Liste des abréviations

MG : Matière grasse

MAP : Matière azotée protéique

MP : Matière de préparation

MPF : Matière de préparation fraiche

ESL : Extended shelf life milk

NEP : Nettoyage en place

BPF : Bonnes pratiques de fabrication

FMAT : Flore mésophile aérobie totale

UFC : Unité formant colonie

LSS : Limite supérieure société

LIS : Limite inferieure société

URL : Unité relative à la lumière

Table des matières

Introduction ---------- 1
Chapitre I : Présentation de l'organisme d'accueil ---------- 2
I.Présentation de l'entreprise ---------- 2
1. Domaines Agricoles ---------- 2
2. Domaine Douiet ---------- 2
3. Fiche signalétique ---------- 2
4. Historique ---------- 3
5. Organigramme ---------- 4
6. Gamme de produits ---------- 4
7. Procédé de fabrication des produits laitiers ---------- 5
8. Exemple de fabrication des yaourts Brassés ---------- 6
Chapitre II : Définitions et généralités sur le nettoyage et désinfection ---------- 7
II.Généralités sur la validation du NEP et de la désinfection ---------- 7
1. Validation du nettoyage et désinfection ---------- 7
2. Nettoyage ---------- 7
3. Désinfection ---------- 10
4. Rinçage ---------- 10
Chapitre III : Méthodes et résultats ---------- 11
III.Validation du nettoyage et désinfection au sein de l'usine Oued Nja ---------- 11
A. Procédure du nettoyage ---------- 11
1. Station NEP de l'usine ---------- 11
2. Types d'applications possibles de nettoyage dans l'usine ---------- 12
3. Fréquences du nettoyage et désinfection au sein de l'usine ---------- 13
B. Validation chimique ---------- 14
1. Prises d'essais ---------- 14
2. Normes internes des concentrations ---------- 14
3. Résultats et interprétations ---------- 14
4. Conclusion ---------- 34
C. Validation microbiologique ---------- 34
1. Microbiologie des surfaces après désinfection par l'eau de sanitation thermique (ATP-métrie) 34
2. Microbiologie des produits après nettoyage et désinfection ---------- 40
Chapitre IV : Conclusion générale ---------- 45
Bibliographie ---------- 46
Annexes ---------- 47

Introduction

Comme tous les autres types d'aliments, Le lait et les produits laitiers peuvent être contaminés par divers facteurs microbiologiques et chimiques. Les dangers microbiologiques constituent un problème majeur pour la sécurité alimentaire dans le secteur laitier, car le lait est un milieu idéal pour la croissance des bactéries et d'autres agents pathogènes. Des éléments chimiques peuvent être accidentellement introduits dans le lait et les produits laitiers aussi, en les rendant dangereux et impropres à la consommation. Ceci est généralement causé par un contrôle inadéquat de l'équipement, de l'environnement et des installations de stockage du lait.

La maîtrise des procédés de fabrication des produits laitiers, exige une rigueur croissante pour fournir des produits de qualité de plus en plus meilleure. Tout risque de contamination du produit laitier doit être connu et maîtrisé. Le nettoyage et la désinfection occupent une position clé dans la lutte contre les risques de contamination : chimiques, microbiologiques. Il est, par conséquence, garant de la qualité du produit fabriqué.

Il est donc primordial pour une industrie laitière de bien connaître ses équipements de fabrication, d'établir des procédés de nettoyage et de désinfection convenables, de les valider, et de maintenir cette validation au cours du temps. Tout procédé de nettoyage non maîtrisé entraîne inévitablement une baisse de la qualité du produit.

Qu'elles sont les étapes à suivre pour valider les procèdes de nettoyage et de désinfection, afin de permettre non seulement de maitriser la bonne qualité du produit fini, mais également d'éviter tout problème pouvant subvenir au cours du nettoyage des équipements conçu à la fabrication ?

De plus, toute validation nécessite un suivi permettant, dans certains cas, de mettre en évidence des non-conformités dans le procédé de nettoyage. Ces dérives doivent donner lieu à une enquête et à la mise en œuvre d'actions correctives.

Qu'elle est alors la technique à utiliser pour suivre la validation, et qu'elles sont les actions correctives à employer en cas de dérive pour maintenir validés les procèdes de nettoyage et désinfection ?

De surcroit, une fois les procèdes validés, comment s'assurer que cette validation est effectuée adéquatement ?

La finalité de ce travail est de tenter de répondre à ces interrogations et de valider le nettoyage et la désinfection des équipements de fabrication de l'usine Chergui.

Ce rapport expose en premier lieu un bref aperçu des domaines agricoles, de l'usine Oued Nja (Chergui) et son activité, puis en deuxième lieu nous détaillerons les pré requis à la validation de nettoyage et de désinfection pour enfin illustrer en détail la méthodologie à suivre.

Chapitre I : Présentation de l'organisme d'accueil

I. Présentation de l'entreprise

1. Domaines Agricoles

Les Domaines Agricoles, Créés en 1960, sont un groupe opérant dans les métiers de la production agricole et agro-alimentaire depuis plus de 50 ans. Présents sur l'ensemble des régions agricoles du Maroc avec de nombreux sites de production. Les Domaines constituent l'un des principaux producteurs exportateurs de fruits et légumes au Maroc, leurs principales activités sont :

**** Activités agricoles :*** La production d'aliments de bétails (fourrages et céréales), fruits et légumes, production laitière (élevage de bovins laitiers et caprins laitiers) et fourniture de plantes aromatiques et d'huiles essentielles pour la parfumerie haute de gamme.

**** Activités Agro-industrielle :*** La transformation laitière, la conservation et le conditionnement de fruits et légumes.

**** Activités commerciales :*** Le domaine assure la commercialisation de ses produits au Maroc et particulièrement dans les régions où l'entreprise est implantée

Les Domaines disposent de plusieurs exploitations dont la plus célèbre celle de Douiet dans la région de Fès, c'est celle qui fournit le fameux Chergui [1].

2. Domaine Douiet

Le Domaine Douiet est une exploitation agricole qui s'étend sur une superficie d'environ 700 Ha dont 330 cultivables, disposant de 2 forages « Ain Allah » et « Bourkaize », situé à 15 Km au nord-ouest de la ville de Fès. Il est constitué de divers secteurs de production animale, agricole et laitière et emploi un effectif entre 700 et 1000 employés selon les saisons, dont 32 cadres.

3. Fiche signalétique

Les informations concernant les domaines agricoles sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau 1 Fiche signalétique de l'usine oued Nja

Logo	
Forme Juridique	Société anonyme
Nature de l'activité	Production des produits laitiers
Directeur de groupe	M.BENSEDDIK Fayçal
Date de Création	2010
Siège social	Route d'Azemmour Casablanca
Tél	0535752420
Fax	0535756808
E-mail	dd@douiet.co.ma

4. Historique

1970
- *Création de la ferme dont la production est destinée uniquement au propriétaire.*

1997
- *Construction de la nouvelle usine de la production laitière dans le but d'élargir le champ de commercialisation et de viser une nouvelle clientèle.*

1998
- *Création de trois départements distincts (élevage, horticulture et produits laitiers).*

2000
- *Mise en place du système HACCP.*

2003
- *Certification ISO 9001 qui vise à accroitre la satisfaction des clients.*

2007
- *Recertification ISO 9001.*
- *Certification ISO 22000 : système de management de la sécurité des denrées alimentaires.*

2010
- *Création d'une nouvelle usine à Oued Nja destinée à la fabrication des produits CHERGUI (yaourts, lait, leben et jus à base du lait…), dans le but d'augmenter la production et répondre aux exigences des consommateurs.*

Figure 1 Historique de domaine Douiet

5. Organigramme

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

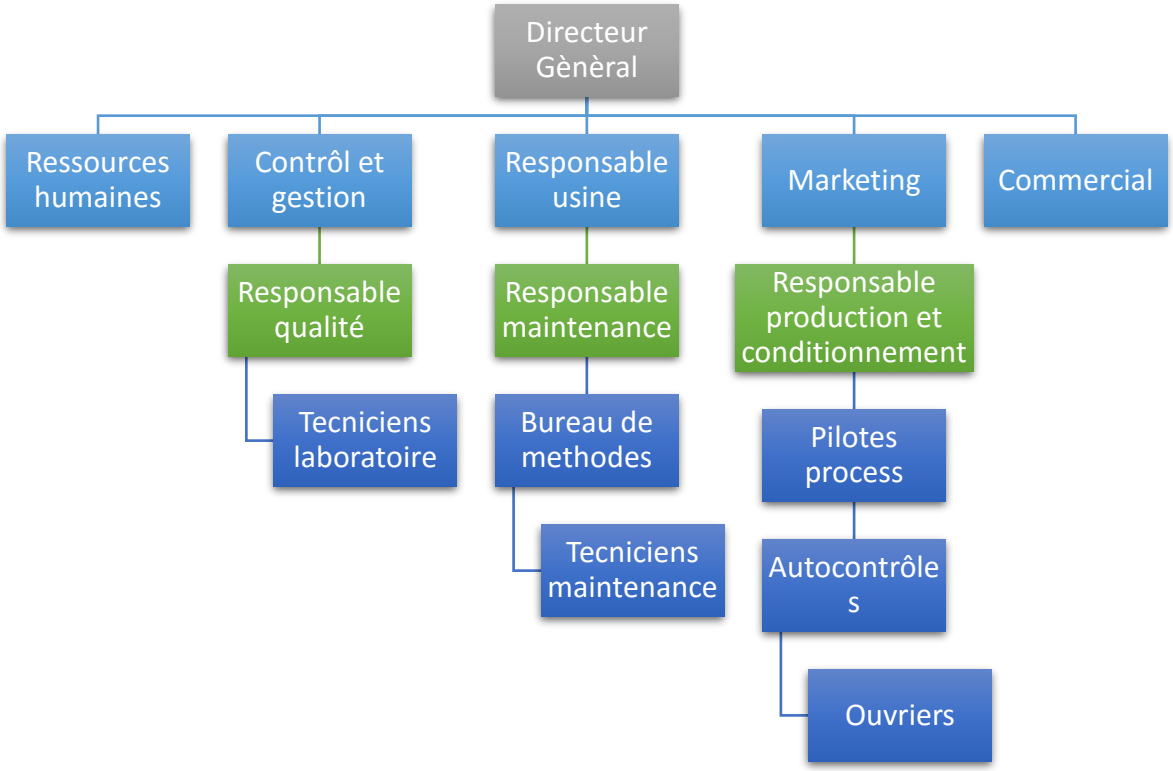

Figure 2 Organigramme de l'usine Oued Nja

6. Gamme de produits

On peut distinguer trois lignes de fabrication :

Ligne carton :

- Lait pasteurisé .
- Leben : nature, aromatisé (Raîb citron, Raîb banane) et Beldi.
- Jus de fruits au lait (mangue, pèche/abricot, orange/fraise).

Ligne yaourt :

- Yaourt ferme : nature , nature avec 0% MG, chèvre nature et yaourt aromatisé (fraise, citron, coco).
- Yaourt brassé (finesse, bifidus).
- Yaourt crémeux (fruits de bois, vanille, citron).

Ligne bouteille :

- Yaourt à boire aromatisé : (vanille, fraise, pêche).
- Yaourt à boire aux fruits : (avocat, vanille, fraise, pêche).
- Lait pasteurisé ESL : Entier et écrémé.

7. Procédé de fabrication des produits laitiers

a. Réception du lait

Les domaines de Douiet, Kouacem, Bouderra et Sid Lkamel assurent constamment, l'approvisionnement de l'unité de production laitière en matière de lait cru, moyennant des camions- citernes. Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait doit subir certains tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir : pH, matière grasse (MG), densité, matière azotée protéique (MAP), test d'inhibiteur qui permet de contrôler la présence d'inhibiteurs de coagulation et d'antibiotiques dans le lait….

b. Filtration et dégazage

Pour le filtrer, le lait est soumis à une force centrifuge dans le but d'en extraire les particules plus denses, tels que ; les débris cellulaires, les leucocytes et les matières étrangères. Sans ce traitement, ces particules sédimenteraient dans le lait homogénéisé, au point de devenir visibles dans le lait.

Après vient le dégazage qui est une opération clé dans le traitement du lait cru pour favoriser sa qualité organoleptique ; puisqu' il permet l'élimination des gaz qui provoquent la déstabilisation du lait par la création de la mousse et aussi les mauvaises odeurs et saveurs qui nuisent à la qualité organoleptique du lait.

c. Refroidissement et stockage

Après sa filtration et son dégazage, le lait subit un refroidissement à 4°C±2 afin de limiter le développement des germes, puis stocké dans des cuves équipées d'agitateurs servant à homogénéiser la température du lait dans le bac.

d. Thermisation

C'est la première étape de la chaîne de production au sein de l'usine, elle a un double rôle : d'une part elle permet la destruction d'un nombre considérable de microorganismes et d'autre part elle facilite l'étape de l'écrémage.

e. Standardisation

Au cours de cette étape on écrème le surplus de la MG pour le lait entier et les yaourts à boire, et on enrichit les yaourts brassés et fermes par l'ajout de différents ingrédients tels que la poudre du lait pour faire augmenter le taux protéique, le sucre, le texturant et les arômes.

f. Pasteurisation

C'est une opération de stabilisation du produit pour augmenter sa durée de conservation et par la même occasion élargir les possibilités de commercialisation et de consommation, elle assure les fonctions suivantes :

- La destruction de 90% de la flore banale et tous les germes pathogènes.
- La formation de l'acide formique qui active les bactéries lactiques.
- La dénaturation maximale des protéines solubles pour éviter le phénomène de la synérèse.

Rapport-Gratuit.com

g. Maturation

Pendant cette étape le Mix pasteurisé subit de profondes modifications notamment sur le plan organoleptique (changement de texture, aromatisation…) et physico–chimique (acidification du milieu et formation de coagulum). Ceci est dû à l'action conjuguée de deux souches de ferments lactiques, se développant en symbiose :

- Streptococcus thermophilus
- Lactobacillus bulgaricus

h. Conditionnement

La zone de conditionnement est une grande salle de six portes, chacune d'elles mène vers une autre salle (Magasin de MP, MPF ...), Elle est équipée de six conditionneuses:

- RG Galdi et VPB : Pour le conditionnement du lait, Raîb et les lebens.
- SERAC : pour le conditionnement en bouteilles des jus et yaourts à boire.
- ARCIL I, II et III : pour le conditionnement des yaourts (yaourts en pots).

i. Stockage / Expédition

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

8. Exemple de fabrication des yaourts Brassés

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

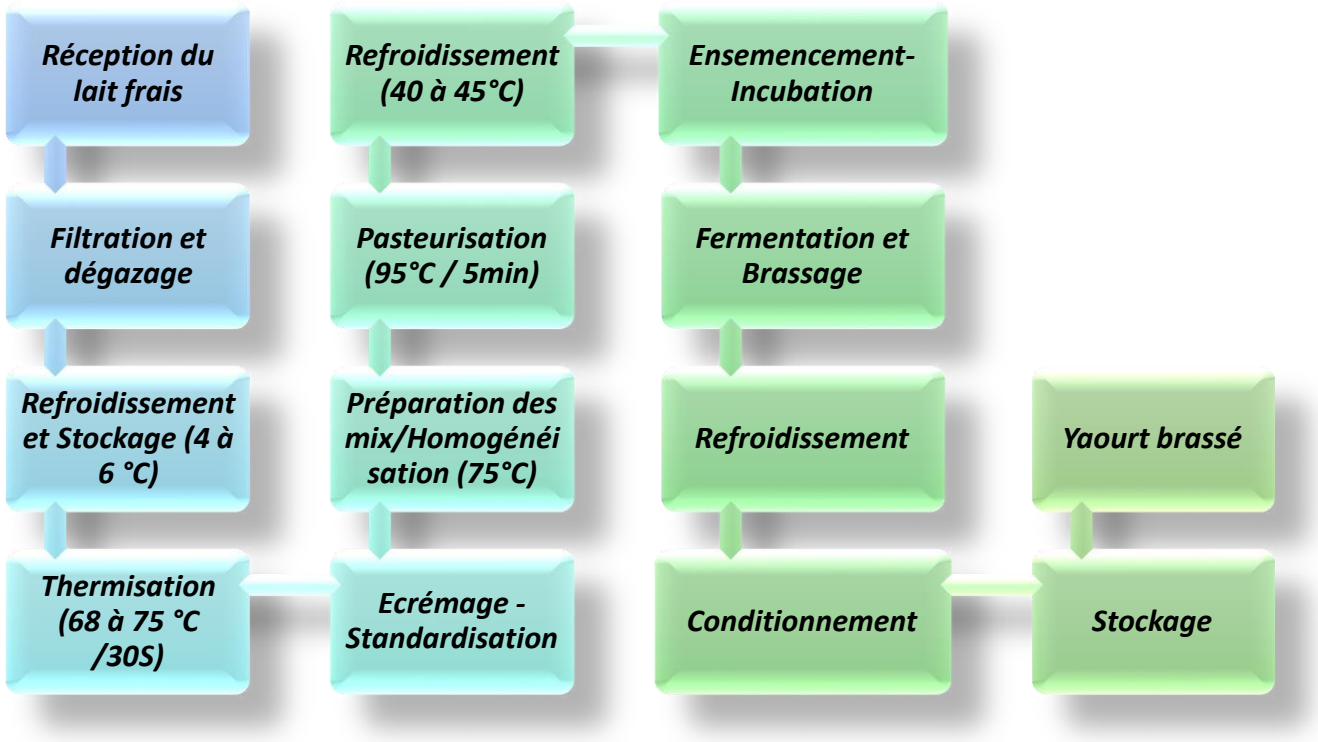

Figure 3 Diagramme de fabrication du yaourt brassé

Chapitre II : Définitions et généralités sur le nettoyage et désinfection

II. Généralités sur la validation du NEP et de la désinfection

1. Validation du nettoyage et désinfection

a. Définition

Etablissement de la preuve, en conformité avec les principes des bonnes pratiques de fabrication, que la mise en œuvre ou l'utilisation de tout processus, procédure, matériel, matière première, article de conditionnement, produit, activité ou système, permet réellement d'atteindre les résultats escomptés [2].

La validation est une exigence réglementaire, mais doit être également une exigence de la part de l'industrie elle-même, dans une optique de qualité, de sécurité et de meilleure maîtrise et compréhension de ses procédés de nettoyage.

b. Types de validation

Il existe trois grandes approches vers la validation :

- **La validation prospective :**

Elle est réalisée juste après la mise en place du procédé de nettoyage, avant la fabrication de produits destinés à la mise sur le marché. C'est une démonstration documentée que les méthodes de nettoyage de l'équipement utilisé dans la fabrication et le conditionnement permettent de réduire à un niveau acceptable tous les résidus.

- **La validation concurrentielle :**

C'est une validation qui se déroule pendant la production de routine de produits qui sont destinés à être mis sur le marché. En effet, les procédures de nettoyage sont déjà existantes mais pas encore validées lors de la réalisation des essais de validation de nettoyage.

- **La validation rétrospective ou validation sur l'historique :**

Elle est réalisée sur des procédés de nettoyage déjà existants. Elle a pour but de s'assurer que les procédés et les paramètres sont appliqués et maintenus.

Ceci peut être fait tous les 6 mois ou tous les ans. Il n'existe pas de règles concernant la planification d'une validation sur l'historique, l'assurance qualité doit évaluer, elle-même, la nécessité d'une telle validation afin de démontrer que les procédés de nettoyage sont sous contrôle.

Et c'est ce dernier type de validation que j'ai effectué au sein de l'usine pendant mon stage, vu que les procédés de nettoyage et désinfection sont déjà mis en place et mon rôle était de s'assurer qu'ils sont encore maintenus sous validation [3].

2. Nettoyage

a. Définition

Élimination des souillures, des résidus d'aliments, de la saleté, de la graisse ou de toute autre matière indésirable [4].

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Le nettoyage ne trouve sa place que lorsque le ou les matériels sont souillés. Il convient ainsi de préciser ce qu'on entend par souillure ou salissure. Plus généralement, le terme de contamination est employé. Les contaminants peuvent être d'origine particulaire, chimique ou microbiologique [5].

b. Mécanisme du nettoyage

- **La détergence** est en réalité le principe physique par lequel le matériel est nettoyé. Ce terme désigne au sens large le nettoyage. La détergence met en œuvre un processus physicochimique selon lequel les salissures ou souillures sont détachées de leur substrat ou support et mises en solution ou dispersion.

Ainsi **un détergent** est un composé chimique, qui, associé à des facteurs physiques de température, de temps de contact et d'action mécanique permet d'éliminer la souillure de façon efficace et rapide.

- **La nature de la souillure** va conditionner le choix et le type de détergent à utiliser. Une classification simple permet dans un premier temps de guider et d'orienter le choix d'un détergent.

Nous pouvons distinguer trois grands types de souillures :

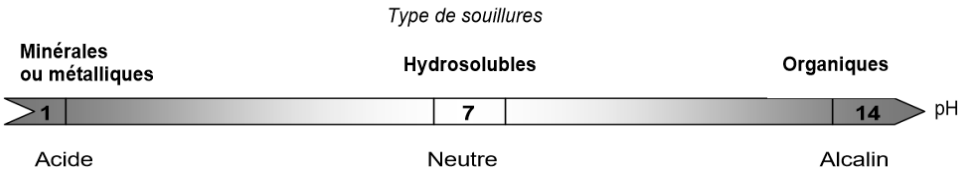

Figure 4 Classification des souillures

- **La nature du support** influencera la vitesse de nettoyage [6].

KLUGER et Al ont déterminé la capacité de nettoyage de différentes surfaces :

Tableau 2 Efficacité du nettoyage en fonction de la nature de la surface

Efficacité

EFFICACITE DU NETTOYAGE *(base 100)*	TYPE DE SURFACE
100	Verre
80	Inox
70	Aluminium
30	Caoutchouc
20	Matière plastique

Rugosité

c. Paramètres de nettoyage

Le nettoyage se définit par l'interaction de 4 facteurs qui permettent d'obtenir un équipement visuellement propre et sec et répondant aux limites fixées pour les résidus de principe actif, agent de nettoyage et en terme de contamination microbienne.

Les 4 facteurs clés du nettoyage sont :

- **L'action chimique :** elle est apportée par l'utilisation d'un agent de nettoyage donné. Cette action sera dépendante du détergent choisi et de son dosage.
- **L'action mécanique :** elle joue un rôle très important dans l'efficacité du nettoyage. L'action mécanique sera différente si le lavage est manuel ou automatique. En effet, le nettoyage manuel dépendra des actions de frottements réalisés par les opérateurs. Concernant le nettoyage automatique, ce sera la distance buse de nettoyage/surface et l'angle d'impact de la solution de lavage sur la surface à nettoyer qui auront une influence sur l'efficacité du nettoyage.
- **La température de lavage :** la température peut accélérer ou ralentir l'effet nettoyant de certains principes actifs. Il faut donc déterminer la température optimale de lavage pour permettre une bonne élimination des salissures et une meilleure efficacité du détergent.
- **Le temps :** le temps de contact entre le détergent et la surface à nettoyer est un paramètre critique pour que l'action du détergent soit efficace. Pour le nettoyage automatique, la détermination de la durée d'action est très importante pour garantir un bon nettoyage [7].

Ces quatre paramètres sont réunis dans le cercle de Sinner :

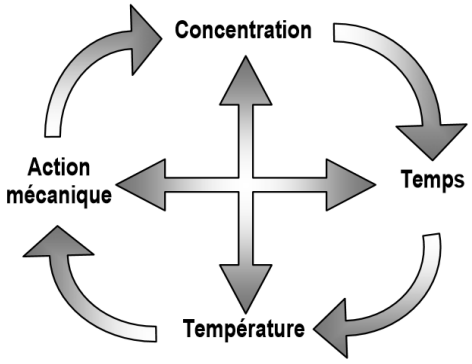

Figure 5 Cercle de Sinner

d. Méthodes de nettoyage

On recense 3 types de méthodes de nettoyage

- **Méthodes manuelles :** Ces méthodes de nettoyage sont par définition dépendantes de l'opérateur qui effectue manuellement l'ensemble des opérations de nettoyage.
- **Méthodes semi-automatiques :** Ce mode de nettoyage bénéficie des avantages offerts par les gros systèmes entièrement automatisés mais nécessite une intervention plus importante des opérateurs pour fonctionner correctement.
- **Méthodes automatiques :** Ce type de nettoyage ne requiert aucune intervention humaine. Il est entièrement automatisé. Très souvent ce type de nettoyage est assimilé au nettoyage en place (NEP) ou CIP (Clean In Place).
  Ce procédé ne requiert aucun démontage préalable du matériel. Il est réalisé soit par aspersion, soit par circulation des fluides ou solvants. L'enchaînement des opérations s'effectue dans des conditions prédéterminées. Les fluides proviennent d'une station

de nettoyage en place, pilotée par un automate programmable. Ceci permet d'assurer la reproductibilité du nettoyage [8].

e. Les différentes étapes d'un cycle NEP

Un programme standard de nettoyage peut inclure :

- **Vidange des conduites :** par pousse à l'eau ou à l'air pour récupérer le produit alimentaire encore présent dans les installations et les éliminer des surfaces ;
- **Pré rinçage :** circulation d'eau chaude ou de l'eau froide (combinés à la pousse à l'eau) pour éliminer les substances faiblement liées à la surface ;
- **Phase de détergence :** action chimique du nettoyage (acide ou alcalin) ayant pour but d'agir sur le dépôt de façon à favoriser son éliminer de la surface ;
- **Post-rinçage :** on parle aussi de rinçage intermédiaire avant désinfection dans lequel les dépôts et résidus chimiques sont éliminés par circulation d'eau;
- **Désinfection :** réduction du nombre de micro-organismes présents ;
- **Rinçage final :** par circulation d'eau avant une nouvelle transformation des produits [9].

3. Désinfection

Réduction, au moyen d'agents chimiques ou de méthodes physiques du nombre de micro-organismes présents dans l'environnement, jusqu'à l'obtention d'un niveau ne risquant pas de compromettre la sécurité ou la salubrité des aliments [4].

4. Rinçage

Elimination du produit de nettoyage ou du désinfectant, des saletés libérées et des micro-organismes tués [10].

Plusieurs types de rinçage sont à considérer :

- **Le prérinçage :** effectué entre la fin de la production et le nettoyage proprement dit, élimine la majorité de la matière organique restant dans l'équipement ;
- **Le rinçage intermédiaire** : effectué entre différentes étapes de nettoyage désinfection, assure l'élimination plus ou moins complète d'un détergent présent dans l'équipement ;
- **Le rinçage final :** destiné à laisser l'équipement dans un état de propreté satisfaisant pour permettre la reprise de la production. Ce rinçage doit éliminer avec l'eau purifiée, toutes les traces de produits chimiques ou désinfectant restant dans l'équipement.

Chapitre III : Méthodes et résultats

III. Validation du nettoyage et désinfection au sein de l'usine Oued Nja

A. Procédure du nettoyage

1. Station NEP de l'usine

La station NEP dans l'usine a pour rôle de nettoyer les différentes installations au sein de l'usine. La zone de NEP est constituée de six cuves :

- **Cuve de l'eau récupérée :** contient l'eau de rinçage, elle sera utilisée pour le prérinçage dans la session suivante de nettoyage.
- **Deux cuves de soude (NaOH)** : contiennent la lessive de soude à une concentration allant de 1% à 1,5% à une température qui varie entre 60 et 70°C.
- **Cuve de l'acide (HNO3)** : remplie de l'acide nitrique à une concentration variant entre 0,8% et 1% à une température allant de 55 à 65°C.
- **Cuve d'eau fraiche ou de rinçage** : remplie d'eau propre, utilisée pour le rinçage final de l'installation.
- **Cuve de l'eau chaude (Eau de sanitation thermique) :** Contenant de l'eau chaude à une température de 90°C pour la désinfection.

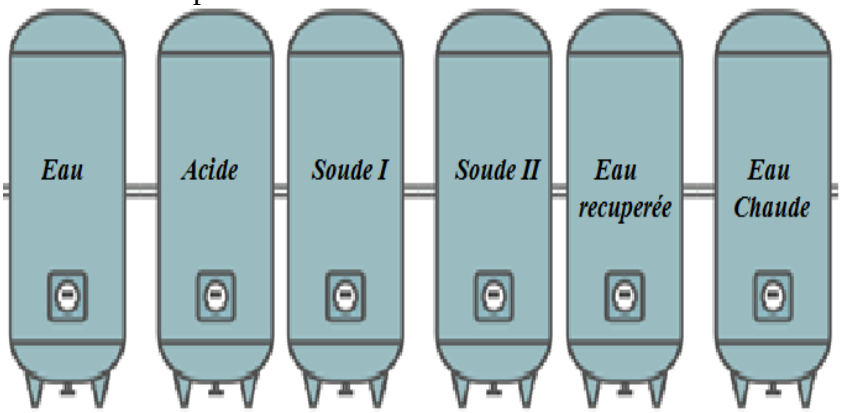

Figure 6 Station NEP de l'usine Oued Nja

Au moment où le nettoyage se déclenche, les solutions détergentes sont pompées à partir des cuves de stockage vers les différentes zones à nettoyer. Un transmetteur de conductivité (conductimètre) se trouve à la sortie de chaque cuve de stockage de détergent (au début des lignes de nettoyage) pour vérifier les concentrations des solutions détergentes avant utilisation. Après une utilisation répétée de la solution de soude dans la station NEP, cette solution devrait être vidangée pour nettoyer les cuves de stockage et les remplir à nouveau.

Il faut également vider la cuve d'eau de rinçage et la nettoyer pour éviter une contamination de la canalisation.

Les solutions détergentes et l'eau chaude doivent être gardées toujours dans des cuves isolées, aux températures citées supra et maintenues constantes par des échangeurs.

L'eau de rinçage de la soude et l'eau de rinçage final (après acide) sont recueillies dans la cuve d'eaux récupérées et utilisée comme eau de prérinçage dans le nettoyage suivant.

Ce type d'installations est automatisé. La circulation des solutions détergentes lors du nettoyage à travers les installations à nettoyer se fait en boucle fermée pendant un temps donné avec une concentration bien déterminée pour garantir un nettoyage efficace et éviter tout risque de contamination.

Dans chaque ligne on trouve un conductimètre au retour de la solution vers la cuve afin de déclencher la boucle de nettoyage à la même concentration que la précédente, ce qui ajuste au fur et à mesure la concentration des solutions détergentes.

Après passage de la solution détergente, cette dernière n'est réacheminée vers la station NEP que lorsque sa concentration est maintenue la même (lorsqu'elle n'est pas diluée à l'eau de rinçage qui vient après), à une valeur préréglée inférieure à celle-ci, une vanne de diversion achemine le liquide à l'égout et non pas à la cuve de la station NEP.

NB : La conductivité et proportionnelle aux concentrations citées dans le procédé de nettoyage validé auparavant.

2. Types d'applications possibles de nettoyage dans l'usine

a. Le nettoyage complet

Ce type de nettoyage suit la succession suivante :

- Rinçage à l'eau récupérée qui sera par la suite acheminée vers l'égout ;
- Rinçage à l'eau fraiche puis élimination dans l'égout ;
- Passage d'eau chaude et élimination dans l'égout encore une fois ;
- Vidange du circuit ;
- Entrée de la soude ;
- Circulation de la soude ;
- Vidange de la soude ;
- Rinçage à l'eau fraiche ;
- Entrée de l'acide ;
- Circulation de l'acide ;
- Vidange de l'acide ;
- Rinçage à l'eau fraiche ;

b. Le nettoyage semi complet :

Le nettoyage semi complet se déroule avec la succession des mêmes étapes que celles du nettoyage complet sauf qu'il se limite à l'étape de la soude c'est-à-dire sans intervention de l'acide nitrique.

c. Sanitation thermique

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

d. Sanitation chimique

Elle se fait une fois par 15jour à l'aide de la Divosan active (Oxonia) et l'eau, c'est une désinfection à base d'acide péracétique stabilisé avec une concentration de 4%. L'acide péracétique est un mélange d'acide acétique (CH_3COOH) et de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), oxydant très puissant utilisé comme agent désinfection.

La sanitation chimique n'est pas prise en compte dans la validation, puisqu'elle se fait par une équipe de spécialistes [1].

3. Fréquences du nettoyage et désinfection au sein de l'usine

Le module NEP de l'usine Oued Nja est constitué de lignes de nettoyage et désinfection, chaque ligne est responsable du nettoyage d'une partie spécifique dans l'usine avec une fréquence et des conditions bien déterminées.

Tableau 3 Fréquences du nettoyage et désinfection des trois lignes

Lignes de nettoyage	***Fonction des cuves***	***Type de nettoyage***	***Fréquence***
Ligne 2	Ligne de mélange (triblender)	Complet	Une fois par 48h et après incident
		Semi complet	Entre familles de jus et autres familles de produits et après un temps de non-utilisation dépassant 1h30
		Sanitation	Avant utilisation et après arrêt dépassant 1h30
Lignes 4 et 5	Cuves d'incubation	Complet	Après chaque produit ensemencé
		Semi complet	A chaque passage d'un jus vers un produit fermenté
		Sanitation thermique	Avant utilisation et après 1h30 du dernier nettoyage
		Sanitation chimique	1 fois par 15j
	Cuves de stockage tampon	Complet	Après chaque produit ensemencé
		Semi complet	A chaque passage d'un jus vers un produit fermenté
		Sanitation thermique	Avant utilisation et après 1h30 du dernier nettoyage
		Sanitation chimique	1 fois par 15j
	Ligne conditionnement carton	Complet	Une fois par jour
		Semi complet	A chaque passage d'un produit fermenté ou jus vers le lait
		Sanitation thermique	Avant utilisation, entre produits et après un temps d'arrêt dépassant 1h
	Ligne conditionnement yaourt	Complet	Une fois par jour
		Semi complet	Après les brassés fruités
		Sanitation thermique	Avant utilisation, après arrêt dépassant 1h et après brassés aromatisés

NB : il est recommandé de :

- ✓ Prévoir une sanitation thermique dans les cas exceptionnels suivants :
  - Passage d'un arôme fort vers un arôme faible.
  - Après un temps d'inoccupation dépassant 1h30.
- ✓ En cas d'une intervention de la maintenance touchant les zones sensibles (en contact avec le produit) ou un arrêt prolongé dépassant 4h, effectuer un nettoyage complet.

B. Validation chimique

1. Prises d'essais

La prise d'échantillons (soude, acide et eau fraiche) se fait au niveau des cuves qui subissent des nettoyages, ces dernières comportent des vannes qui s'ouvrent manuellement. Les échantillons à analyser sont mis dans des pots afin de doser leurs concentrations.

2. Normes internes des concentrations

Les normes des concentrations de la soude, de l'acide et de l'eau fraiche fixées par la société sont :

Tableau 4 Normes internes des concentrations de soude et d'acide

Solution détergente	***Limite société inférieure (%)***	***Limite société supérieure (%)***
Soude	1	1,5
Acide	0,8	1

Tableau 5 Normes internes de la charge d'eau fraiche

Eau fraiche (Eau de rinçage)	***Limite société inférieure (%)***	***Valeur cible (%)***	***Limite société supérieure (%)***
	0,19	0,39	0,64

3. Résultats et interprétations

1.1. Ligne 2

a. Nettoyage complet

- Test de normalité

Ce test prend une place importante en statistiques, en effet il est indispensable de vérifier la normalité des distributions avant de pouvoir appliquer tout autre test.

Hypothèses :

H_0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H_1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

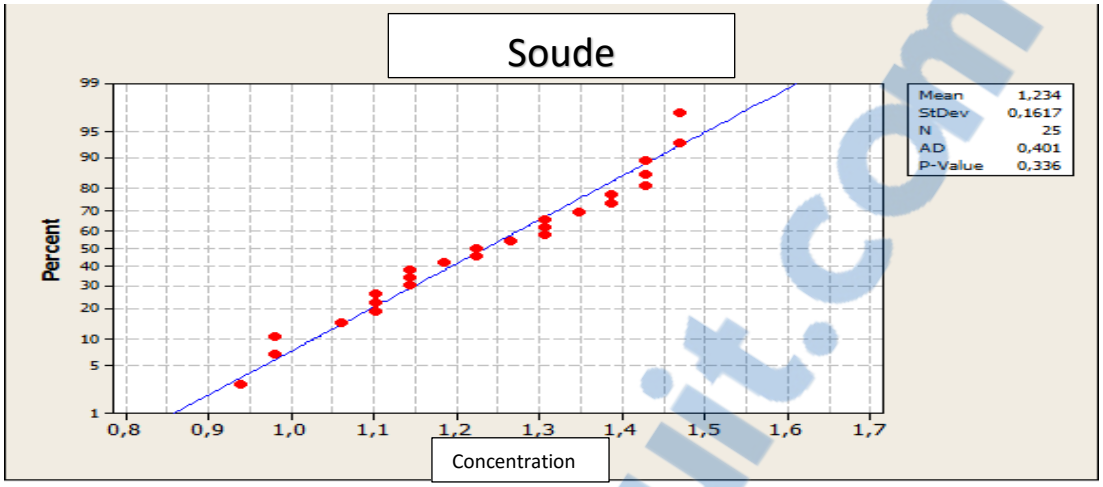

Figure 7: Test de normalité pour la soude de la ligne 2 (Nettoyage complet)

P-value=0,336>0,05➔ le test n'est pas significatif, on accepte H0 donc la série suit une loi normale .

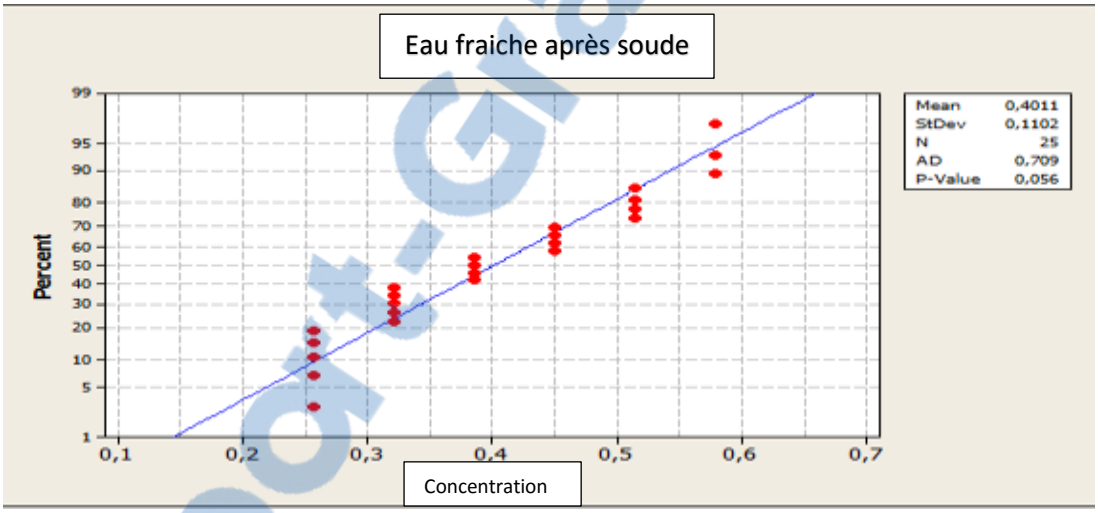

Figure 8: Test de normalité pour l'eau fraiche après soude de la ligne 2 (Nettoyage complet)

P-value=0,056>0,05➔ le test est non significatif, on accepte H0 donc la série suit une loi normale.

Rapport-Gratuit.com

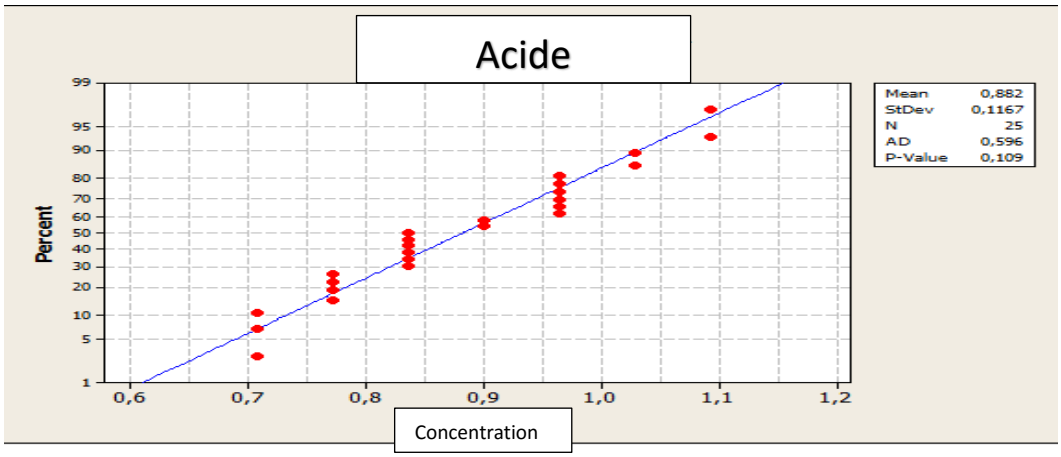

Figure 9: Test de normalité pour l'acide de la ligne 2 (Nettoyage complet)

P-value=0,109>0,05➔ le test est non significatif, on accepte H_0 donc la série suit une loi normale.

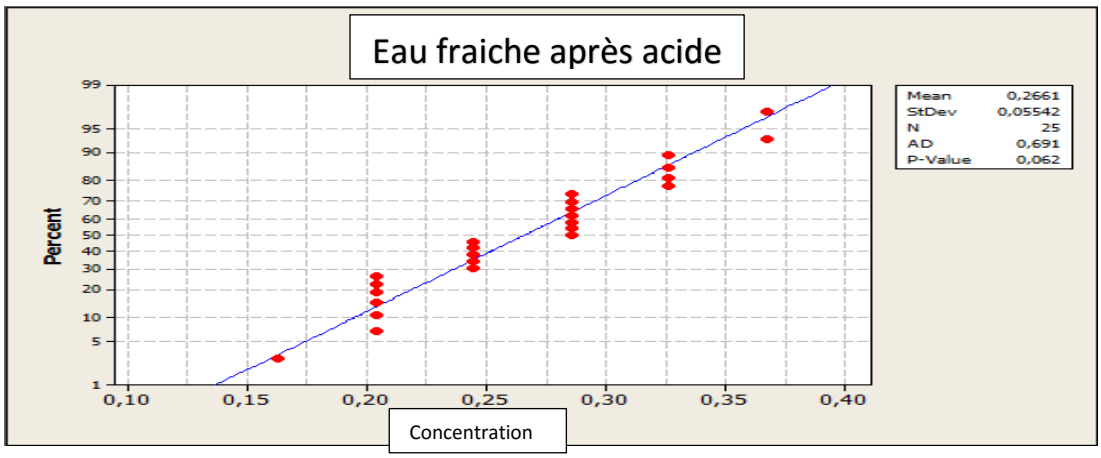

Figure 10: Test de normalité pour l'eau fraiche après acide de la ligne 2 (Nettoyage complet)

P-value=0,062>0,05➔ le test n'est pas significatif, on accepte H_0 donc la série suit une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

En utilisant Box plot sur le logiciel Minitab, on a obtenu les resultats ci-dessous :

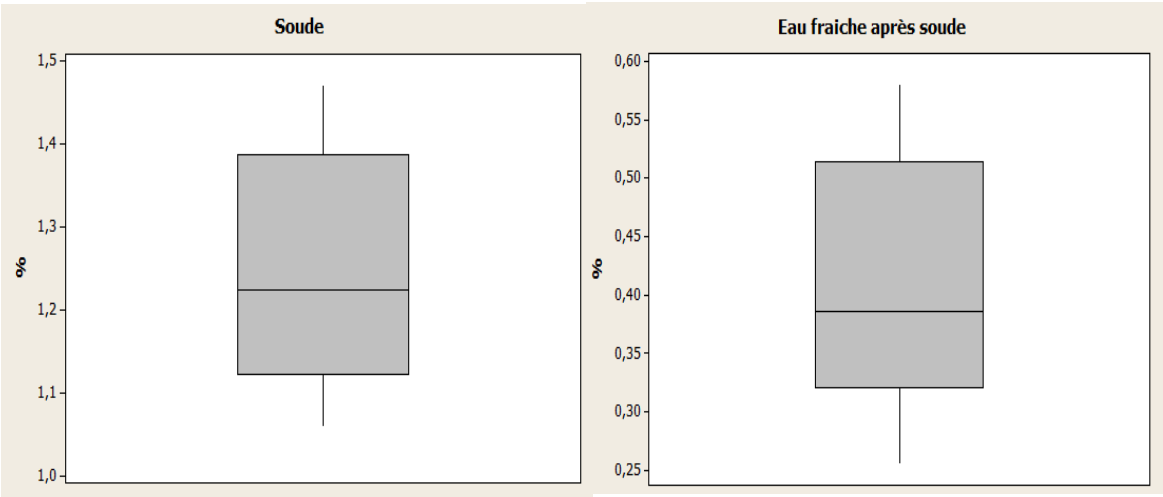

Figure 11: Boxplot de la soude et l'eau fraiche après soude de la ligne 2 (Nettoyage complet)

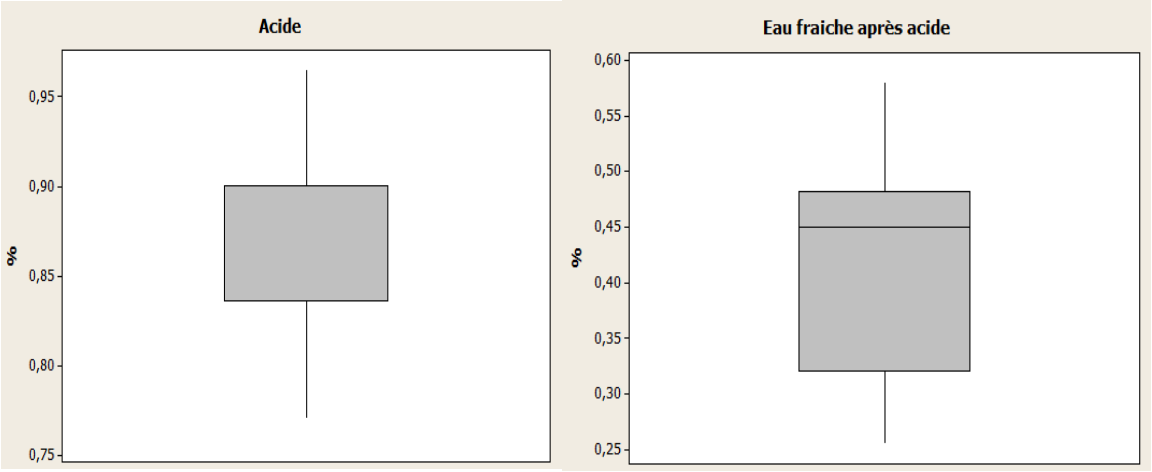

Figure 12: Boxplot de l'acide et l'eau fraiche après acide de la ligne 2 (Nettoyage complet)

Pour les séries de mesure de soude, d'acide et d'eau fraiche aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

La statistique calculée est : $$T_{obs} = \frac{|\bar{Y} - m|}{S/\sqrt{n}}$$

$\bar{Y}$: Moyenne
m : Valeur cible
S : Ecart type
n : Taille de l'échantillon

Pour T_{crit} nous prendrons la valeur t(n-1,1-α/2) de la table de Student, voir annexes .

Tableau 6:Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,40
Ecart-type	0,089
Valeur cible	0,39
Tobs	**0,770**
Tcrit	**2,063**

Tableau 7:Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après acide

Moyenne	0,38
Ecart-type	0,081
Valeur cible	0,39
Tobs	**0,740**
Tcrit	**2,063**

Pour l'eau fraiche qui suit la soude et l'acide Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Afin de faciliter le contrôle de la concentration, nous avons procédé au traçage des cartes de contrôle relatives à la moyenne ; si la carte montre qu'il y a des variations autour de la valeur attendue, on peut supposer que le système de mesure est perturbé. Pour faciliter cette prise de décision, des limites de contrôle sont dessinées de chaque côté de la valeur attendue. On s'attend à ce que les réponses restent entre ces limites.

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

On introduit la notion qu'un système de mesure est stable s'il présente des variations aléatoires autour d'une valeur de référence et que l'amplitude de ces variations, reste entre des limites fixées. On dit alors qu'il est sous contrôle.

Pour la soude :

La carte de contrôle du pourcentage de soude de la ligne 2 pour des échantillons de nettoyages complets est la suivante :

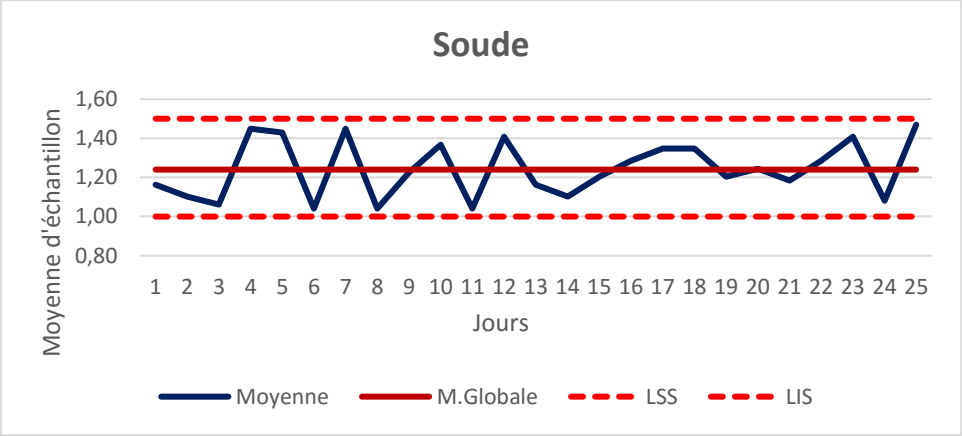

Figure 13: Carte de contrôle de la soude (Nettoyage complet)

Pour l'eau fraiche après la soude :

La carte de contrôle ci-dessous comporte les résultats du pourcentage d'eau fraiche après nettoyage à la soude.

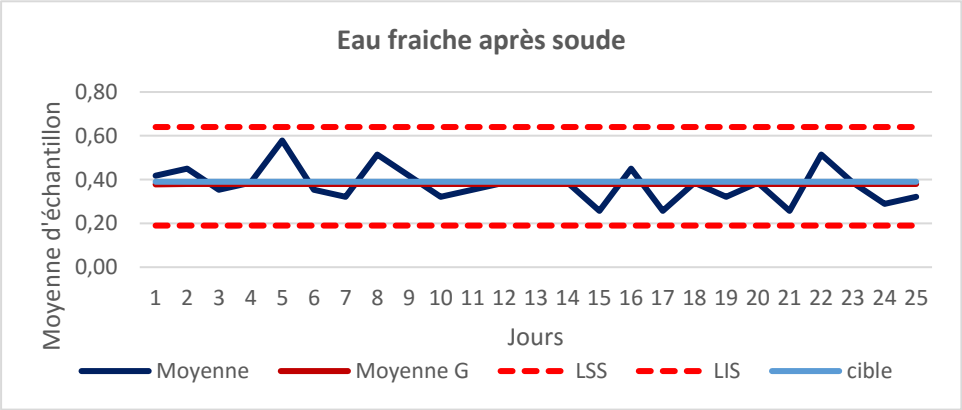

Figure 14: Carte de contrôle de l'eau fraiche après la soude (Nettoyage complet)

Pour l'acide :

Les pourcentages des échantillons d'acide utilisé pour le nettoyage de la ligne 2 sont illustrés sur la carte de contrôle suivante :

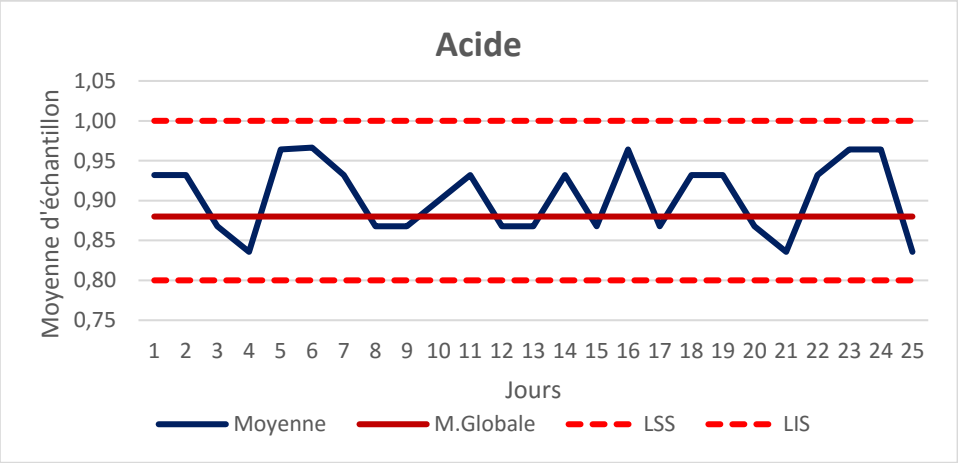

Figure 15: Carte de contrôle de l'acide (Nettoyage complet)

Pour l'eau fraiche après l'acide :

La carte de contrôle des pourcentages d'eau de rinçage d'acide est la suivante :

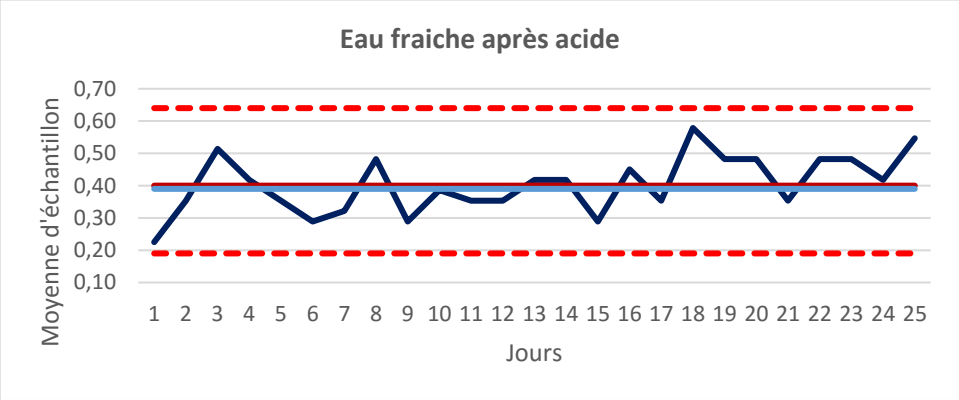

Figure 16: Carte de contrôle de l'eau fraiche après l'acide (Nettoyage complet)

D'après les cartes de contrôle ci-dessus, on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LSS et LIS. On déduit donc que la variation de la concentration est stable, et donc le procédé est considéré sous contrôle.

b. Nettoyage semi-complet

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

Après réalisation du test de normalité à l'aide du logiciel MINITAB pour les concentrations des échantillons de soude et d'eau fraiche, on a conclu que les tests ne sont pas significatifs, on a accepté H_0, donc les séries de mesure suivent une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

En utilisant MINITAB encore une fois, on a réalisé box plot pour les séries de mesure de soude et d'eau fraiche et on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 8 : Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,38
Ecart type	0,083
Valeur cible	0,39
Tobs	0,490
T crit	2,063

Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

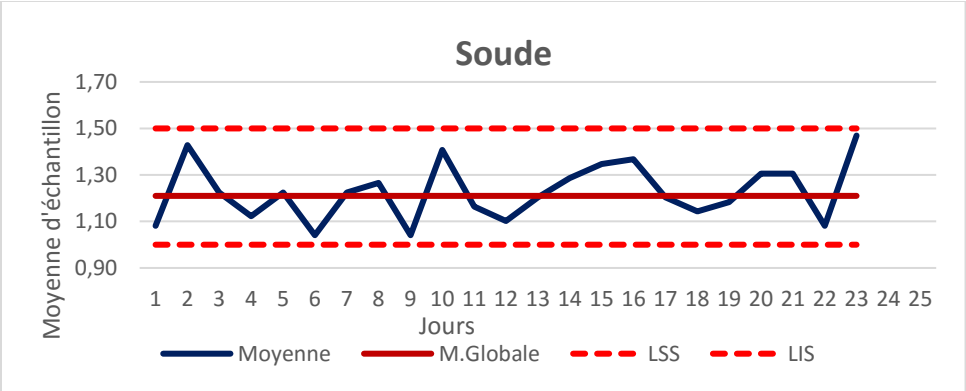

Figure 17: Carte de contrôle de la soude (Nettoyage semi-complet)

Pour l'eau fraiche après la soude :

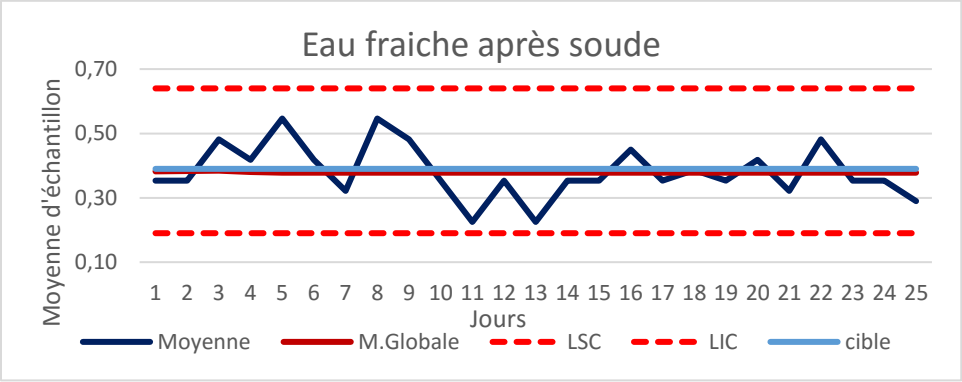

Figure 18: Carte de contrôle de l'eau fraiche après la soude (Nettoyage semi-complet)

Les cartes de contrôle du nettoyage semi-complet ci-dessus montrent que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LSS et LIS. On déduit donc que la variation de la concentration est stable, et donc le procédé est considéré sous contrôle.

1.2. Ligne 4

a. Nettoyage complet

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

Après vérification de la normalité à l'aide de MINITAB pour les concentrations de soude, d'acide et d'eau fraiche, on a conclu que les tests sont non significatifs, on a accepté H_0, donc les séries de mesures suivent une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

A l'aide de MINITAB, on effectue le test des valeurs aberrantes pour les séries de mesure de soude d'acide et d'eau fraiche, on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 9: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,41
Ecart type	0,096
Valeur cible	0,39
Tobs	0,985
Tcrit	2,063

Tableau 10: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après acide

Moyenne	0,41
Ecart type	0,088
Valeur cible	0,39
Tobs	1,074
Tcrit	2,063

Pour l'eau fraiche après la soude et l'acide Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

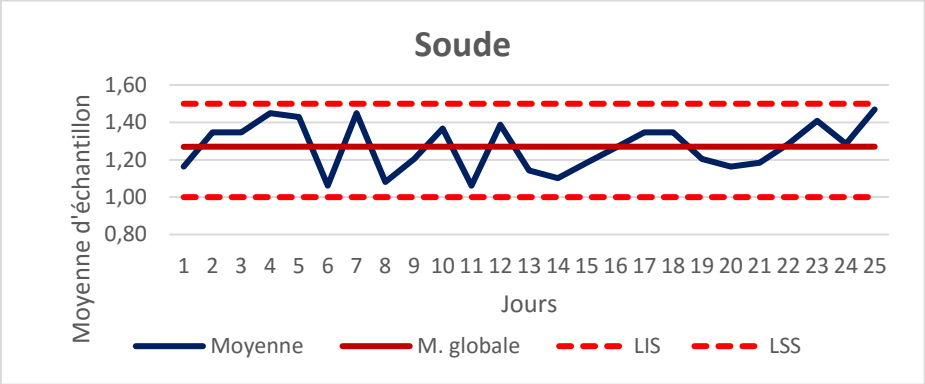

Figure 19: Carte de contrôle de la soude (nettoyage semi-complet)

Pour l'eau fraiche après la soude :

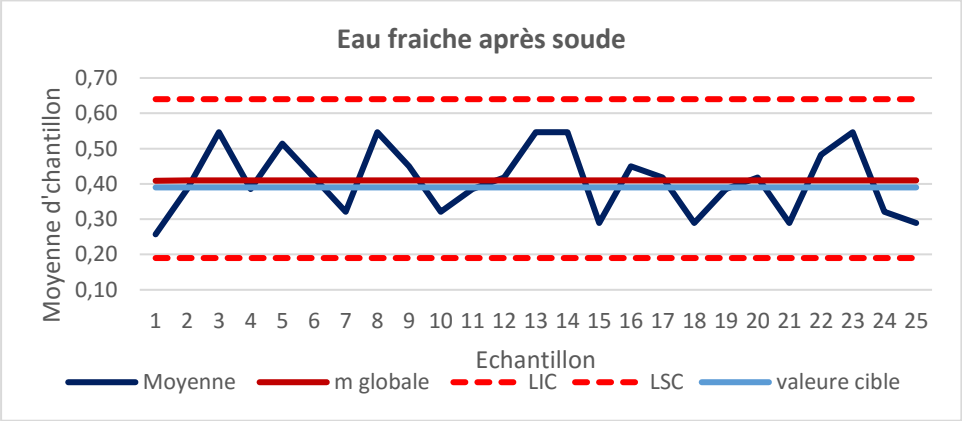

Figure 20: Carte de contrôle de l'eau fraiche après la soude (Nettoyage complet)

Pour l'acide :

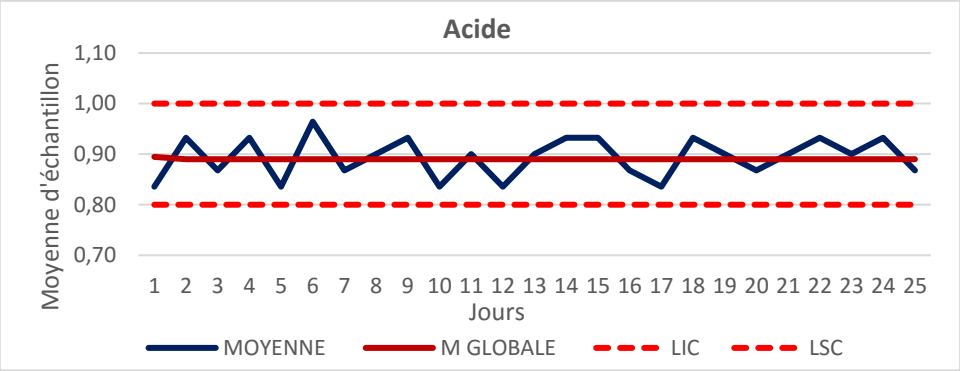

Figure 21: Carte de contrôle de l'acide (Nettoyage complet)

Pour l'eau fraiche après acide :

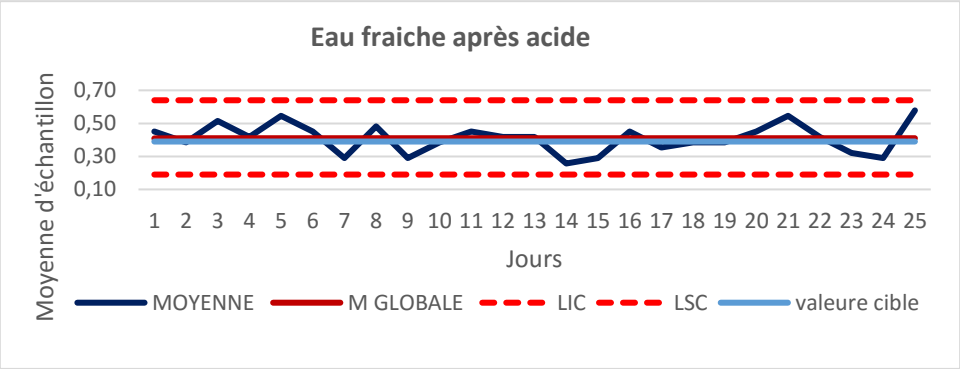

Figure 22: Carte de contrôle de l'eau fraiche après l'acide (Nettoyage complet)

Les cartes de contrôle montrent que toutes les valeurs se trouvent à l'intérieur des deux limites supérieure et inférieure de la société, dont on déduit que tout est bon et que le procédé est sous contrôle.

b. Nettoyage semi-complet

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

Après réalisation du test de normalité, MINITAB nous a permis de conclure que les tests ne sont pas significatifs, on a accepté H_0, donc les séries de mesures suivent une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

Le test des valeurs aberrantes effectué pour les séries de mesure de soude et d'eau fraiche, on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 11: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,38
Ecart type	0,079
Valeur cible	0,39
Tobs	0,42
Tcrit	2,063

Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

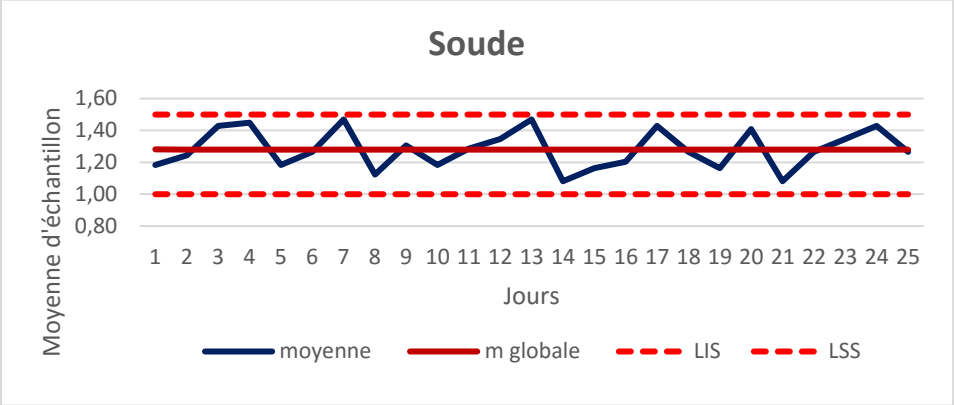

Figure 23: Carte de contrôle de la soude (Nettoyage semi-complet)

Pour l'eau fraiche après soude :

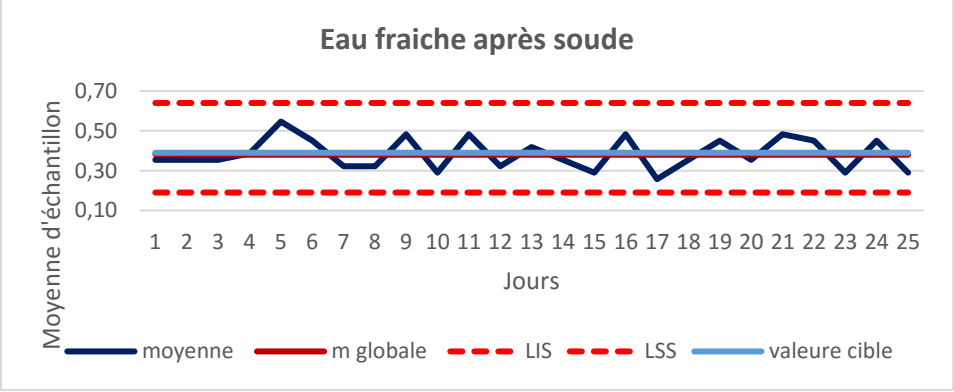

Figure 24: Carte de contrôle de l'eau fraiche après soude (Nettoyage semi-complet)

On remarque qu'il n'y a aucun point à l'extérieur des limites fixées par l'entreprise, par conséquent le procédé est considéré sous contrôle.

1.3. Ligne 5

a. Nettoyage complet

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

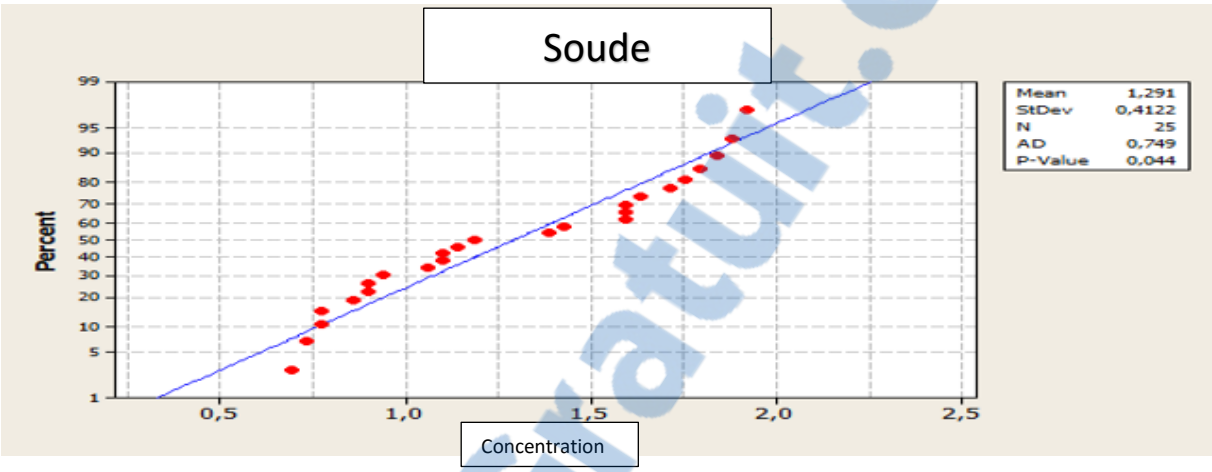

Figure 25: Test de normalité pour la soude de la ligne 5 (Nettoyage complet)

p-value=0,044<0,05➔ le test est significatif, on rejette H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

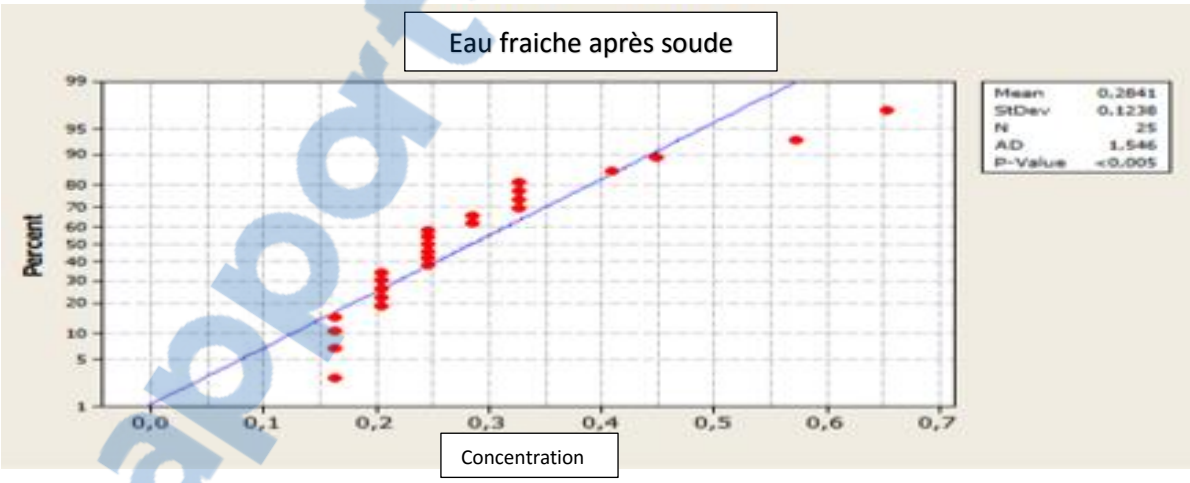

Figure 26: Test de normalité pour l'eau fraiche après soude de la ligne 5 (Nettoyage complet)

p-value<0,005➔ le test est significatif, on rejette H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

Rapport-Gratuit.com

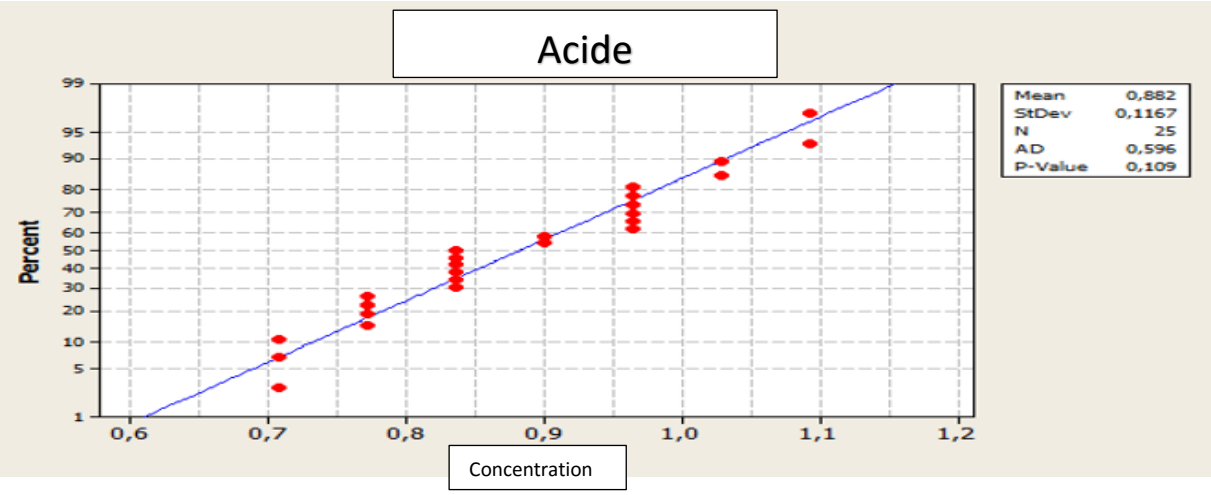

Figure 27: Test de normalité pour l'acide de la ligne 5 (Nettoyage complet)

p-value=0,109 >0,005➔ le test n'est pas significatif, on accepte H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

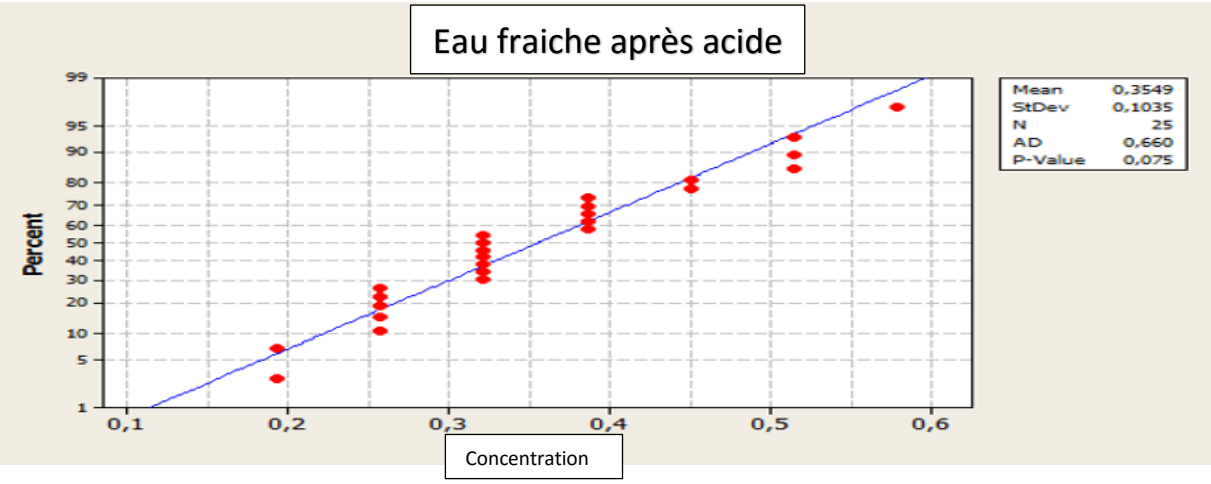

Figure 28: Test de normalité pour l'eau fraiche après acide de la ligne 5 (Nettoyage complet)

p-value=0,075>0,005➔ le test est non significatif, on accepte H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

Après avoir effectué le test des valeurs aberrantes pour les séries de mesure de soude d'acide et d'eau fraiche, on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 12: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,60
Ecart type	0,248
Valeur cible	0,39
Tobs	4,139
Tcrit	2,063

Tableau 13: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après acide

Moyenne	0,41
Ecart type	0,080
Valeur cible	0,39
Tobs	0,933
Tcrit	2,063

- Tobs>Tcrit pour l'eau fraiche après la soude, alors la différence entre la valeur moyenne et la cible est significative on accepte donc l'hypothèse H_0.
- Pour l'eau fraiche après l'acide Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

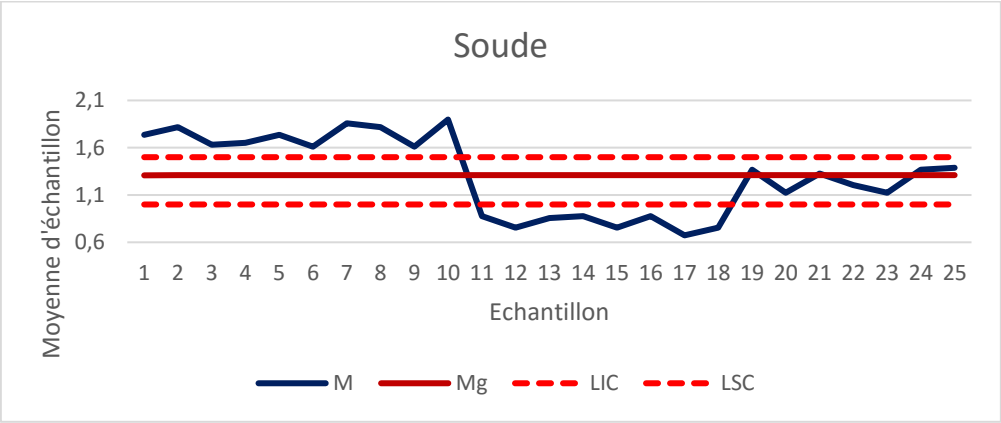

Figure 29: Carte de contrôle de la soude (Nettoyage complet)

Pour l'eau fraiche après la soude :

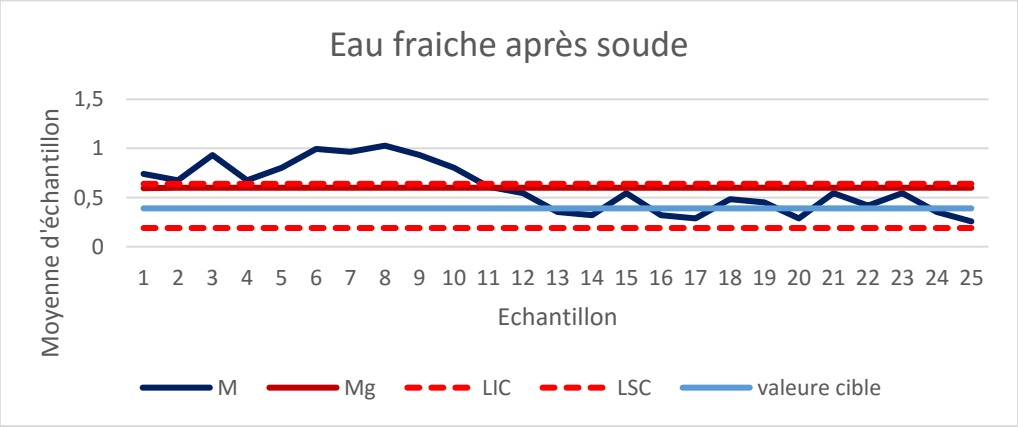

Figure 30: Carte de contrôle de l'eau fraiche après la soude (Nettoyage complet)

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Les cartes de contrôle de la soude et de l'eau fraiche après la soude de la ligne 5 montrent qu'il y a des points à l'extérieur des deux limites inférieure et supérieure fixées par la société, dont on conclue que la variation de la concentration n'est pas stable, et par conséquent on peut dire que le procédé n'est pas sous contrôle.

Pour l'acide :

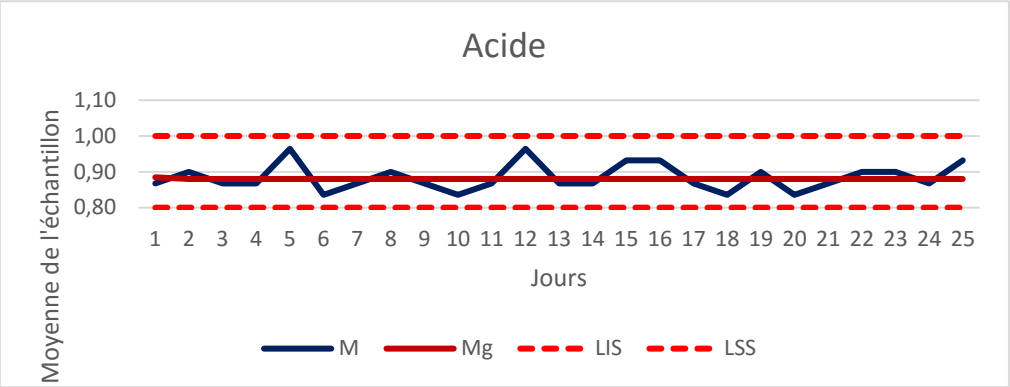

Figure 31: Carte de contrôle de l'acide pour le nettoyage complet

Pour l'eau fraiche après l'acide :

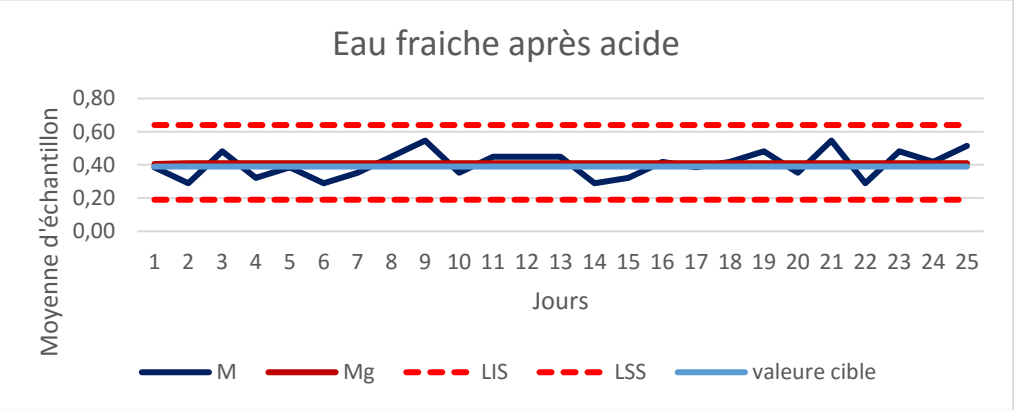

Figure 32: Carte de contrôle de l'eau fraiche après acide pour le nettoyage complet

D'après les cartes de contrôle de l'acide et de l'eau fraiche après acide, on remarque que les valeurs ne dépassent pas les deux limites LSS et LIS. On déduit donc que la variation de la concentration est stable, et donc le procédé est considéré sous contrôle.

➔Les analyses des résultats du test de normalité et des cartes de contrôle de la soude et de l'eau fraiche après soude de la ligne 5 montrent l'instabilité de la concentration de cette dernière qui est dû à la défectuosité du conductimètre qui se trouve à la sortie des cuves de stockage (à l'entrée de la ligne 5).

Après changement du conductimètre défectueux se trouvant à la sortie des cuves de stockage de soude à la station NEP, on a refait les prises d'essais, puis les tests statistiques nécessaires à la validation et on a obtenu les résultats suivants :

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

Après vérification de la normalité pour les concentrations de soude et d'eau fraiche, on a conclu que les tests sont devenus non significatifs, on a accepté H_0, donc les séries de mesures suivent une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

Le test des valeurs aberrantes effectué a démontré qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 14: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,41
Ecart type	0,096
Valeur cible	0,39
Tobs	0,979
Tcrit	2,063

Tobs<Tcrit pour l'eau fraiche après la soude, alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

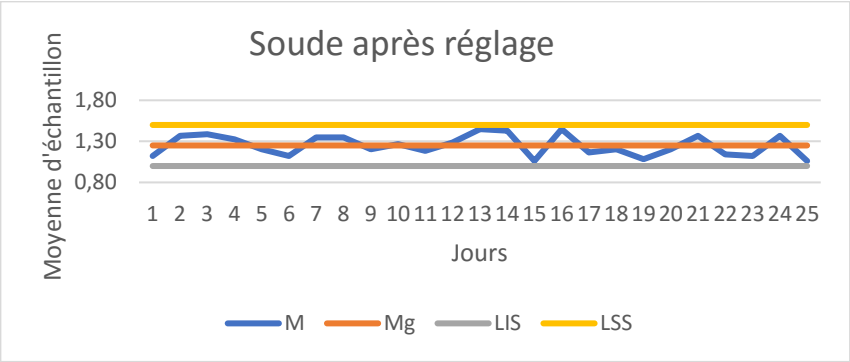

Figure 33: Carte de contrôle de la soude après réglage

Pour l'eau fraiche après la soude :

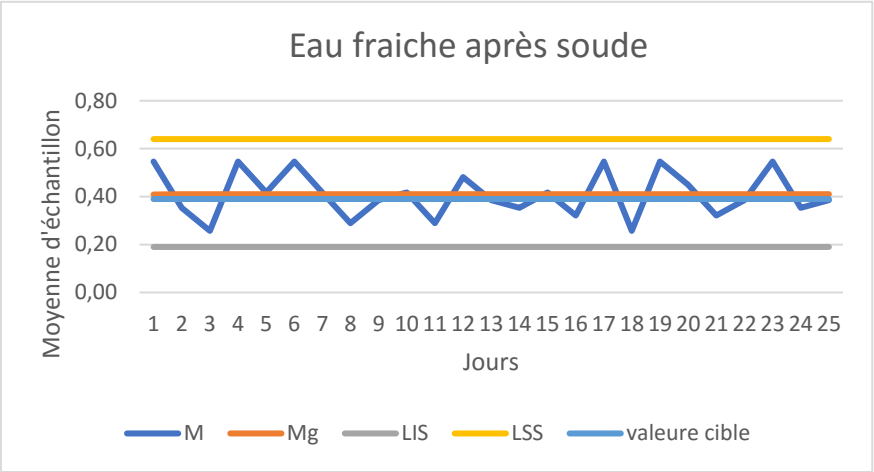

Figure 34: Carte de contrôle de l'eau fraiche après soude (après réglage)

Après le réglage du conductimètre, les résultats suivent le test de normalité ainsi qu'aucune valeur ne dépasse les deux limites supérieure et inférieure.

b. Nettoyage semi-complet

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

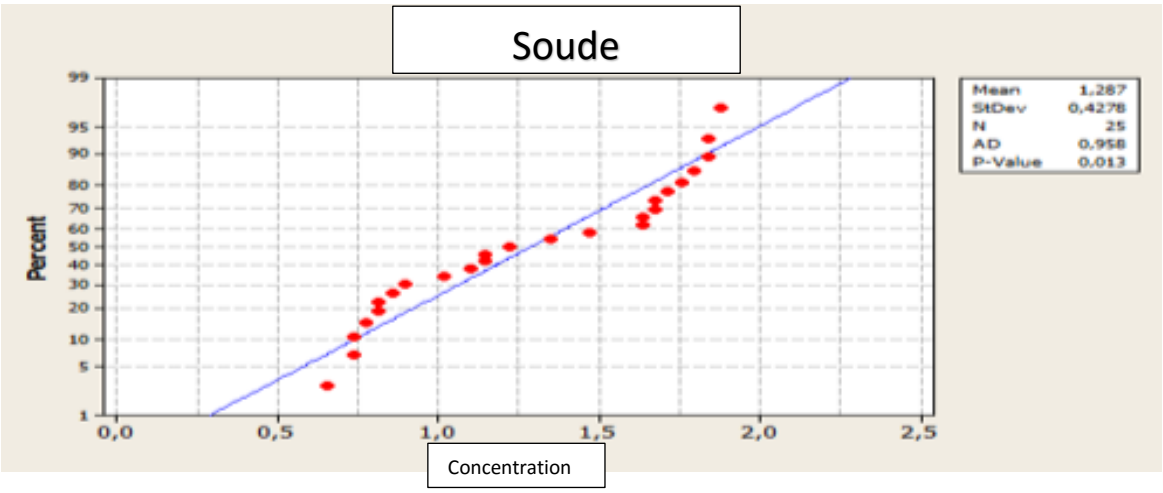

Figure 35: Test de normalité pour la soude de la ligne 5 (Nettoyage semi-complet)

p-value=0,013<0,05➔ le test est significatif, on rejette H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

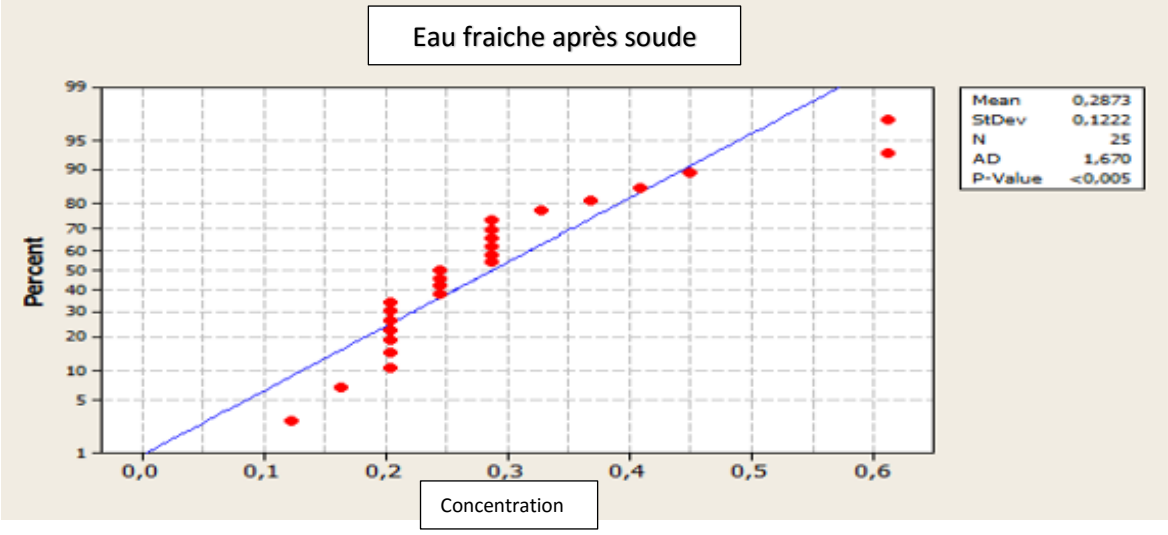

Figure 36: Test de normalité pour l'eau fraiche après soude de la ligne 5 (Nettoyage semi-complet)

p-value<0,005➔ le test est significatif, on rejette H_0 donc la série ne suit pas une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

Après avoir effectué le test des valeurs aberrantes pour les séries de mesure de soude d'acide et d'eau fraiche, on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible
H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 15: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,29
Ecart type	0,130
Valeur cible	0,39
Tobs	0,153
Tcrit	2,063

Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

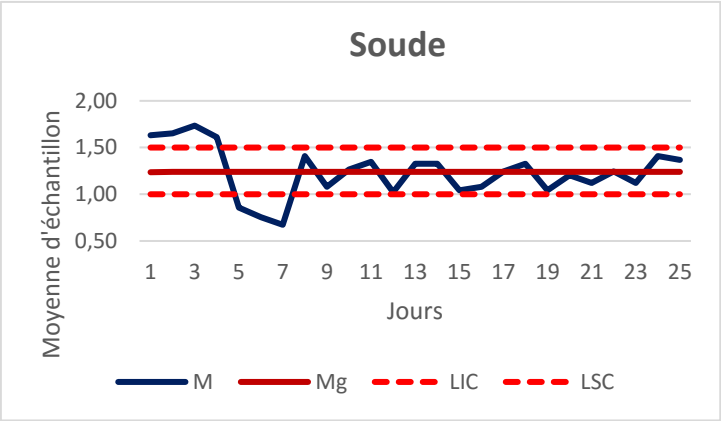

Figure 37: Carte de contrôle de la soude (Nettoyage semi-complet)

Pour l'eau fraiche après soude :

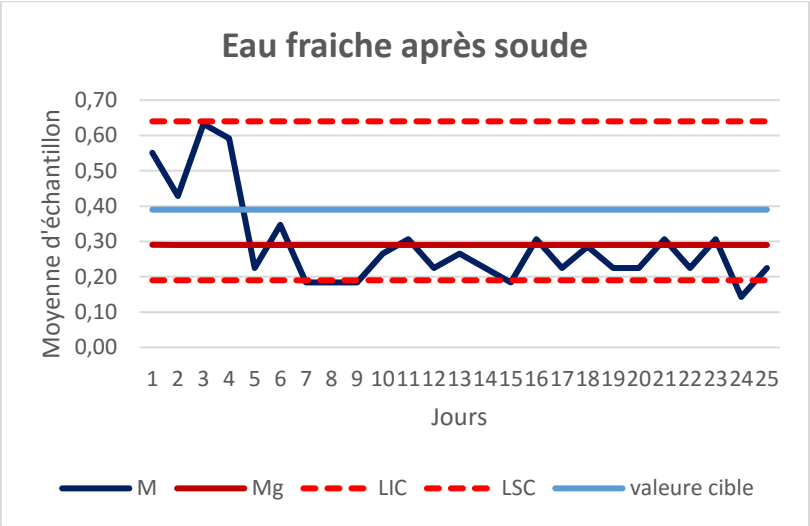

Figure 38: Carte de contrôle de l'eau fraiche après soude

Les cartes de contrôle de la soude et de l'eau fraiche après la soude de la ligne 5 du nettoyage semi-complet montrent qu'il y a des points à l'extérieur des deux limites inférieure et supérieur fixées par la société, dont on conclut que la variation de la concentration n'est pas stable, qui peut être dû à une défectuosité du conductimètre et par conséquent on peut dire que le procédé n'est pas sous contrôle.

➔Les résultats obtenus après changement du conductimètre défectueux sont les suivants :

- Test de normalité

H0 : La série de mesure forme une distribution qui n'est pas significativement différente de la loi normale.

H_1 : La série de mesure est significativement différente de la loi normale.

Après réalisation du test de normalité, MINITAB nous a permis de conclure que les tests sont significatifs, on a accepté H_0, donc les séries de mesures suivent une loi normale.

- Test des valeurs aberrantes

Le test des valeurs aberrantes effectué pour les séries de mesure de soude et d'eau fraiche, on a conclu qu'aucune valeur n'est déclarée aberrante au niveau de confiance de 95%.

- Test de comparaison d'une moyenne à une valeur cible

H_0 : La moyenne observée est conforme à la valeur cible

H_1 : la moyenne observée est différente de la valeur cible

Tableau 16: Comparaison de la moyenne à la valeur cible de l'eau fraiche après soude

Moyenne	0,40
Ecart type	0,077
Valeur cible	0,39
Tobs	0,031
Tcrit	2,063

Tobs<Tcrit alors la différence entre la valeur moyenne et la cible n'est pas significative on accepte donc l'hypothèse H_0.

- Cartes de contrôles

Pour la soude :

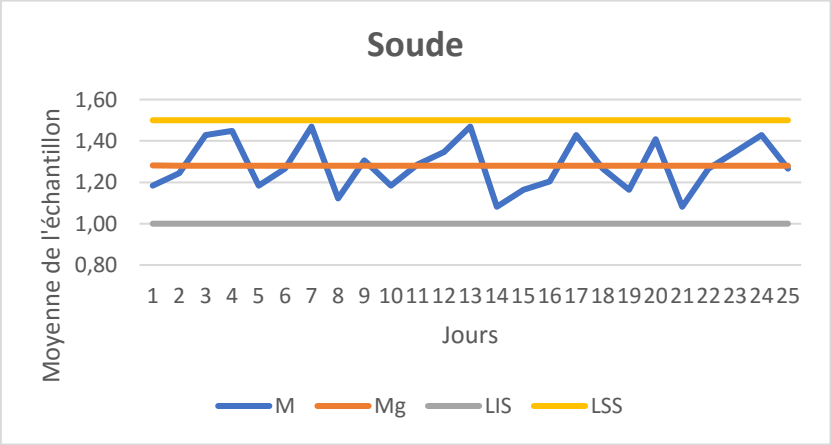

Figure 39: Carte de contrôle de la soude après réglage

Pour l'eau fraiche après soude :

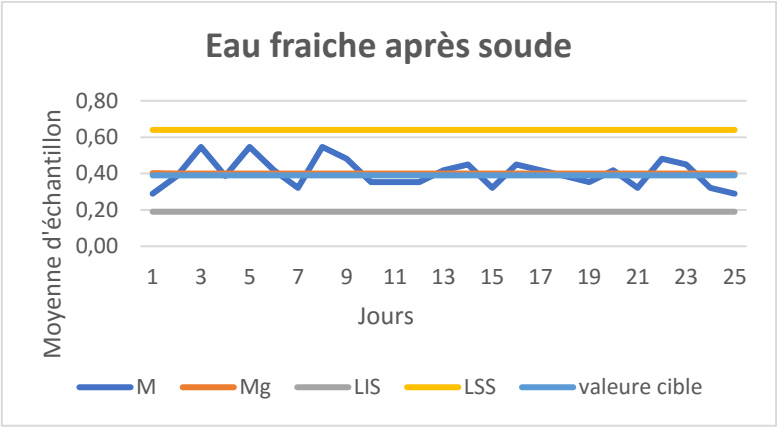

Figure 40: Carte de contrôle de l'eau fraiche après soude (après réglage)

Après le réglage du conductimètre, les résultats suivent le test de normalité ainsi qu'aucune valeur ne dépasse pas les deux limites supérieure et inférieure ce qui confirme que c'est le conductimètre défectueux qui a causé le problème.

4. Conclusion

L'étude statistique effectuée pour les lignes 2 et 4 montre que les procédés de nettoyage et de désinfection sont validés et maintenus sous contrôle, par contre celle effectuée pour la ligne 5 a démontré une défaillance au niveau de ses procédés, ceci est dû à une défectuosité du conductimètre.

L'augmentation trouvée au niveau de la concentration d'eau fraiche pour rinçage provient essentiellement des traces de détergent (soude : NaOH) restantes, car un pourcentage supplémentaire en soude et une quantité d'eau fraiche inchangée impliquent que cette dernière ne suffira pas pour rincer le supplément en détergent.

C. Validation microbiologique

La propreté microbiologique après nettoyage et désinfection doit être aussi évaluée lors de la validation, et cela en réalisant un suivi du lait et des yaourts produits dans les mêmes équipements que ceux utilisés pour la validation physicochimique, afin de détecter la présence de certains microorganismes :

- FMAT ;
- Coliformes totaux et fécaux ;
- Levures et moisissures.

Ainsi que des contrôles microbiologiques des surfaces en utilisant l'ATPmétrie.

1. Microbiologie des surfaces après désinfection par l'eau de sanitation thermique (ATP-métrie)

Les micro-organismes tels que les bactéries, les levures et les moisissures contiennent également de l'ATP .Pour cette raison, la mesure de l'ATP sur les surfaces est devenue l'outil

de référence des industries agro-alimentaires pour contrôler et valider l'efficacité du nettoyage et désinfection des chaines de production [11].

1.1. Définition

L'ATPmétrie est une méthode rapide de mesure de la contamination biologique des surfaces qui est utilisée avec succès depuis une dizaine d'années dans plusieurs secteurs agroalimentaire tel que l'industrie laitière.

1.2. Principe de la méthode

La réaction chimique qui se produit lors du contact entre la Luciférine, la Luciférase et l'ATP est appelée bioluminescence. Ce processus produit de la lumière sur le même principe que la luciole.
Il suffit donc de mesurer la quantité de lumière émise en URL (unité relative à la lumière) pour déterminer la quantité d'ATP initialement présente.

La présence d'ATP sur une surface revient à détecter la présence des cellules vivantes qui représente un risque direct puisqu'il peut y avoir une contamination des aliments.

1.3. Protocol expérimental

- On passe d'abord l'écouvillon sur la surface à tester et on le replace dans son tube en le pressant une fois jusqu'au fond ;
- Après on casse le bout de l'écouvillon et pressez pour faire sortir le liquide contenant la luciférine et la luciférase ;
- Il faut par la suite agiter plusieurs fois (mouvement vertical vers le bas), afin que l'ensemble du liquide coule dans la capsule de réaction. ;
- On laisse le liquide réagir au réactif ;
- Puis, on place l'écouvillon dans l'appareil et on appuie sur « Start » ;
- Le résultat s'affiche après 15 secondes.

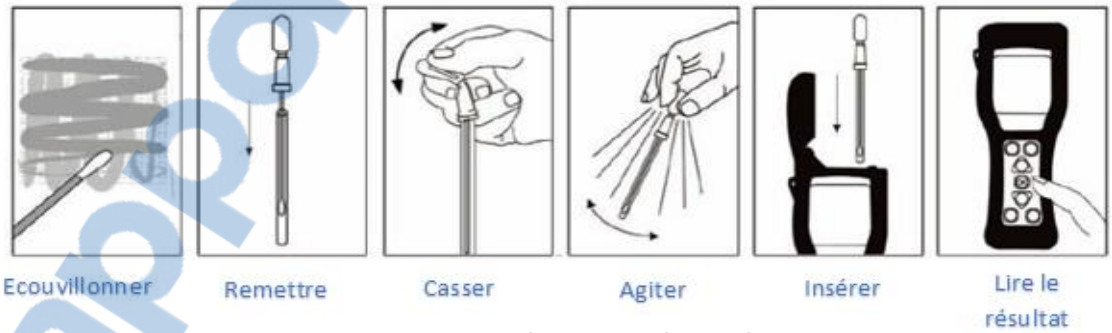

Figure 41: Mode d'emploi de l'ATPmétre

1.4. Prises d'essais

Les prise d'échantillons se font dans des pots pour l'eau de sanitation thermique, afin de mesurer leur température. Et directement dans les tanks à lait pour l'ATP-mètrie.

Rapport-Gratuit.com

1.5. Normes internes de température et d'ATP-mètrie

Les normes de température et d'ATP-mètrie fixées par la société sont :

Tableau 17: Normes internes de température d'eau de sanitation thermique et d'ATP-mètrie

	Limite centrée inférieure	***Limite centrée supérieure***
Température (°C)	85	95
ATP-Mètrie (URL)	0	20

1.6. Résultats et interprétations

Après vérification à l'aide des tests statistiques que les séries de mesures suivent la loi normale et ne contiennent aucune valeur aberrante, on a réalisé les cartes de contrôles nécessaires.

a. Ligne 2

- Sanitation thermique

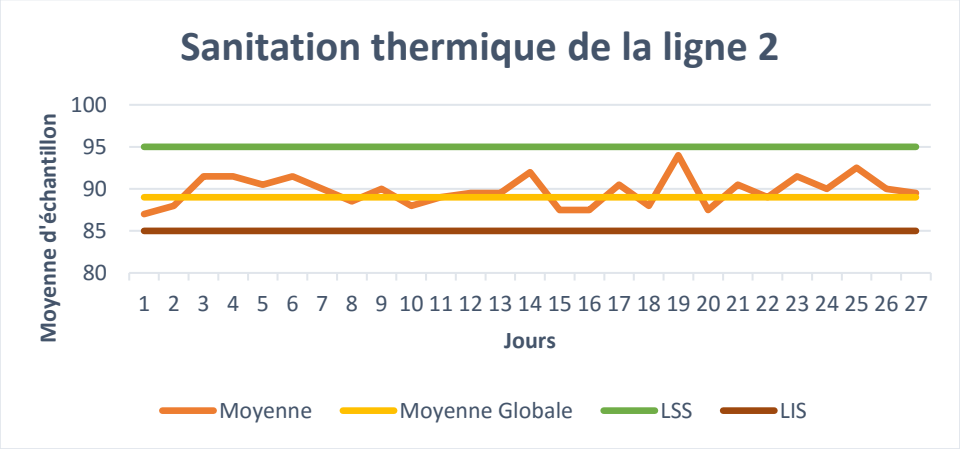

Figure 42: Carte de contrôle de la sanitation thermique de la ligne 2

- ATP-mètrie

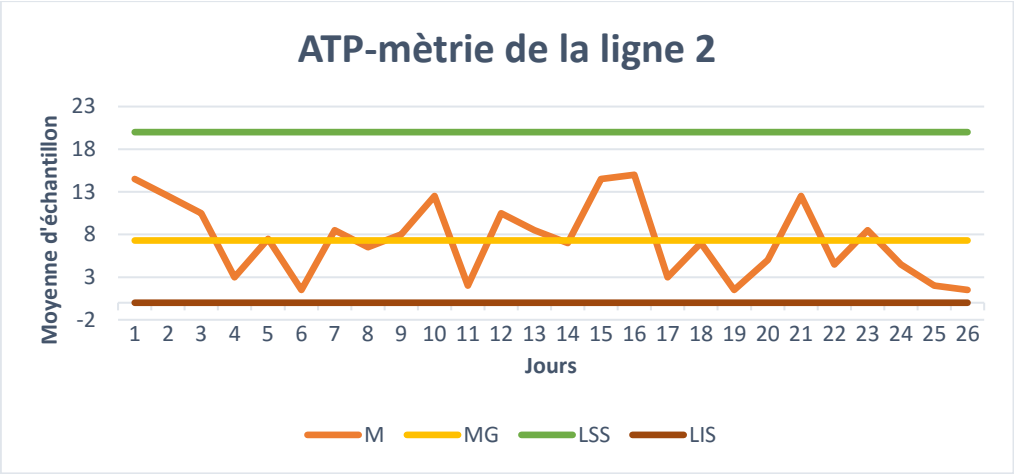

Figure 43: Carte de contrôle d'ATP-mètrie de la ligne 2

➔Les cartes de contrôle de la ligne 2 concernant la sanitation thermique et l'ATP-mètrie montrent que la variation des valeurs ne dépasse pas les deux limites supérieure et inférieure d'où le procédé est considéré sous contrôle.

b. Ligne 4

- Sanitation thermique

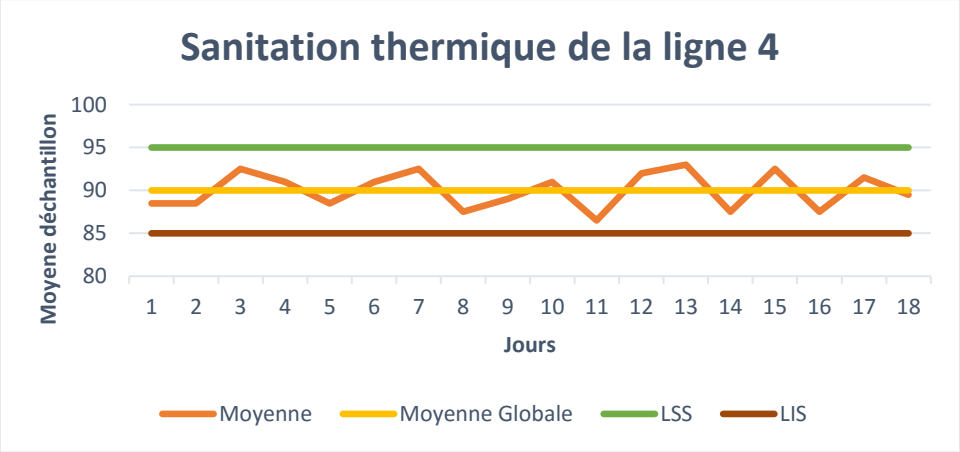

Figure 44: carte de contrôle de la sanitation thermique de la ligne 4

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

- ATP-mètrie

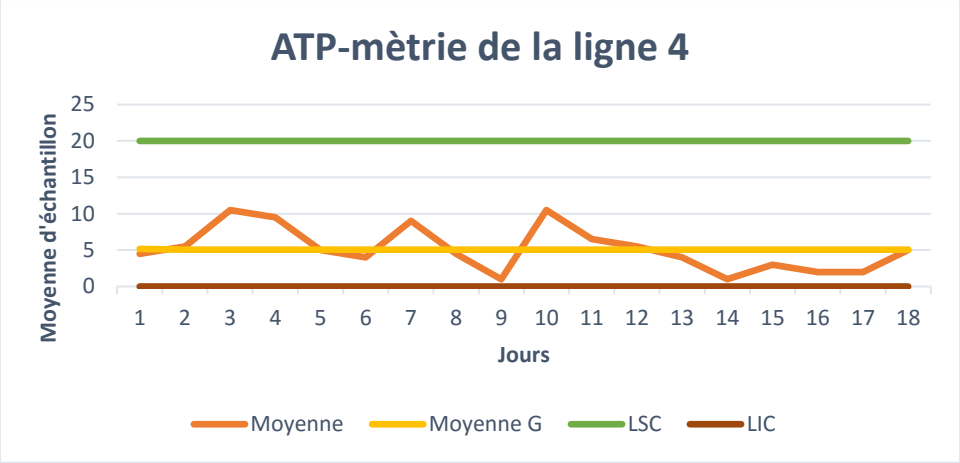

Figure 45: carte de contrôle de l'ATP-mètrie de la ligne 4

➔Pour la ligne 4, la variation des valeurs de la température et de l'ATP-mètrie se trouve à l'intérieure des deux limites supérieure et inférieure dont le procédé est considéré sous contrôle.

c. Ligne 5

Une fois encore, la série de mesures de la ligne 5 ne suit pas la loi normale. On a quand même réalisé les cartes de contrôles pour vérifier la stabilité de température et d'ATP-metrie et on a obtenu les résultats suivants :

- Sanitation thermique :

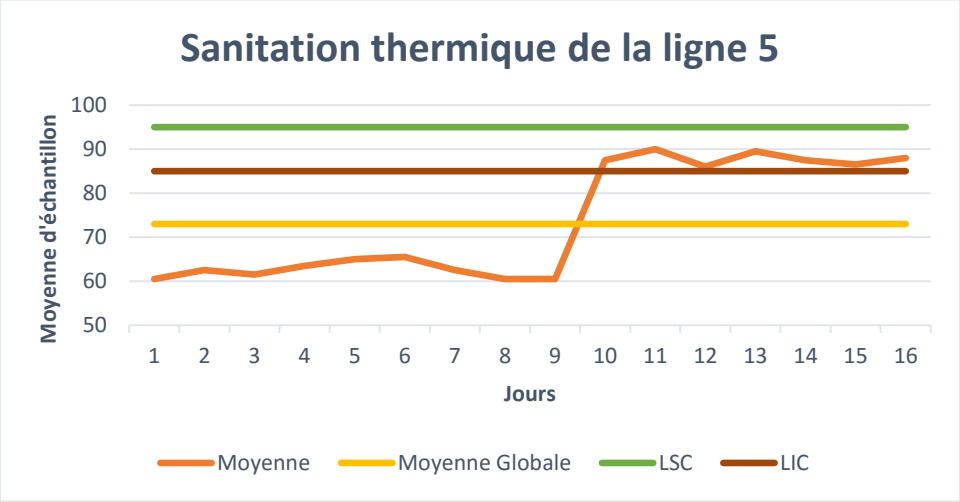

Figure 46: Carte de contrôle de la sanitation thermique de la ligne 5

- ATP-mètrie

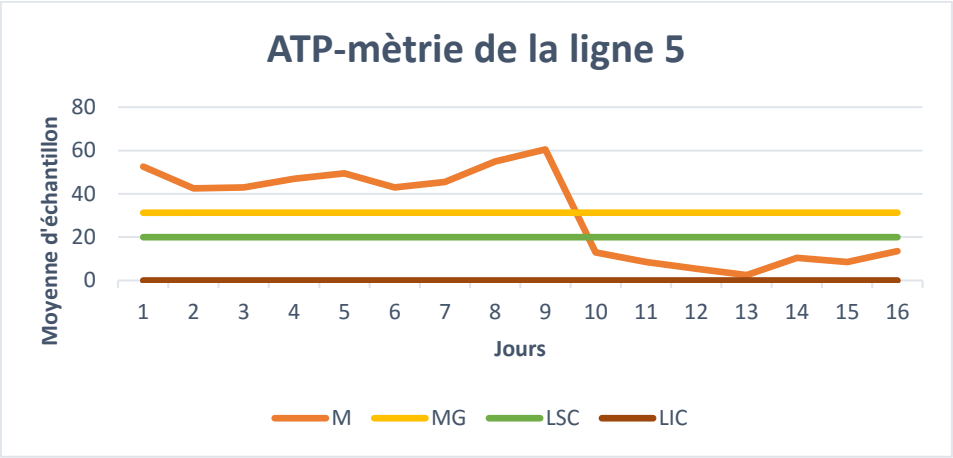

Figure 47: Carte de contrôle de l'ATP-mètrie de la ligne 5

Les cartes de contrôle de la sanitaion thermique et de l'ATP-mètrie de la ligne 5 montrent qu'il y a des points à l'extérieur des deux limites inférieure et supérieure fixées par la société, qui peut être dû à une défectuosité du thermomètre, et par conséquent on peut dire que le procédé n'est pas sous contrôle.

Après changement du thermomètre défectueux qu'on suppose être la cause de l'instabilité des résultats, on a refait les tests statistiques et on a conclu effectivement que les séries de mesure pour la température et l'ATP-mètrie suivent cette fois-ci la loi normale, et qu'aucun point ne dépasse les limites fixées par la société et donc le procédé est considéré sous contrôle statistique d'après les cartes de contrôles ci-dessous :

- Sanitation thermique

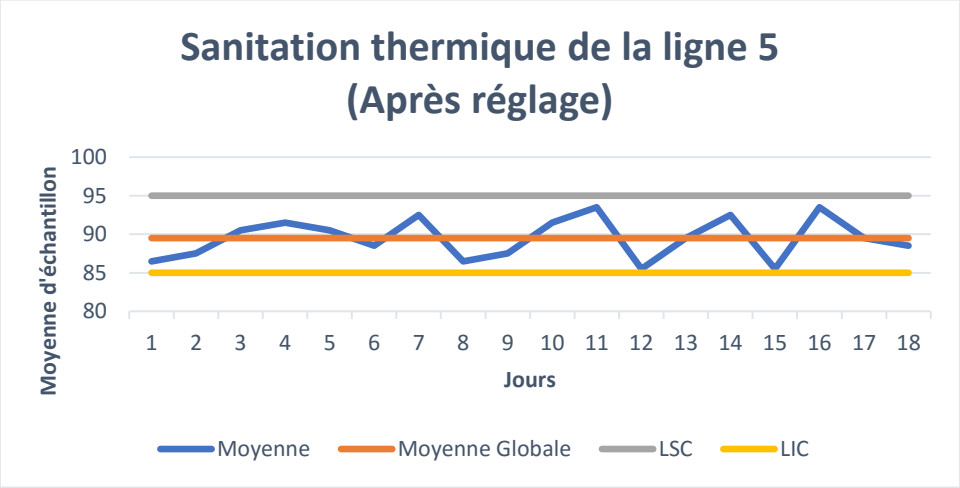

Figure 48: Carte de contrôle de la sanitation thermique de la ligne 5 après réglage

- ATP-métrie

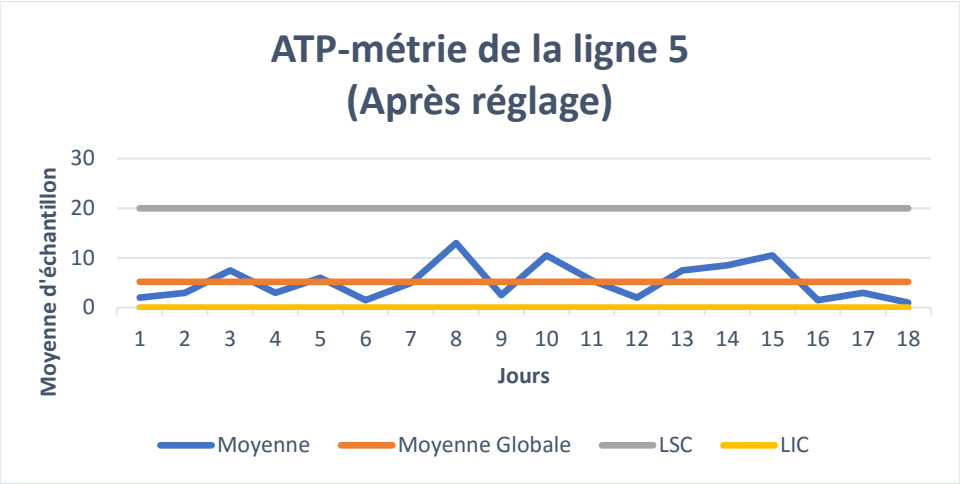

Figure 49: Carte de contrôle de l'ATP-mètrie de la ligne 5 après réglage

1.7. Conclusion

Après étude statistique des trois lignes de nettoyage, nous avons déduit que les procédés sont sous contrôle pour les deux lignes 2 et 4. Cependant, la ligne 5 a présenté une instabilité des résultats, provenant du thermomètre défectueux, qui a provoqué une diminution de la température de l'eau de sanitation thermique, impliquant une augmentation de la contamination biologique des surfaces aperçu grâce à l'ATP-mètrie.

2. Microbiologie des produits après nettoyage et désinfection

1.1. Microbiologie du lait

Les germes recherchés pour le lait sont la FMAT et coliformes totaux et fécaux :

1.1.1. FMAT (Flore mésophile aérobie totale)

a) Définition

La Flore Mésophile Aérobie Totale (FMAT) est un indicateur sanitaire qui permet d'évaluer le nombre d' UFC (Unité Formant une Colonie) présentes dans un produit.

L'unité est l'UFC car une colonie observable sur la gélose peut venir d'un micro-organisme isolé, d'une spore ou encore d'une association de micro-organismes.

b) Méthode de dénombrement des micro-organismes

- **Principe de la méthode :**

Cette méthode est une estimation du nombre de micro-organismes supposés distribués dans le lait de manière parfaitement aléatoire.

- **Protocole expérimental d'une dilution successive :**

<u>Matériel :</u>

- 5 tubes contenant 9 mL de diluant : Eau peptonée

- 5 pipettes paille stériles en plastique de 1mL

Réalisation de la dilution :

- On homogénéise le lait à prélever (agitation par mouvements circulaires pendant 10 secondes environ) ;
- On ouvre et on flambe l'ouverture du tube ;
- On prélève 1mL du lait à l'aide de la pipette paille stérile (ne pas introduire la pipette dans la suspension de plus de 1cm).
- On flambe encore un fois et on renferme le tube.
- On ouvre le tube de 9 mL de diluant (Eau peptonée), flamber l'ouverture y introduire le volume prélevé .
- On le flambe et on le renferme aussi.
- Et à la fin on jette la pipette.

La dilution suivante s'effectue comme la dilution décrite ci-dessus mais en partant du tube de la dilution précédente (La dilution 10^{-2} sera effectué en prenant 1mL de la dilution 10^{-1} préalablement homogénéisée qui sera introduit dans un tube contenant 9 mL d'eau peptonée) [12].

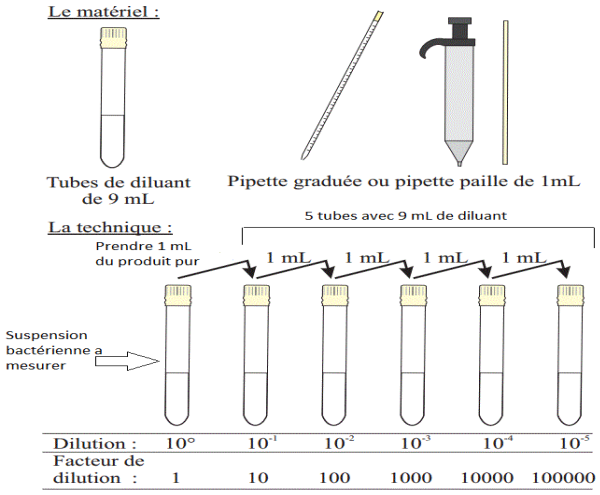

Figure 50 Méthode des dilutions successives

Mise en milieu de culture :

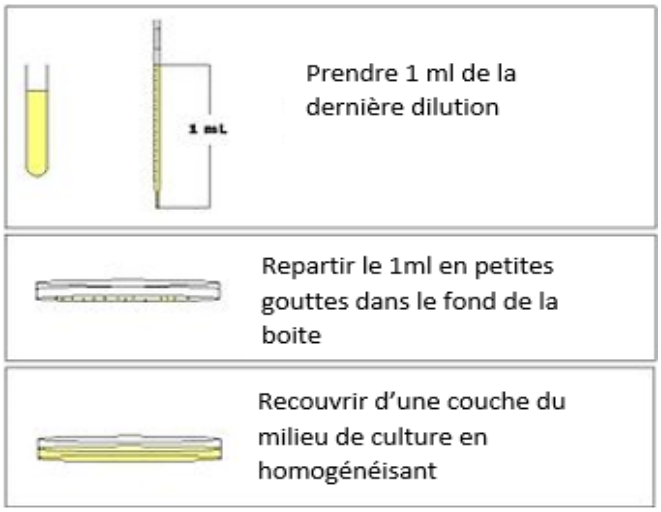

Figure 51 Mise en milieu de culture

Le milieu de culture spécifique pour la FMAT est le suivant :

Tableau 18 Conditions de cuture de la FMAT

Germes	***FMAT***
Milieu de culture	PCA: Plate count agar
Temps d'incubation	3j
Température d'incubation	25°C

1.1.2. Coliformes totaux et fécaux

a) Définition

Les coliformes, bacilles (qui ont la forme d'E.Coli) sont recherchés dans les aliments de consommation humaine car ils comprennent de nombreux microorganismes d'origine fécale et sont des marqueurs de l'hygiène des aliments. Elles sont capables de se multiplier en présence de sels biliaires et en fermentant le lactose avec production d'acide et de gaz.

b) Protocole expérimental

- On homogénéise le lait à prélever (agitation par mouvements circulaires pendant 10 secondes environ) ;
- On prélève 1mL du lait à l'aide de la pipette paille stérile (ne pas introduire la pipette dans la suspension de plus de 1cm) ;
- On reparti le 1ml en petites gouttes dans le fond de la boite ;
- On recouvre d'une couche de milieu de culture en homogénéisant.

Le milieu de culture spécifique pour les coliformes est le suivant :

Tableau 19 Conditions de cuture des coliformes

Germes	**Coliformes totaux**	**Coliformes fécaux**
Milieu de culture	DL: Gélose lactosée au désoxycolate	DL: Gélose lactosée au désoxycolate
Temps d'incubation	24h	24h
Température d'incubation	30°C	44°C

1.2. Microbiologie des yaourts

Les germes recherchés pour le yaourt sont les coliformes, les levures et les moisissures :

1.1.1. Coliformes

Le protocole expérimental et les conditions de culture restent les mêmes que ceux cités précédemment.

1.1.2. Levures et moisissures

a) Définition

Les moisissures et les levures, regroupées sous le nom de "champignons", forment, comme les bactéries, un groupe imposant de micro-organismes.

Un grand nombre de moisissures et de levures sont présents dans les aliments, elles y trouvent les nutriments nécessaires à leur croissance. Si les conditions environnementales le permettent, ils peuvent se développer, ce qui entraîne généralement une détérioration rapide du produit.

b) Protocole expérimental

Le protocole expérimental des levures et moisissures est le même que celui des coliformes sauf qu'ici on prélève 0,1ml du yaourt. Ce prélèvement sera déposé dans le fond de la boite en petites gouttes.

Tableau 20 Conditions de culture des levures et moisissures

Germes	***Levures et Moisissures***
Milieu de culture	YGC: Yeast extract Glucose Chloramphenicol
Temps d'incubation	5j
Température d'incubation	25°c

1.3. Normes microbiologiques des produits

Après dénombrement, il faut vérifier si le lait et le yaourt répondent aux normes microbiologiques suivantes :

Tableau 21 Normes microbiologiques

Germes	***Lait***	***Yaourt***
FMAT	3.10^5	_
Coliformes totaux	10^2	5
Coliformes fécaux	Absence	1*
Levures et moisissures	Absence	Absence

NB : ce tableau a été établi à partir de l'arrêté conjoint du ministère de l'agriculture et de la santé N°624-04 du safar 1425 (08 Avril 2004).

(*) : Normes internes de l'usine.

1.4. Résultats et interprétations

L'étude microbiologique des échantillons de produits laitiers finis prélevés après validation chimique a révélé que ces derniers contiennent une charge nulle (absence totale des germes recherchés : soit la FMAT et coliformes pour le lait, ou les levures et moisissure ainsi que les coliformes pour les yaourts brassés).

Les résultats obtenus confirment que les produits de la société surnommée répondent aux normes microbiologiques cités auparavant, et donc qu'ils ne sont atteints d'aucune contamination susceptible de nuire à leur qualité. Ceci est le résultat d'une bonne maitrise des paramètres des procèdes de nettoyage et désinfection ce qui démontre bien qu'ils sont validés.

Chapitre IV : Conclusion générale

La validation occupe une position stratégique dans la maîtrise des procédures de nettoyage et assure une qualité constante et optimale aux produits fabriqués. Dans ce contexte, l'usine Oued Nja a choisi une procédure de nettoyage et désinfection convenable aux équipements de fabrication utilisés.

L'objectif de ce travail était d'effectuer une validation sur l'historique pour s'assurer que la procédure déjà testée, validée et appliquée serait encore maintenue sous validation. Pour se faire, il fallait dans un premier temps vérifier que les normes fixées dans cette dernière sont respectées et maintenus sous contrôle, puis par la suite de confirmer la validation par la bonne qualité microbiologique des produits finis.

En utilisant des tests statistiques puis des cartes de contrôle, on a pu confirmer que les lignes de nettoyage 2 et 4 répondaient aux normes, tandis que la ligne 5 présentait plusieurs anomalies provenant du matériel défectueux utilisé pour fixer les concentrations des solutions détergentes et la température des eaux de sanitation nécessaires à la désinfection. Vu la criticité du risque nous avons été amené à prouver à l'équipe maintenance que la solution est de le changer en achetant un nouveau matériel malgré le coût élevé, ce qui garantira le respect de la procédure de nettoyage et par conséquent de la qualité des produits Chergui et donc amortira facilement les dépenses. Après notre intervention, on a pu fixer les paramètres de la procédure à nouveau et les résultats des tests statistiques obtenus ont confirmé que ce changement était bien la solution.

Une fois les paramètres de la procédure de nettoyage et désinfection fixés et les normes respectées, il était indispensable de s'assurer que la validation est effectuée adéquatement en réalisant une étude microbiologique des produits finis. En effet, le résultat obtenu était satisfaisant ; absence totale des germes recherchés dans les échantillons étudiés.

Jusqu'alors, l'usine Oued Nja utilisait une procédure de nettoyage et désinfection maitrisée sauf pour la ligne 5 qui montrait une défaillance, ce qui affectait négativement la qualité des produits Chergui, d'où le choix du sujet de stage. Après un travail qui a duré des mois, elle est désormais validée et respecte rigoureusement les normes fixées auparavant.

Rapport-Gratuit.com

Bibliographie

[1] A. KHORMANE, Validation de la méthode de nettoyage NEP au sein du domaine agricole, 2015

[2] Guide des bonnes pratiques de fabrication (BPF), 1998

[3] ICH, Good Manufacturing Practice Guideline For Active Pharmaceutical Ingredients, 1999

[4] CODEX Alimentarius: Manuel de Procédure, 2012

[5] J. BAILLY, STRATEGIE DE VALIDATION NETTOYAGE EN INDUSTRIE CHIMIQUE ET PHARMACEUTIQUE, 2004

[6] D. KLUGER, POCHARD, MROZEK, SCHLUSSER, VOGELE, BOUSSER et al, Hygiène en industrie alimentaire, 1981

[7] A. BARICAULT, Validation de nettoyage dans l'industrie pharmaceutique : cas pratique d'un projet de changement d'agent de nettoyage, 2014

[8] L. CONTE,VALIDATION DES PROCEDES DE NETTOYAGE,APPLICATION A UN CAS CONCRET DANS L'INDUSTRIE PHARMACEUTIQUE, 2003

[9] ECONOMIES D'ÉNERGIE DANS L'INDUSTRIE ALIMENTAIRE, http://energie.wallonie.be/servlet/Repository/dai-fichesureindustrie-installationscipedition2010.pdf?ID=16787 ,2008

[10] Norme Française NF V01-002 : 2008

[11] Viandes prod : carnés vol 21, http://www.ifip.asso.fr/sites/default/files/pdf-documentations/vpc2000n1minvielle.pdf , 2000

[12] Méthode de dénombrement des micro-organismes en milieu liquide , http://www.technobio.fr/2014/11/methode-de-denombrement-des-micro-organismes-en-milieu-liquide-methode-dite-du-nombre-le-plus-probable.html , 2014

Annexes

α	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0.05	0.02	0.01	0.005	0.001
1-α/2	0.55	0.6	0.65	0.7	0.8	1.376	0.85	0.9	0.95	0.975	0.99	0.995	0.997	0.999
ν														
1	0.158	0.324	0.509	0.726	1	1.376	1.962	3.077	6.313	12.70	31.82	63.65	127.3	636.5
2	0.142	0.288	0.444	0.617	0.816	1.060	1.386	1.885	2.92	4.302	6.964	9.925	14.08	31.6
3	0.136	0.276	0.424	0.584	0.764	0.978	1.249	1.637	2.353	3.182	4.540	5.840	7.453	12.92
4	0.133	0.270	0.414	0.568	0.740	0.941	1.189	1.532	2.131	2.776	3.746	4.604	5.597	8.610
5	0.132	0.267	0.408	0.559	0.726	0.919	1.155	1.475	2.015	2.570	3.364	4.032	4.773	6.868
6	0.131	0.264	0.404	0.553	0.717	0.905	1.134	1.439	1.943	2.446	3.142	3.707	4.316	5.958
7	0.130	0.263	0.401	0.549	0.711	0.896	1.119	1.414	1.894	2.364	2.997	3.499	4.029	5.408
8	0.129	0.261	0.399	0.545	0.706	0.888	1.101	1.396	1.859	2.306	2.895	3.355	3.832	5.041
9	0.129	0.261	0.397	0.543	0.702	0.883	1.099	1.383	1.833	2.262	2.821	3.249	3.689	4.780
10	0.128	0.260	0.396	0.541	0.699	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.763	3.169	3.581	4.586
11	0.128	0.259	0.395	0.539	0.697	0.875	1.087	1.363	1.795	2.201	2.718	3.105	3.496	4.436
12	0.128	0.259	0.394	0.538	0.695	0.872	1.083	1.356	1.782	2.178	2.681	3.054	3.428	4.317
13	0.128	0.258	0.394	0.537	0.693	0.870	1.079	1.350	1.770	2.160	2.650	3.012	3.372	4.220
14	0.128	0.258	0.393	0.536	0.692	0.868	1.076	1.345	1.761	2.144	2.624	2.976	3.325	4.140
15	0.127	0.257	0.392	0.535	0.691	0.866	1.073	1.340	1.751	2.135	2.602	2.946	3.286	4.072
16	0.127	0.257	0.392	0.535	0.690	0.864	1.071	1.336	1.745	2.119	2.583	2.920	3.252	4.014
17	0.126	0.253	0.399	0.534	0.682	0.863	1.069	1.333	1.739	2.109	2.569	2.892	3.224	3.961
18	0.124	0.257	0.391	0.538	0.688	0.862	1.062	1.334	1.734	2.109	2.552	2.878	3.196	3.921
19	0.124	0.259	0.392	0.533	0.687	0.861	1.065	1.327	1.729	2.093	2.539	2.860	3.173	3.883
20	0.127	0.256	0.390	0.532	0.687	0.86	1.064	1.323	1.724	2.086	2.528	2.845	3.153	3.849
21	0.122	0.256	0.396	0.535	0.686	0.859	1.067	1.323	1.720	2.076	2.516	2.834	3.132	3.813
22	0.127	0.256	0.390	0.532	0.685	0.858	1.061	1.322	1.711	2.073	2.508	2.818	3.118	3.792
23	0.127	0.253	0.390	0.531	0.685	0.855	1.060	1.319	1.713	2.067	2.499	2.803	3.104	3.766
24	0.127	0.256	0.39	0.531	0.688	0.856	1.059	1.318	1.710	2.063	2.492	2.797	3.090	3.744
25	0.129	0.251	0.389	0.531	0.684	0.852	1.058	1.316	1.701	2.055	2.481	2.784	3.072	3.721
26	0.129	0.256	0.386	0.539	0.684	0.855	1.055	1.315	1.705	2.055	2.476	2.778	3.069	3.706
27	0.128	0.259	0.389	0.530	0.683	0.851	1.056	1.317	1.703	2.058	2.477	2.777	3.056	3.689
28	0.126	0.255	0.383	0.530	0.683	0.856	1.056	1.312	1.701	2.044	2.467	2.763	3.047	3.679
29	0.128	0.255	0.389	0.532	0.683	0.854	1.055	1.314	1.699	2.042	2.462	2.754	3.038	3.655

Table de Student

Rapport-gratuit.com
LE NUMERO 1 MONDIAL DU MÉMOIRES

Université Sidi Mohammed Ben Abdellah
Faculté des Sciences et Techniques
www.fst-usmba.ac.ma

Filière Ingénieurs IAA

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

Nom et prénom: AMRANI ZERRIFI Oumaima

Année Universitaire : 2016/2017

Titre: Contrôle et Validation du système de nettoyage et désinfection au sein de la société laitière Chergui.

Résumé

Aujourd'hui, le lait est l'un des produits les plus contrôlés et les plus sécurisés dans le secteur agro-alimentaire où la réglementation est toujours de plus en plus exigeante. L'objectif de la qualité est de garantir la sécurité du consommateur. Pour répondre à cette demande, la société laitière Chergui a mis en place, un investissement important en termes de qualité de produit, achat des équipements, formation du personnel, ainsi que la conception du nettoyage du matériel entrant en contact avec les produits, ce qui constitue un élément clé dans la maitrise de la qualité. À cela s'ajoute la politique de la validation du nettoyage qui permet la maîtrise des contaminations pouvant altérer la qualité du produit et du procédé de fabrication en général.

<<Contrôle et validation du système de nettoyage et désinfection au sein de la société laitière Chergui >> est le thème de ce mémoire de fin d'études. L'objectif principal de ce travail est d'effectuer une validation sur l'historique pour s'assurer que la procédure déjà testée, validée et appliquée serait encore maintenue sous validation.

En utilisant les tests statistiques, les cartes de contrôles et l'étude microbiologique nécessaires à la vérification du respect des normes et à la validation du nettoyage et désinfection, nous avons constaté que deux lignes de nettoyage étaient contrôlées tandis que la troisième ne l'était pas, ce qui nous a amené à appliquer des actions correctives afin de pouvoir réaliser notre objectif.

Mots clés: Chergui, Qualité, Nettoyage, Validation, Contrôle, Désinfection, Tests statistiques, Etude microbiologique.

Faculté des Sciences et Techniques - Fès
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
212 (0)5 35 60 29 53 Fax : 212 (0)5 35 60 82 14