

Table des matières

INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR L'ENTREPRISE

I. Présentation de la coopérative laitière de Kenitra « EXTRALAIT »	2
1- Identification de la société :.....	2
2- Fiche signalétique :	2
3- Organigramme de la société :.....	3
4- Certifications :.....	4
II. Activités de la coopérative :.....	4
1- Ramassage du lait :	4
2- Gamme des produits :.....	4
3- Contrôle et analyses effectuées :	5
a- Analyses physico-chimiques :.....	5
b- Analyses microbiologiques :.....	5

CHAPITRE II : NETTOYAGE EN PLACE (NEP/CIP)

I- Nettoyage et désinfection dans les IAA : [3].....	6
1- Définition :	6
2- Objectifs de nettoyage :	6
3- Souillures :	6
a- Différents types de souillures :	7
b- Propriétés des souillures non-microbiologiques :.....	7
4- Facteurs d'efficacité du nettoyage : [1].....	8
4-1 Temps :.....	8
4-2 Action mécanique :	9
4-3 Concentration :.....	9
4-4 Température :.....	10
5- Mécanisme de la détergence :	10
5-1 Mouillage :	10
5-2 Déplacement de la souillure :	11
5-3 Maintien de la souillure séparée du support :.....	11
6- Modes d'application de nettoyage :.....	11

II-	Système de nettoyage en place : [1]	12
1-	Circuits de NEP : [5]	13
2-	Matériaux compatibles et conception du système de NEP : [5]	13
3-	Vérification de l'efficacité de NEP : [4]	13
4-	Normes de NEP :	14
5-	Fonctionnement de CIP : [2]	14
6-	Types de NEP :	15

CHAPITRE III : AMELIORATION DE LA METHODE DE NEP

	Introduction :	17
I-	Enoncé de la problématique et objectifs du projet	17
II-	Étude qualitative et état des lieux	17
1-	Milieu du travail	18
	1-1 Ordre et propreté :	18
	1-2 Eclairage :.....	18
	1-3 Ambiance :	19
	1-4 Bruit :.....	19
	1-5 Signalisation de sécurité :.....	19
	1-6 Protection contre les incendies :.....	19
2-	Matière première	20
	2-1 La soude :	20
	2-2 Acide nitrique :.....	20
	2-3 P3-oxonia active :.....	21
	2-4 Manipulation :	21
	2-5 Traitement :	21
	2-6 Stockage :	21
3-	Main d'œuvre	22
	3-1 Habit :.....	22
	3-2 Compétence :.....	22
	3-3 Sécurité :.....	22
4-	Matériel	22
	4-1 Compartimentage de la station NEP :	23
	4-2 Les pompes :.....	23
	4-3 Les vannes :	23
	4-4 Emplacement et liaison entre les équipements :.....	24

4-5 Les sondes :	24
5- Méthode	24
5-1 Température :	25
5-2 Action mécanique :	25
5-3 Concentration :	25
5-4 Temps :	26
III- Étude et analyse quantitative	27
1- Temps	27
1-1 Test de Student :	27
1-2 Résultats du test :	28
1-3 Analyse des recettes :	33
1-4 Nature des défauts :	38
2- Action mécanique	42
3- Concentration	44
3-1 Carte de contrôle :	44
3-2 Interprétation :	47
3- Température	44
Interprétation :	49
IV- Plan d'action	50
1- Milieu	50
2- Main d'œuvre	52
3- Matière première	56
4- Matériel	57
5- Méthode	57
CONCLUSION GÉNÉRALE	59

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le maintien de la qualité des produits dépend beaucoup des conditions dans lesquelles ils ont été fabriqués. Le succès commercial d'une entreprise est donc fonction en grande partie de cette qualité. Si bien que, le moindre accident ou contretemps sur le plan de l'hygiène, une fois connus par les consommateurs, peut réduire fortement la réputation d'une entreprise et même l'obliger à cesser ses activités.

Le lait (et ses dérivés) est parmi les produits dont la qualité est strictement liée à un niveau d'hygiène élevé. Pour cela le nettoyage des équipements et de l'environnement qui entoure ces produits est primordial et qui doit être fait avec rigueur pour préserver leur qualité. L'efficacité du nettoyage dépend de la méthode employée, des produits utilisés et de la fréquence du nettoyage des éléments à entretenir.

C'est dans ce cadre que s'inscrit notre projet de fin d'étude proposé par l'entreprise EXTRALAIT ayant pour but l'amélioration et l'optimisation du circuit de nettoyage en place. Ce dernier peut se définir comme la circulation de liquide de nettoyage à travers les machines et autres équipements concernés afin d'assurer à la fois la propreté physique, chimique et bactériologique des surfaces des équipements tel que les cuves, les lignes et les machines de production, ce qui permet une maîtrise complète de la qualité du procédé de fabrication et par conséquent du produit fini.

Le présent rapport sera composé de trois chapitres :

- Le premier chapitre concerne des généralités sur l'entreprise d'accueil.
- Le deuxième chapitre traite la méthode de nettoyage en place.
- Le dernier chapitre est consacré dans un premier temps à une étude qualitative dans laquelle on a réalisé une analyse de l'état des lieux actuel du circuit de nettoyage en place au sein d'EXTRALAIT et dans un deuxième temps une étude quantitative dans laquelle on a analysé les facteurs temps, température, concentration et action mécanique et enfin la discussion des résultats et la proposition d'un plan d'action pour l'amélioration et l'optimisation du circuit.

I. Présentation de la coopérative laitière de Kenitra « EXTRALAIT »

1- Identification de la société :

La coopérative laitière de Kenitra « EXTRALAIT » est une coopérative semi-publique se situant au Km 5,9 de la route de Tanger, créée en 1953. La coopérative EXTRALAIT occupe aujourd'hui la 3ème place sur le marché national et emploie 475 salariés. Elle est spécialisée dans la collecte, la transformation, la fabrication et la commercialisation du lait et de ses dérivés.

La coopérative gère 110 centres de collecte, dispose d'une capacité de production de 740 000 litres/jour. L'unité de production s'étend sur une superficie de 100 000 m², dont une unité de séchage d'une capacité de 8 000 litres/jour.

2- Fiche signalétique :

Tableau 1: Fiche signalétique de l'entreprise.

Dénomination	La coopérative agricole laitière de Kenitra "EXTRALAIT"
Article IS	exonéré
Patente n°	exonéré
Marque	Yovi, Extralait, Yogo
Date de création	1953
Date de mise en marche	1955
Forme juridique	coopérative
Siège social	Km 5.800- BP 128- Route de Tanger Kenitra.
Superficie	10 hectares

3- Organigramme de la société :

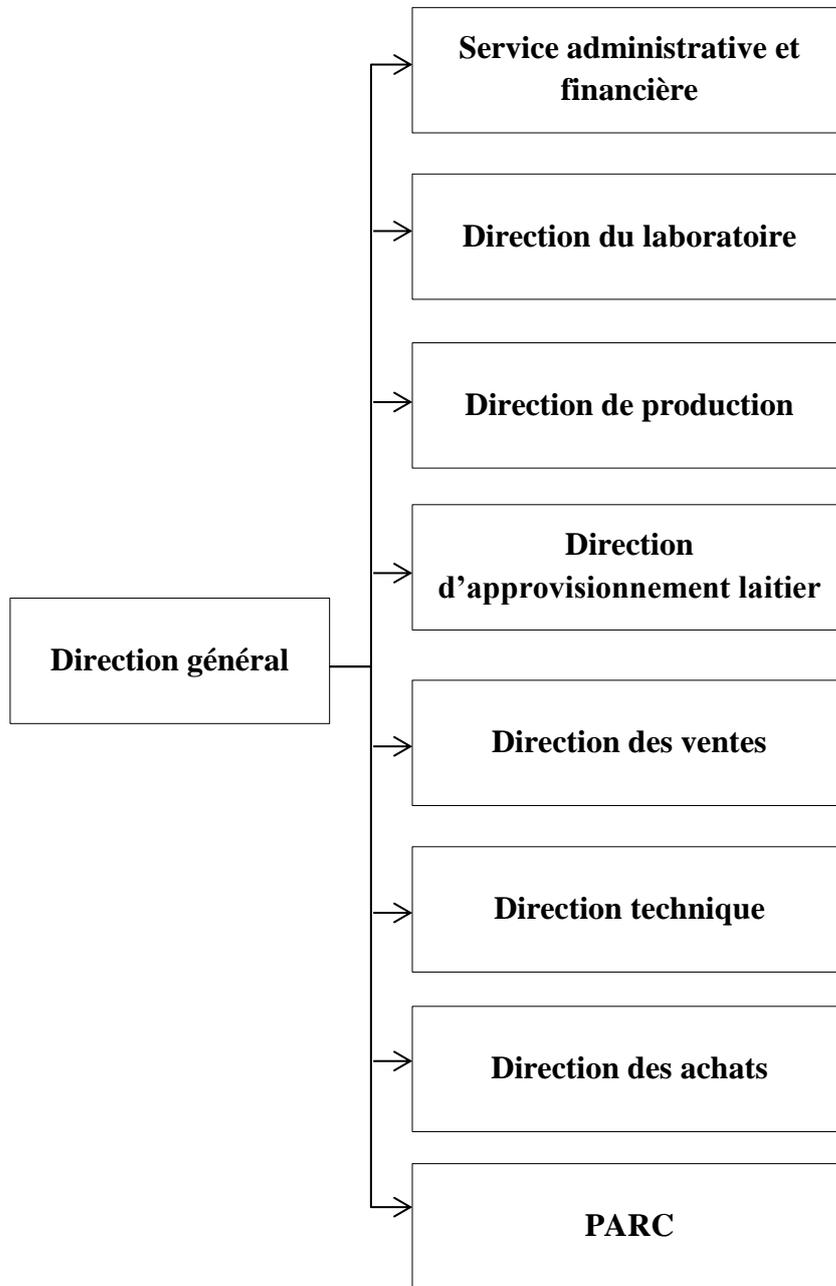


Figure 1: Organigramme de l'entreprise.

4- Certifications :

Pour garantir la sécurité alimentaire des produits, EXTRALAIT a mis en place une organisation de gestion des risques en appliquant la démarche HACCP sur les sites de production. D'autre part, la coopérative dispose d'un laboratoire qui lui permet d'assurer la qualité tout au long du cycle de vie du produit, de l'approvisionnement jusqu'à la distribution en passant par les composants de fabrication.

II. Activités de la coopérative:

Les activités de la coopérative peuvent être résumées en:

1- Ramassage du lait:

La coopérative s'occupe elle-même du ramassage du lait à partir des centres de collecte, situés dans la région, à l'aide des camions citernes qui apportent chaque jour 160 000 litres de lait en moyenne. Chaque centre possède des bacs de stockage frigorifiques qui maintiennent le lait à une température de 6°C.

Avant de procéder au ramassage, le représentant de la coopérative effectue un test rapide d'acidité, en utilisant comme indicateur coloré le bleu de bromocresol:

- Si la coloration change en bleu : le lait est normal et il est accepté.
- Si la coloration change en jaune ou en vert, le lait est refusé.

Le représentant doit aussi s'assurer de la quantité du lait, le volume est indiqué par une jauge suspendue dans le bac.

Après ces mesures obligatoires, le lait est pompé vers les citernes des camions.

2- Gamme des produits :

La gamme comprend plusieurs types de produits laitiers : Lait pasteurisé, Beurre, Leben, Yaourt ferme, Yaourt à boire. Ces produits sont commercialisés sous différentes marques (Extralait, Yovi, Yogo, Lact'Up, Mahdya...), ainsi que des produits destinés aux industriels comme le lait en poudre entier et écrémé conditionné en sacs de 25 kg.

3- Contrôle et analyses effectuées :

Le lait étant un produit qui évolue assez rapidement, il est nécessaire d'effectuer des contrôles tout au long de la chaîne de fabrication. De plus il doit être exempt de toute fraude ou ajout de produits chimiques illégaux. Les contrôles effectués dans le laboratoire assure le suivi du lait de la réception jusqu'à la commercialisation.

Deux sortes d'analyses sont effectuées :

- Analyses physico-chimiques.
- Analyses microbiologiques.

a- Analyses physico-chimiques :

- Test d'ébullition.
- Test d'acidité.
- Test de densité.
- Détermination de la matière grasse.
- Détermination de l'extrait sec total.
- Taux de mouillage.
- Test de bicarbonates.

b- Analyses microbiologiques:

Ces analyses ont pour objectif l'identification et la quantification de la flore microbienne existante dans les produits à analyser. Elles doivent être effectuées dans des conditions aseptiques. Elles jouent également un rôle important, dans le contrôle des paramètres de pasteurisation, et de l'hygiène du matériel :

- Recherche des coliformes.
- Recherche des levures et moisissures.
- Recherche des salmonelles.
- Recherche de *Listeria monocytogenes*.
- Recherche de *Staphylococcus aureus*.

I- Nettoyage et désinfection dans les IAA : [3]

En industrie agroalimentaire (IAA), le nettoyage et la désinfection ont pour but d'éliminer les souillures et détruire les microorganismes (MO) présents dans les appareils. Les résultats de ces deux opérations ne sont pas exclusifs les uns des autres, c'est-à-dire que si l'opération de nettoyage permet d'éliminer un certain nombre de déchets, elle va aussi permettre de réaliser un certain niveau d'élimination de MO. Cette élimination pourra être complétée si nécessaire par une opération de désinfection proprement dite mettant en œuvre un produit spécifique.

1- Définition :

- **Nettoyage** : est l'opération effectuée grâce à un produit détergent et qui permet d'éliminer les souillures visible. La surface est alors visuellement propre, mais elle est encore contaminée par la présence de microbes.
- **Désinfection** : est une opération au résultat momentané qui vise à éliminer ou tuer les microbes indésirables. La surface ou l'ambiance ainsi désinfectée devient microbiologiquement saine (ou bactériologiquement saine).

2- Objectifs de nettoyage :

L'objectif des opérations de nettoyage en laiterie est presque toujours l'obtention à la fois d'une propreté chimique et bactériologique. Les surfaces du matériel sont donc tout d'abord nettoyées à fond à l'aide des détergents chimiques, puis désinfectées.

Pour ce qui est du résultat du nettoyage, on définit le degré de propreté à l'aide des termes suivants :

- Propreté physique - élimination de toute saleté visible de la surface.
- Propreté chimique - élimination, non seulement de toute saleté visible, mais également des résidus microscopiques susceptibles d'être décelés par le goût ou l'odorat, tout en étant invisibles à l'œil nu.
- Propreté bactériologique - obtenue par désinfection.

3- Souillures :

Les souillures ou salissures sont des composantes des denrées alimentaires plus ou moins dégradées, ou modifiées par la chaleur, le froid, l'humidité, la lumière, l'oxygène et /ou par les microorganismes.

a- Différents types de souillures :

L'encrassement des surfaces est un phénomène naturel et irrémédiable. Plusieurs types de souillures peuvent s'accumuler sur les surfaces. On distingue :

- Les souillures minérales :

Dépôt de matière minérale le plus souvent issu de l'eau utilisée ou des fragments de produits eux-mêmes.

- Les souillures organiques :

Fragments macroscopiques de produits renfermant fréquemment des microorganismes pouvant se multiplier.

- Les souillures microbiologiques :

Accumulation de micro-organismes simplement adhérents aux surfaces ou sous forme de biofilm.

b- Propriétés des souillures non microbiologiques :

Le comportement des souillures varie en fonction de leur composition et les modifications physico-chimiques qu'elles peuvent subir. Ces souillures sont classées en fonction de leur solubilité, facilités de nettoyage et leur comportement à la chaleur.

Tableau 2: Propriétés des souillures non –microbiologiques.

Constituants de la souillure	Solubilité	Facilité de nettoyage	Action de la chaleur
Sucres	-Dans l'eau	Facile	Caramélisation: plus difficile à nettoyer
Graisses	-En milieu alcalin -Insolubles dans l'eau	Difficile	Polymérisation: plus difficile à nettoyer

Protéines	-En milieu alcalin -Peu en milieu acide -Insolubles dans l'eau	Très difficile	Dénaturation : beaucoup plus difficile à nettoyer
Sels minéraux	-En milieu acide -Variable dans l'eau	Facile à difficile	Accélération de l'entartrage

La nettoyabilité des différents constituants varie ainsi de façon importante. En agroalimentaire, la grande hétérogénéité des souillures rend leur élimination complexe, si bien qu'un grand choix de produits chimiques et de procédés doit être disponible afin d'éliminer l'ensemble de leurs composants (sucres, graisses, protéines...).

4- Facteurs d'efficacité de nettoyage : [1]

Pour assurer des résultats satisfaisants avec une solution détergente donnée, on devra contrôler avec précision un certain nombre de variables que l'on appelle le cycle de Sinner, il s'agit des TACT : Temps, Action mécanique, Concentration et Température.

La présence de ces quatre facteurs est indispensable et leur combinaison est variable. Quelle que soit la méthode mise en œuvre et l'organisation choisie, ils sont toujours présents et la diminution de l'un est toujours compensé par l'augmentation d'un ou de plusieurs des autres.

4-1 Temps :

La durée de la phase de nettoyage au détergent doit être calculée avec soin pour obtenir l'effet nettoyant optimal. On devra prendre en compte simultanément le coût de l'électricité, du chauffage, de l'eau et de la main-d'œuvre. Il ne suffit pas de rincer un système de tuyauteries à l'aide d'une solution détergente. Le détergent doit circuler suffisamment longtemps pour dissoudre les souillures. Le temps nécessaire dépend de l'épaisseur des dépôts et de la température de la solution détergente.

Tableau 3: Conséquences de variation du temps de nettoyage.

Trop long	Trop court
<ul style="list-style-type: none"> - Efficacité non améliorée - Attaque possible des surfaces 	<ul style="list-style-type: none"> - Réactions chimiques inachevées - Nettoyage et désinfection inefficace

4-2 Action mécanique :

Lors du nettoyage mécanisé des systèmes de tuyauteries, cuves et autres matériels de traitement, l'effet mécanique est fourni par la vitesse d'écoulement. Les pompes d'alimentation en détergent sont dimensionnées de manière à assurer des débits plus élevés que les pompes de produit, avec des vitesses d'écoulement de 1,5 à 3m/s dans les canalisations. A ces vitesses, l'écoulement de liquide est extrêmement turbulent, ce qui se traduit par un excellent effet décapant sur les surfaces de l'équipement.

4-3 Concentration :

La quantité de détergent présente dans la solution devra être ajustée à la concentration appropriée avant de commencer le nettoyage. Pendant le nettoyage, la solution est diluée par l'eau de rinçage et les résidus de lait. Elle subit également une certaine neutralisation. Il faut donc vérifier la concentration durant le nettoyage.

L'utilisation d'un excès de détergent rend le nettoyage inutilement coûteux.

Tableau 4 : Conséquences de variation de la concentration du détergent.

Trop élevée	Trop basse
<ul style="list-style-type: none"> - Perte de produit - Résultats non améliorés - Risques de traces - Attaque possible des surfaces - Difficulté de rinçage - Dangers de manipulation 	<ul style="list-style-type: none"> - Résultats insuffisants - Perte de produit (consommation sans efficacité)

4-4 Température :

En général, l'efficacité d'une solution détergente augmente en même temps que la température. Un détergent mélangé a toujours une température optimale, à laquelle il devra être utilisé. Le nettoyage au détergent alcalin devra être effectué à la température même à laquelle a été exposé le produit, et au moins à 70°C, pour le nettoyage aux détergents acides, il est conseillé de l'appliquer à des températures de 68 à 70°C.

Tableau 5 : Conséquences de variation de la température du détergent.

Trop élevée	Trop basse
<ul style="list-style-type: none"> - Matériaux non résistants - Coagulation de certains types de souillures - Application manuelle dangereuse - Coût de l'énergie calorifique - Destruction possible de certaines matières actives 	<ul style="list-style-type: none"> - Réactions chimiques lentes - Pénétration du détergent ralentie dans les souillures (exemple: huiles et graisses)

5- Mécanisme de la détergence :

Le dit mécanisme est décomposé en trois étapes primordiales :

5-1 Mouillage :

Pour séparer la souillure de la surface, la composition détergente doit entrer en contact avec elle et établir une force d'adhésion plus grande que celle existant entre substrat et souillure. Il est à rappeler que si :

- σ d'un liquide $>$ σ d'un solide \rightarrow le liquide ne mouille pas le solide (σ est la tension superficielle).
- σ d'un liquide $<$ σ d'un solide \rightarrow le liquide mouille le solide.

Dans la composition détergente, on introduit des agents de surface qui ont pour propriété d'abaisser la tension superficielle du bain de nettoyage ainsi que les tensions interfaciales. Dans ce cas, l'étalement puis la pénétration de la solution de nettoyage deviennent possibles.

5-2 Déplacement de la souillure :

Ce sont encore les mêmes forces qui interviennent pour modifier les interfaces selon le schéma suivant :

Support/Souillure + Détergent → Support/Détergent + Souillure/Détergent

Une autre façon d'exprimer ce phénomène pourrait être que le détergent entoure la souillure et la détache jusqu'à ce qu'elle n'adhère plus au support.

T. Young proposa en 1804, une équation pour démontrer l'influence des tensions interfaciales dans l'élimination d'une goutte d'huile d'un support solide, qui fut transformée par Adam en 1937:

$\sigma_{\text{support/huile}} \geq \sigma_{\text{détergent/huile}} + \sigma_{\text{détergent/support}}$.

Ceci est réalisé par l'utilisation d'agents tensioactifs qui diminuent les valeurs de la partie droite de l'équation d'Adam.

5-3 Maintien de la souillure séparée du support :

Après émulsion, il faut éviter la redéposition de la souillure, ceci est réalisé par :

- Agitation mécanique du bain.
- Température.
- Utilisation d'un agent anti-redéposition.

6- Modes d'application de nettoyage :

Les modes d'application de nettoyage sont les suivants :

- **Nettoyage manuel ou à la brosse** : le plus simple.
- **Nettoyage en immersion** : pour le lavage des récipients et des bouteilles.
- **Nettoyage à la mousse** : consiste à pulvériser, sur des surfaces de locaux ou d'équipement parfois difficiles à atteindre, les détergents sous forme de mousse.

- **Nettoyage par aspersion** : consiste à appliquer des jets fixes ou mobiles surtout sur des citernes, récipients et surfaces.
- **Nettoyage En Place (NEP) appelé également le Clean In Place (CIP)** : c'est un système de lavage intégré aux installations. Largement automatisé, le dispositif applique des programmes faisant intervenir successivement différents produits de nettoyage et de désinfection et terminant le cycle par un rinçage.

C'est ce dernier type de nettoyage qu'on utilise souvent pour le nettoyage du matériel de laiterie, et qui va être sujet de mon stage sous-titre : **Amélioration de la méthode de nettoyage en place au sein de la société EXTRALAIT.**

II- Système de nettoyage en place : [1]

Nettoyage en place signifie que l'on fait circuler l'eau de rinçage et les solutions détergentes dans les cuves, tuyauteries et lignes de traitement sans avoir à démonter le matériel. Le NEP peut se définir comme la circulation de liquides de nettoyage à travers les machines et autres équipements, dans un circuit de nettoyage. Le passage d'un courant de liquides à vitesse élevée sur les surfaces du matériel a un effet décapant mécanique qui déloge les dépôts de souillures. Ceci vaut uniquement pour l'écoulement dans les tuyauteries, échangeurs de chaleur, pompes, vannes etc.

La technique courante de nettoyage des cuves de grandes dimensions consiste à pulvériser le détergent sur les surfaces supérieures et à le laisser couler jusqu'au bas des parois. L'effet décapant mécanique est souvent, dans ce cas, insuffisant, mais on peut l'améliorer, dans une certaine mesure, en utilisant des systèmes de pulvérisation spécifiquement conçus, dont un exemple est illustré sur la figure (Figure2). Le nettoyage des cuves exige d'importants volumes de détergent, qui devront circuler rapidement.

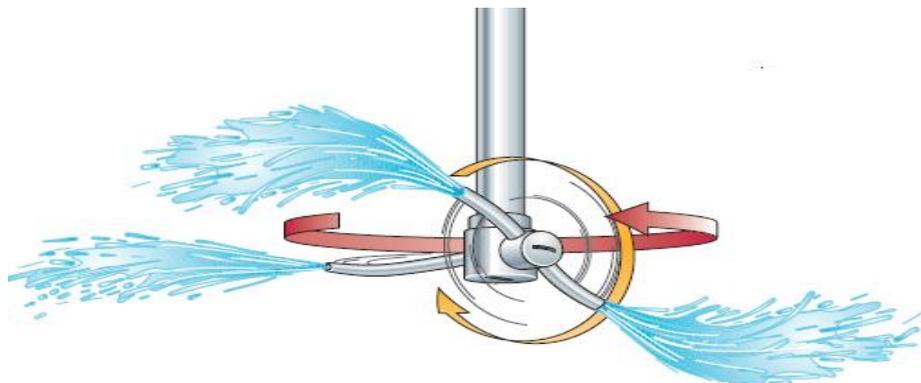


Figure 2 : Turbine de pulvérisation permettant de nettoyer les cuves.

1- Circuits de NEP : [5]

On détermine quels types de matériels peuvent être nettoyés dans le même circuit, à partir des éléments suivants :

- Les dépôts de résidus de produits doivent être de même type, de manière à pouvoir utiliser les mêmes détergents et désinfectants.
- Le matériau des surfaces à nettoyer doit être le même, ou tout au moins compatible avec le même détergent ou désinfectant.
- Tous les éléments du circuit doivent pouvoir être nettoyés en même temps.

Les installations de laiterie sont donc divisées, aux fins de nettoyage, en un certain nombre de circuits, pouvant être nettoyés à des moments différents.

2- Matériaux compatibles et conception du système : [5]

Pour assurer un NEP efficace, le matériel devra être conçu de manière à s'adapter à un circuit de nettoyage et être en outre facile à nettoyer. Toutes les surfaces devront être accessibles à la solution détergente. Il ne devra y avoir aucun cul de sac que le détergent ne peut atteindre ou à travers lequel il ne peut s'écouler. Les machines et tuyauteries devront être installées de manière à pouvoir être vidangées efficacement. Toutes les poches ou pièges à liquide d'où ne peut se vidanger l'eau résiduelle constitueront autant de lieux de prolifération rapide des bactéries et entraîneront un risque important d'infection du produit.

Le matériel de traitement devra utiliser des matériaux du type acier inoxydable, plastiques et élastomères, dont la qualité interdit toute transmission d'odeur ou d'arôme au produit. Ces matériaux devront en outre pouvoir supporter le contact avec les détergents et désinfectants aux températures de nettoyage.

3- Vérification de l'efficacité de nettoyage : [4]

La vérification de l'efficacité du nettoyage doit être considérée comme un élément essentiel des opérations de nettoyage. Elle peut revêtir deux formes : contrôle visuel et contrôle bactériologique. Du fait des progrès de l'automatisation, les lignes de traitement actuelles sont rarement accessibles au contrôle visuel. Ce dernier doit être remplacé par un contrôle bactériologique, concentré en un certain nombre de points stratégiques de la ligne.

4- Normes de nettoyage en place :

Tableau 6: Normes de nettoyage en place.

	Température	temps	Concentration	La vitesse
Rinçage à l'eau chaude		10 minutes		
Circulation d'une solution détergente alcaline	75 °C	30 minutes	2 – 2.5%	
Rinçage du détergent alcalin à l'eau chaude		5 minutes		
Circulation d'une solution acide (nitrique)	70°C	20 minutes	1 – 1.5%	
Circulation de l'oxonia active	ambiante	5 à 20 minutes	0.25 – 0.5%	
Vitesse d'écoulement dans les canalisations				1,5 à 3,0 m/s

5- Fonctionnement de CIP : [2]

Les aspects sanitaires dans les laiteries sont d'une extrême importance, donc il faut respecter les normes d'hygiène pour éviter les produits de dégradation et de contamination pendant le fonctionnement des lignes et des cuves en effectuant un nettoyage rapide et minutieux. Les meilleures conditions de nettoyage se rencontrent avec le système Clean-In-Place (CIP, voulant dire nettoyage sur place) qui est un système fermé où la solution de nettoyage circule et nettoie les équipements de production. Dans un premier temps les solutions sont rejetées dans les égouts ensuite elles sont repompées vers leurs bacs collecteurs respectifs à l'aide des pompes de retour.

Le système CIP au niveau de la laiterie est divisé en différentes étapes :

- **Nettoyage à l'eau chaude :**

Sert à éliminer les résidus des produits dans les surfaces des équipements.

- **Nettoyage avec la soude :**

Ce détergent alcalin dissout les graisses et les protéines, et nettoie les dépôts qui sont difficiles à enlever.

- **Rinçage intermédiaire à l'eau :**

Sert à éliminer le reste de la soude caustique sur les surfaces.

- **Nettoyage à l'acide nitrique :**

Pour éliminer tout d'abord les sels précipités, désagréger ainsi la couche de saleté et faciliter alors la dissolution des protéines par le détergent alcalin. Il sert à neutraliser les restes caustiques sur les surfaces à nettoyer.

- **Rinçage intermédiaire à l'eau**

Il a pour but d'éliminer les traces d'acide avant réalisation de l'opération de désinfection.

- **Désinfection :**

Sert à éliminer des germes, de manière à stopper ou prévenir une infection ou le risque d'infection ou surinfection par des micro-organismes ou virus pathogènes et/ou indésirables. Dans le cas où la désinfection est nécessaire, elle est effectuée à l'aide de « P3-oxonia active ».

- **Rinçage final à l'eau :**

L'eau froide enlève les résidus du désinfectant.

6- Types de nettoyage :

Les types de nettoyages utilisés :

- Nettoyage court : avec la soude.
- Nettoyage long : avec la soude et l'acide.
- Nettoyage long avec désinfection : avec la soude, l'acide et le désinfectant.

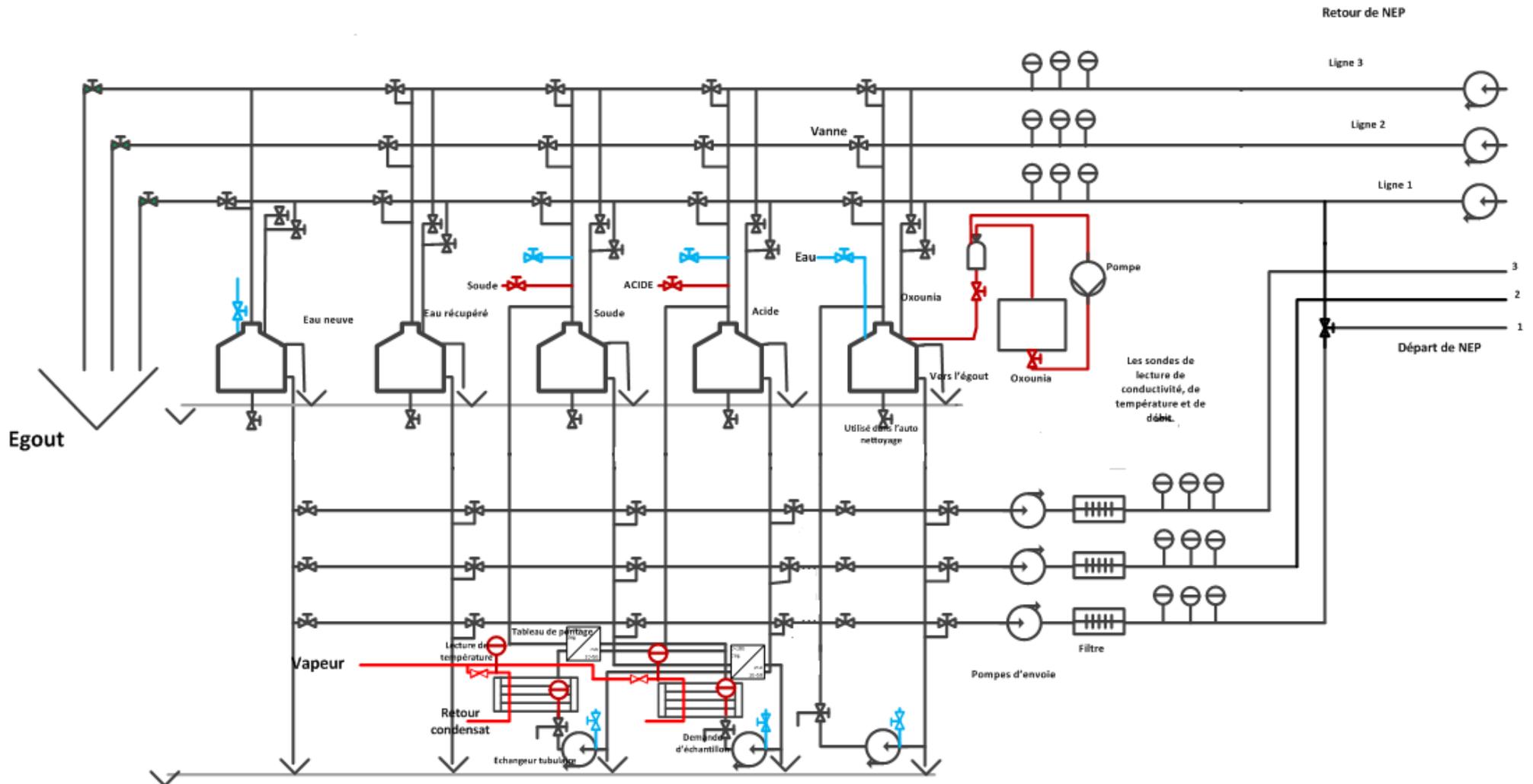


Figure 3 : le circuit de nettoyage en place

Introduction :

Dans le présent chapitre, on va commencer d'abord par décrire l'état des lieux c'est-à-dire faire une étude qualitative qui concernera l'évaluation des états initiaux des différents indicateurs de mesure (matériel, méthode, main d'œuvre, matière première, milieux), puis une étude quantitative qui concernera le suivi de la durée de nettoyage de chaque équipement, l'analyse des points aberrants remarqué, le temps d'occupation, les défauts détectés dans chaque ligne, ensuite la proposition des améliorations souhaitable et les moyens nécessaires afin de parvenir les objectifs et améliorations établis au préalable.

I- Enoncé de la problématique et objectifs du projet

L'élimination des défauts, des longues durées, des durées insuffisantes de la circulation des liquides de nettoyage à travers les machines et autres équipements concernés à travers la suppression des causes racines est certainement l'un des moyens les plus efficaces pour réduire le coût de nettoyage des surfaces des équipements de production et donc optimiser et améliorer le circuit de nettoyage en place en assurant à la fois la propreté physique, chimique et bactériologique des surfaces des équipements.

Utiliser de la main d'œuvre, des produits de nettoyage et de l'énergie pour des durées assez longues de nettoyage est un gaspillage et parfois des durées insuffisantes de nettoyage peut engendrer un risque de contamination.

II- Étude qualitative et état des lieux

L'analyse de l'état actuel du circuit de nettoyage en place au sein de la société EXTRALAIT, a été réalisée comme première mission durant le stage, et nous a permis de tirer les informations suivantes :

Les différentes remarques observées ont été regroupées selon de grands volets liés à :

- Milieu du travail : lumière, bruit, poussière, localisation, aménagement, ...
- Main d'œuvre : motivation, formation, absentéisme, expérience, ...
- Matière : matière première, fourniture, pièces, ensemble, qualité, ...
- Matériel : machines, outils, équipements, maintenance, ...
- Méthode : consignes (temps, température, concentration, action mécanique).

La méthode des 5M (Milieu, Main d'œuvre, Matière, Matériel, Méthode) permet de donner une vision globale des causes génératrices d'un problème avec une représentation structurée de l'ensemble des causes qui produisent un effet. Cette méthode permet d'agir sur les causes pour corriger les défauts et donner des solutions en employant des actions correctives.

1- Milieu du travail :

1-1 Ordre et propreté :

Les bâtiments bien conçus, adaptés aux travaux que l'on y effectue, réalisent d'excellentes conditions de travail, des murs propres et des couleurs claires améliorent l'éclairage naturel, et il est démontré que la teinte des peintures peut avoir une influence favorable sur la sensation de confort et sur la fatigue.

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- La présence d'obstacles à la circulation dans des allées et des lieux de passage.
- La largeur des passages de circulation est supérieure à 0.80 m.
- Mauvais drainage d'eau ce qui rend la circulation difficile au sein de l'unité de nettoyage en place.
- Le sol glissant.
- sol et murs mal nettoyés.

1-2 Eclairage :

Un bon éclairage naturel ou artificiel est un élément de confort et de sécurité très important. La lumière est dispensée soigneusement au poste de travail en évitant les contrastes trop grands et de lumière, ou l'éblouissement qui peut provoquer une fatigue visuelle.

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- La présence de plusieurs fenêtres qui permettent l'éclairage de l'atelier.
- L'intensité lumineuse naturelle pendant la journée n'est pas suffisante pour l'exécution des tâches par l'opérateur.
- Absence d'éclairage de sécurité pour permettre l'évacuation en bon ordre des locaux en cas d'incident.

1-3 Ambiance :

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- Le local de travail a une hauteur de 2.5m.
- La superficie consacrée à chaque travailleur est supérieure à 2 m².
- Le local dispose de trois ventilateurs pour l'aération.

1-4 Bruit :

Le bruit est un risque en matière de sécurité au travail, il peut entraîner des troubles comme :

- Baisse de la concentration, diminution de l'attention.
- Fatigue, irritabilité, stress.
- Interférence dans la communication entre les opérateurs, mauvaise communication.

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- Absence d'isolations acoustiques.
- Les employés n'utilisent pas des bouchons d'oreilles ou casque pour éviter la surdité.

1-5 Signalisation de sécurité :

Les couleurs participent également à la sécurité. Les normes internationales ont fixé des teintes conventionnelles. Le rouge, le jaune, le vert, sont les trois couleurs de sécurité.

- Le rouge représente une prescription impérative d'arrêt.
- Le jaune signale un danger permanent que l'on peut éviter.
- Le vert indique l'absence de danger.
- Le bleu indique les obligations.

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- L'absence totale de la signalisation de sécurité malgré la présence de plusieurs risques et dangers liés aux produits chimiques utilisés.

1-6 Protection contre les incendies :

A l'unité de nettoyage en place on a remarqué :

- La disposition d'un extincteur en bon état, aisément accessible, adapté au produit et contrôlé périodiquement.

- Absence des moyens d’alerte et d’alarme en cas d’incendie.

2- Matière première :

Les produits de nettoyage utilisés sont :

- Acide 1% : ACIDE NITRIQUE 63%.
- Soude 2% : SOUDE CAUSTIQUE ANHYDRE.
- Désinfectant 0,3-0,5 % : P3 – OXONIA ACTIVE.

2-1 La soude :

Utilisé souvent dans le domaine alimentaire pour le nettoyage des bouteilles, matériels et équipements.

La soude caustique est un solide blanc, inodore, miscible à l’eau en toute proportion, mais il se solidifie à 20°C si la concentration dépasse 52 % en poids. Dans le commerce l’hydroxyde de sodium est livré soit sous forme solide soit sous forme de solutions aqueuses à diverses concentrations.

L’hydroxyde de sodium est un produit très hygroscopique qui absorbe rapidement l’humidité de l’air et en même temps fixe le dioxyde de carbone avec lequel il forme du carbonate de sodium. C’est une base forte dont les solutions aqueuses, très alcalines, réagissent vigoureusement avec les acides.

2-2 Acide nitrique :

L’acide nitrique pur anhydre est un liquide incolore d’odeur suffocante caractéristique détectable à partir de 0.29 ppm. Miscible à l’eau en toutes proportions, il donne avec l’humidité de l’air d’abondantes fumées blanches. Avec l’eau il forme un azéotrope à 69% dont le point d’ébullition est égal à 120 °C à la pression atmosphérique.

C’est un acide fort, un oxydant et un comburant ainsi qu’un agent de nitration capable de donner lieu à des réactions violentes.

Tous les métaux (à l’exception des métaux nobles l’or et platine) sont attaqués par l’acide nitrique. Suivant la concentration de l’acide et la nature du métal, la réaction est plus ou moins rapide et donne naissance à des produits différents.

2-3 P3-oxonia active :

C'est un peroxyacide pour l'hygiène dans les industries agroalimentaires, active à froid il n'est ni rémanent ni polluant, dans les conditions habituelles d'emploi. Le p3-oxonia active ne présente pas de comportement corrosif vis-à-vis de la plupart des matériaux utilisés.

Le p3-oxonia active est particulièrement adapté aux utilisations en nettoyage en place ainsi qu'en condition aseptique, il est impératif de le diluer avant toute application et surtout sur des surfaces préalablement rincées et nettoyées et l'opération doit être suivie d'un rinçage complet à l'eau potable.

2-4 Manipulation :

- Absence totale de fiche de sécurité des produits chimiques.
- L'ignorance des opérateurs des dangers liés à la manipulation des produits chimiques.
- Risque de renversement de fuite ou de rupture d'emballage.

2-5 Traitement :

Les rejets du circuit de nettoyage en place contiennent des matières alcalines et acides ce qui nécessitent un traitement avant rejet dans un réseau d'égouts urbain. Chez EXTRALAIT les rejets ne subissent aucun traitement avant leur rejet. Donc pas de respect des normes environnementales.

2-6 Stockage :

Ventilation

- Les produits chimiques sont stockés dans un local ventilé par une ventilation naturelle avec entrée en partie basse du local et sortie à l'opposé en partie haute.
- Pas de ventilation mécanique.

Séparation des produits :

- les produits incompatibles ne sont pas séparés les uns des autres : la soude caustique, l'acide nitrique et l'oxonia active ne sont pas stockés les uns à l'écart des autres.

Marquage :

- Les récipients sont étiquetés et soigneusement fermés.

- Pas d'affichage qui rappelle l'interdiction de fumer et d'utiliser des appareils produisant des flammes.

Sécurité :

- Pas de système de détection automatique d'incendie.
- Pas de système d'alerte et d'alarme en cas d'incident.

3- Main d'œuvre :

La qualité du nettoyage repose sur la bonne application des procédés, et donc sur la bonne formation des opérateurs aux procédures de nettoyage. Les opérateurs devront être sensibilisés sur l'importance d'un nettoyage efficace.

3-1 Habit :

- Pas de vêtement de travail en matière synthétique pour protéger l'opérateur pendant la manipulation des produits chimiques.
- Pas de lunettes et écrans faciaux.

3-2 Compétence :

- Pour ce qui est de formation des opérateurs présents dans l'unité de CIP, leur curriculum vitae se compose seulement du baccalauréat.
- La main d'œuvre est insuffisante.
- Le personnel n'a jamais reçu de formation concernant les dangers des produits chimiques.

3-3 Sécurité :

La sécurité de l'opérateur n'est pas respectée, vu que le milieu du travail se caractérise par un ensemble de risques professionnels qui doivent être maîtrisés et gérés par exemple la manipulation des produits chimiques.

4- Matériel :

Dans cette partie on s'intéressera à analyser tous ce qui concerne le matériel et équipement du circuit de nettoyage en place à savoir leur emplacement, la liaison entre eux , les vanne , les sondes de température et de concentration ainsi que les pompes misent en jeu.

4-1 Compartimentage de la station NEP :

La station de NEP permet le nettoyage des différentes installations de l'usine. Elle est constituée de cinq compartiments :

- **Compartiment de l'eau récupérée** : contient l'eau de rinçage final, elle sera utilisée pour le premier rinçage dans la session suivante de nettoyage.
- **Compartiment de la soude** : contient (**NaOH**) à une concentration de 2 à 2.5g par 100ml d'eau et à une température de 70 à 80°C.
- **Compartiment de l'acide** : contient l'acide nitrique (**HNO₃**) à une concentration de 1 à 1.5 g par 100ml d'eau et à une température de 60 à 70°C.
- **Compartiment de l'eau fraîche** : contient l'eau propre, utilisée pour le rinçage final de l'installation.
- **Compartiment de désinfectant** : contient **oxonia active** à une température ambiante.

4-2 Les pompes :

La station de nettoyage en place contient :

- Trois pompes d'envois.
- Trois pompes de retour.
- Les pompes sont en acier inoxydable avec un débit maximal de 30 m³/h.
- Les pompes ne sont pas étiquetées.
- Pas de fiche signalétique sur les pompes.
- Le débit des pompes est variable selon la recette.
- Absence de la maintenance périodique des pompes.

4-3 Les vannes

- Les vannes à clapet conçues pour répondre aux exigences d'applications les plus astreignantes sont en acier inoxydable 316.
- Les vannes ne sont pas étiquetées ce qui rend difficile leur manœuvre par les opérateurs.
- Pas de maintenance périodique des vannes.

4-4 Emplacement et liaison entre les équipements :

Les équipements à nettoyer sont dispersés dans les différents ateliers de l'usine, donc la longueur des canalisations entre la station du nettoyage en place et l'équipement à nettoyer varie ce qui influence la durée et le coût du nettoyage.

Parfois la distance entre la station de NEP et l'équipement à nettoyer est courte mais la canalisation de liaison nécessite le passage par un long trajet pour que le produit de nettoyage arrive aux équipements.

4-5 Les sondes :

Les applications de nettoyage requièrent souvent à des sondes qui mesurent dans notre cas :

- la conductivité des solutions de nettoyage.
- Une sonde de température à réponse rapide mesure dans le même temps la température des solutions de nettoyage.
- Durant notre stage et pendant quatre mois nous avons remarqué l'absence de la maintenance préventive et corrective des sondes ainsi pas d'étalonnage systématique des différentes sondes existantes.

5- Méthode :

Dans cette partie on va analyser les quatre facteurs de nettoyage qui sont :

- L'action mécanique
- La température
- La concentration
- Le temps

La présence de ces quatre facteurs est indispensable et leur combinaison est variable. Quelle que soit la méthode mise en œuvre et l'organisation choisie, ils sont toujours présents et la diminution de l'un est toujours compensée par l'augmentation d'un ou de plusieurs des autres.

5-1 Température :

Il faut respecter les températures d'utilisation recommandées par le fabricant d'un produit afin de tirer profit de sa formulation. Certains produits seront plus efficaces à des températures élevées et d'autres à des températures basses. Une température trop froide solidifie les gras sur les surfaces, mais une température trop chaude pourra dénaturer les protéines ce qui rendra leur élimination plus difficile.

Les consignes internes de température qui doivent être respectées lors du nettoyage sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau 7 : les consignes de température de chaque action

Action	Consigne
Circulation d'une solution détergente alcaline	75 °C
Circulation d'une solution acide (nitrique)	70°C
Circulation de l'oxonia active	Température ambiante

5-2 Action mécanique :

L'action mécanique est produite par une agitation et une circulation sous pression de la solution de lavage. La norme impose une vitesse de circulation du produit de nettoyage et qui est comprise entre 1,5 et 3 m/s.

5-3 Concentration :

Il est important de respecter les concentrations recommandées par le fabricant afin de s'assurer de l'efficacité des produits, d'éviter des problèmes de corrosion des équipements, de contamination chimique des surfaces nettoyées et de protéger la santé et la sécurité des employés.

La consigne interne exige des concentrations des différents produits chimiques et qui doivent être respectées :

Tableau 8 : les consignes de concentration de chaque action

Action	Concentration
Circulation d'une solution détergente alcaline	2 – 2.5
Circulation d'une solution acide (nitrique)	1 – 1.5%
Circulation de l'oxonia active	0.25 à 0.5%

5-4 Temps :

On doit respecter le temps de contact spécifié par le fournisseur afin de permettre aux produits de circuler pendant une durée déterminée. Des délais trop courts réduiront la qualité des résultats obtenus.

Il y'a trois types de produits de lavage : l'acide, la soude et le désinfectant, chaque classe de produit est formulée pour agir sur un type de résidus et dans un délai spécifique.

Le temps de chaque produit est imposé par la consigne interne :

Tableau 9 : les consignes de temps de chaque action

Action	temps
Rinçage à l'eau chaude	10 minutes
Circulation d'une solution détergente alcaline	30 minutes
Rinçage du détergent alcalin à l'eau chaude	5 minutes
Circulation d'une solution acide (nitrique)	20 minutes
Circulation de l'oxonia active	5 à 20 minutes

III - Étude et analyse quantitative :

1- Temps :

Le suivi du nettoyage de chaque recette dans les trois lignes de nettoyage en place est un guide qui va nous permettre d'identifier les recettes qui présentent plus de défauts et anomalies responsables d'une situation insatisfaisante, en se basant sur des données du suivi journalier. On a réalisé les tâches suivantes :

- 1^{ère} étape : le suivi du nettoyage durant les 2 mois de Mars et Avril et le calcul de la durée du nettoyage.
- 2^{ème} étape : calcul de la moyenne et l'écart type pour chaque recette suivie.
- 3^{ème} étape : comparaison aux consignes à l'aide du test de Student.
- 4^{ème} étape : Détermination des recettes présentant des défauts et des anomalies.

Le circuit de nettoyage en place est divisé en trois lignes et plusieurs recettes. Chaque ligne nettoie un certain nombre de recettes, les tableaux des différentes recettes se trouvent dans l'ANNEXE.

1-1 Test de Student :

Afin de comparer les moyennes des durées de nettoyage calculées aux consignes on a utilisé le test de Student pour identifier et analyser par la suite les recettes qui présentent un écart significatif entre la moyenne calculée et la consigne.

Objectif :

Le test de Student est un test paramétrique qui s'applique lorsque l'objectif est soit de comparer deux moyennes entre elle, soit de comparer une moyenne contre une constante. Dans notre cas on compare la moyenne des durées de chaque recette dans chaque ligne à une consigne.

Test de Student pour échantillon unique :

Il s'agit de comparer une moyenne observée à une moyenne théorique (μ). Soit X une série de valeurs de taille n, de moyenne m et d'écart-type S. La comparaison de la moyenne observée (m) à une valeur théorique μ est donnée par la formule suivante :

$$t = \frac{m - \mu}{\frac{S}{\sqrt{n}}}$$

Pour savoir si la différence est significative, il faut tout d'abord lire dans la table de Student (ANNEXE), la valeur critique correspondant au risque $\alpha = 5\%$ pour un degré de liberté :

$$d.d.l = n-1$$

Interprétation des résultats :

Si la valeur absolue de t ($|t|$) est supérieure à la valeur critique, alors la différence est significative. Dans le cas contraire, elle ne l'est pas.

1-2 Résultats du test :

Après avoir effectué le test sur toutes les recettes dans chaque ligne, on a abouti à des résultats. Pour certaines valeurs on trouve que l'écart entre la moyenne calculée et la moyenne théorique qui est la consigne est significatif et pour d'autres l'écart n'est pas significatif.

Les résultats sont résumés dans les tableaux suivants :

- Pour le mois de mars :

Tableau 10 : les résultats du test de Student de la ligne 1

Recette	N°	ligne	moyenne	consigne	t observé	t critique	interprétation
Cuve stockage lait	1	1	71,140	72	2,0953	2,145	différence n'est pas significative
Ligne envoi YOGO	2	1	57,524	64	47,996	2,179	différence est significative
-	3	1	20,050	17	0,926	2,131	différence n'est pas significative
Ligne Prépac	4	1	59,248	26	30,823	2,228	différence est significative
Cuve 5	5	1	78,419	78	0,211	2,179	différence n'est pas significative
-	6	1	5,767	7	0,975	4,303	différence n'est pas significative
Ligne soutirage	8	1	53,033	60	3,099	2,16	différence est significative
Machine LEBEN	17	1	56,817	44	3,165	2,228	différence est significative
Machine CMA	19	1	66,260	56	94,309	2,776	différence est significative
Ligne RAIBI	20	1	59,614	20	24,496	2,228	différence est significative
Ligne envoi	21	1	57,689	55	2,163	2,228	différence n'est pas significative
Cuve 2	22	1	62,718	59	1,991	2,16	différence n'est pas significative
Cuve 1	24	1	65,444	59	28,914	2,179	différence est significative

Tableau 11 : les résultats du test de Student de la ligne 2

Recette	N°	Ligne	Moyenne	norme	t observé	t critique	interprétation
Cuve stockage 1	1	2	68,854	62	13,834	3,182	différence est significative
Ligne envoi lait	2	2	88,074	85	2,093	2,145	différence n'est pas significative
-	5	2	14,957	15	0,801	2,131	différence n'est pas significative
Cuve stockage 2	6	2	66,977	62	2,436	2,776	différence n'est pas significative
Ligne Machine REMY	7	2	50,727	49	0,365	2,228	différence n'est pas significative
Cuve stockage 3	9	2	69,983	62	56,451	4,303	différence est significative
Machine EVERGREEN	10	2	59,691	70	2,871	2,11	différence est significative
-	13	2	70,487	61	51,308	2,776	différence est significative
Cuve 4	14	2	62,808	59	1,556	2,179	différence n'est pas significative
Ligne envoi REMY	15	2	74,456	75	1,484	2,201	différence n'est pas significative
-	16	2	7,167	7	1,286	12,706	différence n'est pas significative
Cuve stockage 3	21	2	77,333	76	2,045	2,086	différence n'est pas significative
Cuve 3	23	2	60,383	59	0,356	2,179	différence n'est pas significative

Tableau 12 : les résultats du test de Student de la ligne 3

Recette	N°	Ligne	Moyenne	norme	t observé	t critique	interprétation
Machine Prépac lait	1	3	71,58461538	71	0,824	2,179	différence n'est pas significative
-	2	3	23,13444444	18	1,992	2,1544	différence n'est pas significative
-	3	3	6,527777778	7	0,74	4,303	différence n'est pas significative
Prépac YOGO sachet	5	3	62,83717949	62	1,139	2,179	différence n'est pas significative
Cuve 6	6	3	68,01547619	65	2,143	2,16	différence n'est pas significative
Cuve 7	7	3	69,83717949	65	2,11	2,179	différence n'est pas significative
Cuve 9	9	3	77,68333333	69	121,195	2,776	différence est significative
Cuve 10	10	3	77,62333333	69	67,218	2,776	différence est significative
-	11	3	64,17051282	61	1,916	2,179	différence n'est pas significative
Cuve 13	13	3	67,46153846	64	1,975	2,06	différence n'est pas significative
Ligne ferme CMA	16	3	55,03636364	51	2,107	2,228	différence n'est pas significative
Ligne envoi ferme	21	3	47,8969697	46	1,565	2,201	différence n'est pas significative

Synthèse :

après avoir appliqué le test de Student pour la comparaison de la moyenne des durées de nettoyage de chaque recette à une valeur théorique qui est la consigne, on obtient des écarts qui sont significatifs et d'autres qui ne le sont pas. À partir de ces résultats obtenus on peut identifier les recettes qui présentent des problèmes et des anomalies ; elles sont celles qui présentent une différence significative entre la moyenne et la consigne :

Ligne 1 :

- Ligne envoi YOGO
- Ligne Prépac
- Machine CMA
- Cuve 1
- Ligne soutirage
- Machine LEBEN
- Recette N°20

Ligne 2 :

- Cuve stockage 1
- Cuve stockage 3
- Machine EVERGREEN
- Recette N°13

Ligne 3:

- Cuve 9
- Cuve 10

- Pour le mois d'avril :

Tableau 13 : les résultats du test de Student de la ligne 1

Recette	N°	ligne	Moyenne	consigne	T observé	T critique	interprétation
Cuve stockage lait	1	1	71,653	72	1,090	2,08	différence n'est pas significative
Ligne envoi YoGO	2	1	57,450	64	5,768	2,12	différence significative
3	-	1	16,827	17	1,401	2,086	différence n'est pas significative
Ligne Prépac	4	1	59,743	26	98,801	2,16	différence significative
Cuve 5	5	1	75,632	59	8,636	2,11	différence significative
6	-	1	7,320	7	2,191	2,776	différence n'est pas significative
Ligne soutirage	8	1	57,446	60	2,107	2,12	différence n'est pas significative
Machine LEBEN	17	1	62,561	44	11,931	2,145	différence significative
Machine CMA	19	1	61,998	56	2,184	2,262	différence n'est pas significative
Ligne RAIBI	-	1	59,305	20	38,463	2,228	différence significative
Ligne envoi	21	1	58,090	55	2,013	2,093	différence n'est pas significative
Cuve 2	22	1	64,192	59	2,032	2,08	différence n'est pas significative
Cuve 1	24	1	64,689	59	2,093	2,131	différence n'est pas significative

Tableau 14 : les résultats du test de student de la ligne 2

Recette	N°	Ligne	Moyenne	consigne	T observé	T critique	interprétation
Cuve stockage 1	1	2	69,556	62	8,715	2,571	différence significative
3	-	2	20,002	21	2,022	2,365	différence n'est pas significative
5	-	2	15,038	15	0,801	2,08	différence n'est pas significative
Cuve stockage 3	9	2	70,100	62	10,831	4,303	différence significative
Machines EVERGREEN	10	2	71,140	70	2,011	2,08	différence n'est pas significative
Cuve stockage 2	6	2	67,748	62	2,143	2,228	différence n'est pas significative
Ligne Machine REMY	7	2	54,094	49	2,994	2,179	différence significative
Ligne GALDI	12	2	53,258	54	0,242	12,706	différence n'est pas significative
13	-	2	69,520	61	11,022	2,776	différence significative
Ligne envoi Lait	2	2	87,225	85	1,638	2,086	différence n'est pas significative
Cuve 4	14	2	65,186	59	8,066	2,201	différence significative
Ligne Envoi REMY	15	2	74,597	75	1,543	2,131	différence n'est pas significative

Tableau 15 : les résultats du test de student de la ligne 3

Recette	N°	Ligne	Moyenne	consigne	T observé	T critique	interprétation
Machine Prépac Lait	1	3	71,578	71	1,860	2,08	différence n'est pas significative
2	-	3	20,486	18	1,964	2,093	différence n'est pas significative
Prépac YOGO sachet	5	3	62,879	62	1,913	2,12	différence n'est pas significative
Cuve 6	6	3	68,803	65	2,104	2,145	différence n'est pas significative
Cuve 7	7	3	69,297	65	2,061	2,093	différence n'est pas significative
Cuve 8	8	3	76,076	69	4,716	2,776	différence significative
Cuve 9	9	3	77,758	69	6,655	2,571	différence significative
LIGNE soutirage YOGO 1/4	11	3	64,831	71	6,712	2,11	différence significative
Cuve13	13	3	68,292	64	1,933	1,96	différence n'est pas significative
Ligne Ferme CMA	16	3	56,834	51	1,703	2,11	différence n'est pas significative
Ligne Envoi Ferme	21	3	47,094	46	1,833	2,16	différence n'est pas significative
Cuve 10	10	3	77,838	69	17,030	4,303	différence significative

Synthèse :

Nous avons comparé la moyenne de la durée de nettoyage de chaque recette dans chaque ligne à la consigne à l'aide du test de Student et on a obtenu des résultats significatifs et d'autres non significatifs. On déduit à partir de ces résultats les recettes qui présentent des problèmes et qui doivent être analysées :

Ligne 1 :

- Ligne envoi YOGO
- Ligne Prépac
- Cuve 5
- Machine EVERGREEN
- Recette N°20

Ligne 2 :

- Cuve stockage 1
- Cuve stockage 3
- Ligne Machine REMY
- Recette N°13
- Cuve 4

Ligne 3 :

- Cuve 10
- LIGNE soutirage YOGO 1/4
- Cuve 8
- Cuve 9

1-3 Analyse des recettes :

Après avoir identifié les recettes qui présentent une différence significative par rapport à la consigne, nous avons passé à l'étape suivante qui est l'analyse de ces recettes. A cause du temps, nous n'avons pas pu analyser toutes les recettes, donc on s'est limité à l'analyse des quatre recettes suivantes :

- CUVE 4 —————> NEP 2
- LIGNE SOUTIRAGE (NEP TOTAL) ———> NEP 1
- L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP TOTAL) ———> NEP 3
- CUVE 5 —————> NEP 1

D'après l'analyse de ces quatre recettes, la différence trouvée à l'aide de test de Student est due essentiellement à un temps qui s'écoule entre chaque passage de l'action à l'action suivante. Dans notre cas, le temps écoulé se trouve dans les cas suivants :

- (DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT) ———> (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- (RETOUR SOUDE) —————> (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- (DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT) ———> (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)
- (RETOUR ACIDE) —————> (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

L'explication que nous avons trouvé concernant le temps écoulé (entre le passage de l'action à l'action suivante), c'est qu'il y a un trieur qui effectue le passage à l'action suivante par la détection de la nouvelle solution. Donc le trieur prend un certain temps pour détecter la nouvelle solution, ce temps est appelé temps de sécurité.

Les résultats trouvés sont les suivants :

Tableau 16 : Résultat de suivi de la recette 5 dans le NEP 1

CUVE 5	Recette	5
ACTION	N° ACTION	TEMPS (seconde)
DEPART RECUPERATION - RETOUR EGOUT	1	120
RETOUR EGOUT	3	100
DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	4	78
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	240
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	180
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	180
DEPART RINCAGE - RETOUR SOUDE (Trieur)	8	78
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	120
RETOUR EGOUT	3	140
DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	10	78
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	300
RETOUR ACIDE	13	200
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	300
RETOUR ACIDE	13	150
DEPART RINCAGE - RETOUR ACIDE (Trieur)	14	78
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	120
RETOUR RECUPERATION	17	140
DEPART DESINFECTANT - RETOUR EGOUT	18	78
DEPART DESINFECTANT - RETOUR DESINFECTANT	19	300
RETOUR DESINFECTANT	21	200
DEPART RINCAGE - RETOUR DESINFECTANT	22	78
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	120
RETOUR RECUPERATION	17	140
Fin recette	0	0

Pour la recette 5, le temps écoulé qu'on a trouvé entre les actions citées précédemment est le suivant :

- 56 secondes entre (DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 54 secondes entre (RETOUR SOUDE) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 56 secondes entre (RETOUR SOUDE) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 55 secondes entre (DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

- 55 secondes entre (RETOUR ACIDE) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

Tableau 17 : Résultat de suivi de la recette 11 dans le NEP 3

L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP TOTAL)	Recette	11
ACTION	N°ACTION	TEMPS (seconde)
DEPART RECUPERATION - RETOUR EGOUT	1	200
DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	4	160
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	1200
DEPART RINCAGE - RETOUR SOUDE (Trieur)	8	160
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	100
DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	10	160
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	500
DEPART RINCAGE - RETOUR ACIDE (Trieur)	14	160
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	100
DEPART DESINFECTANT - RETOUR EGOUT	18	160
DEPART DESINFECTANT - RETOUR DESINFECTANT	19	400
DEPART RINCAGE - RETOUR DESINFECTANT	22	160
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	200
Fin recette	0	0

Pour la recette 11, le temps écoulé qu'on a trouvé entre les actions citées précédemment est le suivant :

- 117 secondes entre (DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 130 secondes entre (DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

Tableau 18 : Résultat de suivi de la recette 8 dans le NEP 1

LIGNE SOUTIRAGE (NEP TOTAL)	Recette	8
ACTION	N° ACTION	TEMPS (seconde)
DEPART RECUPERATION - RETOUR EGOUT	1	200
DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	4	140
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	1000
DEPART RINCAGE - RETOUR SOUDE (Trieur)	8	140
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	200
DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	10	140
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	400
DEPART RINCAGE - RETOUR ACIDE (Trieur)	14	140
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	100
DEPART DESINFECTANT - RETOUR EGOUT	18	140
DEPART DESINFECTANT - RETOUR DESINFECTANT	19	200
DEPART RINCAGE - RETOUR DESINFECTANT	22	140
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	200
Fin recette	0	0

Pour la recette 8, le temps écoulé qu'on a trouvé entre les actions citées précédemment est le suivant :

- 150 secondes entre (DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 150 secondes entre (DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

Tableau 19 : Résultat de suivi de la recette 14 dans le NEP 2

CUVE 4	Recette	14
ACTION	N°ACTION	TEMPS (seconde)
DEPART RECUPERATION - RETOUR EGOUT	1	120
RETOUR EGOUT	3	50
DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	4	56
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	90
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	70
DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE	5	400
RETOUR SOUDE	7	70
DEPART RINCAGE - RETOUR SOUDE (Trieur)	8	56
DEPART RINCAGE - RETOUR EGOUT	9	120
RETOUR EGOUT	3	50
DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT (Trieur)	10	56
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	300
RETOUR ACIDE	13	70
DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE	11	300
RETOUR ACIDE	13	60
DEPART RINCAGE - RETOUR ACIDE (Trieur)	14	56
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	120
RETOUR RECUPERATION	17	50
DEPART DESINFECTANT - RETOUR EGOUT	18	56
DEPART DESINFECTANT - RETOUR DESINFECTANT	19	300
RETOUR DESINFECTANT	21	60
DEPART RINCAGE - RETOUR DESINFECTANT	22	56
DEPART RINCAGE - RETOUR RECUPERATION	15	120
RETOUR RECUPERATION	17	60
Fin recette	0	0

Pour la recette 14, le temps écoulé qu'on a trouvé entre les actions citées précédemment est le suivant :

- 105 secondes entre (DEPART SOUDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 55 secondes entre (RETOUR SOUDE) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)
- 50 secondes entre (RETOUR SOUDE) et (DEPART SOUDE - RETOUR SOUDE)

- 69 secondes entre (DEPART ACIDE - RETOUR EGOUT) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)
- 60 secondes entre (RETOUR ACIDE) et (DEPART ACIDE - RETOUR ACIDE)

1-4 Nature des défauts :

Durant les deux mois de suivi du circuit de nettoyage en place des équipements et matériels concernés, on a remarqué la présence dans chaque ligne et plusieurs recettes des défauts de nature différente comme :

- Température et concentration
- Niveau bas de désinfectant
- Niveau bas récupération
- Niveau bas soude

Les tableaux suivants représentent la totalité des défauts détectés au niveau de chaque recette et dans chaque ligne. L'identification de ces défauts permet d'analyser les causes et de proposer des actions pour améliorer et optimiser la situation.

- **Pour le mois de mars :**

Tableau 20 : les défauts détectés dans la ligne 1

ligne 1			
Recette	défauts		
	température/concentration	niveau bas Re	niveau bas De
cuve stockage lait	1	--	1
ligne envoi YOGO	1	--	--
ligne prépac	1	1	--
cuve 5	--	--	1
ligne soutirage	--	--	--
machine GALDI	3	--	--
ligne CMA LBEN	--	--	--
cuve GALDI	--	--	--
ligne soutirage YOGO 1/4	--	--	--
Ligne RAIBI	2	--	--
23	--	--	--

Remarque :

Au niveau de cette ligne on remarque que le défaut le plus répandu est celui de la baisse de température et concentration des produits chimiques, surtout au niveau de la recette (machine GALDI) et la recette 20.

Tableau 21 : les défauts détectés dans la ligne 2

ligne 2			
Recette	défauts		
	température/concentration	niveau bas Re	niveau bas De
cuve stockage 1	--	--	--
ligne envoi lait	--	--	1
4	--	--	--
5	--	--	--
8	--	--	--
11	--	--	--
ligne GALDI	1	--	--
13	7	--	--
cuve 4	7	--	--
ligne envoi MAHDIYA	--	--	--
cuve 3	7	--	--

Remarque :

La majorité des défauts rencontrés dans cette ligne sont ceux qui concernent la baisse de la température et de la concentration, ces défauts sont surtout au niveau de la cuve 3, la cuve 4 et la recette 13.

Tableau 22: les défauts détectés dans la ligne 3

ligne 3			
Recette	défauts		
	température/concentration	niveau bas Re	niveau bas De
machine prépac lait	--	--	1
2	--	--	--
ligne soutirage YOGO 1/4	--	--	--
prépac yogo sachet	--	--	--
cuve 8	--	1	--
ligne soutirage YOGO 1/4	--	--	--
cuve 12	--	--	--
cuve 13	1	--	1
14	--	--	--
20	--	--	--
23	--	--	--

- Pour le mois d'avril :

Tableau 23 : les défauts détectés dans la ligne 1

ligne 1				
Recette	défauts			
	température/concentration	niveau bas De	niveau bas Re	niveau bas S
1	--	--	--	--
2	1	--	1	--
3	--	1	--	--
4	1	--	--	--
7	--	--	--	--
9	--	--	--	--
10	--	--	--	--
11	1	--	--	--
13	--	--	--	--
14	--	--	--	--
19	--	--	--	1
20	5	--	1	--
21	--	--	1	--

Remarque :

Au niveau de cette ligne on remarque la présence de plusieurs types de défauts : la baisse du niveau du désinfectant, de la récupération, de la soude et la baisse de la température et la concentration, cette dernière présente la majorité des défauts et surtout au niveau de la recette 20 (Ligne RAIBI).

Tableau 24 : les défauts détectés dans la ligne 2

ligne 2				
Recette	défauts			
	température/concentration	niveau bas De	niveau bas Re	niveau bas S
1	--	--	--	--
2	--	--	--	--
3	--	--	--	--
4	--	--	--	--
7	--	--	--	--
9	--	--	--	--
10	--	--	1	--
11	--	--	--	--
13	7	--	1	--
Cuve 4	6	--	--	--
19	--	--	--	--
20	5	--	1	--
21	--	--	1	1

Remarque :

Pour cette ligne la plupart des défauts rencontrés sont ceux qui concernent la baisse de la température et la concentration au niveau de trois recettes (13, 14 et 20).

Tableau 25 : les défauts détectés dans la ligne 3

ligne 3				
Recette	défauts			
	température/concentration	niveau bas De	niveau bas Re	niveau bas S
1	--	--	1	--
2	--	1	--	--
3	--	--	--	--
4	--	--	--	--
7	--	--	1	--
9	--	--	1	--
10	--	--	1	--
11	--	--	--	--
13	--	--	--	--
14	--	--	--	--
19	--	--	--	--
20	--	--	--	--
21	--	--	--	--

Synthèse :

A partir de cette analyse, on a la présence de plusieurs types de défauts au niveau de chaque ligne dans chaque recette, des défauts de niveau bas de la récupération, la soude, le désinfectant, ainsi que la baisse de température et de la concentration. On a remarqué que ce dernier défaut est répétitif et reproductible surtout dans les recettes suivantes :

- Machine GALDI
- Cuve 4
- Cuve 3
- Ligne RAIBI
- Recette 13

Ces recettes qui présentent plus de défauts on doit les analyser afin de détecter et identifier les causes qui sont à l'origine de ces défauts.

Analyse :

Après avoir analysé les recettes citées précédemment nous avons déduit les causes qui sont à l'origine des défauts :

Les causes du niveau bas :

- L'opérateur arrête manuellement le nettoyage avant que la solution de nettoyage revienne au compartiment.
- Défaillance de la pompe de retour.
- Au lieu d'ouvrir une vanne qui permet le retour de la solution de nettoyage au compartiment, l'opérateur ouvre une autre vanne et par conséquent on perd la totalité de la quantité de la solution de nettoyage.

Les causes de la baisse de température et de concentration :

- La solution de nettoyage est trop diluée.
- La distance entre le circuit de NEP et l'équipement à nettoyer est trop longue et par conséquent il y'a un échange de chaleur avec l'extérieur ce qui diminue la température de la solution de nettoyage.

2- Action mécanique :

L'action mécanique est un facteur très important pour l'efficacité du nettoyage. Elle crée des forces qui permettent de détacher les souillures et de les disperser dans le produit de nettoyage, détergent ou désinfectant.

Dans notre cas l'action mécanique est produite par une agitation et une circulation sous pression de la solution de lavage. La norme impose une vitesse de circulation du produit de lavage comprise entre 1,5 et 3 m/s.

Pour analyser le facteur débit, nous avons mesuré le diamètre des différentes lignes pour calculer par la suite la section. Nous avons enregistré le débit généré dans chaque recette et donc on déduit la vitesse de circulation des produits au cours du nettoyage.

Le calcul de vitesse est basé sur la relation suivante: $V = D/S$.

Avec : S : la section en m^2 , D : débit généré en m^3/h et V : la vitesse en m/s.

Pour calculer la section, on utilise la relation suivante : $S = \pi * R^2$.

La vitesse calculée on va la comparer à la vitesse donnée par la norme est qui est de 1,5 à 3m/s. Le tableau suivant récapitule les calculs de vitesse :

Tableau 26 : calcul de la vitesse de circulation des produits de nettoyage

Ligne	Diamètre (cm)	Section (m ²)	Débit enregistré (m ³ /h)	Vitesse (m/s)
LIGNE SOUTIRAGE	4,450	0,00156	15	2,679
LIGNE ENVOI YOGO SALLE LAITERIE	5,080	0,00203	20	2,741
LIGNE ENVOI LAIT	4,450	0,00156	10	1,786
LIGNE MACHINE REMY	5,080	0,00203	15	2,056
LIGNE SOUTIRAGE (NEP TOTAL)	5,080	0,00203	20	2,741
LIGNE GALDI	4,450	0,00156	10	1,786
LIGNE ENVOI REMY	4,450	0,00156	15	2,679
LIGNE SOUTIRAGE (NEP INTERMIDIARE)	5,080	0,00203	20	2,741
LIGNE RAIBI	5,080	0,00203	20	2,741
LIGNE LBEN	4,450	0,00156	15	2,679
L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP INTERMEDIAIRE)	5,080	0,00203	20	2,741
L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP TOTAL)	5,080	0,00203	20	2,741
LIGNE ENVOI FERME MACHINE CMA	4,450	0,00156	10	1,786
LIGNE REMPLISSAGE FERME	3,810	0,00114	10	2,436

Synthèse :

Après avoir calculé la vitesse de circulation des produits de nettoyage à partir du débit généré par la pompe pour chaque recette, on la compare à la vitesse exigée par la norme et qui est comprise entre 1.5 et 3 m/s.

A partir du tableau, on remarque que la vitesse imposée par la norme est respectée car les vitesses calculées sont comprises entre 1.5 et 3 m/s.

3- Concentration

Tableau 27 : Résultats de suivi de la concentration de l'acide nitrique.

N° échantillon	% de HNO ₃ dans la Ligne 1	% de HNO ₃ dans la Ligne 2	% de HNO ₃ dans la Ligne 3
1	2,20	2,10	2,00
2	2,15	2,10	2,14
3	1,89	2,01	2,20
4	2,03	2,15	1,98
5	2,20	2,00	2,01
6	2,25	2,35	2,02
7	2,17	2,10	2,11
8	2,21	1,99	2,05

Tableau 28 : Résultats de suivi de la concentration de la soude.

N° échantillon	% de NaOH dans la Ligne 1	% de NaOH dans la Ligne 2	% de NaOH dans la Ligne 3
1	2,50	2,76	2,80
2	2,68	2,76	2,56
3	2,56	2,80	2,80
4	2,50	2,60	2,76
5	2,80	2,67	2,58
6	2,66	2,85	2,40
7	2,45	2,87	2,54
8	2,60	2,55	2,66

3-1 Carte de contrôle :

Objectif des cartes de contrôle :

La carte de contrôle est un outil statistique et de visualisation graphique des résultats de contrôles réalisés sur des échantillons. Cet outil visuel simple, permet de vérifier si les variations produites par un processus sont hors contrôle ou sous contrôle en comparant l'étendue des variations produites par le processus et l'intervalle de tolérance établie.

Carte de contrôle de la moyenne : X-bar :

La carte de contrôle de la moyenne, ou carte \bar{X} , est constituée d'une ligne centrale correspondant à la valeur $LC = \bar{\bar{X}}$, et deux lignes de contrôle correspondant respectivement aux limites supérieures (LSC) et inférieures (LIC).

Calcul des paramètres de carte de contrôle de la moyenne :

- Calcul des moyennes de chaque échantillon :

Soient X_1, X_2, \dots, X_n les mesures relevées au sein d'un échantillon de taille n . La moyenne \bar{X} se calcule par la formule suivante :

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + \dots + X_n}{n}$$

- Calcul des étendues de chaque échantillon :

L'étendue au sein d'un échantillon de prélèvement est donnée par la formule suivante :

$$\bar{R} = X_{max} - X_{min}$$

X_{max} et X_{min} sont respectivement les valeurs maximale et minimale prises par X au sein d'un échantillon.

- Calcul de la moyenne globale et de l'étendue globale :

S'il y a k sous-groupes de prélèvement et que \bar{X} est la moyenne globale et \bar{R} correspond à l'étendue globale alors :

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\bar{X}_1 + \bar{X}_2 + \dots + \bar{X}_k}{k}$$

$$\bar{\bar{R}} = \frac{R_1 + R_2 + \dots + R_K}{k}$$

- Calcul des limites provisoires :

Pour la carte X-bar :

$$LCS = \bar{X} + A_2.R$$

$$LCI = \bar{X} - A_2.R$$

Le coefficient A_2 , est tabulé en fonction de n , la taille de l'échantillon : (voir ANNEXE).

Les résultats obtenus nous ont permis de tracer les cartes de contrôles suivantes :

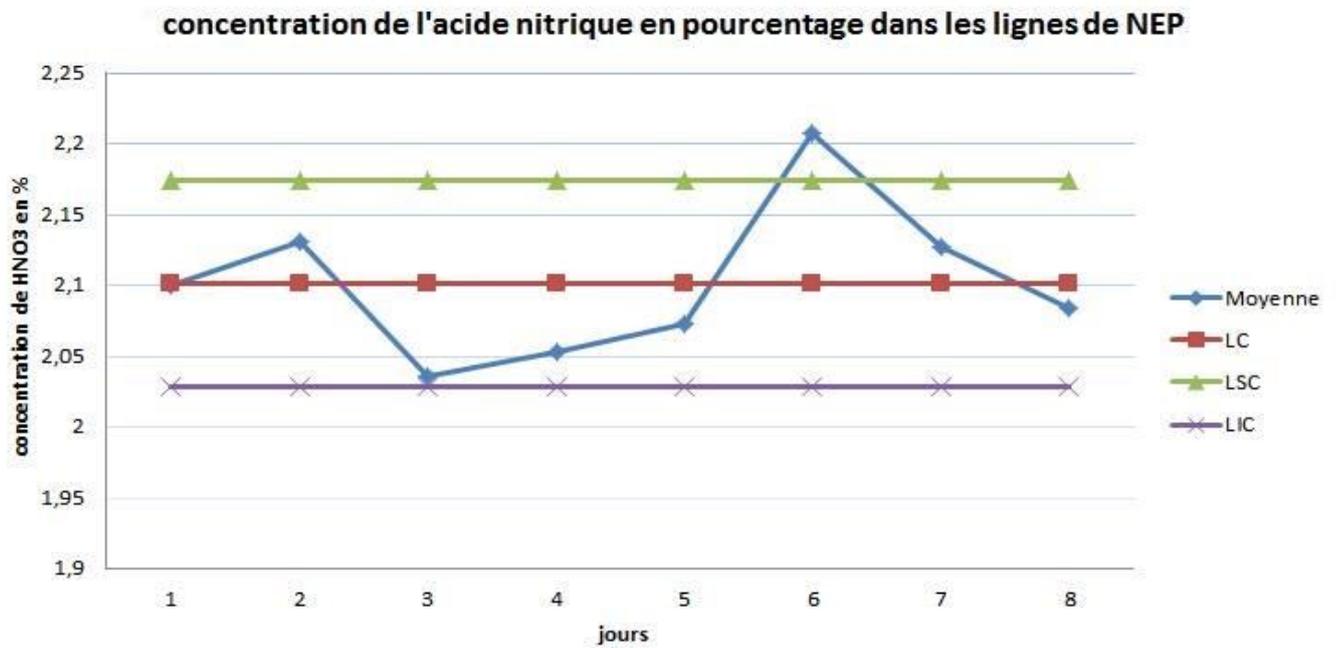


Figure 4 : Carte de contrôle de l'acide nitrique (HNO_3)

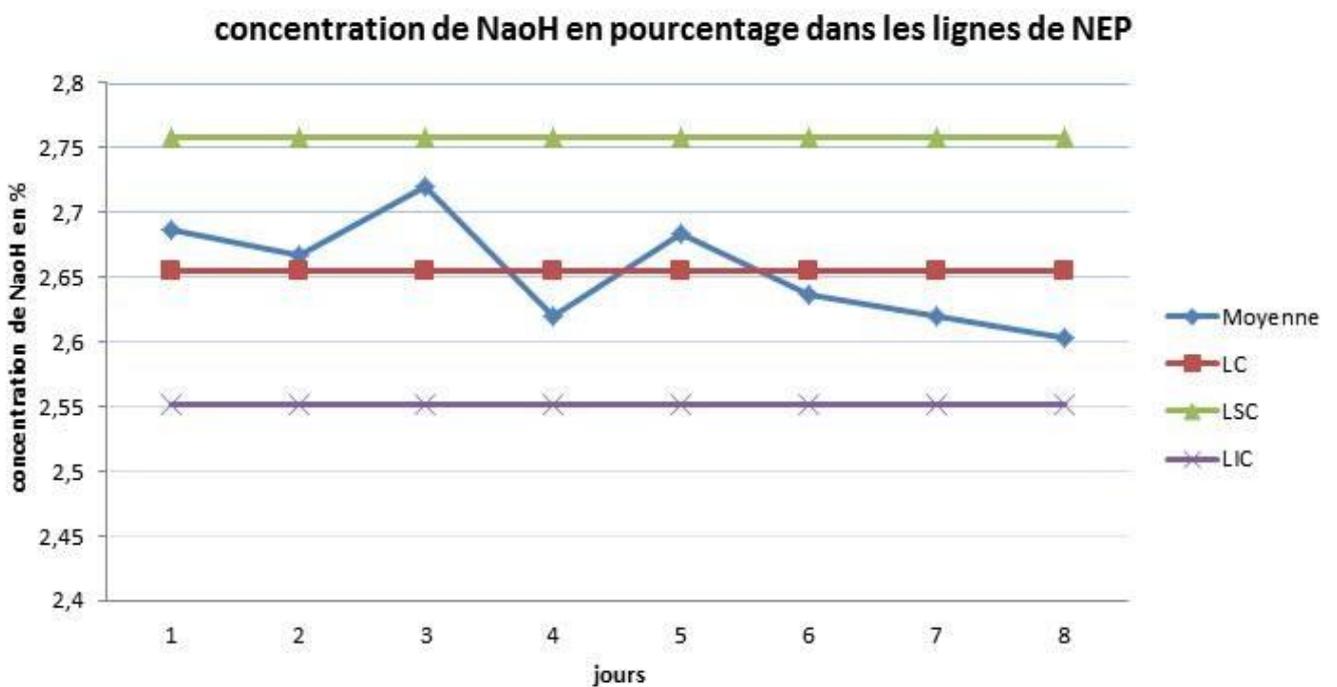


Figure 5 : Carte de contrôle de la soude (NaOH)

3-2 Interprétation :

- D'après la carte de contrôle de l'acide nitrique (Figure 4), on remarque l'existence d'un seul point au-dessus de la limite supérieure (LSC). Ceci correspond à la moyenne de l'échantillon 6. Donc pendant ce jour-là la concentration en acide nitrique n'était pas respectée et par conséquent le procédé est déclaré non maîtrisé.
- Pour la carte de contrôle de la soude (Figure 5), on remarque que tous les points sont situés entre les lignes de contrôle (LSC et LIC), donc le procédé est déclaré maîtrisé.

Les causes :

- L'opérateur n'a pas respecté le mode opératoire.
- Le conductivimètre n'est pas étalonné ce qui fait, il donne des mesures erronées.

4- Température**Tableau 29:** la température de NaOH dans les trois lignes

N° échantillon	T (°c) de NaOH dans la ligne 1	T (°c) de NaOH dans la ligne 2	T (°c) de NaOH dans la ligne 3
1	77,4	81,5	83,6
2	78,6	83,3	82,3
3	77	83,9	84,4
4	76,8	82,7	85,2
5	75,6	81,3	82,5
6	77,8	81,4	84,4
7	77,5	85,6	86,8
8	78,1	77,8	85,3

Tableau 30 : la température de HNO₃ dans les trois lignes

N° échantillon	T (°c) de HNO ₃ dans la ligne 1	T (°c) de HNO ₃ dans la ligne 2	T (°c) de HNO ₃ dans la ligne 3
1	64,6	71,1	69
2	60,8	71,1	66,1
3	61,7	67,1	70,5
4	71	73,4	75
5	71	66,2	80,9
6	72	70,4	77,1
7	76	79,1	67,9

Les résultats obtenus nous ont permis de tracer les cartes de contrôles suivantes :

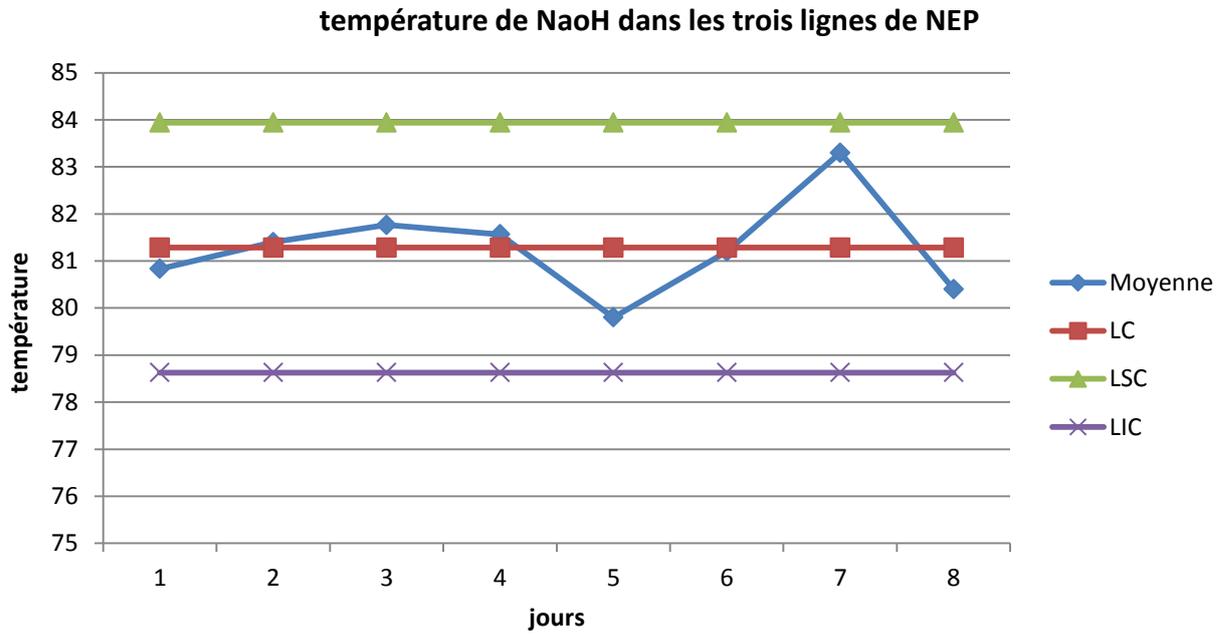


Figure 6 : carte de contrôle de la température de NaOH dans les trois lignes

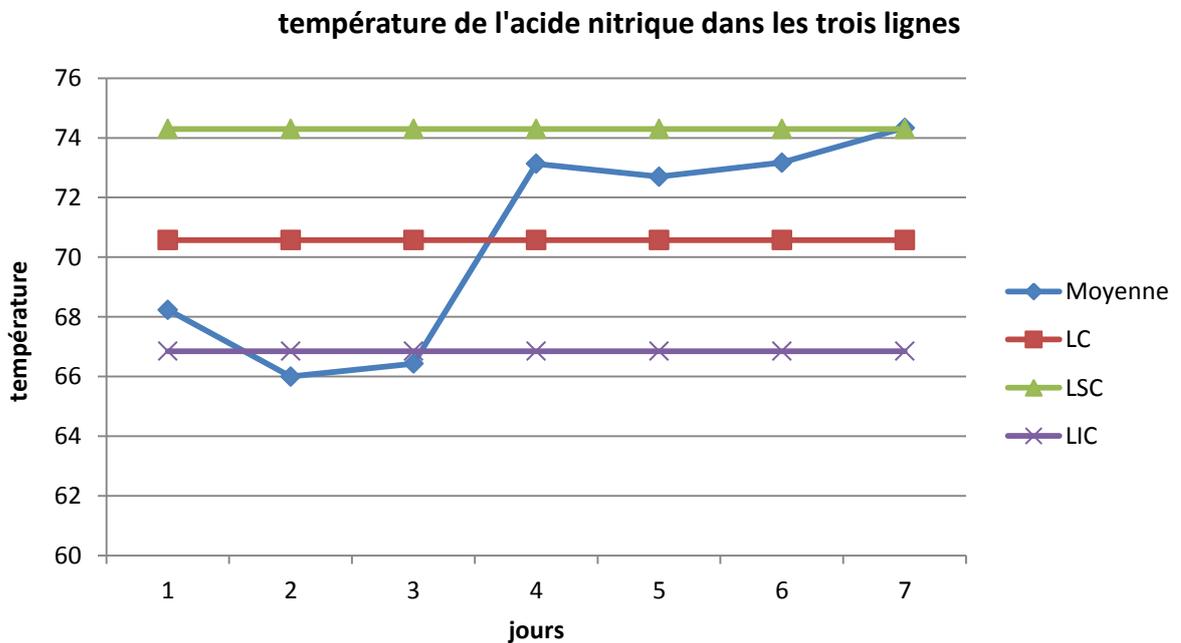


Figure 7 : carte de contrôle de la température de HNO₃ dans les trois lignes

Interprétation :

- D'après la carte de contrôle de la température de l'acide nitrique (Figure 7), on remarque l'existence d'un seul point au-dessus de la limite supérieure (LSC) et deux points au-dessous de la limite inférieure (LIC). Pour le point qui au-dessus de la limite supérieure, il correspond à la moyenne de l'échantillon 7 et pour les deux points qui sont au-dessous de la limite inférieure, ils correspondent successivement à la moyenne de l'échantillon 2 et 3. Donc comme conclusion, on peut dire que la température de l'acide nitrique n'est pas respectée et par conséquent le procédé est déclaré non maîtrisé.
- Pour la carte de contrôle de la température de la soude (Figure 6), on remarque que tous les points sont situés entre les lignes de contrôle (LSC et LIC), donc le procédé est déclaré maîtrisé c'est-à-dire que la température de la soude est respectée.

Les causes :

- Le système de régulation n'est pas précis.
- La distance entre le circuit de NEP et l'équipement à nettoyer est trop longue et par conséquence il y'a un échange de chaleur avec l'extérieur ce qui diminue la température de la solution de nettoyage.
- La solution est très diluée et par conséquence la température diminue.

IV- Plan d'action

1- Milieu :

Ordre et propreté

La bonne tenue des locaux peut éliminer certains risques liés au milieu de travail et faciliter l'accomplissement et la sécurité des tâches. Des locaux mal entretenus peuvent cacher certains risques et ceci peut se traduire par des lésions et des blessures. Si l'on s'habitue au désordre et à la présence de débris et de déversements, on en vient facilement à ignorer des risques graves.

Comme action d'amélioration de l'atelier de nettoyage en place il est indispensable de mettre en place le plan d'action suivante :

- Les allées et les lieux de passage doivent être dégagés de tout obstacle et tous ce qui ne sert pas.
- La formation des travailleurs est une partie essentielle de tout bon programme de tenue des locaux.
- nettoyage continu de chaque zone de travail.
- Les rebuts doivent être recueillis régulièrement pour assurer l'ordre et la propreté des locaux.
- Mettre en place une fosse d'évacuation des eaux de fuites afin d'assurer un bon drainage et faciliter la circulation au sein de l'atelier
- Nettoyer de manière systématique le sol pour éviter les chutes dues aux glissades.
- Nettoyer de manière systématique les murs pour éviter l'accumulation des saletés.

Eclairage :

Comme action d'amélioration de l'atelier de nettoyage en place il est indispensable de :

- Améliorer l'éclairage le soir afin d'éviter la fatigue visuelle qui peut être à l'origine d'accidents du travail, car un éclairage mal adapté oblige les personnes à faire des efforts pour percevoir les détails.
- Un éclairage de sécurité doit être prévu pour permettre dans le cas d'interruption de courant ou d'incident l'évacuation en bon ordre du local.

Ambiance :

Comme action d'amélioration de l'atelier de nettoyage en place il est indispensable de :

- Mettre en place des détecteurs et capteurs des fumées et surtout des gaz résultant des produits chimiques utilisés tel que la soude et l'acide.
- Améliorer l'aération du local en ajoutant des ventilateurs, car la ventilation naturelle est insuffisante et surtout dans un local dans lequel on manipule des produits chimiques.

Bruit :

Le bruit est une nuisance souvent intolérable. Il provoque une gêne et une menace pour la santé, il rend insupportable la qualité de la vie au travail et peut compromettre gravement la sécurité des travailleurs. Donc comme solution pour éviter le bruit est de :

- Faire une maintenance systématique des machines bruyantes.
- Utiliser des casques antibruit.

La signalisation de sécurité

Mettre en place la signalisation de sécurité qui fournit une indication ou une prescription relative à la sécurité ou la santé au travail, au moyen :

- d'un panneau.
- d'une couleur.
- d'un signal lumineux.
- d'un signal acoustique.

Pour éviter surtout les risques associés aux produits chimiques et leur manipulation.

Protection contre les incendies

- Faire un contrôle périodique de l'extincteur mis en place.
- Mettre en place des capteurs de fumée.
- Mettre en place des systèmes d'alarme et d'alerte sachant que le nombre de travailleurs au sein de l'usine dépasse 50 employés.

2- Main d'œuvre :

La qualité du nettoyage repose sur la bonne application des procédés, et donc sur la bonne formation des opérateurs aux procédures de nettoyage. Les opérateurs devront être sensibilisés à l'importance d'un nettoyage efficace.

Habit :

- Utiliser des vêtements de travail en matière synthétique pour protéger l'opérateur.
- Utiliser des lunettes et des écrans faciaux pour éviter les effets des produits chimiques manipulés.

Compétence :

- Sensibiliser les opérateurs et faire des formations sur les dangers des produits chimiques manipulés.

Lorsque la formation sera réalisée, il faudra :

- Assurer une mise à jour des connaissances en cas de changement par rapport à la procédure initiale.
- Programmer des vérifications périodiques des connaissances qui pourront entraîner de nouvelles discussions / formations / présentations.
- Impliquer les opérateurs lors de la validation de nettoyage, notamment en les tenants informés des résultats.
- Etre à l'écoute des revendications, des problèmes et propositions, puisque les hommes de terrains sont bien placés pour être force de proposition.
- Placer des fiches de sécurité à proximité des produits auxquels elles se réfèrent (Figure8, 9 et 10).

Consignes de sécurité

NOM COMMERCIAL «Acide Nitrique (HNO₃)»

<u>ASPECT</u>	<u>RISQUES</u>	<u>PRECAUTIONS</u>	<u>PREMIERS SOINS</u>
<p>L'Acide Nitrique est un produit liquide incolore pénétrant. Sa formule chimique est HNO₃.</p>	<p><u>Inhalation :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Brulures des muqueuses. ✚ Toux. ✚ Difficultés respiratoires. ✚ Formation des œdèmes aux voies respiratoires. <p><u>En cas de contact avec la peau :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Brulures. <p><u>En cas de contact avec les yeux :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Brulures. ✚ Danger de cécité. <p><u>Ingestion :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Lésions du tissu (bouche œsophage, estomac, intestins). ✚ Fortes douleurs. <p><u>Au contact des métaux :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Formation des gaz nitreux et de l'hydrogène. 	<ul style="list-style-type: none"> ✚ Ne pas entrer en contact avec le produit. ✚ Ne pas inhaler les vapeurs / aérosols. ✚ Bien ventiler les endroits fermés. ✚ Porter les EPI nécessaires. 	<p><u>En cas d'inhalation :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Prendre de l'air frais si nécessaire. <p><u>En cas de contact avec la peau :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Rincer à l'eau abondante. ✚ Enlever les vêtements contaminés. <p><u>En cas d'ingestion :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Boire de l'eau en abondance. ✚ Ne pas faire vomir. ✚ Ne pas mener des mesures de neutralisation. <p><u>En cas de contact avec les yeux :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✚ Rincer à l'eau abondante en gardant les paupières bien ouvertes pendant 10min.



Toxique

Figure 8 : la fiche de sécurité de l'acide nitrique.

Consignes de sécurité

NOM COMMERCIAL « <u>SOUDE CAUSTIQUE (NaOH)</u> »			
ASPECT	DANGER	PREVENTION	INTERVENTION
<p>L'hydroxyde de sodium est solide blanc, inodore, très hygroscopique. Sa formule chimique est <u>NaOH</u>.</p>	<p>✚ Provoque des brûlures de la peau et des lésions oculaires graves.</p>	<p>✚ Porter les équipements de protection individuelle (EPI) pour éviter la respiration des poussières/fumées/gaz/brouillards/vapeurs/aérosols.</p>	<p><u>En cas d'inhalation :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Coucher et transporter la personne en position latérale stable. <p><u>En cas de contact avec la peau :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Laver immédiatement à l'eau et au savon et bien rincer. Laver les vêtements contaminés avant de les réutiliser. <p><u>En cas de contact avec les yeux :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Rincer les yeux, pendant plusieurs minutes, sous l'eau courante en écartant bien les paupières et consulter un médecin. <p><u>En cas d'ingestion :</u></p> <ul style="list-style-type: none"> ✓ Ne pas faire vomir, demander d'urgence une assistance médicale. ✓ Boire de l'eau en abondance.



Figure 9 : la fiche de sécurité de la soude caustique.

<p style="font-size: 2em; color: #8B4513;">Consignes de sécurité</p>			
<p>NOM COMMERCIAL «<u>P3 OXONIA ACTIVE</u>»</p>			
ASPECT	RISQUES	PRECAUTIONS	PREMIERS SOINS
<p>P3-oxonia active est un produit liquide incolore limpide, légèrement acide.</p>	<p>Inhalation :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Brulures des muqueuses. ⚡ Difficultés respiratoires. ⚡ Formation des œdèmes aux voies respiratoires. <p>En cas de contact avec la peau :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Brulures. <p>En cas de contact avec les yeux :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Brulures. <p>Ingestion :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Lésions du tissu (bouche œsophage, estomac, intestins). ⚡ Fortes douleurs. 	<ul style="list-style-type: none"> ⚡ Ne pas mettre en contact avec les yeux, la peau ou les vêtements ⚡ Ne pas inhaler les vapeurs / aérosols. ⚡ Bien ventiler les endroits fermés. ⚡ Tenir à l'écart des matières combustibles ⚡ Porter les EPI nécessaires. 	<p>En cas d'inhalation :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Transporter la personne incommodée à l'air frais. <p>En cas de contact avec la peau :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Rincer à l'eau abondante pendant 10 minutes ⚡ Enlever les vêtements contaminés. <p>En cas d'ingestion :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Rincer la bouche avec de l'eau en abondance. ⚡ Ne pas faire vomir. <p>En cas de contact avec les yeux :</p> <ul style="list-style-type: none"> ⚡ Rincer à l'eau abondante en gardant les paupières bien ouvertes pendant 10min.



Corrosif



Comburant

Figure 10 : la fiche de sécurité de P3-oxonia active.

3- Matière première :

Manipulation :

- Placer des fiches de sécurité près des produits chimiques.
- Sensibiliser les opérateurs, faire des formations sur les dangers et les risques liés aux produits chimiques manipulés.

Stockage :

Séparation des produits :

Les produits incompatibles comme dans le cas de l'acide nitrique, la soude caustique et l'oxonia active doivent être séparés lors du stockage, car en cas d'incendie ou de détérioration, les emballages des produits peuvent se mélanger les uns avec les autres en provoquant des réactions dangereuses : dégagement de gaz toxique, projections, inflammation et explosion.

Marquage :

Les produits chimiques utilisés dans l'atelier de nettoyage en place sont inflammables, explosifs et incompatibles donc il est obligatoire de mettre un affichage à proximité des emballages qui rappelle l'interdiction de fumer et d'utiliser des appareils produisant des flammes et des étincelles.

Les issues de secours :

Des issues de secours doivent être dégagées et comporter un dispositif d'ouverture anti panique. Les issues de secours et les itinéraires d'évacuation doivent être signalisés.

Ventilation :

La présence de trois produits chimiques inflammables rend la ventilation naturelle insuffisante ce qui nécessite la mise en place une ventilation mécanique.

Sécurité :

L'entreprise doit mettre en place des systèmes d'alarme et d'alerte dans le local de stockage.

Traitement :

Les rejets du circuit de nettoyage en place contiennent des matières alcalines et acides ce qui nécessitent un traitement avant rejet dans un réseau d'égouts urbain. L'entreprise doit mettre en place une station pour le traitement, afin de respecter la norme environnementale.

4- Matériel :

Pour assurer un NEP efficace, le matériel devra être conçu de manière à s'adapter à un circuit de nettoyage et être en outre facile à nettoyer. Toutes les surfaces devront être accessibles à la solution détergente. Il ne devra y avoir aucun cul de sac que le détergent ne peut atteindre ou à travers lequel il ne peut s'écouler (voir figure 11).

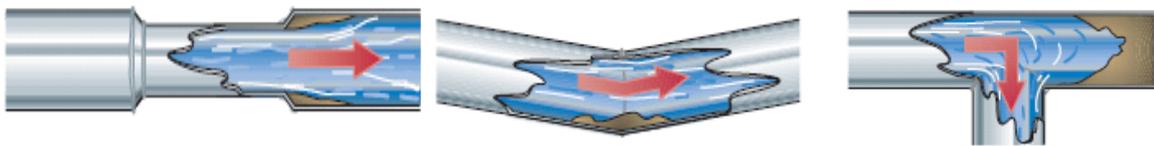


Figure 11 : Exemples d'emplacements difficiles à nettoyer dans un système de tuyauterie.

Les machines et tuyauteries devront être installées de manière à pouvoir être vidangées efficacement. Toutes les poches ou pièges à liquide d'où ne peut se vidanger l'eau résiduelle constitueront autant de lieux de prolifération rapide des bactéries et entraîneront un risque important d'infection du produit.

En plus de la conception hygiénique (géométrie) des matériaux, les équipements (cuve, ligne, pompe, vanne,...) doivent être étiquetés pour faciliter la tâche aux opérateurs travaillant dans l'unité de nettoyage en place.

5- Méthode :

- L'opérateur doit terminer le nettoyage jusqu'à la fin de la recette.
- Veiller à ce que l'opérateur respecte le mode opératoire de préparation des solutions de nettoyage pour ne pas tomber dans le problème d'une solution diluée ou trop concentrée.
- Les pompes de retour doivent être maintenues de manière systématique.
- Étiqueter les vannes pour assurer la bonne marche et la maîtrise du circuit.
- Calorifuger et isoler les lignes longues pour ne pas avoir un échange de chaleur avec l'extérieur et par la suite avoir une baisse de température, ce qui influence sur la température des solutions de nettoyage.

- Assurer un étalonnage systématique des conductivimètres pour que les appareils donnent bien le même résultat.
- Programmer une maintenance préventive et corrective des systèmes de régulation.
- Pour le temps de nettoyage, on a proposé sur la société de réduire ce temps à travers la diminution de temps consacré au trieur, c'est-à-dire réduire le temps de sécurité.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans le cadre de stage de fin d'études effectué à la coopérative laitière de KENITRA « EXTRALAIT », le sujet traité fut l'amélioration de la méthode de nettoyage en place (NEP), car le maintien de la qualité des produits dépend beaucoup des conditions dans lesquelles ils ont été fabriqués, ainsi que le succès commercial de l'entreprise est fonction en grande partie de cette qualité.

L'analyse de l'état actuel du circuit de nettoyage en place au sein d'EXTRALAIT, a été réalisée comme première mission durant le projet, et nous a permis de tirer les informations et remarques que nous avons regroupé selon de grands volets : matière première, main d'œuvre, milieu, méthode, matériel.

La deuxième partie a été consacrée à l'étude quantitative dans laquelle nous avons analysé les quatre facteurs de nettoyage : la température, le temps, la concentration et l'action mécanique. La présence de ces facteurs est indispensable et leur combinaison est variable. Quelle que soit la méthode mise en œuvre et l'organisation choisie, ils sont toujours présents et la diminution de l'un est toujours compensée par l'augmentation d'un ou de plusieurs des autres. Parmi les problèmes que nous avons détectés pendant l'analyse de ces facteurs, il y a ceux qui sont liés à l'opérateur, par exemple l'opérateur ne respecte pas le mode opératoire des produits chimiques ce qui influence leur concentration, aussi des défaillances des pompes de retour et des vanne ainsi que l'absence d'un étalonnage périodique des sondes et aussi la société n'a pas un programme de maintenance préventive et corrective des équipements de CIP.

Dans la dernière partie nous avons proposé un plan d'action afin d'assurer à la fois la propreté physique, chimique et bactériologique des surfaces des équipements tel que les cuves, les lignes et les machines de production, nous avons regroupé les actions correctives et préventives proposées selon de grands volets : milieu, main d'œuvre, matière première, matériel et méthode, mais le temps ne nous a pas permis d'appliquer ces actions, donc nous nous sommes limités juste à l'élaboration du plan d'action.

ANNEXES

CHAPITRE I : GÉNÉRALITÉS SUR L'ENTREPRISE

I. Présentation de la coopérative laitière de Kenitra « EXTRALAIT »

- 1- Identification de la société
- 2- Fiche signalétique
- 3- Organigramme de la société
- 4- Certifications

II. Activités de la coopérative

- 1- Ramassage du lait
- 2- Gamme des produits
- 3- Contrôle et analyses effectuées

CHAPITRE II : NETTOYAGE EN PLACE (NEP/CIP)

I. Nettoyage et désinfection dans les IAA

1- Définition

2- Objectifs de nettoyage

3- Souillures

4- Facteurs d'efficacité du nettoyage

5- Mécanisme de la détergence

6- Modes d'application de nettoyage

II. Système de nettoyage en place (NEP)

1- Circuits de NEP

2- Matériaux compatibles et conception du système de NEP

3- Vérification de l'efficacité de NEP

4- Normes de NEP

5- Fonctionnement du CIP

6- Types de NEP

CHAPITRE III : AMELIORATION DE LA METHODE DE NEP

Introduction

I- Énoncé de la problématique et les objectifs du projet

II- Étude qualitative et état des lieux

1- Milieu du travail

2- Matière première

3- Main d'œuvre

4- Matériel

5- Méthode

III- Étude et analyse quantitative

1- Temps

2- Action mécanique

3- Concentration

4- Température

IV- Plan d'action

Conclusion

***CONCLUSION
GÉNÉRALE***

INTRODUCTION
GÉNÉRALE

NOMENCLATURE

IAA : Industrie Agro-Alimentaire

MO : Micro-Organisme

NEP : Nettoyage En Place

CIP : Clean In Place

HACCP : Hazard Analysis Critical Control Point

ppm : partie par million

Re : Récupération

De : Désinfectant

S : Soude

LSC : Limite de Contrôle Supérieure

LIC : Limite de Contrôle Inférieure

LC : Ligne Centrale

EPI : Equipements de Protection Individuelle

LISTE DES FIGURES

Figure 1: Organigramme de l'entreprise :	3
Figure 2: Turbine de pulvérisation permettant de nettoyer les cuves :	12
Figure 3: Le circuit de nettoyage en place :	16
Figure 4: Carte de contrôle de l'acide nitrique :	46
Figure 5: Carte de contrôle de la soude :	46
Figure 6: Carte de contrôle de la température de NaOH dans les trois lignes :	48
Figure 7: Carte de contrôle de la température de HNO ₃ dans les trois lignes :	48
Figure 8: La fiche de sécurité de l'acide nitrique :	53
Figure 9: La fiche de sécurité de la soude caustique :	54
Figure 10: La fiche de sécurité de P3-oxonia active :	55
Figure 11: Exemples d'emplacements difficiles à nettoyer dans un système de tuyauterie : ..	57

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1: Fiche signalétique de l'entreprise :	2
Tableau 2: Propriétés des souillures non-microbiologiques :	7
Tableau 3: Conséquences de variation du temps de nettoyage :	9
Tableau 4: Conséquences de variation de la concentration du détergent :	9
Tableau 5: Conséquences de variation de la température du détergent :	10
Tableau 6: Normes de nettoyage en place :	14
Tableau 7: Les consignes de température de chaque action :	25
Tableau 8: Les consignes de concentration de chaque action :	26
Tableau 9: Les consignes de temps de chaque action :	26
Tableau 10: les résultats du test de Student de la ligne 1 :	28
Tableau 11: les résultats du test de Student de la ligne 2 :	29
Tableau 12: les résultats du test de Student de la ligne 3 :	29
Tableau 13: les résultats du test de Student de la ligne 1 :	31
Tableau 14: les résultats du test de Student de la ligne 2 :	31
Tableau 15: les résultats du test de Student de la ligne 3 :	32
Tableau 16: Résultats de suivi de la recette 5 dans le NEP1 :	34
Tableau 17: Résultats de suivi de la recette 11 dans le NEP3 :	35
Tableau 18: Résultats de suivi de la recette 8 dans le NEP1 :	36
Tableau 19: Résultats de suivi de la recette 14 dans le NEP2 :	37
Tableau 20: les défauts détectés dans la ligne 1 :	38
Tableau 21: les défauts détectés dans la ligne 2 :	39
Tableau 22: les défauts détectés dans la ligne 3 :	39
Tableau 23: les défauts détectés dans la ligne 1 :	40
Tableau 24: les défauts détectés dans la ligne 2 :	40
Tableau 25: les défauts détectés dans la ligne 3 :	41
Tableau 26: Calcul de la vitesse de circulation des produits de nettoyage :	43
Tableau 27: Résultats de suivi de la concentration de l'acide nitrique :	44
Tableau 28: Résultats de suivi de la concentration de la soude :	44
Tableau 29: La température de NaOH dans les trois lignes :	47
Tableau 30: La température de HNO ₃ dans les trois lignes :	47

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

[1]: TOVENA-PECAULT Isabelle, *Maîtriser les risques industriels de contamination*, Solène Le Gabellec, 2000, 225 p

[2]: Alain BRAGER, Marie-Madeleine RICHER, Sébastien ROUSTE, *Alimentation, processus technologiques et contrôles*, Martine POILLOT, 1996, 200 p

[3]: PLUYETTE (J.). – Hygiène et sécurité, conditions de travail : lois et textes réglementaires. 2 504 p. Techniques et Documentation (1995). MORTUREUX (Y.). Technique de l'ingénieur.

[4]: Gerald S. MALTIZ, *A classification of instructional programs (CIP)*, Center for Education Statistics, Office of Educational Research and Improvement, 1987 - 204 p

[5]: Bird M R and Bartlett M. (1995). CIP optimisation for the food industry: relationships between detergent concentration, temperature and cleaning time. Transactions of the Institute of Chemical Engineers 73 63–70.

ANNEXES

Annexe 1 : Ligne 1

NEP	EQUIPEMENT	Recette
NEP 1	Cuve stockage lait	1
NEP 1	Ligne LEBEN	25
NEP 1	Ligne envoi YOGO salle laiterie	21
NEP 1	Cuve 5	5
NEP 1	Cuve 2	22
NEP 1	Cuve 1	24
NEP 1	Machine CMA	19
NEP 1	Ligne MA-LEBEN (GALDI)	12
NEP 1	Ligne soutirage (NEP INTERMEDIAIRE)	18
NEP 1	Machine LEBEN	17
NEP 1	Cuve GALDI	13
NEP 1	Machine GALDI	11
NEP 1	Ligne RAIBI	20
NEP 1	Ligne soutirage (NEP TOTAL)	8
NEP 1	Cuve stockage lait (RINCAGE)	3
NEP 1	Rinçage des cuves 5, 1,2	6
NEP 1	Prepac yaourterie 2	4

Annexe 2 : Ligne 2

NEP	EQUIPEMENT	Recette
NEP 2	Cuve stockage 2 (bouteille)	21
NEP 2	Ligne envoi lait	2
NEP 2	Ligne envoi REMY	15
NEP 2	Machine EVERGREEN lait	10
NEP 2	Cuve stockage 1(bouteille)	21
NEP 2	Cuve stockage 3 (bouteille)	21
NEP 2	Cuve 4	14
NEP 2	Cuve 3	23
NEP 2	Ligne GALDI	12
NEP 2	Ligne machine REMY	7
NEP 2	Rinçage ligne envoi lait	3
NEP 2	Rinçage EVERGREEN lait	5
NEP 2	Ligne envoi MAHDIYA	20
NEP 2	Rinçage des cuves	16

Annexe 3 : Ligne 3

NEP	EQUIPEMENT	Recette
NEP3	MACHINE PREPAC LAIT	1
NEP3	CUVE 8	8
NEP3	CUVE 9	9
NEP3	CUVE 10	10
NEP3	CUVE 7	7
NEP3	CUVE 12	12
NEP3	CUVE 13	13
NEP3	MACHINE PREPAC YAOURTERIE 1	5
NEP3	L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP TOTAL)	11
NEP3	CUVE 6	6
NEP3	LIGNE ENVOI FERME MACHINE CMA	16
NEP3	LIGNE REMPLISSAGE FERME	21
NEP3	L.SOUTIRAGE 6,7 (NEP INTERMEDIAIRE)	4
NEP3	RINCAGE DES CUVES 6,7	3

Annexe 4 : Coefficients A2, D3 et D4

Taille de l'échantillon	2	3	4	5	6	7	8	9	10
A2	1,88	1,023	0,729	0,577	0,483	0,419	0,373	0,337	0,308
D3	0	0	0	0	0	0,076	0,136	0,184	0,223
D4	3,267	2,575	2,282	2,115	2,004	1,924	1,864	1,816	1,77

Annexe 5 : Tableau de Student

ddl	0,01	0,02	0,05	0,1
1	63,657	31,821	12,706	6,314
2	9,925	6,965	4,303	2,920
3	5,841	4,541	3,182	2,353
4	4,604	3,747	2,776	2,132
5	4,032	3,365	2,571	2,015
6	3,707	3,143	2,447	1,943
7	3,499	2,998	2,365	1,895
8	3,355	2,896	2,306	1,860
9	3,250	2,821	2,262	1,833
10	3,169	2,764	2,228	1,812
11	3,106	2,718	2,201	1,796
12	3,055	2,681	2,179	1,782
13	3,012	2,650	2,160	1,771
14	2,977	2,624	2,145	1,761
15	2,947	2,602	2,131	1,753
16	2,921	2,583	2,120	1,746
17	2,898	2,567	2,110	1,740
18	2,878	2,552	2,101	1,734
19	2,861	2,539	2,093	1,729
20	2,845	2,528	2,086	1,725
21	2,831	2,518	2,080	1,721
22	2,819	2,508	2,074	1,717
23	2,807	2,500	2,069	1,714
24	2,797	2,492	2,064	1,711
25	2,787	2,485	2,060	1,708
26	2,779	2,479	2,056	1,706
27	2,771	2,473	2,052	1,703
28	2,763	2,467	2,048	1,701
29	2,756	2,462	2,045	1,699
30	2,750	2,457	2,042	1,697
Infini	2,576	2,326	1,960	1,684