

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des sciences et techniques
Département de Biologie



PROJET DE FIN D'ETUDES

Licence Sciences & Techniques (LST)
Biotechnologie et Valorisation des Phyto-Ressources (BVPR)

Thème

Contribution à l'étude de la validation du processus de nettoyage en place au sein de la société **FRULACT.**



Présenté le 06/07/2021 par Mr :

OUTINI Mounir

Devant la commission du jury composé par :

Pr. SQALLI Hakima

Pr. ATMANI Majid

Mme. BARDOUCH Khadija

Année universitaire 2020/2021

Remerciement

Louange à dieu le très grand et miséricordieux, le seul et unique qui m'a donné la force et le courage pour terminer mes études et élaborer ce travail.

Avant de commencer la présentation de ce travail, Je profite de l'occasion pour remercier toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce projet de fin d'études.

J'exprime ma profonde gratitude à mes parents pour leurs encouragements. Ainsi, remercie particulièrement mon encadrant **Mr ATMANI Majid**. Pour son suivi continué tout le long de la réalisation de cette mémoire, et qui n'a pas cessé de donner ses conseils et ses remarques.

De même, je remercie infiniment le jury Mme SQUALLI HAKIMA d'avoir accepté de juger ce Modest travail.

Mes remerciements vont aussi à **Mme BARDOUCH Khadija**. Mon encadrante d'entreprise pour son accueil chaleureux. Mes remerciements vont aussi à tous professeurs, enseignants et toutes les personnes qui m'ont soutenu jusqu'au bout, et qui ne cessent de me donner des conseils très importants en signe de reconnaissance.

Merci également à tout le personnel de la société **FRULACT**, le directeur, les techniciens, ainsi le personnel du laboratoire.

Je tiens à dédier ce modeste travail à mes chers parents qui m'ont soutenu tout au long de notre cursus. Ma famille, mes proches et mes amis. Ainsi qu'à tous ceux qui nous sont chers. A tous mes enseignants depuis mes premières années d'études. À tous mes amis et collègues. À tous les étudiants de notre promotion.

Sommaire

Introduction	5
--------------------	---

Chapitre I : Présentation générale de la société FRULACT

I- Généralités sur la société	7
II- Engagements de la société.....	7
III- Organigramme du groupe.....	8
IV- Fiche technique	9
V- Infrastructure.....	9

Chapitre II : Nettoyage en place (NEP)

I- Généralités.....	11
II- Description de l'installation NEP.....	11
III- Processus généraux du NEP	13
1. Le prérinçage.....	14
2. Lavage caustique	14
3. Rinçage intermédiaire	14
4. Rinçage final.....	14
5. Rinçage assainant.....	15
IV- Les paramètres influençant le nettoyage.....	15
V- Optimisation du processus du NEP	16
VI- Méthode préparation solution nettoyage.....	18

Chapitre III : Matériels et méthodes

I. Matériels.....	21
i- Matériels biologiques.....	21
II- Méthodes.....	23
1- Système CIP.....	23
2- Mode opératoire.....	23
3- Mode de calcul.....	24
4- Présentation de l'étude.....	25
5- Méthode de prélèvement.....	25
6- Les contrôles physiques.....	25
7- Analyse des paramètres microbiologiques	25
8- Expression de résultat.....	26

Chapitre IV : Résultats et discussion

Résultats.....	28
I- Analyse de l'eau de rinçage.....	28
1- Contrôle physique.....	28
2- Analyse microbiologique.....	28
II- Optimisation sur la quantité de la soude utilisée.....	29
Discussion.....	31
Conclusion générale et perspectives.....	32
Références Bibliographiques.....	33

Liste d'abréviations

CIP	: Clean In Place
CT	: Coliformes Totaux
EC	: Escherichia Coli
ENT	: Entérobactérie
FMT	: Flore Mésophile Aérobie Totale
HACCP	: Hazard Analysis Critical Control Point
N°	: Numéro
NEP	: Nettoyage En Place
OMS	: Organisation Mondiale de la Santé
Ppm	: Parti Par Million
T1500	: Tank 1500 litres
T5M	: Tank 5000 litres
T6M	: Tank 6000 litres
TACT	: Température, Action mécanique, Concentration, Temps
TBX	: Tryptone Bile X
UFC	: Unité Formant Colonie
VRBA	: Violet Red Bile Agar
VRBGA	: Violet Red Bile Glucose Agar
FDM	: Industries alimentaires, des boissons et laitières

Liste des tableaux et figures

Liste des tableaux

Tableau 1	: Températures fréquemment utilisée en nettoyage.
Tableau 2	: Les dosages des détergents à utiliser pour le nettoyage.
Tableau 3	: Présentation de l'étude effectuée.
Tableau 4	: Résultat du contrôle physique.
Tableau 5	: Résultat de l'analyse microbiologique.
Tableau 6	: Processus CIP de l'essai n°1.
Tableau 7	: Processus CIP de l'essai n°2.
Tableau 8	: PH et de la température en fonction de la concentration.
Tableau 9	: Résultat des analyses microbiologiques.

Liste des figures

Figure 1	: Organigramme de la société FRULACT .
Figure 2	: Infrastructure de la société FRULACT .
Figure 3	: Un système CIP de réutilisation typique.
Figure 4	: Installation de CIP.
Figure 5	: Les étapes essentiels du NEP.
Figure 6	: Localisation de l'usine Frulact .

Introduction

Les sociétés de transformations alimentaires doivent nettoyer leurs matériels et installations d'une manière régulière afin d'évoluer le rendement des équipements et des machines et aussi d'assurer la sécurité sanitaire de leurs produits finis. Il s'agit ici de minimiser les risques de contamination des produits en particulier par les pathogènes, à un niveau acceptable. Un risque nul n'est malheureusement pas envisageable. En effet, les procédures d'hygiène s'avèrent parfois inefficaces.

De nos jours les industries agroalimentaires et pharmaceutiques utilisent le nettoyage en place (NEP ou CIP « Cleaning In Place ») comme méthode standard de désinfection et de lavage.

Le NEP est un système automatique de nettoyage des installations comme les emballages en inox sans avoir besoin à les démonter. Plus précisément le NEP est le nettoyage d'équipements complets ou de circuits de canalisations, in situ, sans démontage et avec peu ou pas d'intervention manuelle. La considération primordiale du NEP est que le processus et l'équipement NEP doit être conçu de manière hygiénique ; sinon, le nettoyage ne sera pas acceptable. Des ensembles NEP distincts pour les lignes de produits bruts et post-traités thermiquement sont également requis. Une grande partie de la science du nettoyage en place est la même que pour les surfaces ouvertes, bien que les entrées relatives pour chacun des quatre facteurs de nettoyage puissent être très différentes.

Ils existent quatre facteurs opérationnels qui affectent le processus de nettoyage global : Durée, Température, Concentrations chimiques, Force mécanique. Lors de la conception des procédures de nettoyage, ces facteurs doivent être soigneusement pris en compte.

Le but de cette étude est d'optimiser et suivre le nettoyage en place dans la société **FRULACT** dans le but de viser l'amélioration de l'efficacité du NEP dans la société **FRULACT** qui est axée sur les préparations à base de fruits [1] [2].

Ce présent manuscrit se compose de trois grandes parties ;

- Première partie : Etude bibliographique.
- Deuxième partie : Matériels et méthodes.
- Troisième partie : Résultats et discussion.

Chapitre I :
Présentation générale de la société
FRULACT

I. Généralités sur la société :

FRULACT est un groupe entrepreneurial créé en 1987. C'est une entreprise innovatrice dans la fourniture d'ingrédients à valeur ajoutée pour les industries alimentaires et des boissons, yaourt, desserts... axé sur les préparations à base de fruits, de plantes et d'autres ingrédients de spécialité.

FRULACT fournit dans le monde entier une gamme complète aux producteurs de produits laitiers, de boissons et de crèmes glacées à partir de ses unités de production en Europe (Portugal et France), en Amérique du Nord (Canada) et en Afrique (Maroc et Afrique du Sud).

Le siège social de **FRULACT** est situé au Portugal et la société appartient à Ardian, une société d'investissement privée de premier plan au niveau mondial.

Basée à Maia - Porto, **FRULACT** emploie plus de 750 personnes, exploite 9 sites en Europe, en Afrique et en Amérique du Nord et vend ses produits dans plus de 40 pays, générant près de 115 millions d'euros de chiffre d'affaires. L'entreprise, fondée par la famille Miranda et dirigée par João Miranda, a de solides antécédents de croissance reposant à la fois sur des initiatives organiques et des acquisitions [7] [8].

II. Engagements de la société :

- ✚ Pour créer aujourd'hui et demain des aliments meilleurs, **FRULACT** envisage l'avenir avec ambition et s'assure toujours que l'innovation est au cœur de tout ce qu'il fait.
- ✚ L'Innovation est l'aliment de l'évolution, de la croissance et de la différenciation de **FRULACT**.
- ✚ Soutenus par la connaissance, **FRULACT** valorise ce que la nature nous offre. La société ajoute de la valeur aux matières premières grâce à des méthodes de traitement innovantes et efficaces :



FRULACT développe et fournit des produits en accord avec les nomenclatures certifiées suivantes :



III. Organigramme du groupe :

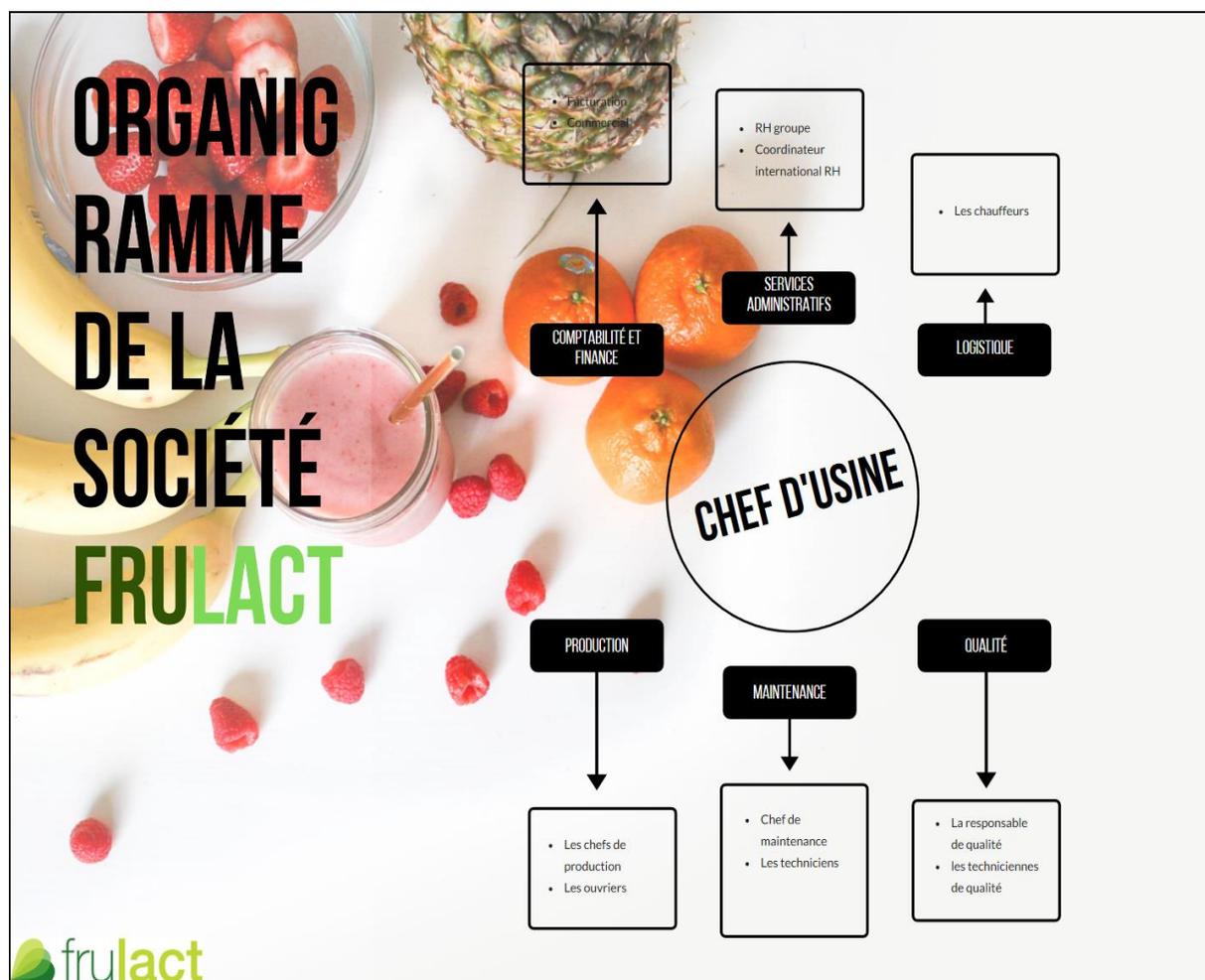


Figure 1 : Organigramme de la société FRULACT

IV. Fiche technique

Raison sociale : Société FRULACT SGPS, S.A



Adresse : Route de Rabat - Tanger, Z.I. Hostal lot. N° 2 - BP 27 - b.p.27 - 92000 Larache

Téléphone : (0)539523020

Site web: www.frulact.com

Capital: 10 150 600 DHS

Forme juridique : Société à Responsabilité Limitée à Associé Unique.

Date de création : 2007

Effectif : 152

Cadres : 52

Directeur de groupe : Mr Nabil sbaii

Secteur d'activité : spécialisée dans le secteur d'activité de la transformation et conservation de fruits.

Chiffre d'affaires : 17 millions d'euros en 2013

20 millions d'euros (+17%) en 2014

26 millions d'euros (+30%) en 2015 [5] [7].

V. Infrastructure :

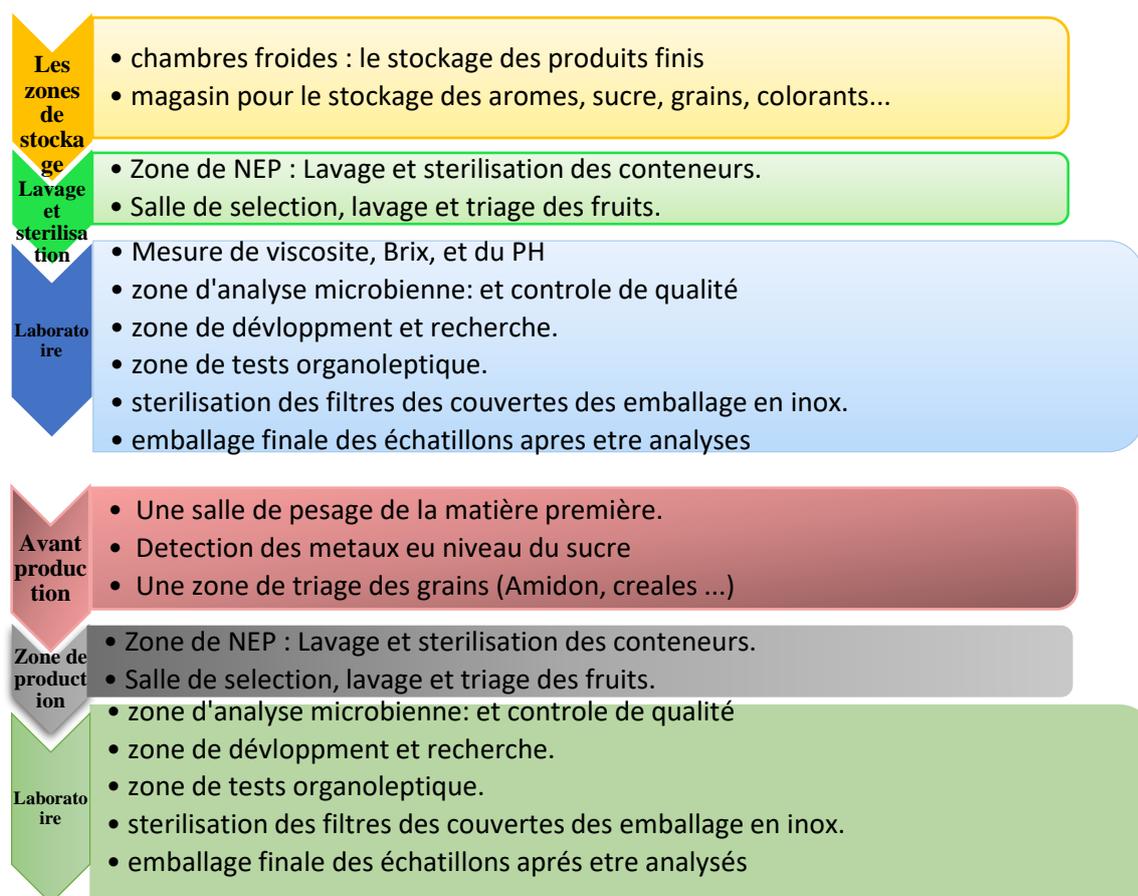


Figure 2 : Infrastructure de la société FRULACT

Chapitre II :

Nettoyage en place (NEP)

I. Généralités

Toutes les industries des aliments, des boissons et du lait (FDM), quels que soient leur taille, leur emplacement géographique ou le stade du processus de production, doivent se conformer aux normes de sécurité alimentaire requises. Le nettoyage est l'élimination totale des déchets de matières organiques ou des composants du produit et d'autres pollutions visibles. Alors que la désinfection prétend éliminer tous les micro-organismes pathogènes et la plupart des non pathogènes qui affecteraient la qualité du produit. Un programme de nettoyage peut être composé de certaines des étapes suivantes :

- ✚ Prérinçage,
- ✚ Cycle de nettoyage qui peut inclure le lavage caustique, Rinçage intermédiaire, Lavage acide, Rinçage
- ✚ Désinfection
- ✚ Rinçage final.

II. Description de l'installation NEP

Un système NEP est généralement composé d'un ou plusieurs réservoirs, d'une alimentation NEP, d'une pompe de recirculation NEP, des pompes doseuses pour l'alimentation en produits chimiques de nettoyage, un échangeur de chaleur pour chauffer les solutions de nettoyage, Tuyauterie d'alimentation NEP et de retour NEP, vannes, instrumentation (sondes de température et de conductivité, transmetteurs de pression, etc.), des débitmètres et un système de contrôle plus ou moins automatisé.

Il existe quatre types de base de concepts NEP :

- Le nettoyage par remplissage, ébullition et vidage.
- Les systèmes NEP à voie unique.
- Systèmes NEP à usage unique
- Systèmes NEP à réutilisation.

Pour choisir quel type de station NEP doit être installés dans une usine de traitement, critères économiques, réglementations locales concernant l'eau et les eaux usées comme ainsi que la taille et le nombre d'objets à nettoyer, la fréquence des opérations de nettoyage et aussi le risque de contamination croisée potentielle par des allergènes doit être prises en compte [10].

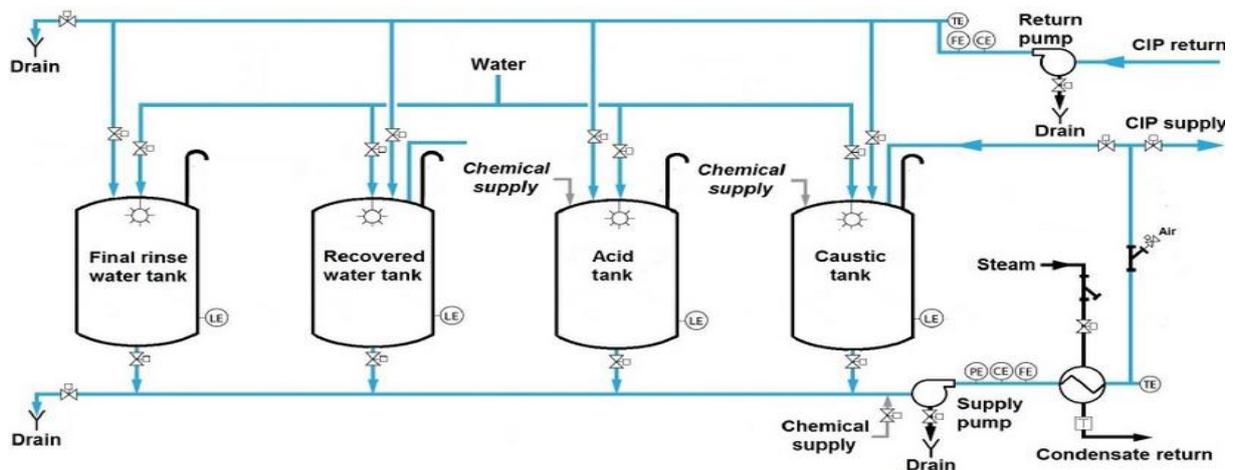


Figure 3 : Un système CIP de réutilisation typique [10].

Un système CIP de réutilisation typique comprend un ou plusieurs réservoirs caustiques, un réservoir d'acide, un réservoir de récupération d'eau et un réservoir d'eau de rinçage final, tous interconnectés par des tuyaux et munis de vannes et d'un collecteur équipé d'une alimentation CIP et pompes de retour. Les produits chimiques détergents sont alimentés dans le réservoir ou en ligne. Le contenu de chacun des réservoirs CIP est mélangé par recirculation sur le réservoir NEP correspondant via la pompe d'alimentation/recirculation NEP, et est quant à lui chauffé lors de son passage sur l'échangeur de chaleur.

À la force adéquate et température, le tout surveillé par des capteurs de conductivité et de température, la vanne de recirculation se ferme et la solution de nettoyage s'écoule dans la conduite d'alimentation CIP. Les solutions de nettoyage peuvent être réacheminées vers le Système CIP soit par gravité (si possible) soit via une pompe de retour CIP à basse vitesse. Les solutions sont récupérées dans les réservoirs correspondants ou envoyés à l'égout [11].

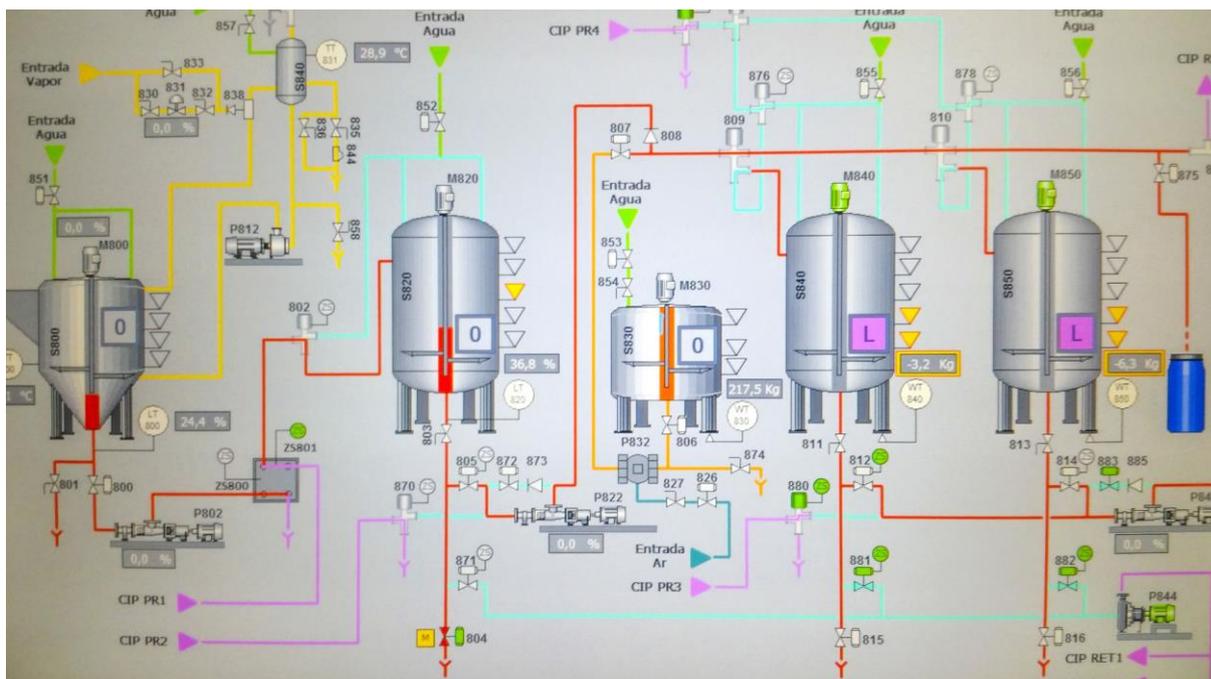


Figure 4 : Installation de CIP [21].

III. Processus généraux du NEP :

Les cycles CIP sont généralement exécutés soit après un cycle de traitement qui a produit des salissures normales, soit lors du passage d'une ligne de traitement d'un produit à un autre.

Chaque cycle de nettoyage CIP a son propre ensemble de paramètres, il n'y a donc pas vraiment de cycle CIP « typique ». Les éléments, la séquence et la durée du processus de nettoyage peuvent varier considérablement d'un système à l'autre, mais certaines étapes courantes sont incluses dans la plupart des cycles de nettoyage :



Figure 5 : Les étapes essentielles du NEP [12].

1. Le prérinçage :

C'est une étape très importante du processus CIP car un prérinçage bien surveillé et bien exécuté rend le reste du cycle de lavage prévisible et reproductible.

- Mouille la surface intérieure des conduites et des réservoirs
- Élimine la plupart des résidus restants
- Dissout les sucres et fait fondre partiellement les graisses
- Fournit un test de pression non chimique du chemin d'écoulement CIP.

2. Lavage caustique :

Les lavages caustiques adoucissent les graisses, les rendant plus faciles à éliminer. Également connu sous le nom de soude caustique, hydroxyde de sodium ou NaOH, l'alcali utilisé dans les lavages caustiques à un pH très élevé dans une plage de concentration de 0,5 à 2,0 %. Des concentrations aussi élevées que 4% peuvent être utilisées pour les surfaces très sales. La soude caustique est généralement utilisée comme détergent principal dans la plupart des cycles de lavage CIP. Une formulation non moussante peut aider à réduire la cavitation de la pompe et à augmenter l'efficacité. Le premier lavage est envoyé à l'égout et le second peut être récupéré et réutilisé.

3. Rinçage intermédiaire :

L'eau douce évacue les traces résiduelles de détergent restantes du lavage caustique. Utilisez des instruments appropriés à chaque étape du cycle NEP, y compris le rinçage, pour assurer un nettoyage correct.

- Les transmetteurs de niveau et les sondes surveillent les niveaux des réservoirs de lavage et de rinçage.
- Les transmetteurs de débit assurent débit optimal pour les dispositifs de pulvérisation afin de contrôler avec précision les étapes de lavage et de rinçage.
- Les transmetteurs de conductivité garantissent que les niveaux de produits chimiques atteignent le point de consigne prédéterminé.

4. Rinçage final :

Rincez avec de l'eau déminéralisée, l'osmose inverse ou de l'eau de ville pour rincer les agents de nettoyage résiduels. Dans de nombreux systèmes, l'eau de rinçage finale peut être récupérée et réutilisée comme solution de prérinçage pour le cycle de nettoyage suivant. La

chaleur résiduelle et les produits chimiques qu'il retient du rinçage final contribueront à rendre le prochain pré-rinçage plus efficace et économique.

5. Rinçage assainissant :

Peut être nécessaire pour aider à tuer les micro-organismes avant de commencer le prochain cycle de production. Pendant de nombreuses années, diverses solutions d'hypochlorite (potassium, sodium ou calcium), également appelées « hypo », ont été utilisées comme désinfectants dans de nombreux cycles CIP. L'ingrédient actif dans un rinçage désinfectant est le chlore (eau de Javel). Ces dernières années, plus d'assainissement les gestionnaires se sont détournés des désinfectants à base d'eau de Javel en faveur de l'acide peracétique (PAA), une combinaison de peroxyde d'hydrogène et d'acide acétique [12].

IV. Les paramètres influençant le nettoyage

Une recette de nettoyage efficace est basée sur quatre paramètres clés (parfois appelés « la règle des 4 T »).

Le système d'automatisation des processus surveille et vérifie ces quatre paramètres fondamentaux. En utilisant un logiciel pour calculer la combinaison optimale de chaque paramètre, une réduction considérable des coûts peut être obtenue. Les quatre « T » sont définis comme suit :

 **Temps** : La durée des cycles de nettoyage

Plus une solution de nettoyage reste longtemps en contact avec la surface de l'équipement, plus la quantité de saleté alimentaire éliminée est importante. Une augmentation du temps conduit à une réduction des exigences de concentration chimique.

 **Titre** :

Les concentrations chimiques varient en fonction du produit chimique lui-même, du type de souillure alimentaire et de l'équipement à nettoyer. La concentration sera normalement réduite à mesure que le temps et la température augmentent.

 **Turbulence** :

La vitesse et l'impact des liquides projetés par les produits de nettoyage qui doivent être générés pour effectuer la tâche de nettoyage (vitesse minimale de 1,5 mètre/seconde).

✚ **Température** : la température des produits de nettoyage

Tableau 1 : Températures fréquemment utilisée en nettoyage en fonction des gammes de température dans les industries agro-alimentaires selon Guilbert (1994).

Températures	Equipements/ procédé de transformation
5°C à 40°C	Réacteur, tank de stockage ou d'alimentation,
50°C à 70°C	Tank de stockage de lait, crèmes, yaourts,
70°C à 90°C	Installation de transformation des aliments, tubes de connexion, refroidisseur,
90°C à 130°C	Installation de traitement UHT, unité de stérilisation de dessert,

Une bonne analogie pour comprendre le fonctionnement de la règle des 4 T est de comparer le processus à celui d'un humain se lavant les mains grasses. La graisse sur la peau a besoin d'une quantité particulière de savon ou de détergent pour éliminer la graisse (titre). De plus, l'eau doit être suffisamment chaude pour réagir avec la graisse et le détergent (température). Les mains doivent être frottées ensemble (turbulence) assez longtemps (temps) pour être complètement propres. Si l'un de ces éléments n'est pas tout à fait correct, par exemple, pas assez de savon, l'eau est froide ou les mains ne sont pas lavées assez longtemps, alors les mains ne seront pas propres [12].

V. Optimisation du processus du NEP

✚ **Réutilisation de la solution du nettoyage** :

Il est pratique courante et économiquement prudent de réutiliser à la fois la soude caustique et les solutions acides. Lorsque des degrés élevés d'encrassement sont rencontrés (par exemple dans les pasteurisateurs de lait), il n'est pas toujours pratique de récupérer les solutions. Pour minimiser la consommation d'eau, l'eau de rinçage final est généralement récupérée et utilisée comme premier rinçage du prochain nettoyage. Après un certain nombre de nettoyages (environ 100), il est conseillé d'éliminer les solutions en raison d'une accumulation de solides dans les solutions chimiques. Alternativement, des entreprises spécialisées en vente et innovation des matériels de nettoyage ont également développés des systèmes à membrane pour filtrer activement le sol des solutions de nettoyage afin de permettre une réutilisation efficace.

S'il est obligatoire qu'aucune contamination ne se produise entre les lots, des systèmes à usage unique doivent être utilisés. Il n'est pas pratique de réutiliser des solutions désinfectantes telles que l'hypochlorite en raison d'une courte durée de vie active [14].

Perte d'innovation et de flexibilité :

Les fabricants d'aliments et de boissons doivent innover pour rester compétitifs. Les recettes doivent être améliorées et de nouvelles gammes de produits développées. Par conséquent, les systèmes NEP doivent être flexibles afin de s'adapter aux différents types d'encrassement des équipements au fur et à mesure de l'évolution des gammes de produits. Les opérateurs doivent être en mesure de modifier les recettes de nettoyage pour les adapter à des types particuliers d'encrassement, qu'il s'agisse de produits (sucre, graisse, protéines ou minéraux) ou microbiens (micro-organismes végétatifs ou micro-organismes sporulant) et s'assurer que le système CIP est fonctionné de manière efficace. Le chocolat, par exemple, nécessitera une recette de nettoyage différente pour le beurre que pour la farine.

Les systèmes CIP modernes, équipés d'un logiciel d'automatisation, permettent une analyse simple de n'importe quel aspect du processus. Cette traçabilité du système offre un certain nombre d'avantages :

1. Les opérateurs peuvent contrôler chaque opération CIP pour vérifier si elle a fonctionné correctement.
2. Les diagnostics sont simples à effectuer et fournissent des informations détaillées sur chaque élément du cycle de nettoyage.
3. Les défauts et les problèmes peuvent être rapidement mis en évidence et rectifiés.
4. Les gestionnaires d'usine peuvent générer des rapports opérationnels détaillés.
5. Les rapports sur la sécurité alimentaire destinés aux régulateurs sont faciles à assembler et plus complète [13].

Améliorations incrémentielles des processus

Les fabricants d'équipements s'assurent que les systèmes CIP sont installés et en bon état de fonctionnement, mais ces systèmes doivent être réglés avec précision en fonction de l'environnement de l'usine particulière. Certains fabricants d'aliments et de boissons ont essayé d'améliorer l'efficacité de leurs systèmes CIP. Le processus implique une approche manuelle d'essais et d'erreurs qui ne considère pas une vue holistique du système. Ces techniques d'amélioration de l'efficacité impliquent les éléments suivants :

1. **Modification des produits chimiques** : De nouveaux produits chimiques peuvent être expérimentés ou la concentration des produits chimiques existants peut être modifiée pour voir si la propreté est obtenue plus facilement. Le risque est que les nouvelles versions s'avèrent plus coûteuses.
2. **Modification des temps de nettoyage** : L'augmentation ou la diminution du temps nécessaire pour le rinçage ou pour les cycles de solution chimique peut entraîner des gains d'efficacité, bien que l'équilibre entre les temps d'arrêt de la production et l'impact sur les niveaux de tolérance de sécurité devra être reconsidéré.
3. **Ajuster la température de l'eau** : Augmenter la température de l'eau pour réduire le temps de nettoyage ou au contraire diminuer la température pour réduire les coûts énergétiques sont également des options possibles.
4. **Reconfigurer les paramètres** : Une étude de l'utilisation des lignes CIP peut être un moyen utile d'améliorer l'efficacité de la production. Par exemple, si la ligne 1 est à 100 % de sa capacité et que la ligne 2 est rarement utilisée, un simple rééquilibrage consisterait à déplacer certains équipements de nettoyage vers la ligne 2.
5. **Maximiser l'efficacité chimique** : L'introduction de détergents à base d'enzymes pour accélérer les réactions chimiques ou des membranes pour filtrer les produits chimiques et permettre leur réutilisation plus longtemps permet d'économiser des ressources.
6. **Mettre en œuvre des solutions respectueuses de l'environnement** : Les Bio-contaminants éliminent le besoin d'utiliser des produits chimiques agressifs et peuvent aider à réduire la quantité d'énergie, de temps et d'eau pour le processus de nettoyage [13].

VI. Méthode préparation solution nettoyage :

a. Objectif :

Etablir la méthodologie pour la préparation des solutions des produits de nettoyage.

b. Matériels :

-  Béchers 1Lt
-  Seaux gradués 25Lt

c. Méthode :

- Les seaux sont places au niveau de l'usine par rapport a la couleur des étiquettes correspondantes (la couleur des étiquettes par secteur est identifiée dans ITLA-024)
- Chaque seau est identifié avec une étiquette du produit correspondant

- En cas du dosage des détergents manuellement, les dosages à utiliser sont comme suit :

Tableau 2 : Les dosages des détergents à utiliser pour le nettoyage [16].

Emballage	Quantité Eau Seau	Détergent	Dosage	Quantité Détergent Seau
Seau Plastique Gradué 25 Lt	20 Lt	P3-Topax 12	2% (v/v)	0,4 Lt
		P3- Asepto Liquide	5% (v/v)	1 Lt
		P3-Topax 66	3% (v/v)	1.8 Lt
Bassin Filtres (Production)	150Lt	P3-Oxonia Active	0.5% (v/v)	0.75Lt
	150Lt			
	80Lt			0.4Lt

Chapitre III : Matériels et méthodes

I. Matériels :

i. Matériels biologiques :

✚ Echantillonnage de l'eau :

Dans cette présente étude, l'eau utilisée est prélevée dans l'usine **Frulact** (figure) située environ à 90km au sud de Tanger vers la route de Rabat à 34m d'altitude.

Frulact est un groupe portugais dispose à Larache de deux sociétés : Innovafruits chargée de la réception des fruits, du lavage, tri, pelage, dénoyautage etc... et Fruprep opérant dans la transformation de fruits congelés pour fournir ses clients industriels laitiers sur les marchés d'Afrique, d'Europe et du Moyen Orient.

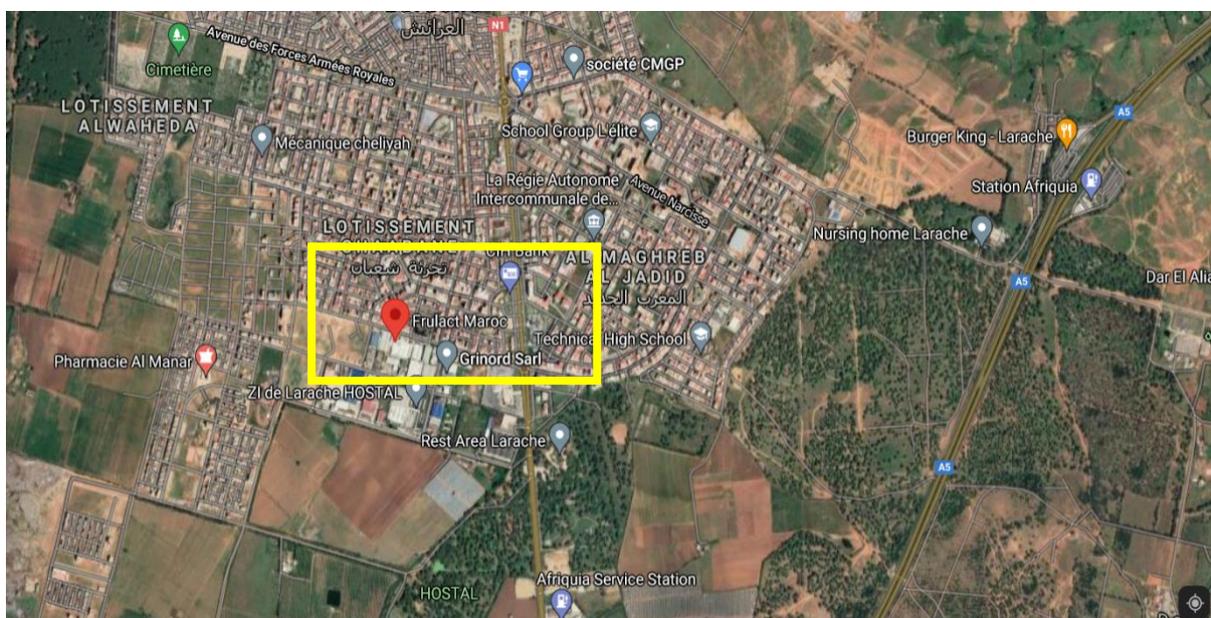


Figure 6 : Localisation de l'usine **Frulact** [15].

✚ Milieux de culture

Les milieux de culture utilisés dans ce travail sont des milieux près à l'emploi.

Violet Red Bile Agar (VRBA) :

C'est un milieu sélectif utilisé pour détecter et dénombrer les microorganismes fermentant le lactose. Le milieu est recommandé pour une utilisation dans l'analyse microbiologique du lait et d'autres produits laitiers, et pour utilisation dans l'examen de l'eau [17].

Violet Red Bile Glucose Agar :

C'est un milieu sélectif contenant du glucose pour la détection et le dénombrement des Entérobactéries dans les produits alimentaires et le traitement des eaux [18].

Plate Count Agar (PCA) :

C'est une gélose glucosée à l'extrait de levure. Il est utilisé en bactériologie alimentaire pour le dénombrement des bactéries aérobies dans le lait, les viandes, les autres produits alimentaires ainsi que les produits pharmaceutiques [19].

TBX :

Le TBX ou Tryptone Bile X Glucuronide Agar est un milieu chromogène sélectif pour la détection et le dénombrement d'Escherichia colis dans les aliments [20].

✚ Réactifs des produits de nettoyage :

❖ **La soude caustique** : Aussi connu sous le nom d'hydroxyde de sodium ou NaOH. Il s'agit d'un alcali avec un pH très élevé qui est généralement utilisé dans une plage de concentration de 0,5 à 2,0 %. En effet la société FRULACT a essayé un intervalle de concentration qui varie entre 0.5 et 2.0 %, et se sont les deux bornes qu'on a utilisé pour les analyses microbiologiques. Des concentrations aussi élevées que 4% peuvent être utilisées pour les surfaces très sales.

- Généralement utilisé comme détergent principal dans la plupart des cycles de lavage CIP.
- Adoucit les graisses, les rendant plus faciles à éliminer.
- La formulation non moussante peut aider à réduire la cavitation de la pompe et à augmenter l'efficacité.

❖ **L'acide nitrique** : Le produit de lavage le plus couramment utilisé pour l'élimination du tartre et la stabilisation du pH après un lavage caustique. À une concentration typique de 0,5%, il peut être utilisé efficacement à des températures plus basses que les solutions caustiques, nécessitant moins de chauffage.

- Utilisé régulièrement par les laiteries pour éliminer le tartre de lait ou « pierre de lait »
- Excellent pour raviver l'acier inoxydable décoloré en éliminant les taches minérales calcifiées.

- Doit être utilisé avec prudence car ils peuvent attaquer certains élastomères dans le système comme les joints ou les sièges de soupape provoquant une dégradation ou une défaillance prématurée.

II. METHODES :

1- Système CIP

Chaque cycle de nettoyage démarre par un pré-nettoyage et se termine par un rinçage final. Les produits de nettoyage sont conduits à la station centrale de NEP vers l'installation CIP. A la fin de chaque cycle CIP, l'opérateur du laboratoire fait un prélèvement de l'eau de rinçage final pour vérifier le déroulement du NEP.

2- Mode opératoire

Dans cette étude, le système NEP se divise en 7 étapes à savoir le pré-rinçage, le nettoyage soude, le rinçage intermédiaire, le nettoyage acide, le rinçage intermédiaire, la désinfection et le rinçage final. Il y a 4 tanks distincts se trouvant dans la station CIP qui sont le tank de l'eau pour le rinçage et les tanks des produits chimiques (soude, acide) pour le nettoyage. Différents boutons (ayant chacun son rôle) permettent d'interchanger les produits circulés dans les lignes à nettoyer. Le prélèvement de l'eau de rinçage se fait dans le tank tampon et dissolution nommé tanks 6000 litres (T6M), et dans les deux tanks du produit fini appelé tanks 5000 litres (T5M) et tank 1500 litres (T1500). Toutes les eaux de rinçage sont dirigées dans l'égout public cependant les produits de nettoyage sont récupérés pour être réutilisés en faisant un circuit fermé. L'opération du nettoyage procède au NEP avant et/ou après chaque fabrication et la fin de la semaine.

3- Mode de calcul :

La préparation du produit de nettoyage se calcule comme suit :

La soude caustique utilisée a un pourcentage en masse de 99%, c'est-à-dire, qu'elle contient une impureté de 1%.

Quatre-vingt-dix-neuf pourcent (99%) veulent dire que dans 100g de solution, on a 99g de NaOH pure. Dans ce résultat, l'impureté de 1% est très petite, alors, elle peut être négligée pour le cas de la soude caustique.

La préparation de la solution de soude pour le nettoyage est faite à partir de la formule de la fraction massique suivant :

$$\% \text{ soude} = \frac{m_{\text{soluté}}}{V_{\text{solution}}} \times 100$$

$\% \text{ soude}$: Pourcentage de la solution soude qu'on veut préparer (%)

$m_{\text{soluté}}$: Masse du NaOH 99% (kg)

V_{solution} : Volume de la solution soude préparé (L)

4- Présentation de l'étude :

Le nettoyage soude est l'un des éléments qui favorise le nettoyage en place. Alors, les paramètres étudiés sont :

- ✚ La concentration de soude
- ✚ La température appliquée
- ✚ Le temps de contact

Deux essais vont être réalisés (tableau) pour pouvoir optimiser la quantité de soude avec ses paramètres d'efficacité. Les concentrations de soude lors des essais sont 0,8% et 2%, et à des températures de 70 et 80°C.

Tableau 3 : Présentation de l'étude effectuée.

Essai	1	4
Concentration de la solution soude (%)	0,8	2
Température (°C)	80	70
Temps de contact dans le tank 6M (min)	15	10
Temps de contact dans le tank 5M et tank 1500 (min)	30	20

5- Méthode de prélèvement :

Le prélèvement des échantillons est l'une des étapes les plus critiques au cours de l'évaluation de la qualité de l'eau. Il est donc indispensable que l'échantillonnage soit effectué avec prudence et une bonne technique afin d'éviter toutes les sources possibles de

contamination. Notre échantillon est l'eau de rinçage final après le processus CIP. Le prélèvement se fait en présence de la flamme dans le but d'éviter les contaminations qui proviennent de l'environnement et les échantillons doivent être prélevés dans un erlenmeyer 250ml en verre blanc stérile.

6- Les contrôles physiques :

Une fois l'échantillon arrive au laboratoire, on verse 40ml d'eau dans un bécher de 50 ml en présence de la flamme et le reste sera utilisé pour l'analyse microbiologique.

7- Analyse des paramètres microbiologiques :

▪ But

Les analyses microbiologiques nous permettent de faire le dénombrement des bactéries (CT, ENT, FAMT, EC) dans le but d'évaluer l'efficacité du NEP après les différents essais que nous avons faits.

▪ Principe

L'échantillon d'eau qu'on vise à analyser est mélangé au milieu de culture solide préalablement fondu et refroidi à une température proche de la température de solidification. Après incubation, les colonies qui se multiplient à la surface et aussi à l'intérieur du milieu sont comptées.

▪ Mode opératoire

➤ **Dénombrement des Coliformes Totaux :**

Un (01) ml de l'échantillon ou de ses dilutions décimales (10-1 à 10-2) est mis dans une boîte de Pétri. Ensuite le milieu de culture VRBA en surfusion est coulé et le dénombrement est réalisé après 24 h d'incubation dans une étuve à 30°C. Les colonies qui se développent à la surface milieu sont comptées.

➤ **Dénombrement d'Entérobactérie :**

Un (01) ml de l'échantillon ou de ses dilutions décimales (10-1 à 10-2) est mis dans de boîte de Pétri. Ensuite le milieu de culture VRBGA en surfusion est coulé et le dénombrement est réalisé après 24 h d'incubation à 37°C. Les colonies qui se développent à la surface du milieu sont comptées.

➤ **Dénombrement de Flore Aérobie Mésophile Totale :**

Un (01) ml de l'échantillon ou de ses dilutions décimales (10-1 à 10-4) est mis dans une boîte de Pétri. Ensuite le milieu de culture PCA en surfusion est coulé et le dénombrement est réalisé après 24 h, 48 h, et 72 h d'incubation à 30°C. Les colonies sont ensuite comptées.

➤ **Dénombrement de l'Escherichia Coli**

Un (01) ml de l'échantillon ou de ses dilutions décimales (10-1 à 10-3) est mis dans de boîte de Pétri. Ensuite le milieu de culture TBX en surfusion est coulé et le dénombrement est réalisé après 24 h d'incubation à 44°C. Les colonies qui se développent dans le milieu sont comptées.

8- Expression de résultat

Après la période d'incubation, la lecture et le dénombrement des colonies caractéristiques de chaque paramètre analysé a été réalisé. Les résultats sont exprimés en nombre d'unités formant colonies (ufc) dans 1g d'échantillon selon l'équation :

$$N = \frac{\sum C}{V \times 1, 1 \times d}$$

$\sum C$: est la somme des colonies comptées sur les 2 boites retenues de deux dilutions successives.

V : est le volume de l'inoculum appliqué à chaque boîte, en ml.

d : est la dilution correspondant à la première dilution retenue.

Chapitre IV : Résultats et discussion

Résultats

I. Analyse de l'eau de rinçage :

Dans cette présente étude, l'analyse de l'eau de rinçage final nous permettra de connaître l'efficacité du nettoyage après le circuit du NEP. Après chaque circuit CIP, des contrôles physiques et des analyses microbiologiques de l'eau de rinçage final sont toujours réalisés.

1. Contrôle physique :

Le pH, la température et la couleur de l'eau de rinçage final correspond au processus CIP ci-dessus sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau 4 : Résultat du contrôle physique

Echantillon	pH	Température (°C)	Couleur
Eau de rinçage final après CIP	7,20	35	incolore

2. Analyse microbiologique :

Les résultats de l'analyse microbiologique des eaux de rinçage dans les 3 tanks (T6M, T5M et T1500) nettoyés sont donnés dans le tableau 8 ci-après. L'Entérobactérie varie de 0 à 3 colonies, les FAMT sont de 12-53 colonies, l'E. coli et les Coliformes totaux sont tous absent dans les 3 tanks.

Tableau 5 : Résultat de l'analyse microbiologique

Tank nettoyé Bactérie à dénombrer	T6M	T5M	T1500
CT	0	0	0
ENT	3	1	0
FAMT	53	33	12
EC	0	0	0

II. OPTIMISATION SUR LES QUANTITES DE SOUDE UTILISEES

La réalisation des essais suivants nous permettra de préciser les quantités de soude utilisées pour optimiser le nettoyage en faisant varier la concentration, la température, le temps de contact des produits chimiques avec l'équipement à nettoyer, et le temps de rinçage.

1- Processus CIP de l'essai n°1 :

En diminuant la concentration de la soude à 0,5% dans cet essai et la température à 80°C pendant un même temps auparavant mais en augmentant le temps de circulation de la désinfection en 15 min et en gardant le temps du rinçage final à 15 min.

Tableau 6 : Processus CIP de l'essai n°1.

Phases	Concentration du produit (%)	Température (°C)	Temps de nettoyage du T6M (min)	Temps de nettoyage du T5M&T1500 (min)
Pré-rinçage	-	Froide	10	15
Nettoyage soude	0,8	80	15	30
Rinçage intermédiaire	-	Froide	15	15
Désinfection	0,5	Froide	15	15
Rinçage final	-	Froide	15	15

2- Processus CIP de l'essai n°2 :

Le système CIP de ce dernier essai est estimé dans le tableau ci-après. Le processus est le même que celui du précédent mais à une concentration de soude de 2% en gardant la température à 70°C sur un temps de 10 min pour le T6M et de 20 min pour les T5M et T1500.

Tableau 7 : Processus CIP de l'essai n°2.

Phases	Concentration du produit (%)	Température (°C)	Temps de nettoyage du T6M (min)	Temps de nettoyage du T5M&T1500 (min)
Pré-rinçage	-	Froide	10	10
Nettoyage soude	2	70	10	20
Rinçage intermédiaire	-	Froide	10	10
Désinfection	0,5	Froide	10	10
Rinçage final	-	Froide	10	10

3- Contrôle physique des essais n°1 et n°2 :

La couleur de l'eau analysé reste incolore durant toute l'analyse. Le tableau ci-après montre les valeurs du pH et de la température aux valeurs de la concentration de la soude utilisée pendant le nettoyage en place.

Tableau 8 : Valeurs du pH et de la température en fonction de la variation de la concentration en soude

Concentration (%)	pH	Température (°C)
0,8	6,6	33
2	7,1	34

4- Analyses microbiologiques des essais n°1 et n°2 :

Après la réalisation des différents essais, nous avons obtenu les résultats de présentés dans le tableau suivant à chaque concentration de soude utilisée pendant le nettoyage en place en comparant avec les normes données par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS).

Tableau 9 : Résultat des analyses microbiologiques.

Concentration (%)	CT			ENT			FAMT			EC		
	T6M	T5M	T1500	T6M	T5M	T1500	T6M	T5M	T1500	T6M	T5M	T1500
0,8	2	0	2	5	2	1	> 300	> 300	212	8	4	3
2	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0

Discussions

Le travail que nous avons fait se base sur l'influence des paramètres qui favorisent l'efficacité de nettoyage, qui sont la température, le temps de contact, de rinçage intermédiaire et du rinçage final et aussi la concentration de la soude. Les résultats révélés après le contrôle physique et l'analyse microbiologique font preuves de cette efficacité.

D'après les résultats que nous avons trouvés, le pH varie entre 6,6 et 7,1 (proches de la neutralité) et ces valeurs appartiennent à la valeur du pH des eaux usées d'après la norme selon la Commission de Protection des Eaux entre 6 et 8 [22]. Alors, on peut constater l'état de trace des agents de nettoyage, voire leur absence, qui n'entraîne aucun effet secondaire sur le prochain emballage.

Concernant la température de l'eau rejetée, elle ne peut pas dépasser la valeur de 30°C d'après l'OMS. Mais notre eau a une température de 33 - 34°C qui est la température des eaux venant du forage d'eau de l'usine après traitement et c'est la température de l'eau utilisée dans toutes les branches de l'usine. Aussi pour la couleur de l'eau, l'OMS insiste qu'elle doit être incolore comme dans notre résultat.

En ce qui concerne l'analyse microbiologique, on enregistre que les nombres de colonies présentes dans l'eau de rinçage sont inversement proportionnel à la concentration de la soude même si la température et le temps de contact diminue. Donc, nous sommes en situation de conclure que c'est la concentration de la soude qui joue un rôle indispensable au cours du NEP. Cependant on ne peut pas négliger la circulation de la désinfection à la fin du nettoyage. Pour les Coliformes totaux, le nombre des colonies varie entre 0 à 2, 0 à 5 pour l'ENT, et 0 à 8 pour l'EC. Contrairement, le nombre des colonies des FAMT est beaucoup plus élevés. Ils varient entre 0 et plus de 300 colonies. En 2014, Corpet a évalué l'efficacité du NEP selon le nombre de colonies présents dans l'eau du rinçage final. Selon lui, si le nombre de colonies est supérieur à 300, le nettoyage est inacceptable, et s'ils sont entre 100-300, il est acceptable, et s'ils sont entre 10-100 colonies, il est satisfaisant et quand les nombres des colonies sont inférieurs à 10, le nettoyage est parfait.

D'une part, rapprochant notre résultat à celui de Corpet, on peut dire que nos valeurs sur le dénombrement de ENT, CT et EC sont idéales. D'autre part, les critères de la CEE prouvent le contraire. Également pour la FAMT, elle a une valeur acceptable sauf dans le résultat de l'essai n°1 à une concentration de soude 0,8%. Ces valeurs sont déjà satisfaisantes

pour l'évaluation de l'eau de rinçage après le NEP. En augmentant la concentration de la solution soude jusqu'à 2%, on enregistre l'absence de toutes les bactéries dans tous les tanks sauf la FAMT dans le tank T6M qui est infecté d'une seule colonie.

Conclusion et perspectives

Cette étude a pour but d'évaluer les paramètres favorables du système de NEP. En précision, on envisage une optimisation du système CIP. A cet effet, la réalisation des deux essais nous permet de chercher ces conditions. C'est la concentration de la soude caustique qui varie de 0,8 à 2% avec sa température, son temps de contact et de rinçage qui différencient ces essais. Des contrôles physiques des analyses microbiologiques sont effectuées après chaque essai.

D'après l'analyse microbiologique, les résultats des dénombrements des bactéries qui sont le CT, l'ENT, la FAMT et l'EC ont montré qu'il y a une amélioration sur la qualité des eaux analysées lorsqu'on augmente cette température. En augmentant cette concentration de 2%, il ne reste qu'une bactérie de FAMT présente dans le tank T6M et les autres bactéries sont toutes absentes.

De façon plus étroite, l'augmentation de la concentration de la soude au cours du NEP favorise le nettoyage même si on diminue sa température et son temps de contact avec les surfaces à nettoyer. Le contrôle physique nous montre d'une part, que la valeur du pH est comprise dans la valeur limite selon Commission de Protection des Eaux (entre 6 et 8) et d'autre part, la température dépasse la norme de l'OMS qui est de 30°C mais la couleur de l'eau incolore respecte cette norme.

Finalement, L'amélioration de l'efficacité ne se concentre pas uniquement sur la réduction du temps de cycle et de la consommation d'énergie, d'eau et de produits chimiques. L'objectif principal du système NEP est d'éliminer l'encrassement de l'équipement. Lorsque l'équipement de production n'est pas complètement propre, des matières premières coûteuses doivent être jetées. Un nettoyage efficace permet de réduire les cas de contamination et donc d'améliorer l'efficacité de la production.

Nous recommandons donc ladite entreprise d'établir un système de nettoyage adéquat des différentes chaînes de production afin d'assurer un produit fini propre qui satisfait le consommateur.

Références Bibliographiques

- [1] The Ozone CIP Project, « Study of the CLEANING IN PLACE techniques »
www.ozonecip.net.
- [2] Yassine MANKOUR et Mahfoud SI TAYEB, « Automatisation d'une Centrale de Nettoyage en Place au niveau de la SARL Tifra-Lait » Mémoire de Fin d'Etudes de MASTER PROFESSIONNEL 2016/2017. www.ummtto.dz
- [3] ANDRIANAINARISOA Seheno Olivia, « OPTIMISATION DU NETTOYAGE EN PLACE DANS LA FABRICATION D'YAOURT DE L'USINE SOCOLAIT » 26 Aout 2016
www.univ-antananarivo.mg
- [4] Yahaya Sylla, « Nettoyage en place des lignes agro-industrielles : Etude Cinétique d'élimination des biofilms négatifs au sein des installations fermées dans les industries agroalimentaires ». 8 APR 2013 www.pastel.archives-ouvertes.fr
- [5] Site de la société **Frulact** www.frulact.com
- [6] ARMEL Khadija, « Optimisation du processus de préparation de la patte de fraise au sein de la société **Frulact** » 2012/2013 www.docplayer.fr
- [7] Nasser Djama, « Maroc : la société portugaise de transformation de fruits Frulact renforce sa chaine de valeur » 03 Décembre 2014 www.usinenouvelle.com
- [8] www.ardian.com
- [9] Station du NEP centrale au sein de **Frulact**.
- [10] Frank Moerman, « Cleaning in place (CIP) in food processing » December 2013
www.researchgate.net
- [11] Sani-Matic, Inc. www.sanimatic.com
- [12] «5 Steps in a Common Food, Dairy, and Beverage Clean-in-place Cycle» May 14th, 2019 www.csidesigns.com
- [13] Benjamin Jude and Eric Lemaire, « How to Optimize Clean-in-Place (CIP) Processes in Food and Beverage Operations » www.schneider-electric.com
- [14] White Paper, « CIP and Sanitation of Process Plant » 5-02-2013
<http://www.spxflow.com>
- [15] <https://www.google.com/maps>
- [16] Fiche technique de **Frulact**.

Références web-graphiques

[17] <http://www.labm.com>

[18] <http://www.oxid.com>

[19] <http://www.sigmaaldrich.com>

[20] <http://www.eolabs.com>

[21] www.tropicalfood.com.br

[22] <https://cpepesc.org>