### 7.2. Fromage frais fondu

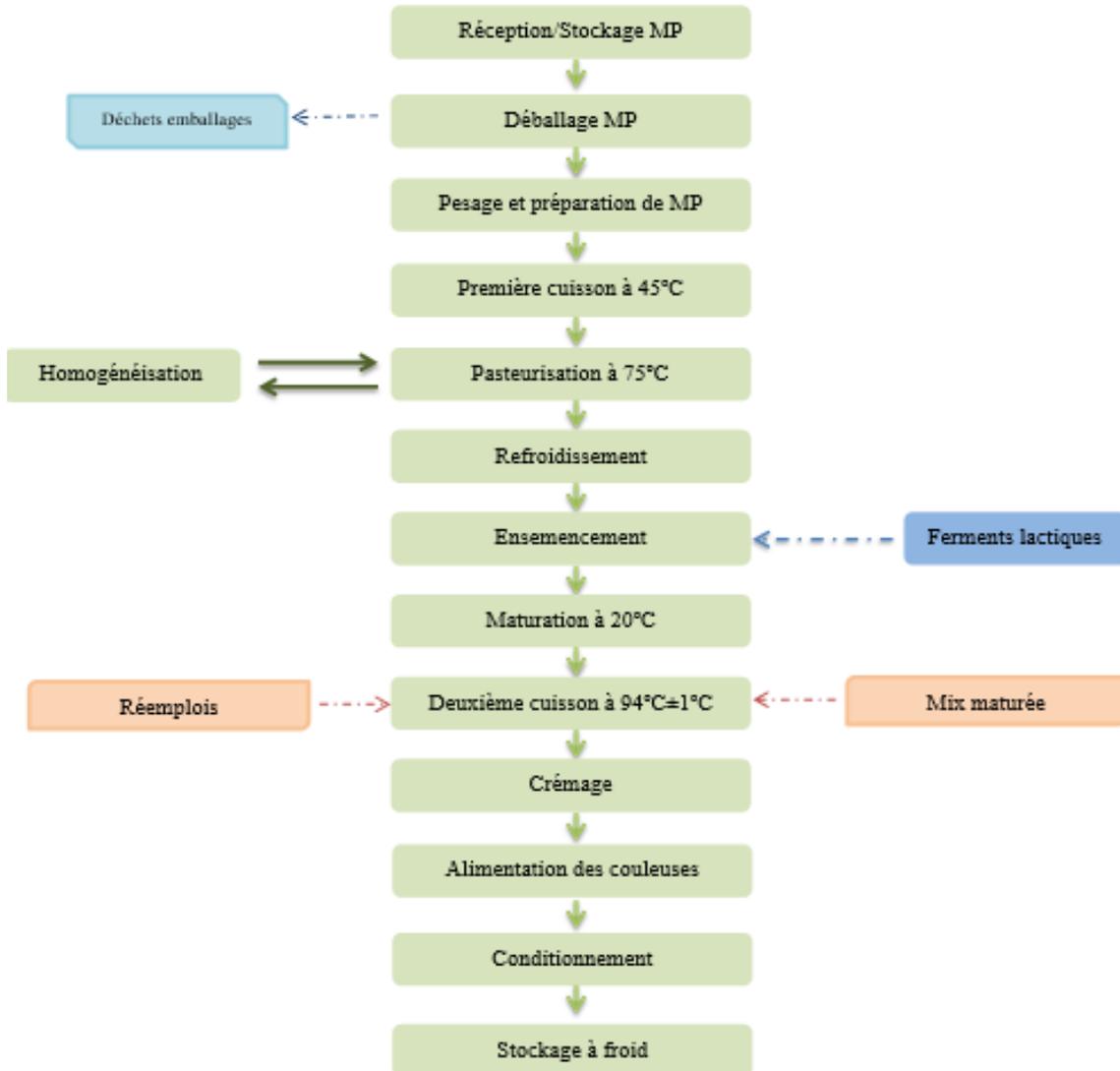


Figure 6: diagramme de fabrication du fromage frais fondu

D'après les deux figures 6 et 7, on peut déduire la différence qui existe entre le fromage fondu et le fromage frais fondu, le premier ne possède aucune intervention microbiologique dans son procédé de fabrication, et le passage par un traitement thermique hautement chaud est fortement nécessaire en but d'éliminer tout les micro-vivants ayant l'habilité probable de fermenter le fromage. Ce qui est le cas opposé pour le fromage frais fondu.

# **Chapitre 2 : Analyse DCO.**

## **Intérêt et fonctionnement des capteurs DCO**

Ce chapitre a pour objectif de définir la DCO et ses intérêts pour les industries, les méthodes de sa mesure, aussi, donner une brève idée sur le fonctionnement des capteurs DCO, classer leurs avantages, domaines d'application et les limites de leur utilisation.

## **1. La demande chimique en Oxygène (DCO)**

### ***1.1. Définition***

La DCO est un paramètre essentiel en matière de traitement d'eau et assainissement. Elle représente la quantité d'oxygène utile pour dépolluer une eau, d'une autre façon elle montre la consommation en dioxygène par les oxydants chimiques forts qui oxydent les substances organiques et minérales de l'eau. C'est l'une des méthodes les plus utilisées pour évaluer la charge globale en polluants organiques d'une eau. En toute logique, cette donnée est donc utilisée pour assurer un meilleur suivi de la performance de l'épuration des eaux.

Ce critère essentiel offre une vision immédiate de la qualité du traitement. D'un point de vue administratif, la DCO constitue le paramètre clef pour établir les redevances et autoriser une station à rejeter ses eaux dans le milieu naturel. C'est l'indice de référence pour tous les réseaux des communes, agglomérations et territoires, et ce, qu'il s'agisse d'un assainissement collectif ou d'un assainissement non-collectif. [3]

### ***1.2. Protocole de mesure laboratoire***

Pour la détermination de la DCO d'une solution, la société a utilisé précédemment la méthode décrite par Rodier (1971). Elle est basée sur l'oxydation des matières contenues dans l'échantillon par le bichromate de potassium en milieu acide et en présence de sulfate d'argent et de sulfate de mercure. L'excès de bichromate de potassium est dosé par le sulfate de fer II et d'ammonium (sel de Mohr).

50 millilitres de l'échantillon dilué 50 fois avec l'eau sont mis dans un ballon de 500 ml puis additionnés de 1 g de sulfate de mercure cristallisé et 5 ml de solution sulfurique de sulfate d'argent. Le mélange est chauffé jusqu'à parfaite dissolution. Après on ajoute 25 ml de solution de bichromate de potassium et 70 ml de solution sulfurique de sulfate d'argent. Le tout est porté à ébullition sous réfrigérant à reflux pendant deux heures.

Après un refroidissement, on ajoute 350 ml d'eau distillée et quelques gouttes de solution de ferroïne puis on titre par une solution de sulfate de fer II et d'ammonium (sel de Mohr) jusqu'à sa coloration rouge violacée.

Pour l'essai à blanc, on opère dans les mêmes conditions opératoires sauf que celles de l'échantillon sur 50 ml d'eau distillée [4]. Les réactifs et leur préparation sont donnés en annexe (voir annexe 6).

### **Expression des résultats :**

La DCO en grammes d'oxygène par litre d'échantillon est donnée par la formule suivante:

$$\text{DCO} = \frac{8 * (V1 - V2) * N * F}{V}$$

V1 : volume en ml de sulfate de fer II et d'ammonium nécessaire à l'essai à blanc ; 37

V2 : volume en ml de sulfate de fer II et d'ammonium nécessaire au dosage ;

N : normalité de la solution de sulfate de fer II et d'ammonium ;

F : facteur de dilution ;

V : volume en ml de la prise d'essai.

La société a débarrassé plus tard de cette méthode de titrage colorimétrique qui est néfaste pour la santé d'opérateur. Et afin de limiter les coûts et les risques chimiques de la mesure DCO par ce protocole expérimental, la société a commencé d'importer et utiliser des kits (cuves) déjà préparés avec presque même réactifs, y ajouter le prélèvement dedans et faire la mesure dans un spectrophotomètre afin d'avoir la valeur DCO de l'échantillon.

## **2. Test en cuve pour la mesure DCO selon ISO 15705**

Avec le test en cuve pour la mesure de la DCO, plus de 90% des produits chimiques nocifs pour l'environnement (bichromate de potassium, acide sulfurique, argent et mercure) sont supprimés par rapport au procédé normalisé appliqué jusqu'ici. La figure 7 ci-dessous montre la différence entre la méthode en titrage et la méthode en cuve par rapport la quantité utilisée en réactifs.

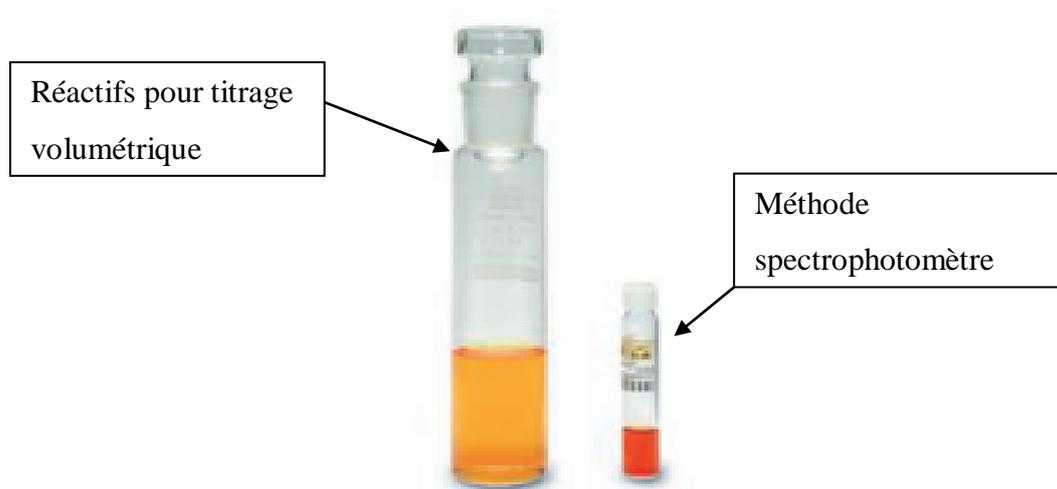


Figure 7: Comparaison des besoins en réactifs entre protocole par titrage et test en cuve

### 3. Capteurs DCO

#### 3.1. Rôle des capteurs DCO

Capteur DCO (ou sonde DCO) est un capteur optique destiné à la mesure de l'absorption VIS/NIR des liquides. Il est défini ainsi comme un instrument de mesure en temps réel des valeurs DCO d'une solution aqueuse généralement au niveau des conduites, canaux, ou égouts.

Il permet un suivi instantané de l'intensité de la pollution d'eau, et une vision sur la perte en MP, et la consommation prévue des produits chimiques pour l'épuration. Un exemple d'image du capteur est donné dans la figure suivante. [5]



Figure 8: photo d'un capteur DCO

### *Domaines d'application*

Le capteur DCO mesure l'absorption des liquides, ce qui le rend utilisable dans les domaines suivants :

- La détection de phase.
- Applications dans l'industrie agroalimentaire (détection de lait dans des solutions NEP, séparation de phases, par ex. lait/eau, détection de pertes de matière en sortie...)
- Mesure de solides dans les industries des matières premières et les exploitations minières.

### *Avantages*

- Réduction des coûts et des pertes de matière grâce à la détection de phase rapide :
  - Gamme de mesure 0 à 3 AU (unités d'absorption).
  - Deux longueurs de trajet optique disponibles : 5 et 10 mm
  - Lampe à incandescence basse tension.
- Haut degré de sécurité produit grâce à sa construction robuste et hygiénique sans verre :
  - Boîtier inox et tête de capteur en anti-colmatage.
  - Résistant NEP/SEP.
- Une maintenance simple réduit les coûts et le temps.
- Flexible :
  - Capteur à immersion pour des applications dans des cuves et bassins ouverts.
  - Capteur à insertion avec raccord pour des applications hygiéniques dans des conduites et des cuves.
  - Mesure indépendante de la couleur avec un détecteur NIR en option.
  - Gamme de température de service 0 à 90 °C (32 à 190 °F).

### **3.2. Principe de mesure DCO**

#### *Mesure de la DCO*

Le principe de mesure de ces capteurs est basé sur la loi de Lambert-Beer. Couramment, il existe une dépendance linéaire entre l'absorption de la lumière et la concentration de la solution absorbante :

$$A = -\log A_m = \epsilon \cdot C \cdot LTO$$

A : Absorption,

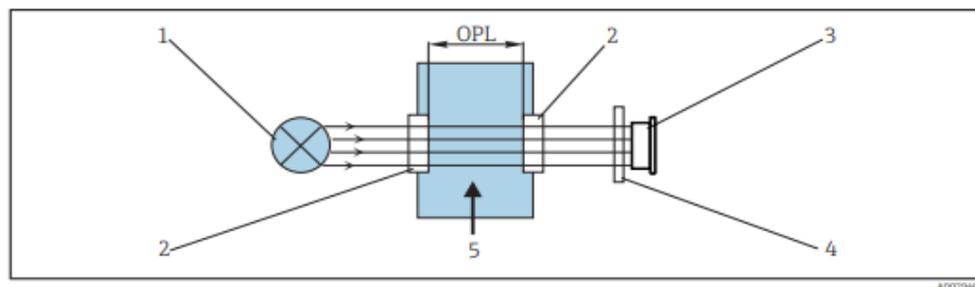
$A_m$  : Absorption mesurée par le détecteur

$\epsilon$  : Coefficient d'extinction

C : Concentration

LTO : Longueur du trajet optique

Une source lumineuse émet un rayonnement à travers la solution et le rayonnement transmis est mesuré du côté du détecteur. L'intensité de la lumière est déterminée par une photodiode et convertie en courant photoélectrique. Et la conversion finale en unités d'absorption (A, DCO) se donne par le transmetteur, dont les résultats s'affiche dans le raccord. [5]



**1** Mesure de l'absorption

1 Source lumineuse

2 Fenêtre optique du capteur

3 Détecteur

4 Filtre de mesure (dépend du capteur, pas disponible sur tous les capteurs)

5 Ecoulement du produit

Figure 9: composantes du capteur DCO

### Ensemble de mesure

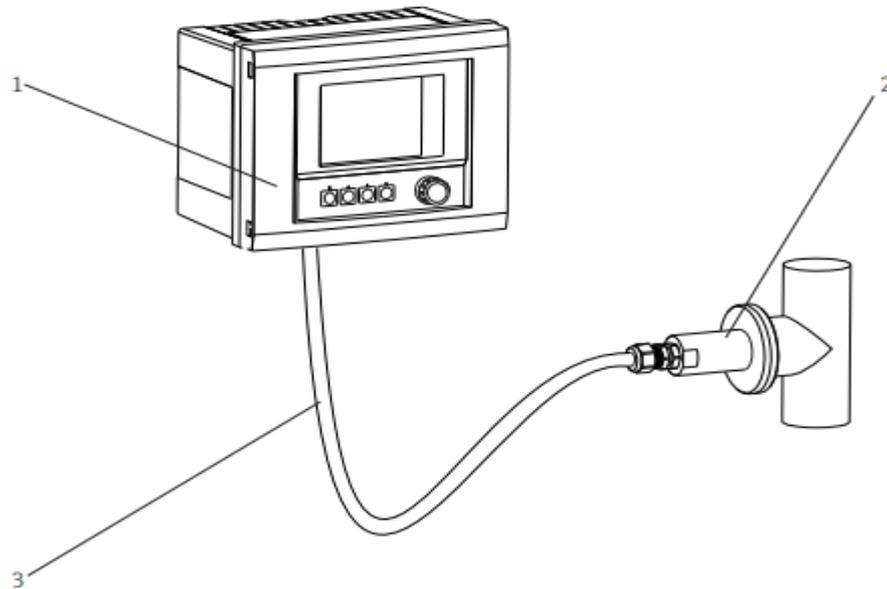


Figure 10: Ensemble de mesure de DCO

1. Photomètre, ou raccord des mesures DCO
2. Capteur,
3. Câble surmoulé

### 3.3. Caractéristiques et limites d'utilisation des capteurs DCO

Ce tableau montre les principales caractéristiques des capteurs DCO, et les exigences à respecter pour un meilleur fonctionnement. [6]

Tableau 2: fiche technique du capteur DCO

Poids	800 grammes
Gamme de mesure	Absorption = [0 ; 3]
Longueur du trajet optique (LTO)	10 millimètre
Longueur du câble	[1 ; 100] mètres
Tension de la lampe	4.9 Volt
Pression toléré pendant le procès	max : 10 Bar
Gamme de température tolérée pendant le procès	[0 ; 55] °C
Température de stockage	[-20 ; 70] °C
Humidité tolérée lors stockage	[5-95]%
Durée de vie des lampes	10000 heures d'activité (approxima. 1an)

### ***3.4. Fréquence et système de vérification des capteurs DCO***

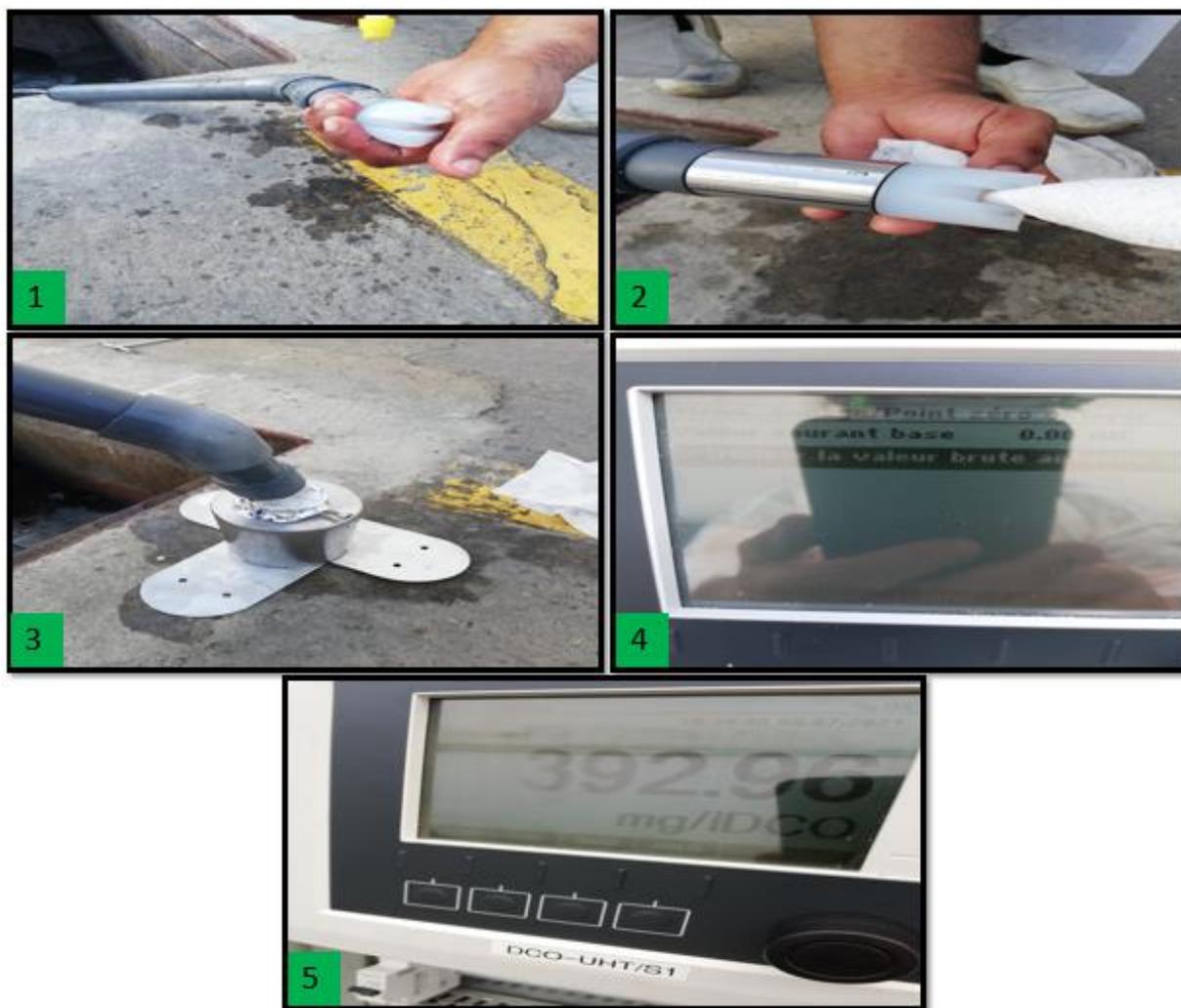
Pour un meilleur fonctionnement, et des mesures fiables, les capteurs doivent être vérifiés et contrôlés systématiquement et fréquemment pendant des périodes bien déterminées tout en respectant un standard donné.

La vérification consiste à contrôler le bon fonctionnement des lampes, et du photomètre. A ce sens, le photomètre devrait afficher des résultats totalement positifs. Le nettoyage du capteur, précisément la chambre d'émission et réception de la lumière, doit se faire régulièrement par un chiffon qui aide à éliminer tout dépôt de calcaire, crème, ou un corps étranger causant une fausse lecture.

Garder l'étanchéité et l'obscurité du milieu où se trouve le capteur. L'absence d'éclairage externe est également obligatoire pour un meilleur fonctionnement.

Enfin le calibrage du capteur, et dont le but est de réinitialiser le capteur à la valeur zéro, la figure ci-dessous montre le protocole de calibrage effectué par le personnel en charge.

- 1 : Démontage du capteur de son emplacement dans la conduite.
- 2 : Nettoyage du capteur avec l'eau ou l'acide chlorhydrique par un chiffon doux et plié.
- 3 : Immersion du capteur dans un bécher contenant l'eau de ville, en maintenant un milieu étanche.
- 4 : Calibrer et paramétrer la valeur en zéro dans le photomètre.
- 5 : Monter le capteur de nouveau dans la conduite, et vérifier son fonctionnement en voyant les valeurs affichées sur le raccord.



Après avoir effectué toutes les étapes de contrôle du capteur, le personnel doit remplir la fiche nommée « standards vérification capteur DCO » mentionnée dans la figure ci-dessous.

Type standard	Composants	Standard	Outils	Secteur s1					Secteur s2				S3	Action et commentaires	
				DCO S1	DCO UHT	DCO MEL	DCO POUID	DCO COND	DCO S2	DCO UHT	DCO FAB	DCO COND			DCO Step
Fonctionnement	le capteur correctement monté	Fonctionnel	Visuel												
	le raccordement électrique à été correctement réalisé	Fonctionnel	Visuel												
	les lampes typique	Abrunage claire	Visuel												
Sécurité équipements	Etanche	Pas de fuite	Serré												
Emplacement	Absence des saletés et de corps étranger	Propre et en bon état	Visuel												
Affichage	Affichage normal	Affichage entre 0 et 20000 DCO	Visuel												
lecture	Fiabilisation	lecture des valeurs DCO positif	Visuel												
Nettoyage	Absence des dépôts calcaires	Propre et en bon état	Visuel												
Calibrage	Mesure faible DCO eau de ville	lecture Point zéro en eau	Each a eau												

Figure 12: standards de la vérification et contrôle du capteur DCO

Ces capteurs sont contrôlés et calibrés suit à une fréquence bien définie. Le tableau ci-dessous montre la fréquence de calibrage et contrôle du capteur propre à chaque capteur.

Tableau 3: fréquence du calibrage ajusté à chaque capteur

<b>Zone</b>	<b>Atelier</b>	<b>Fréquence</b>
<b>SIALIM 1</b>	Post relevage S1	Début semaine
	UHT	Début mois
	Mélangeur	Début mois
	Poudrage	Début mois
	Conditionnement	Début mois
<b>SIALIM 2</b>	Post relevage S2	Début semaine
	UHT	Début mois
	Fabrication	Début mois
	Conditionnement	Début mois
<b>SIALIM 3</b>	STEP	Début semaine

### 3.5. Conversion de DCO en ES

Pour suivre la charge de la matière organique rejetée en masse dans les effluents (pas uniquement en DCO), l'équipe a essayé de développer, en 2017, une équation qui relie la DCO avec la masse en matière organique pour une solution. Pour ceci, un laborantin a pris un prélèvement de l'eau d'égout, il a mesuré sa valeur extrait sec sur le dessiccateur, ensuite il a mesuré sa valeur DCO sur le spectrophotomètre par la méthode en cuves.

Le rapport entre la DCO et l'ES/V est donné en fonction de la relation suivante :

$$\frac{\text{DCO} * V_{(\text{prélèvement})}}{\text{ES}} = 1986$$

DCO : demande chimique en oxygène ; unité : mg O<sub>2</sub>/L

V : volume du prélèvement (m<sup>3</sup>)

ES : extrait sec (kg)

Après cette opération, l'équipe a cherché une méthode qui permet de suivre instantanément la charge de pertes MP en masse, à ce point, ils ont fait appel à l'installation des débitmètres tout à côté des capteurs DCO, et donc grâce à cette dernière, il est devenu plus facile de prévoir la valeur ES du rejet en quantité massique à chaque mesure du capteur DCO et chaque mesure de volume donnée par le débitmètre qui mesure le volume d'eau rejetée à un instant tout en dépendant sur le niveau d'eau dans le post relevage concerné. Les post

relevages sont primordialement équipés par des vannes et des pompes qui contrôlent le rejet d'eau au fur et à mesure la disponibilité de la STEP.

En but de clarifier ce point, voici un exemple pratique qui montre le lien entre l'ES des eaux rejetées et la DCO mesurée par le capteur. A un jour de production donné, à n'importe quelle heure, le capteur DCO du post relevage S1 affiche une valeur DCO de 2000mg O<sub>2</sub>/l pour un rejet de volume équivalent à 100L, l'ES de ce rejet au même instant est de 0.11Kg qui est égale à 110g.

Puisque l'opération d'installation des débitmètres nécessite tout un travail de construction coûteux, l'équipe a pensé d'installer ces compteurs de volume juste dans les postes plus importants, en citant le post relevage S1, le post relevage S2, l'avant STEP.

En faisant appel à l'automatisme, l'équipe a bien développé un système de supervision de la variation des trois paramètres simultanément (DCO, ES, volume d'eau rejetée) en temps réel sur un graphe contenant quatre courbes, la quatrième réfère à l'ES cumulé pendant un délai de 24h.

L'extrait sec cumulé est la grandeur la plus importante, puisque elle leur permet d'avoir une vision claire sur la quantité globale rejetée en MP quotidiennement.

### ***3.6. Objectifs de la société en matière de la DCO et ES***

L'installation des capteurs DCO a été réalisée selon deux besoins et objectifs principaux, le premier est de suivre l'échelle et la quantité de pertes MP dans les effluents, deuxièmes, c'est pour être informé instantanément par le taux de pollution et turbidité des eaux rejetées, et avoir une vision claire sur la voie convenable de traitement et épuration de ces eaux puisque l'usine s'en possède de deux voies au niveau du SIALIM 3, une biologique et l'autre physicochimique. La voie biologique consiste à la biodégradation des rejets grâce à une flore bactérienne, cette dernière prend du temps pour sa réalisation mais elle ne possède aucune charge financière, c'est totalement gratuit, naturel et adorable. Par contre la voie physicochimique est plus ou moins coûteuse, elle consiste à utiliser des produits chimiques (acide chlorhydrique, polymères, chlorure ferreux, et l'eau de javel) en but de purifier l'eau rejetée, mais comme avantage, elle est contrairement déroulée dans des durées courtes avec une efficacité d'épuration très élevée.

Après avoir fixé les objectifs désirés du suivi de la DCO et l'ES au cours de l'activité, l'équipe a désigné certains seuils et valeurs limites pour ces deux paramètres. (Voir tableau 4).

Tableau 4: objectifs et limites en vue de la DCO et l'ES

Paramètre	Objectif	Zone concernée	Commentaire
ES	< 250 Kg /jour	Entrée STEP	Limite déterminée par deux services 'production' et 'Financement', désigne le taux supporté en pertes par l'usine
DCO	< 500 mg O2/L	Sortie STEP	Norme marocaine des eaux rejetées
DCO	< 3250 mg O2/L	Entrée STEP	ça réfère à la capacité du traitement de la STEP

Avant de passer au chapitre suivant et rentrer dans le vif du sujet, il est important de clarifier tout avant qu'il existe une vaste différence entre la définition d'un écart et d'une perte, puisque ces deux termes sont exploités énormément à la rédaction du rapport.

- Une perte matière peut entraîner un écart s'il n'est pas tracé.
- Un écart quant à lui, est le résultat du manque d'information. La différence entre la société modélisée informatiquement et le réel physique. Autrement c'est la différence entre les valeurs réelles et les valeurs théoriques d'une variable.
- L'écart peut être évité/amointri via une traçabilité rigoureuse.

**L'écart est donc une CATEGORIE de pertes non tracées.**

Pour notre cas, les écarts obtenus suite à un manque de la fiabilité des capteurs DCO, puisque moins les mesures de la DCO sont fiables, plus il y aura des écarts au niveau des calculs de l'ES égouts, ceci provoque à estimer largement des quantités fausses et non concrètes en pertes MP dans les rejets.

# **Chapitre 3 : Maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO**

L'objectif de ce chapitre est d'étudier les causes qui affectent la fiabilité des capteurs DCO, comment les limiter, et les actions qui peuvent être bénéfiques pour renforcer la fiabilité des capteurs DCO.

## 1. Problématique

Après l'installation des capteurs DCO dans l'usine, l'équipe reste face à une problématique plus grave en ce qui concerne la fiabilité des mesures données par ces capteurs, ceci se montre lorsque les capteurs donnent des fausses valeurs qui ne sont pas réellement logiques ou raisonnables. C'est une défaillance de la fiabilité des capteurs.

Autrement, la faible fiabilité des mesures DCO se montrent ainsi au niveau du paramètre l'extrait sec cumulé journalier, l'écart produit lors l'addition des valeurs ES cumulé journalier de la zone S1 et la zone S2, ne donne pas toujours un résultat identique à celle du STEP, et dont normalement les valeurs devront respecter la formule suivante :

$$\text{ES (S1)} + \text{ES (2)} = \text{ES (STEP)}$$

Pour démontrer cette inégalité, on était basé sur un historique des valeurs de l'extrait sec cumulé journalier (voir annexe 1). Le tableau suivant résume le bilan de calcul effectué.

Tableau 5: bilan d'extrait sec cumulé journalier

Ecart entre ES STEP et ES S1+S2		
moy ES S1+S2 (kg)	moy ES STEP (kg)	Ecart
<b>146.58</b>	158.49	11.91

D'après ce tableau, on déduit que la moyenne d'extrait sec cumulé S1 S2 et l'extrait sec cumulé STEP ne sont pas identiques, et delà un écart inconnu qui est injustifié et qui prouve le mal fonctionnement des capteurs DCO.

La problématique concerne la recherche des causes qui provoquent la défaillance des capteurs DCO et les limiter par la mise en place d'un ensemble des actions correctives.

## 2. Anomalies de fiabilité

A l'objectif d'identifier l'ensemble des facteurs et causes responsables de la défaillance de fiabilité des capteurs DCO, et l'échec de la suivie des pertes MP en rejets, il était préférable d'utiliser la méthode 5P (Cinq pourquoi), c'est un outil facile et rapide à utiliser pour toute entreprise ou société faisant face à un problème. Les 5 Pourquoi servent à identifier la cause racine du dysfonctionnement grâce à l'exploration de relations directes de cause à effet. [7]

Le schéma présenté dans la figure 13 montre les causes possibles qui affectent la fiabilité des valeurs mesurées par les capteurs DCO, et le suivi des pertes en utilisant l’outil 5P.

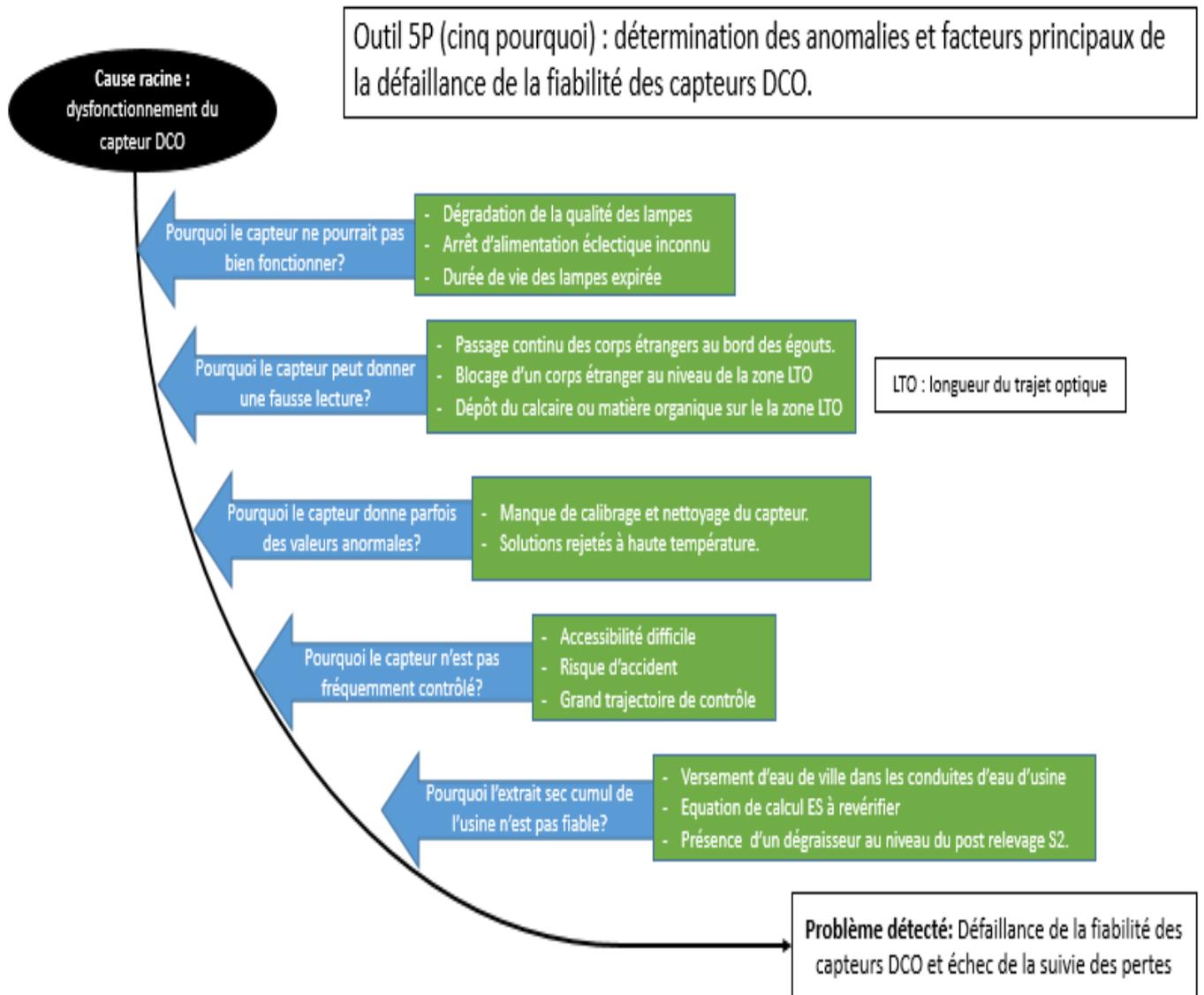


Figure 13: anomalies affectant la fiabilité des capteurs DCO

### 3. Maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO

Après avoir identifié les anomalies qui impactent le fonctionnement des capteurs DCO, un appel à un système de fiabilisation de ces capteurs est nécessaire, et en ce sens, un ensemble d’actions et solutions sont proposées dont le but de renforcer la fiabilité de ces capteurs et l’efficacité de leur fonctionnement. Le tableau 6 suivant regroupe les actions proposées avec leurs bienfaits sur le renforcement de la fiabilité des capteurs DCO.

Tableau 6: actions correctives et amélioratrices de la fiabilité des capteurs DCO

<b>Actions correctives</b>	<b>Bienfait</b>	<b>Commentaire</b>
Automatisation des niveaux post relevages S1 et S2	Réduire l'écart d'extrait sec cumulé entre STEP et la somme S1, S2.	L'eau rejetée traverse les capteurs successivement dans des délais précis et d'une manière organisée.
Installation des vannes de sectionnement		
Assurance du fonctionnement des pompes des conduites de l'usine		
Elimination du dégraisseur SIALIM 2 et l'installation d'un canal direct entre le post relevage et STEP		
Installation des clapets anti retour dans les tuyauteries de l'eau de ville et l'eau d'usine	Lire seulement la DCO de l'eau usine	Isoler et séparer l'eau usine des autres sources d'eau.
Calibrage régulier devra être effectué à chaque capteur	S'assurer d'un meilleur fonctionnement du capteur	
Changement immédiat des lampes lors l'épuisement de leurs durées de vie		
S'assurer de l'emplacement correct du capteur DCO		
Récupération du condensat de l'atelier KHS vers chaudière		
Dégrillage par l'installation des grilles filtrantes au niveau des sorties égouts.	Renforcer la fiabilité de la lecture des capteurs	Minimiser le passage des corps étrangers dans les effluents
Lecture de la DCO de la STEP au niveau des autres ateliers	Améliorer la fiabilité des capteurs et suivie des pertes.	Rendre le pilotage en se basant sur la DCO plus performant et le contrôle du capteur plus facile et accessible
Mettre en service le plus proche possible des outils nécessaires d'accessibilité et nettoyage à chaque capteur		
Chaque pilote de chaque atelier devra être responsable du capteur de son atelier (contrôle, calibrage, nettoyage)		
Réduire la fréquence de vérification des capteurs (2 fois/semaine par ex)		
Mettre en place un système de traçabilité lors l'arrêt et dysfonctionnement des capteurs		
Comparaison de la DCO labo avec la DCO du capteur (étude statistique)	Confirmer et valider la fiabilité des valeurs DCO et ES	Minimiser les écarts produits entre les calculs effectués et le réel physique.
Corrélation avec un autre paramètre (COT, conductivité, densité...)		
Création d'une carte de contrôle de chaque capteur DCO		
Création d'une courbe de corrélation entre DCO et ES		

Autant que la durée du stage était limitée, on a l'opportunité de travailler avec l'équipe FBM sur les trois points suivants :

- Confirmation de la fiabilité du capteur DCO STEP (étude statistique).
- Création d'un graphe de corrélation DCO et ES.
- Création des cartes de contrôle DCO.

#### **Définition des paramètres statistiques utilisés :**

- **Moyenne :** est la somme des valeurs divisée par le nombre de valeurs, permettant de résumer une liste de valeurs numériques en un seul nombre réel.
- **Etendue :** est la différence entre les valeurs les plus grandes et les plus petites pour une plage d'un ensemble de valeurs. La différence est ici spécifique, la plage d'un ensemble de données est le résultat de la soustraction du maximum et du minimum de l'échantillon.
- **Ecart type :** est une mesure de la dispersion des valeurs d'un échantillon statistique ou d'une distribution de probabilité. Il est défini comme la racine carrée de la variance ou, de manière équivalente, comme la moyenne quadratique des écarts par rapport à la moyenne.
- **Coefficient de variation :** également nommé écart type relatif, est une mesure de dispersion relative, donné en pourcentage en divisant l'écart type sur la moyenne.

#### ***Confirmation de la fiabilité des capteurs DCO (étude statistique)***

Pour dire que le capteur donne des mesures fiables, ses valeurs doivent être égales à celles de la DCO mesurée par la méthode des tests en cuve.

#### **Enoncé de l'étude**

A l'objectif de valider la fiabilité du capteur DCO STEP, 11 d'échantillons est collecté pendant différentes journées d'activité. Le même échantillon passera à la fois sous la mesure de la DCO capteur, et la mesure de la DCO par la méthode en cuves afin de comparer les résultats des deux techniques par une étude statistique en utilisant le test Student (comparaison de moyennes de deux séries d'une même variable).

#### **Matériel utilisé**

Le tableau ci-dessous correspond au matériel utilisé dans cette étude :

Tableau 7: matériel utilisé pour l'étude de la fiabilité du capteur DCO STEP

Pots
Pipette
Kits de mesure DCO
Spectrophotomètre
Capteur DCO STEP

### **Protocole expérimental**

Le protocole suivi respect l'ordre des étapes suivantes :

- Prendre un prélèvement de l'eau d'entrée STEP dans un pot.
- Noter sa valeur DCO mesurée par le capteur DCO STEP sur le superviseur au même instant du prélèvement.
- Pipeter un petit prélèvement du même échantillon, et le mettre dans le Kit DCO.
- Mesurer sa valeur DCO par le spectrophotomètre, en réglant T sur 145°C et t sur 120min.

Les résultats collectés sont listés dans une annexe (voir annexe 2).

### **Etude statistique**

Afin de confirmer la fiabilité du capteur DCO STEP, il faut valider l'égalité des mesures DCO entre le capteur DCO, et la méthode test en cuves, pour cela un test statistique de comparaison de deux moyennes est fait sur une taille identique de 11 échantillons pour les deux séries.

Cette étude possède deux hypothèses, dont une doit être validée pour un intervalle de confiance de 95%.

Hypothèse nulle ( $H_0$ ) : ( $T_{obs} < T_{crit}$ ) les deux moyennes sont identiques, donc la DCO du capteur est fiable.

Hypothèse alternative ( $H_1$ ) : ( $T_{obs} > T_{crit}$ ) les deux moyennes ne sont pas identiques, donc la DCO du capteur n'est pas fiable.

Le calcul était effectué par deux méthodes :

1<sup>er</sup> méthode (manuelle) : voir le tableau suivant.

Tableau 8: Comparaison de moyennes de deux séries par l'utilisation du Test Student

	DCO capteur	DCO Labo
Moyenne	1980.36	2177.55
Variance (S <sup>2</sup> )	5287441.45	8565023.87
Variance moy (S <sup>2</sup> moy)	6926232.66	
Ecart type moy (S moy)	2631.77	
Taille (n)	11	
√(2/n)	0.43	
moy1 - moy2	197.18	
T <sub>obs</sub>	0.18	
T <sub>crit</sub> (20, 0.05)	1.73	
T <sub>obs</sub> < T <sub>crit</sub> ; H <sub>0</sub> est acceptée		

L'équation utilisée pour calculer T<sub>obs</sub> est :

$$T_{obs} = \frac{| \text{moy Y1} - \text{moy Y2} |}{S * \sqrt{2/n}}$$

Avec :

moyY1 et moyY2 : les moyennes des deux séries

S : écart type moyenne

n : taille d'échantillon

2<sup>ème</sup> méthode (par Excel) : voir le tableau suivant.

Tableau 9: Test Student sur Excel (comparaison de deux moyennes)

	DCO capteur	DCO labo
Moyenne	1980.363636	2177.545455
Variance	5287441.455	8565023.873
Observations	11	11
Hypothétique Différence moyenne	0	
Df	19	
t Stat	0.175711293	T <sub>obs</sub> < T <sub>crit</sub> ; H <sub>0</sub> est acceptée
P(T<=t) one-tail	0.43118996	
t crit unilatéral	1.729132812	
P(T<=t) two-tail	0.86237992	
t crit unilatéral	2.093024054	

Après avoir utilisé les deux méthodes, on peut conclure que l'hypothèse nulle (H0) est toujours acceptée, donc la mesure de la DCO par le capteur STEP est vivement fiable.

### ***Création d'un graphe de corrélation DCO et ES***

En probabilités et en statistique, la corrélation entre deux ou plusieurs variables aléatoires ou statistiques est une notion de liaison qui contredit leur indépendance.

Cette corrélation est très souvent réduite à la corrélation linéaire entre variables quantitatives, c'est-à-dire l'ajustement d'une variable par rapport à l'autre par une relation affine obtenue par régression linéaire. Pour cela, on calcule un coefficient de corrélation linéaire, quotient de leur covariance par le produit de leurs écarts types. Son signe indique si des valeurs plus hautes de l'une correspondent « en moyenne » à des valeurs plus hautes ou plus basses pour l'autre. La valeur absolue du coefficient, toujours comprise entre 0 et 1, ne mesure pas l'intensité de la liaison mais la prépondérance de la relation affine sur les variations internes des variables. Un coefficient nul n'implique pas l'indépendance, car d'autres types de corrélation sont possibles.

Le coefficient de corrélation pour la régression linéaire est extrêmement sensible à la présence de valeurs aberrantes ou extrêmes (ces valeurs sont appelées des « déviants ») dans notre ensemble de données (valeurs très éloignées de la majorité des autres, pouvant être considérées comme des exceptions). [8]

L'interprétation du coefficient de corrélation se démontre dans le tableau ci-dessus, plus sa valeur absolue est proche de la valeur 1, plus on dit la corrélation entre les variables est fortement puissante.

<b>Corrélation</b>	<b>Négative</b>	<b>Positive</b>
Faible	de -0,5 à 0,0	de 0,0 à 0,5
Forte	de -1,0 à -0,5	de 0,5 à 1,0

Or, la DCO et l'ES sont deux paramètres sur lesquels on peut appliquer la régression linéaire puisque les deux augmentent ou diminuent parallèlement et simultanément. Pour avoir la valeur du coefficient de corrélation entre ces deux variables, et montrer qu'il existe vraiment une corrélation, tout un protocole expérimental a été fait.

### **Matériel utilisé**

Le tableau ci-dessous correspond au matériel utilisé dans cette étude :

Tableau 10: matériel utilisé pour l'étude de la corrélation.

Pots
Pipette
Papier sec
Dessiccateur
Capteur DCO

### Protocole expérimental

Le protocole suivi respecte l'ordre des étapes suivantes :

- Prendre cinq prélèvements de la crème de la salle UHT dans des pots.
- Diluer les prélèvements avec de l'eau jusqu'à atteindre les 100ml.
- Mesurer la DCO de chaque pot par un capteur DCO.
- Pipeter un prélèvement de 2ml de chaque pot par une pipette, afin de mesurer sa valeur ES par le dessiccateur.
- Démarrer le dessiccateur, placer un papier sec, tarer la masse, ensuite verser le volume pipeté sur le papier sec, noter la masse nette, et fermer le couvercle du dessiccateur puis démarrer le séchage.
- Une fois le séchage est terminé, on note le pourcentage de l'ES affiché pour chaque prélèvement.

Tous les résultats collectés sont listés dans le tableau suivant.

Tableau 11: analyses ES et DCO

%ES	Masse (kg)	ES (g)	V (l)	ES/v (kg/m <sup>3</sup> )	DCO exp (mg/L)	DCO théo (mg/L)
<b>0.21%</b>	0.0029	0.00609	0.002	3.045	890	6047.37
<b>0.34%</b>	0.0029	0.00986	0.002	4.93	940	9790.98
<b>1.09%</b>	0.00286	0.03117	0.002	15.587	11500	30955.782
<b>1.12%</b>	0.00283	0.03170	0.002	15.848	12300	31474.128
<b>1.46%</b>	0.0029	0.04234	0.002	21.17	12800	42043.62
<b>2.41%</b>	0.0029	0.06989	0.002	34.945	16400	69400.77
<b>5.77%</b>	0.00295	0.17022	0.002	85.1075	22700	169023.495

Sachant que la masse s'agit de la masse correspondante au volume pipeté de 2ml de chaque prélèvement, la DCO exp est la DCO celle mesurée par le capteur, et DCO théo est le calcul de la DCO du même échantillon par la relation actuellement utilisée auprès de l'équipe FBM, laquelle est comme suivant :

$$\text{DCO} = \text{ES}/\text{V} * 1986$$

Voilà la courbe de corrélation obtenu :

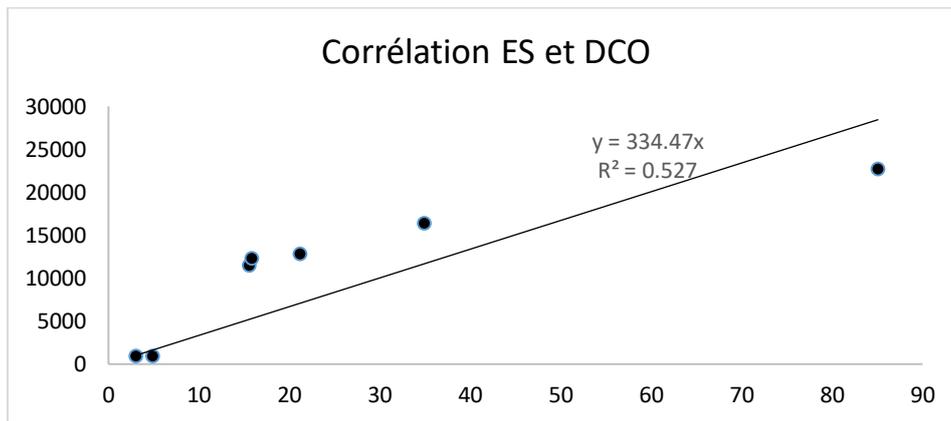


Figure 14: régression linéaire entre la DCO et ES

La formule retrouvée de la corrélation entre la DCO et l'ES s'exprime comme suivant :

$$\text{DCO} = \text{ES}/V * 344.4$$

Avec un coefficient de corrélation de 0.527 qui est supérieur à 0.5, on peut dire que la corrélation est moyennement forte entre la DCO et l'ES pour cette expérience, mais la formule de conversion de la DCO en ES ne peut pas être retenue puisque le coefficient de corrélation semble très faible. Pour attribuer une relation de la conversion de la DCO en ES, il faut que le  $R^2$  soit supérieur à 0.9 et proche de 1.

L'étude doit être refaite avec une taille d'échantillons plus grande et avec minimum de valeurs aberrantes sur un intervalle du temps représentatif afin d'avoir une corrélation concrète et pertinente.

### *Création des cartes de contrôle DCO*

La carte de contrôle, ou plus exactement un graphique de contrôle, par définition est un outil utilisé dans le domaine du contrôle de la qualité afin de maîtriser un processus. Il permet de déterminer le moment où apparaît une cause particulière de variation d'une caractéristique, ou paramètre entraînant une altération du processus. D'où on peut le considérer un outil fort de maîtrise de la fiabilité des capteurs DCO et suivie de pertes, puisqu'il offre plus d'un avantage, une carte de contrôle DCO permet une meilleure maîtrise statistique du procédé, une suivie efficace des pertes en temps réel de chaque atelier, et finalement une assurance de la fiabilité des capteurs DCO en tenant compte sur les limites de contrôle. [9]

Pour le traçage d'une carte de contrôle, il faut désigner les tolérances inférieure et supérieure, calculer la limite centrale et les limites supérieure et inférieure, et pour effectuer ce travail on était basé sur l'historique DCO de l'année 2022 (voir annexe 4). Le tableau 14 englobe le travail effectué.

Le tableau suivant cite les tolérances inférieure et supérieure de la DCO pour toute l'industrie.

Tableau 12: les tolérances de la DCO maximale et minimale

Tolérance inférieure DCO (mgO <sub>2</sub> /l)	500
Tolérance supérieure DCO (mgO <sub>2</sub> /l)	3250

Le tableau suivant mentionne l'étendue DCO propre à chaque atelier.

Tableau 13: calcul d'étendue DCO des ateliers

	Max	min	R
DCO UHT	3545	421	3124
DCO Poudrage	6594	537	6057
DCO Mélangeur	1795	451	1344
DCO S1	4591	846	3745
DCO S2	2285	480	1805
DCO Usine	8635	340	8295

À la fin, le calcul des limites de contrôle est regroupé dans le tableau ci-dessous:

Tableau 14: calcul LCS et LCI de DCO pour chaque atelier

	moy	Ecart-type	LCS	LCI	CV (>30%)
<b>DCO UHT</b>	1788	706	2350	1226	40%
<b>DCO Poudrage</b>	1694	1174	2785	604	69%
<b>DCO Mélangeur</b>	1054	372	1296	812	35%
<b>DCO S1</b>	1621	582	2295	947	36%
<b>DCO S2</b>	1286	338	1611	961	26%
<b>DCO Usine</b>	1508	1130	3001	15	75%

Equations de calcul des paramètres : Entendue (R), LCI et LCS.

$$R = \text{Max} - \text{min}$$

$$\text{LCS} = \text{moy} + A * R$$

$$\text{LCI} = \text{moy} - A * R$$

Concernant les valeurs du paramètre A (voir annexe 5).

On observe que les limites de contrôle différent d'un atelier à l'autre, ainsi que le coefficient de variation, sa valeur est significativement faible pour le capteur DCO S2, et c'est dû à la présence d'un dégraisseur avant le post relevage S2, le fait qui stabilise les valeurs DCO et qui cause une faiblesse dans la suivie des pertes au niveau de cette zone.

**Exemple de carte de contrôle créée pour le capteur DCO S2 :**

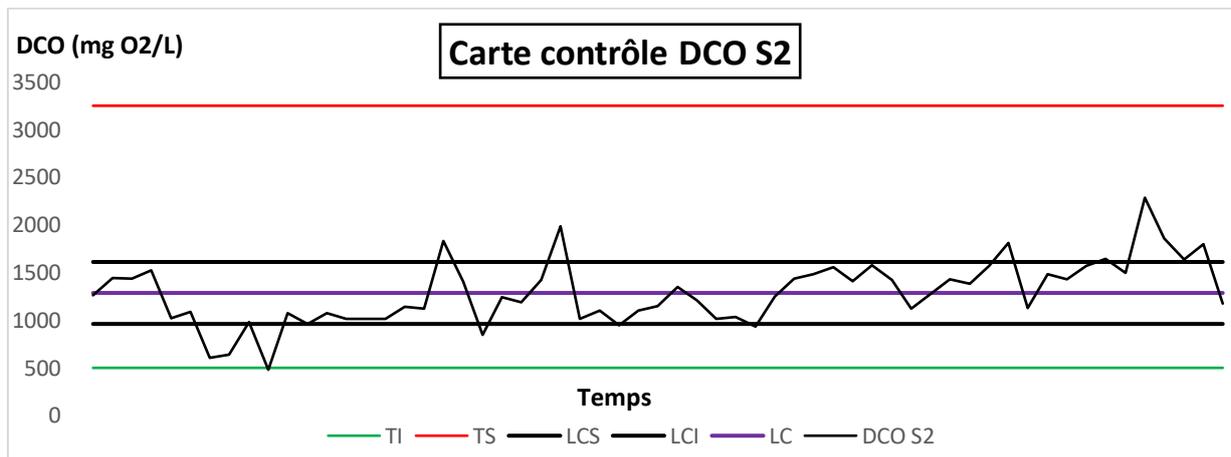


Figure 15: carte contrôle capteur DCO S2

**Synthèse du chapitre**

Une fois les études statistiques sont faites, et les actions d'amélioration de la fiabilité des capteurs DCO sont appliquées, on a pu voir concrètement leurs résultats sur les valeurs mesurées en DCO et ES, ceci a parfaitement aidé à réduire les écarts produits pendant le calcul de la différence entre la quantité initiale en MP et la quantité produite en fin de chaîne et la quantité sous estimée en pertes.

# **Chapitre 4 : Minimisation et réduction des pertes en rejets par la démarche DMAIC**

Dernier chapitre comprend l'application de la démarche DMAIC pour déterminer les anomalies qui causent des pertes MP surtout en rejets, évaluer leur intensité afin de proposer des solutions aidant à les limiter.

## 1. Description et avantages de la démarche DMAIC

L'**amélioration continue** est sensée faire partie des priorités de la société. La mise en place de ce type de processus présente effectivement des avantages indéniables. La méthode DMAIC est une démarche visant à résoudre les problèmes et à améliorer les performances dans le cadre d'un projet Lean Six Sigma. Quels sont donc ses principes et ses étapes?

DMAIC est une abréviation qui présente les cinq étapes de la démarche de réduction de la variation des processus. Cette approche est une ligne de conduite pour effectuer une démarche Six Sigma. La figure suivante décrit et détaille les exigences de chaque étape. [10]

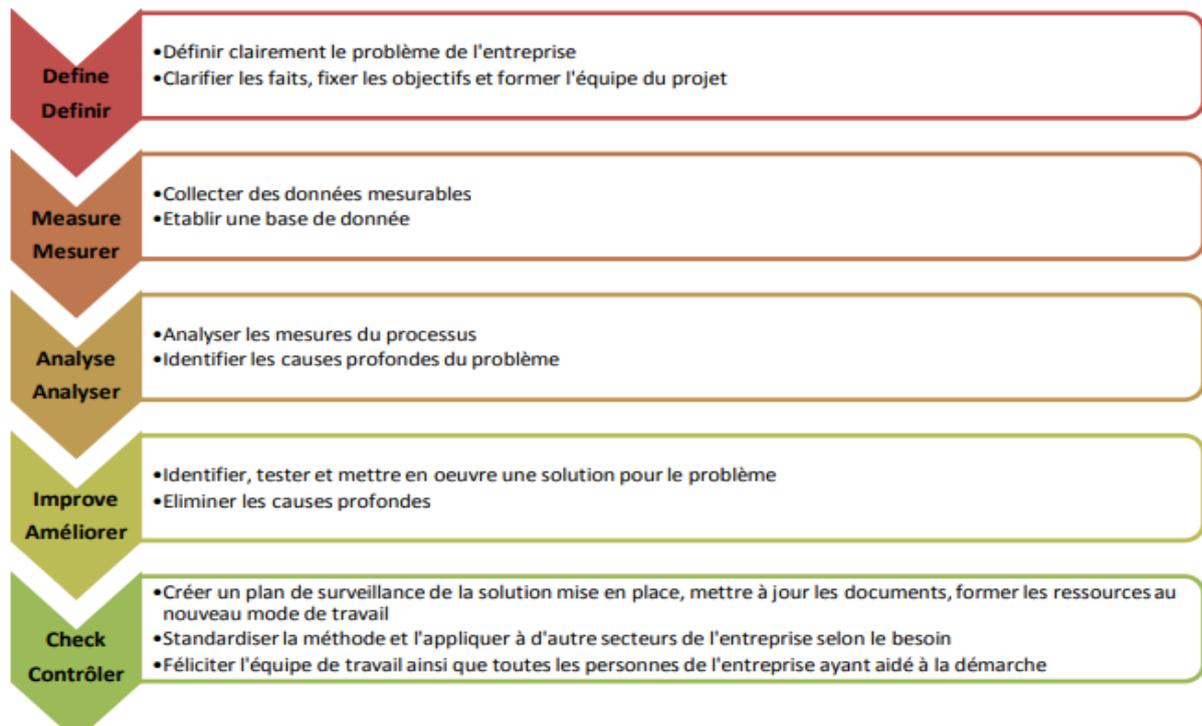


Figure 16: Etapes de la méthode DMAIC

### Avantages de la démarche DMAIC pour la société :

La démarche DMAIC permet de concilier assez facilement plusieurs objectifs, dont le principal est l'amélioration de la performance globale de la société. A travers cette amélioration, la société verra :

- Une augmentation de productivité grâce au progrès de la qualité.

- Une réduction des dépenses grâce à une minimisation du nombre de rebuts, de retouches et de gaspillages au cours de la production.
- Une optimisation de l'efficacité des moyens de production.
- Une augmentation significative du chiffre d'affaires de par la réduction des coûts des pertes en rejets et les charges de l'épuration des eaux usées.

## 2. Application de la démarche DMAIC

### a) Définir le problème

Perte matière et spécifiquement perte MP inclut tous les flux de matière non rentable pour la société, ceci définit tout les rejets ou déchets du fromage, crème, MP au sens large, qu'ils soient valorisés ou non.

La société a déjà attribué le nom « réemplois » aux pertes valorisées du fromage, il existe deux types de réemplois; réemplois tirage en caisse, et réemplois petites eaux (PE).

**Réemplois tirages en caisse:** déchets régénérés de l'atelier conditionnement, il s'agit de toutes les portions jetées pendant un mal fonctionnement de la CORAZZA, et la GRNADIS, un arrêt accidentel d'activité, ou lors l'application des contrôles de qualité. Ces portions sont valorisées en les envoyant à la salle presse, pour récupérer le fromage et le réutiliser prochainement dans la production.

**Réemplois PE:** s'agissent des déchets récupérés dans des cuves nommés C10, C20, C30 pendant les journées du lavage, ces déchets sont appelés eaux blanches ou petites eaux, elles sont généralement des traces et dépôts de la crème restante dans les conduits et les pièces des machines comme (le mélangeur, broyeur, BT, BL, homogénéisateur, trémies, filtres, vannes, canaux ...) récupérée grâce à l'étape du pré-lavage qui consiste à laver et générer cette MP, la stocker dans les cuves correspondantes, et la réutiliser en tout besoin tout en valider sa conformité par la mesure du pH, qui doit être comprise entre 5 et 6.

Par contre, il existe des pertes non valorisées, elles sont nombreuses, parmi eux, on cite les pertes en rejets, la société s'engage abondamment pour diminuer et réduire le gaspillage de la crème et la MP dans les effluents et définir toutes les causes responsables de cette perte afin de les limiter. Et c'était parmi les missions qu'on est tenu d'accomplir pendant la période du stage au sein de la société, et c'est d'habitude d'appliquer la démarche DMAIC pour traiter comme telles problématiques.

## b) Mesurer l'intensité du problème

Dans le but de mesurer le potentiel et la gravité des pertes MP dans les égouts, une base de données des pertes de l'année 2022 (voir annexe 7) a été utilisée pour dessiner le diagramme de Pareto.

Le **diagramme de Pareto** est un graphique représentant l'importance de différentes causes d'un phénomène. Ce diagramme permet de mettre en évidence les causes les plus importantes sur le nombre total d'effet et ainsi de prendre des mesures ciblées pour améliorer une situation. [11]

Pour le cas de cette étude, les principales causes de la perte MP sont mentionnées dans le tableau ci-dessous :

Tableau 15: classement de la quantité des pertes MP par chaque cause

	Somme des pertes (kg)	Cumulé (kg)	Proportion (%)
Mise en œuvre REEMP	278.252	278.252	0.60107197
Ecart poids Conditionnement	1054	1332.252	2.87789247
Prélèvements labo	1533	2865.252	6.18943501
impacte réemploi PE	1600	4465.252	9.64570902
Destructions	1600.875	6066.127	13.1038732
Ecart presse	4196.103	10262.23	22.1681743
Bon Poids	4304.389	14566.619	31.4663916
Mise en œuvre MP	4589.049	19155.668	41.3795234
Sur Poids	5833.958	24989.626	53.9818718
ES égout	21303	46292.626	100

Par la suite, un traçage du diagramme de Pareto est effectué afin d'identifier les causes dominantes de la perte MP. (Voir figure 7)

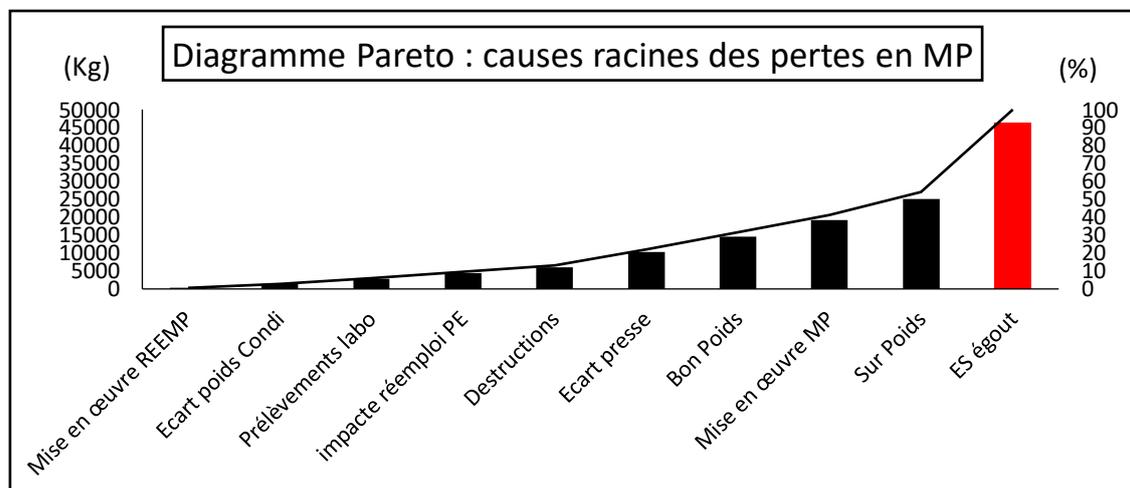


Figure 17: Identification de la cause racine des pertes MP par le diagramme de Pareto

Selon le diagramme de Pareto, et la règle 80%, on peut déduire que la cause majoritaire de la perte MP est l'ES égout (ou ES rejets) puisque sa proportion est la seule supérieure à 80%, L'ES égout signifie tout les résidus de la crème rejetés dans les effluents pour différentes raisons et que leur quantité en masse est mesurée et calculée par le couple - capteur DCO, débitmètre -.

### c) Analyse des causes du problème

Cette étape consiste à identifier et déterminer toutes les mauvaises pratiques de fabrication causant une perte grave de la MP en rejets, ces facteurs sont rassemblés et cités dans la figure ci-dessus :

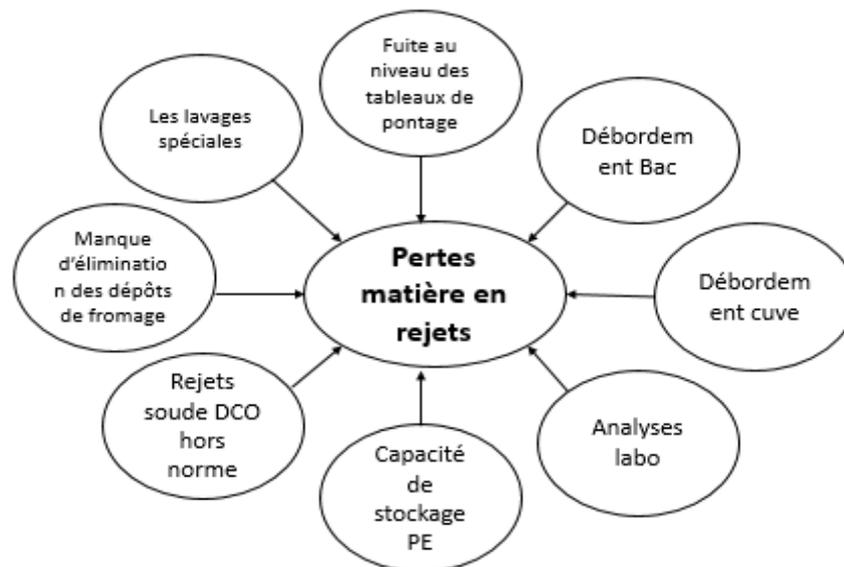


Figure 18: causes racines des pertes MP en rejets

- **Fuite au niveau des tableaux de pontage** : parmi les facteurs causant une perte énorme en MP, dû au mauvais serrage des pontes, ceci conduit à l'augmentation de la concentration de la MP dans les effluents.
- **Débordement** : C'est une opération urgente effectuée lorsque la crème dépasse son temps de séjour toléré dans un contenant. Elle consiste à vider la cuve afin d'éviter le collage et la solidification de la crème.
- **Manque d'élimination du fromage** : Il existe des zones dans la machine dont le lavage ne les atteint pas, surtout les pièces et les composants complexes. Et donc elles impactent sur la perte MP.

- **Rejets soude hors norme** : C'est un indice/signe d'une mal récupération de la MP pendant les journées du lavage, puisqu'un prélavage doit s'effectuer nécessairement au départ avec le but de récupérer le maximum de la crème restée dans les conduites, et les cuves, et juste avant l'étape du nettoyage par la soude en chaud.

Pour confirmer l'efficacité de la récupération du prélavage, la couleur et les valeurs DCO sont contrôlés au moment de l'étape lavage par soude.

- **Capacité de stockage PE** : Une perte en matière élaborée, peut être causée par l'épuisement et le manque du stockage des cuves destinées à la préservation des PE.
- **Lavages spéciales** : Le passage d'une formule à autre nécessite un lavage simple et rapide des machines. Ce lavage est effectué sans utilisation de produits chimiques, (juste par la sauce fabriquée dans la salle sauce) et ceci entraîne généralement une source de perte MP non négligeable.
- **Analyses labo** : Un facteur ainsi présent dans la perte MP, puisque toutes les analyses des prélèvements de la crème sont effectuées au sein du labo réglage, cette crème n'est pas récupérée mais elle est rejetée par la suite dans les lavabos et aux égouts après.

L'identification des motifs des pertes MP est nécessaire, pour ceci un questionnaire a été effectué aux personnels concernés, les résultats sont collectés et donnés dans la figure ci-dessus :

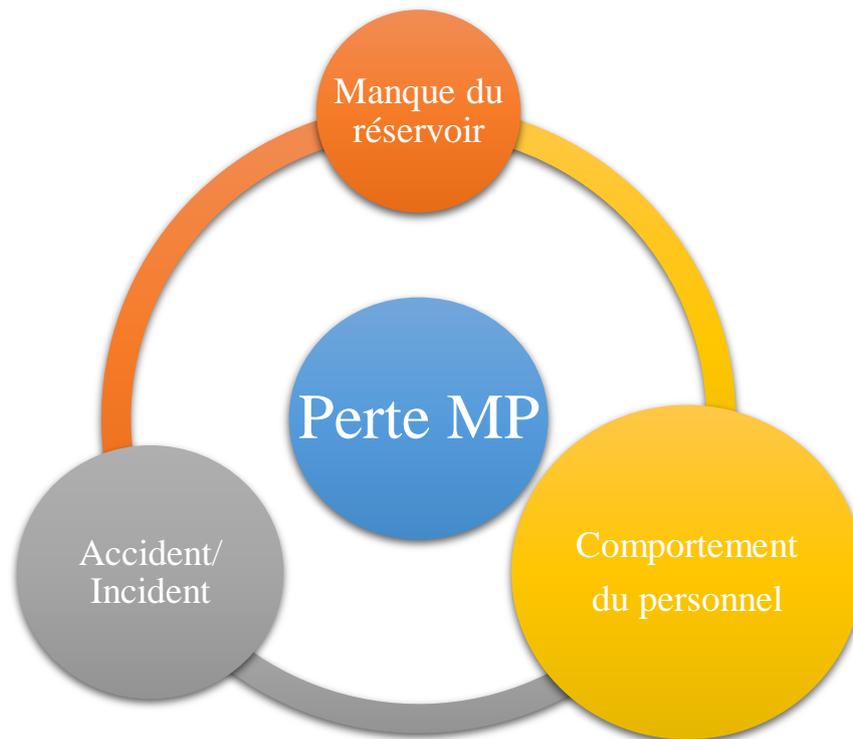


Figure 19: motifs de la perte MP

La figure 19 montre les trois motifs primordiaux et souvent responsables de la perte MP en rejets ; ceux sont les catégories des causes déjà listées dans la figure 18. Et c'est également clair que la taille du cercle montre la gravité, l'intensité et la répétitivité du motif correspondant. En première classe on a **le comportement du personnel** qui semble majoritaire, les membres d'équipe ont avoué que le comportement de l'opérateur influence en premier degré sur la quantité gaspillée ou régénérée de la MP. Un opérateur conscient, mentalement présent, et qui a le savoir de faire l'intervention nécessaire à toute situation arrivée, il peut réduire fortement sa part de contribution dans les pertes MP. Cela peut être résumé dans l'équation suivante :

**Personnel formé et conscient => DCO faible = perte MP faible**

Au deuxième degré, on a **les accidents/incidents** qui montrent dans les cas des fuites et débordements accidentels et imprévus, c'est généralement dû à un mal fonctionnement d'une ou plusieurs machines soit à la fois ou soit en temps séparé.

À la fin, on a l'effet du **manque réservoir**, et qui rarement parvient surtout dans les journées du lavage, où la capacité des cuves pour stocker les PE est épuisée, et l'usine s'en débarrasse par le fait de les rejeter tout simplement dans les égouts.

**d) Innover/améliorer le processus :**

Cette étape est dédiée à proposer toutes les solutions idéales et les bonnes pratiques qui mènent considérablement à réduire le gaspillage de la MP et sa quantité perdue dans les effluents.

Le tableau suivant regroupe toutes les actions et les améliorations qui semblent bénéfiques pour mettre en arrêt les causes de la perte MP remarquées régulièrement.

Tableau 16: actions correctives des anomalies de la perte MP

<b>Atelier concerné</b>	<b>Cause effet</b>	<b>Action corrective</b>
Toute l'usine	Présence de la crème dans le sol et dans les grilles des égouts.	Raclage et récupération des traces de la crème avant le jet d'eau
Conditionnement	Vigilance Prélavage non récupéré pour <b>DESMO</b>	Récupérer le prélavage en mode dégradé dans un bac
Fabrication S1	Récupération BT10 et BT20 inefficace	Former les opérateurs sur le standard de récupération
Salle poudrage	Poudre colmatée dans les trimés BT10 et BT20 non récupérer	Former les opérateurs et désignation des OPL
Salle UHT S1	Débordement cuve BL01	Etalonner les niveaux et respecter les consignes de niveau,
Toute l'usine	Présence des fuites eaux blanches en cours de prélavage	Changer tous les joints abimés et fermer les robinets de prélèvement
Salle UHT S1	Rejets soude UHT BL01 hors échèle DCO	Former les TC sur l'élimination des dépôts + OPL
Salle UHT S1	Rejets soude UHT BL02 hors échèle DCO	Correction des volumes de pousse Idéale
Fabrication S1	Volume de pousse cutter A insuffisant	Ajustement de volume suffisant
Fabrication S1	Présence de fromage au niveau des filtres 400µ	Démonter les filtres et récupérer avant de lancer le prélavage
Salle UHT S1	Chut de l'eau blanche au niveau TP UHT B P2	Automatiser les vannes causant des anomalies
Toute l'usine	Débordement des bacs de réemplois en cours de débouillage	Sensibilisation des opérateurs + OPL
Salle UHT S1	Présence de l'eau blanche au niveau des circuits de récupération suite à l'insuffisance des pousses UHT B P2 et UHT E,	Ajustement de volume suffisant
Conditionnement	Retard des vidanges des trémies en fin de poste à cause du niveau élevé dépasse le 1/3 : cas des CZ26, CZ36, CZ41 et CZ25	Assurer le vidange des trémies en fin de poste à un maxi d'un tiers du niveau de sa capacité

Conditionnement	Colmatage de la crème sur la paroi la trémie cas du niveau des trémies élevé (dépassé le racleur) induit à une crème sèche	Revoir les niveaux des trémies des CZ au niveau < niveau racleur
Mélangeurs	La récupération des Mélangeurs se fait en semi manuel et via l'UHT Partie 1	automatiser la récupération des Mélangeur et le séparer de celui de l'UHT
Conditionnement	La récupération au niveau du conditionnement est faible, vu la capacité des Bac est insuffisante	Prévoir les bacs nécessaires pour récupération : proposition deux bacs de 200L.
Labo réglage	Le jet des prélèvements de la crème dans les lavabos	Mettre en disposition des petits bacs pour la récupération de la crème prélevée
Fabrication	Difficulté de consolider et consommer les petites eaux dans les bacs issus de la fabrication, DESMO et Conditionnement.	récupération des PE récupéré dans des bacs dans les cuves de récupération

Selon la figure 19, on observe que la majorité des anomalies de la perte MP sont issues au manque du respect des standards auprès des opérateurs et TC.

D'où vient le rôle des OPL et KPI ayant l'objectif de sensibiliser et former les opérateurs en termes de bonnes pratiques de récupération des eaux blanches et transmettre l'idée qu'une simple action coûtera moins cher par la suite. Rendre également l'évolution de la DCO au cours du temps un indicateur de performance qui serve à mettre au courant les opérateurs de la puissance et l'effet de leurs actions sur l'optimisation du processus. Ci-dessous des exemples des affiches OPL et KPI lesquelles on a contribué à réaliser afin de former l'opérateur et améliorer son comportement en ce qui concerne le contrôle de la DCO, et les bonnes pratiques de la récupération et leur effet sur le gaspillage de la MP.

### **OPL créés :**

OPL : One Lesson Point (leçon en un point), est un outil utilisé par la société pour traiter les anomalies en relation direct avec les opérateurs, transmettre une information, ou améliorer un processus tout en mettant en disposition au personnel concerné une affiche simplifiée et compréhensible.

#### **1) OPL : rejets soude**

L'efficacité de la récupération des PE pendant les jours de lavage impacte la nature des rejets soude, en se basant sur la couleur et les valeurs DCO affichées au niveau de la salle

durant la phase de nettoyage par soude qui a le rôle de déterminer le taux de la crème récupérée pendant le pré-lavage.

L'objectif de cet OPL est pour informer l'opérateur, chef/pilote IAP et chaque personnel de l'équipe FBM qu'un rejet avec une couleur foncée correspond à une récupération des PE qui est mal faite.

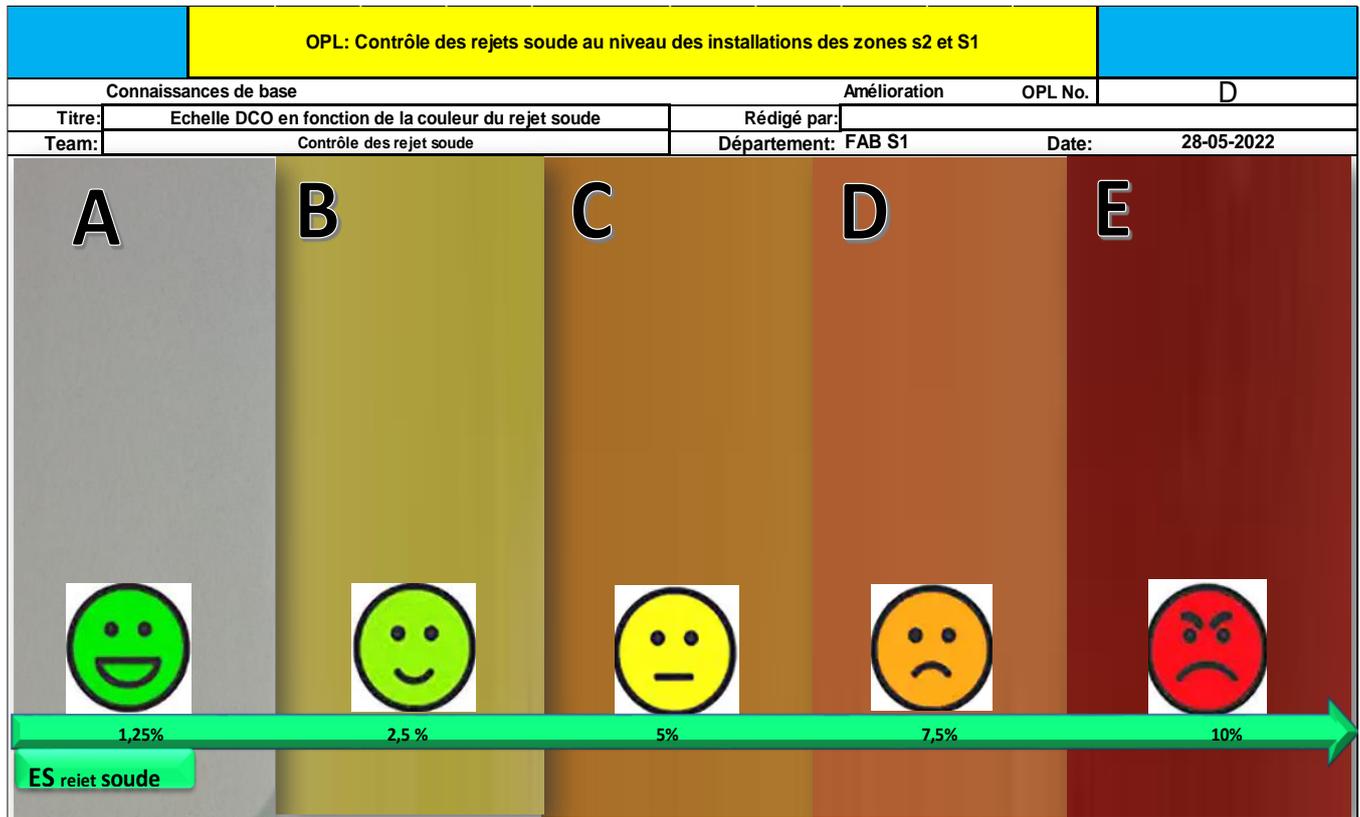


Figure 20: efficacité de la récupération sur la couleur des rejets soude

## 2) OPL : contrôle courbe DCO en temps réel

Cet OPL a le but pour informer les opérateurs de l'importance de leurs actions et leurs effets sur les variations de la DCO dans le graphe.

Chaque état de la courbe soit augmentation ou diminution de la DCO implique et signifie une information ou une situation. La figure 21 présente tout état grave et possible de la variable DCO visualisée sur le graphe et l'action à faire en correspondance.

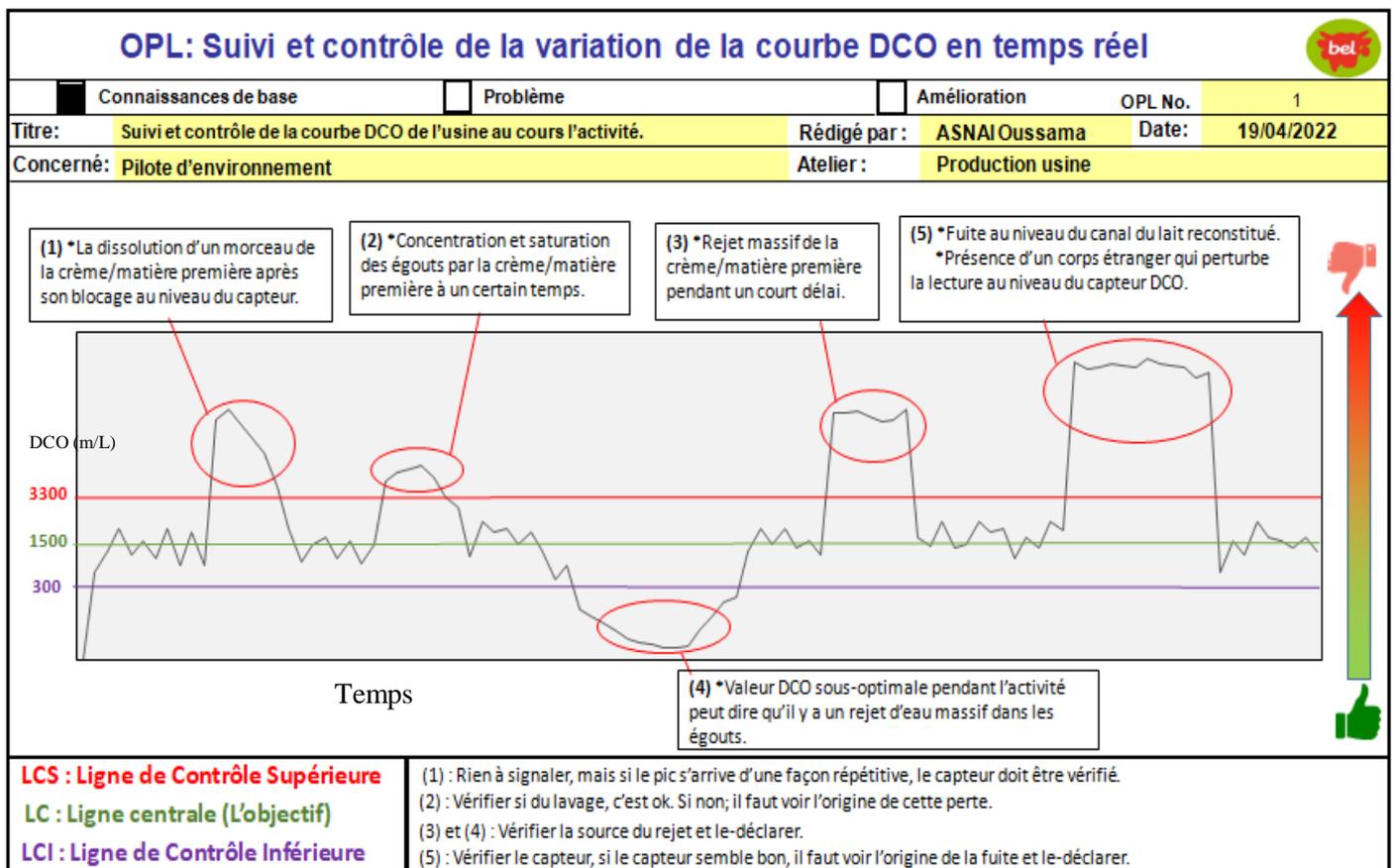


Figure 21 : OPL suivi et contrôle de la DCO capteur STEP

### KPI créés :

KPI (Key Performance Indicator) : indicateur de la clé de performance, est un outil permettant le suivi des valeurs d'un paramètre ou un indice de mesure par rapport à un objectif donné, ceci a pour but de contrôler le processus, les valeurs sont listées dans un tableau qui doit être à la disposition de l'atelier concerné, et qui est rempli régulièrement par le responsable ou la personne chargée, le bienfait des KPI c'est qu'ils permettent de rapprocher l'idée de la criticité d'un paramètre/un indice de mesure donné aux opérateurs et son influence sur l'évolution de la performance du procédé.

Du même, cet outil a été utilisé pour rendre la proportionnalité entre la DCO des effluents et la quantité gaspillée en MP lors la production chiffrée, réelle et concrète pour toute l'équipe.

La figure listée ci-dessous, représente l'exemple de l'affiche KPI épinglé et utilisé pour suivre la compatibilité des valeurs DCO moy journalières de l'atelier Fabrication S1 avec un objectif donné.

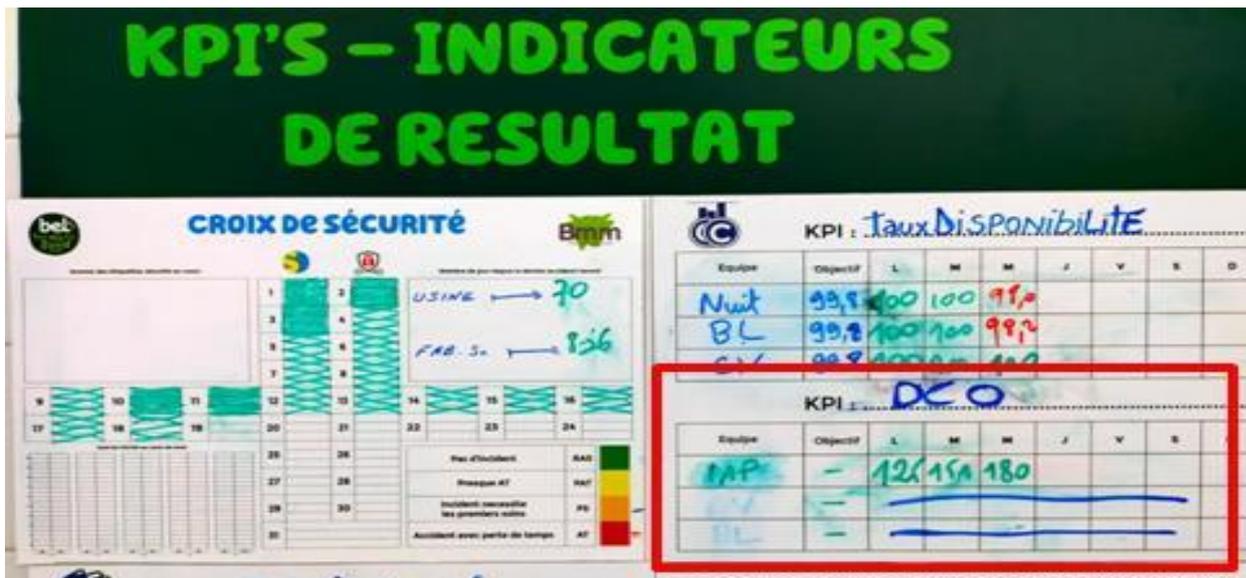


Figure 22 : KPI de suivi journalier de la DCO S1

#### e) Contrôler/vérifier le processus :

Maintenant que toutes les actions et les suggestions qui visent à réduire les valeurs DCO et minimiser les pertes MP en rejets sont données sur tableau et en cours d'application, un contrôle et vérification de résultats est nécessaire pour prévoir leur efficacité sur la performance du procédé.

On peut estimer l'efficacité des actions et des améliorations appliqués en comptant sur trois indicateurs : valeurs DCO et ES faibles, évaluation des opérateurs, minimum d'écart.

- **Valeurs DCO et ES** : En se basant sur les mesures DCO, et ES peut servir à savoir et conclure à quel point les actions mises en jeu pourront améliorer la récupération des pertes MP sont efficaces et pertinentes. Le moins des valeurs élevées en DCO et ES signifie le moins des pertes MP et ceci implique automatiquement un procédé bien optimisé et robuste.
- **Evaluation des opérateurs** : une autre méthode effective pour qualifier dans quelle mesure l'opérateur est bien formé et conscient de l'intensité des pertes MP en rejets et sa relation avec la DCO sur la performance de l'usine, est par distribuer des formulaires ou passer des quiz, ceci peut être considéré un engin adéquat pour mesurer le savoir des opérateurs et son effet sur la minimisation des pertes MP.
- **Minimum d'écart** : implique moins de pertes, l'égalité entre les calculs théoriques, et les valeurs physiques est un indice fort d'un procédé parfait bien contrôlé et piloté libre de toute difformité.

### **Synthèse du chapitre**

La démarche DMAIC est un outil puissant vigoureux, elle nous a permis d'analyser la globalité des soucis qui augmentent la perte MP en rejets, trouver les bonnes solutions, et revérifier leur efficacité au fur et à mesure leur mise en application à l'aide des indicateurs et des outils bien déterminés.

## **Conclusion générale**

L'objectif de ce travail était de maîtriser la fiabilité et faciliter le pilotage des capteurs DCO par la mise en œuvre des outils et techniques basés sur des études statistiques, ensuite l'utilisation de la démarche DMIAC qui consiste à appliquer les cinq étapes constitutives et successives pour la minimisation des pertes MP en rejets et l'amélioration continue du procédé.

# Bibliographie

[1] Présentation du groupe bel, site source : <https://www.groupe-bel.com/fr/groupe/bel-en-bref/>; consulté le 18/03/2022

[2] Présentation de la société fromageries bel Maroc, usine du Tanger, site source : <https://www.bel-maroc.ma/fr/lentreprise/bel-maroc/>; consulté le 21/03/2022

[3] Définition de la DCO, source : Thomas O & Mazas N (1986) La mesure de la demande chimique en oxygène dans les milieux faiblement pollués. *Analisis*, 14(6), 300-02

[4] Protocole de mesure DCO méthode décrite par Rodier, source : CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, Détermination de la demande chimique en oxygène : méthode de reflux en système fermé suivi d'un dosage par colorimétrie avec le bichromate de potassium, MA. 315 – DCO 1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, 2016-04-18 (Révision 4), 12 p.

[5] Capteur DCO, source : Information technique OUSAF11 Capteur optique pour la mesure de l'absorption VIS/NIR, site source : <http://www.fr.endress.com/ousaf11>

[6] Caractéristiques du capteur DCO, source : Manuel de mise en service OUSAF11 capteur optique pour la mesure de l'absorption VIS/NIR, site : <http://www.fr.endress.com/ousaf11>

[7] Coefficient de corrélation, site source:

[https://fr.wikipedia.org/wiki/Corr%C3%A9lation\\_\(statistiques\)](https://fr.wikipedia.org/wiki/Corr%C3%A9lation_(statistiques)); consulté le 04/04/2022

[8] Carte de contrôle, site source: [https://fr.wikipedia.org/wiki/Carte\\_de\\_contr%C3%B4le](https://fr.wikipedia.org/wiki/Carte_de_contr%C3%B4le) ; consulté le 20/04/2022

[9] Outil 5P, outil de résolution des problèmes, site source :

[https://fr.wikipedia.org/wiki/Cinq\\_pourquoi](https://fr.wikipedia.org/wiki/Cinq_pourquoi) ; consulté le 06/05/2022,

[10] Démarche six sigmas, et méthode DMAIC, site : <https://www.piloter.org/six-sigma/index.htm> ; consulté le 15/06/2022.

[11] Diagramme de Pareto, site source : [https://fr.wikipedia.org/wiki/Diagramme\\_de\\_Pareto](https://fr.wikipedia.org/wiki/Diagramme_de_Pareto) ; consulté le 19/05/2022,

# Annexes

**Annexe 1:** ES cumul STEP et ES de l'ensemble des zones S1 S2.

ES cumul S1 (Kg /jour)	ES cumul S2 (Kg /jour)	ES cumul STEP (Kg/j)	ES cumul S1 + S2 (Kg/j)
0	50	212	
135	30	172	165
82	38	124	120
185	37	258	222
90	50	158	140
61	66.5	168	127.5
46	24.2	125	70.2
108	28.9	165	136.9
107	46.6	160	153.6
86	36	80	122
148	57.5	195	205.5
90	105	210	195
160	41	211	201
20	34	67	54
98	28.3	147	126.3
92	34	151	126
75	49	127	124
138	38	205	176
57	41	105	98
70	32	105	102
45	43	100	88
23	28.3	60	51.3
180	37	240	217
70	47.8	135	117.8
180	40.7	250	220.7
140	42	198	182
25	47	75	72
56	9	68	65
76	29.5	68	105.5
160	37.5	222	197.5
160	48	80	208
80	60	166	140
46	70	130	116
17	46	77	63
24	14.5	35	38.5
0	32.7	40	32.7
0	53	70	53
55	48	120	103

160	56	220	216
53	49.3	100	102.3
288	38	356	326
36	8	38	44
75	27	100	102
254	54	310	308
171	51	225	222
61	56	110	117
180	56.8	248	236.8
27	51	79	78
115	26	140	141
162	53	240	215
355	28	400	383
115	37	140	152
150	46	190	196
100	56	150	156
254	54	307	308
20	32	50	52
100	32	125	132
259	56	325	315
186	52	241	238
274	19	295	293
156	46	200	202
20	19	30	39
50	19	65	69
130	35	160	165
110	32	135	142
285	78	370	363
145	38.6	180	183.6
175	37.9	216	212.9
22	10.5	39	32.5
2	13	21	15
70	23.7	100	93.7
170	27	205	197
210	50	273	260
79	28.2	123	107.2
210	39.5	261	249.5
20	8.8	35	28.8
46	0	45	46
	25.8	200	25.8
	28.7	195	28.7

**Annexe 2:** Mesures DCO capteur et DCO labo de 11 échantillons.

DCO Capteur	DCO Labo
760	902
970	1086
910	843
1020	1157
4760	4718
1210	1266
860	971
860	691
850	713
7984	10310
1600	1296

**Annexe 3:** Table Student-t

k	$\gamma$										
	0.25	0.20	0.15	0.10	0.05	0.025	0.010	0.005	0.0025	0.0010	0.0005
1	1.000	1.376	1.963	3.078	6.314	12.71	31.82	63.66	127.3	318.3	636.6
2	0.816	1.061	1.386	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	14.09	22.33	31.60
3	0.765	0.978	1.250	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	7.453	10.21	12.92
4	0.741	0.941	1.190	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	5.598	7.173	8.610
5	0.727	0.920	1.156	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	4.773	5.893	6.869
6	0.718	0.906	1.134	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	4.317	5.208	5.959
7	0.711	0.896	1.119	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	4.029	4.785	5.408
8	0.706	0.889	1.108	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	3.833	4.501	5.041
9	0.703	0.883	1.100	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	3.690	4.297	4.781
10	0.700	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	3.581	4.144	4.587
11	0.697	0.876	1.088	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	3.497	4.025	4.437
12	0.695	0.873	1.083	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	3.428	3.930	4.318
13	0.694	0.870	1.079	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	3.372	3.852	4.221
14	0.692	0.868	1.076	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	3.326	3.787	4.140
15	0.691	0.866	1.074	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	3.286	3.733	4.073
16	0.690	0.865	1.071	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	3.252	3.686	4.015
17	0.689	0.863	1.069	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.222	3.646	3.965
18	0.688	0.862	1.067	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.197	3.610	3.922
19	0.688	0.861	1.066	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.174	3.579	3.883
20	0.687	0.860	1.064	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.153	3.552	3.850
21	0.686	0.859	1.063	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	3.135	3.527	3.819
22	0.686	0.858	1.061	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	3.119	3.505	3.792
23	0.685	0.858	1.060	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	3.104	3.485	3.767
24	0.685	0.857	1.059	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	3.091	3.467	3.745
25	0.684	0.856	1.058	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.078	3.450	3.725

**Annexe 4: Moyennes journalières DCO mesurés par les capteurs.**

DCO UHT	DCO poudrage	DCO Mélangeur	DCO S1	DCO S2	DCO Usine
2629	1339	1434	1602	1262	1746
984	1309	609	1005	1446	546
1336	2082	676	1226	1436	1123
2431	546	477	1181	1520	1185
2200	645	900	1795	1022	1913
1158	2798	806	1120	1090	1462
1236	1491	1106	1313	603	1206
2362	1500	1452	1390	639	943
1036	1275	833	1090	980	835
2275	747	938	1249	480	1125
2030	1541	795	1203	1074	1027
2976	1882	1262	1151	957	1198
2146	788	540	1730	1072	8635
1950	735	908	1694	1017	624
1824	1840	1147	1479	1016	1390
1351	537	832	1805	1011	1515
1350	689	833	2537	1138	1677
2701	2020	1610	1366	1123	1680
1537	3298	1557	1171	1834	2128
879	2460	598	1164	1403	894
2469	1383	1153	1300	849	696
2422	1332	856	1690	1242	1470
2056	2581	1496	1757	1190	1382
1368	1459	1356	1675	1420	1346
3077	1121	1628	1355	1984	1986
776	4023	779	1243	1015	1986
788	1508	820	846	1100	1037
2033	1668	725	1662	947	863
1468	1014	1036	1362	1100	1363
1800	2380	1089	1662	1148	1069
1620	638	1683	1698	1349	1281
1401	1967	1075	1414	1205	1013
1496	6594	951	1069	1016	2092
1900	608	1008	1800	1035	867
1730	1507	1073	1617	934	625
1151		1328	1700	1248	1973
1200		1795	1540	1436	1428
1100		597	1250	1486	1748
1300		617	1214	1554	1852
1960		1365	1623	1410	2905
1081		1468	2207	1576	1545

1497		1671	1470	1420	1034
2300		736	1484	1120	1986
2050		587	1686	1274	1065
2025		1033	1708	1430	1100
2252		1269	1373	1382	1003
3041		1684	1559	1573	3332
2742		928	2662	1809	340
3545		1025	2384	1130	757
1671		1100	2022	1486	2541
1409		1754	1957	1430	1446
3525		766	1567	1572	2353
793		904	1347	1644	1847
796		1589	1385	1494	497
421		451	4591	2285	430
1484		869	3288	1861	921
		521	1955	1640	789
				1800	2722
				1173	1430

**Annexe 5:** valeurs de la constante A.

Taille	$A_2$
2	1,880
3	1,023
4	0,729
5	0,577
6	0,483
7	0,419
8	0,373
9	0,337
10	0,308
11	0,285
12	0,266
13	0,249
14	0,235
15	0,223
16	0,212
17	0,203
18	0,194
19	0,187
20	0,180

**Annexe 6:** réactifs pour la mesure de la demande chimique en oxygène.

- Eau distillée fraîchement préparée.
- Sulfate de mercure cristallisé.
- Solution de sulfate d'argent :  
 Sulfate d'argent cristallisé.....6,6 g  
 Acide sulfurique (d=1,84).....q.s.p 1000 ml
- Solution de sulfate de fer et d'ammonium 0,25 N :  
 Sulfate de fer et d'ammonium.....98 g  
 Acide sulfurique (d=1,84).....20 ml  
 Eau distillée.....q.s.p 1000 ml

Le titre de cette solution doit être vérifié tous les jours.

- Solution de dichromate de potassium 0,25 N :  
 Dichromate de potassium (séché deux heures à 110°C).....12,2588 g  
 Eau distillée.....q.s.p 1000 ml
- Solution de ferroïne :  
 1-10-phénanthroline.....1,485 g  
 Sulfate de fer.....0,695 g  
 Eau distillée.....q.s.p 1000 ml

Dissoudre la phénanthroline et le sulfate de fer dans l'eau et compléter le volume.

**Annexe 7:**Pertes hebdomadaires en MP durant l'année 2022.

	Bon Poids	Sur Poids	Destructions	ES égoût	Mise en œuvre MP	Mise en œuvre REEMP	Ecart presse	Prélèvements labo	Ecart poids Condi	Impacte réemploi PE
Semaine 1	214	462	0	1726	133.69	30.574	350.784	121	54	1600
Semaine 2	250	480	0	1630	191.951	27.943	318.304	124	-9	0
Semaine 3	312	416	142	1600	156.372	28.917	313.432	106	41	0
Semaine 4	269	92.346	108	1217	365.881	21.195	323.76	111	145	0
Semaine 5	153	351	0	1123	269.636	15.018	202.98	89	47	0
Semaine 6	397.899	357.899	68	980	393.959	16.468	187.308	105	94	0

Sema ine 7	272. 634	269. 076	0	923	284.59	17.222	225.1 8	86	22	0
Sema ine 8	267	397	61	102 6	568.61	18.704	284.1 85	90	94	0
Sema ine 9	177. 208	310	0	904	210.71	9.606	198.8 55	85	72	0
Sema ine 10	256. 609	268. 485	0	121 2	232.07	11.287	203.7 15	85	14	0
Sema ine 11	160. 998	333. 951	92	147 7	286.89	18.724	298.8 9	103	107	-1600
Sema ine 12	163. 496	562. 191	0	103 6	227.89	9.543	109.3 5	84	43	1600
Sema ine 13	247. 814	235. 919	0	910	168.24	10.748	155.9 25	66	79	0
Sema ine 14	279. 001	348	28	127 3	266.78	14.807	267.3	88	-1	0
Sema ine 15	330. 994	327. 613	981.8 75	144 8	271.83	14.987	199.6 65	91	135	0
Sema ine 16	232. 171	299. 332	0	168 2	290.38	9.11	304.1 55		41	0
Sema ine 17	320. 565	323. 146	120	113 6	269.57	3.399	252.3 15	99	76	0