



Introduction Général	1
Chapitre I. Présentation de la société “BRASSERIES DU NORD DE MAROC“	2
I. L’ENTREPRISE.....	3
1).Historique :.....	3
2).Informations générale :.....	3
3).Structure organisationnelle	4
II. Généralités sur la bière	6
1) Définition	6
2) Historique	6
3) Les ingrédients.....	7
4) Composition de la bière	8
5) La mousse	9
III Produit fini	9
IV. Le processus de la fabrication de bière	10
A .Le maltage	11
1. Introduction	11
2. Les objectifs	11
3 Les étapes.....	12
a) Le trempage	12
b) La germination.....	12
c)Touraillage	13
4. Schéma récapitulatif	13
B. Le brassage	14
a. Introduction	14
b. Les différentes étapes	14
1.Concassage du malt.....	14
2. Le brassage proprement dit	15
a) Principes généraux.....	15
b) Transformations chimiques s’opérant au brassage	15
c) Rôle de l’acidité.....	16
d) Méthode par infusion	17
3. la filtration de la maische	17
4. Ebullition (cuisson du mout)	18
5. La clarification/traitement du mout	18
C. La fermentation	20
D. La maturation et la garde	22
E. Filtration de la bière.....	22
F. Conditionnement	23
1. Processus de conditionnement.....	23



2. Fonctionnement des machines de conditionnement	24
Chapitre II : outils chimiométrique.....	26
I. Rappel des plans d'expériences.....	27
1. Introduction.....	27
2. Définition des plans d'expériences	27
3. Historique	27
4. Pourquoi utiliser les plans d'expérience ?.....	27
5. Déroulement d'un plan d'expérience.....	28
5-1 Méthode d'expérimentation	28
5-1-1 Dans un premier temps : bien poser le problème.....	28
5-1-2 Second temps : quelques questions préalables.....	28
5-1-3 Troisième temps : Choix du plan.....	29
6. Domaines d'application	30
II. Notions de statistique appliquées aux plans d'expériences	31
1. Erreur expérimentale.....	31
2. Population	31
3. Échantillon	32
4. Transmission des erreurs.....	33
5. Analyse de la variance	33
6. Coefficient de détermination R ²	34
Chapitre III : optimisation des pertes à la salle de brassage	36
1. Introduction	37
2. Préparation de l'étude.....	38
Description de l'étude.....	38
A. La description de l'étape d'empattage et la filtration au premier bouillon	38
A-1. L'opération d'empattage.....	38
A-2. la filtration au premier bouillon	39
B. Filtration (lavage du drèche) et ébullition	41
3. Réponse et objectif d'étude	42
4. Facteurs	42
Domaine	
d'études.....	42
Choix du plan expérimental	42
5. Expérimentation.....	43
6. Conclusion de l'étude.....	46
Conclusion et Perspectives.....	47



Introduction Général

La bière d'après des sondages internationales, est considérée comme la boisson la plus consommée dans le monde entier, elle est le fruit d'un processus si compliqué, qu'on se demande comment elle a été inventée. Et pourtant, elle existe et cela, depuis fort longtemps.

Durant ces dernières années, BRANOMA connaît, de plus en plus, une production importante de la bière. Devant cette demande, dans le marché marocain, la société s'est fixé des objectifs de rentabilité dans la production en garantissant son profil.

En tenant compte dans le processus de la fabrication de la bière des trois points suivants :

- Les pertes au niveau du conditionnement soit inférieure à 1%
- Les pertes au niveau de la fermentation soit inférieure à 3%
- Les pertes au niveau du brassage soit inférieure à 3%

Au niveau de brassage les pertes sont de deux types :

- Les pertes au niveau de la salle de brassage,
- Les pertes au niveau de Whirlpool (décantation du moût)

Le but de ce stage consiste à optimiser les freintes liées à la salle de brassage dont le but de minimiser le coût de production.

Pour réaliser ces études, nous allons tenir compte de certains paramètres, pour effectuer des essais en appliquant la méthodologie de plan d'expérience.

Chapitre 1. Présentation de la société “BRASSERIES DU NORD DE MAROC“



Résumé :

Ce chapitre présente la société BRANOMA, les caractéristiques, ainsi les différentes étapes de production de la bière.

I. L'ENTREPRISE

.Historique :

Date de création	1947
Licence Heineken accordé à BRANOMA	1979
Arrêt de production des boissons gazeuses	1982



Arrêt de production de la Heineken	1990
Déménagement à la nouvelle usine	fin 2004

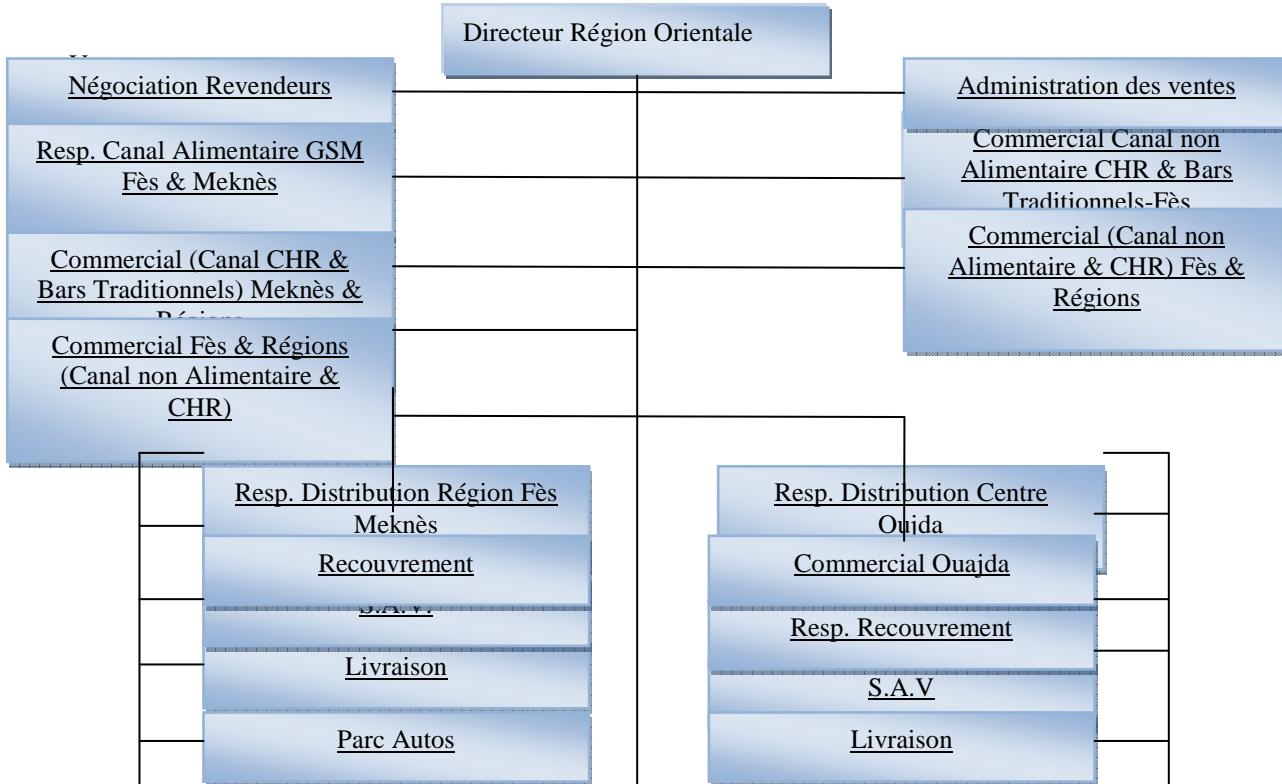
.Informations générale :

Raison sociale	brasserie du nord marocain
Statut juridique	société anonyme
Capitale social	50 000 000 DH
Actionnariat	société des brasseries du Maroc et autres
Adresse	rue ibn el Khateb sidi Brahim quartier industriel Fès BP 2100
Date de mise en service	1947
Effectifs	151
Capacité de production	200 000 Hl/an
Surface totale	30500 m2
Domaines d'activité	Fabrication, conditionnement de bière : STORK, SPECIALE Distribution des produits BRANOMA&SBM.

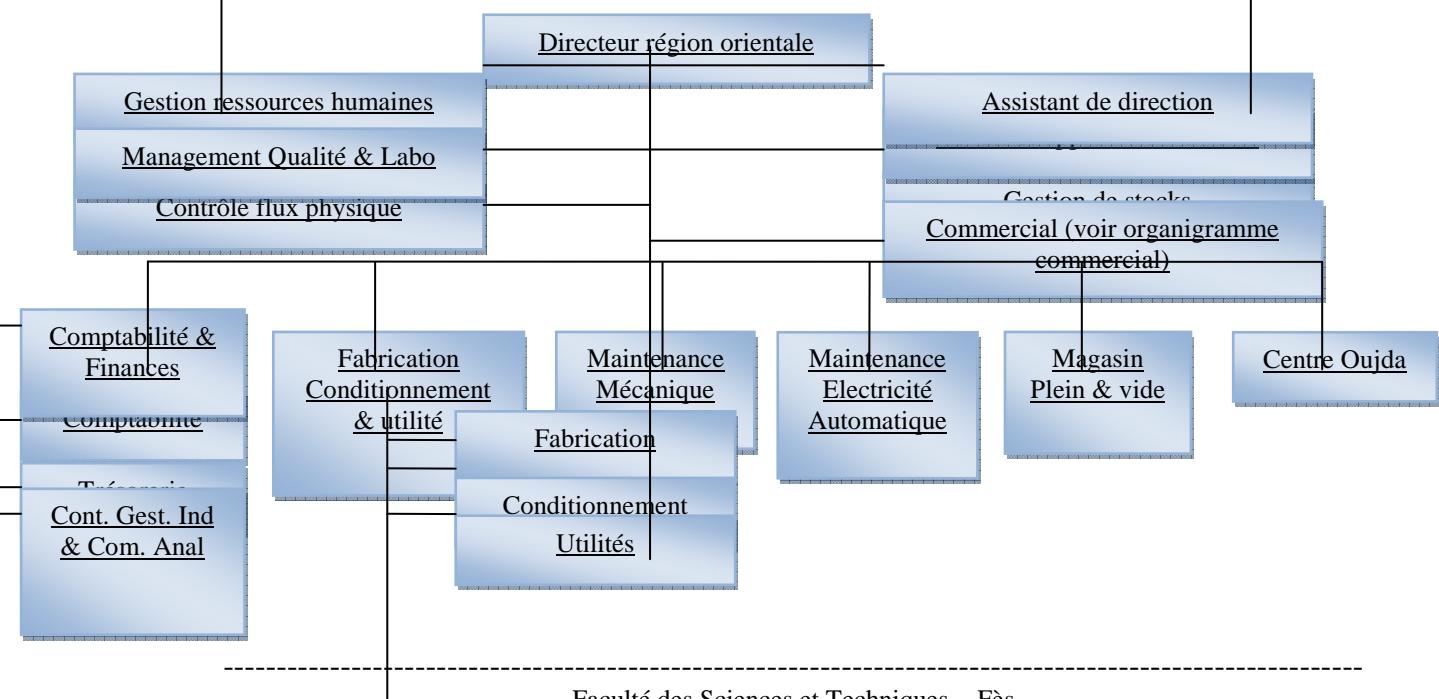


Structure organisationnelle :

+ Organigramme Commercial région oriental :



+ Organigramme de la région orientale :





Cont_Vente
Caisse

II. Généralités sur la bière :

.Définition :

La bière est une boisson fermentée légèrement alcoolisée, préparée à partir des céréales germées, principalement de l'orge et parfumée avec du houblon.

La bière contient 2 à 14% d'alcool, du gaz carbonique et des sucres en quantités variables. Elle est préparée dans les brasseries à partir d'orge qui contient beaucoup d'amidon.

.Historique :

C'est en Mésopotamie, dans les sables de Sumer, puis en Chaldée et en Assyrie que les chercheurs ont découvert les premiers documents archéologique sur les boissons fermentées à base de grains.

Puis, la bière fut adoptée en Egypte, et y devint une boisson nationale consacrée à Oisiris, Dieu du soleil. Les brasseurs égyptiens macéraient une moûturé d'orge, additionnée de mie de pain fermentée et aromatisée par une infusion de lupin. De l'Egypte, la bière passa en Espagne ou elle prit le nom de Celia ou de Ceria.

Rome, puis la Grèce, connurent à leur tour la bière.

Elle apparait en Gaule un siècle avant jésus-Christ. Les Gaulois l'appelaient Korma et les celtes Cervoise, nom dérivé de Cérès, Déesse des moissons.

Les chinois fabriquaient une bière de riz cinq mille ans avant notre ère.

Les peuples africains consomment, depuis la nuit des temps, des boissons fermentées à base de manioc et de mil. En débarquant aux Caraïbes, christophe comlomb s'étonna de la consommation d'un breuvage de mais par les indigènes.

Moyen -âge

Les brasseurs se sont réunis en guildes. Aux Pays-Bas, elles constituaient des groupements puissants qui payaient des impôts (accises) au souverain avec pour conséquence que ce même souverain devait compter avec elles. A Liège, par exemple, les accises sur la bière étaient utilisées pour l'entretien de la ville et Louvain devait également sa prospérité aux diverses brasseries.

Le fait de brasser en guides corporatives a débouché sur l'utilisation de recettes de brassage bien déterminées dans certaines régions. C'est ainsi que sont nées les différentes bières régionales qui ont chacune leur goût typique.

Les découverts de pasteur en 1876 sur les ensements par cellules pures de levure, et l'innovation des machines frigorifiques à la fin du XIXe siècle, premièrement un essor considérable de la bière. La consommation mondiale avoisine actuellement le milliard d'hectolitres et vient en deuxième place des boissons élaborées, juste derrière le thé.

.Les ingrédients :

Les matières premières essentielles pour la fabrication de la bière sont : l'orge, l'eau, le houblon et la levure :

- L'eau



L'eau est omniprésente à tous les stades de la fabrication de la bière, humidifiant, les grains d'orge, qui se transforme en malt, indispensable au brassage, doit être pure, sans bactéries. Elle est déterminante car elle permet aux autres ingrédients de libérer leurs saveurs. 95 % des brasseries ont leur propre source ou puits naturel.

A BRANOMA, le traitement de l'eau est considéré comme étape essentielle de la fabrication de la bière, dès que l'eau arrive de la RADEEF, elle subit un adoucissement pour diminuer sa dureté totale, par un adoucisseur manuel pour l'eau de rinçage, lavage et pasteurisation, et par un adoucisseur automatique pour l'eau de brassage qui subit ensuite une déchloration sur charbon actif.

- **L'orge**

L'orge est une céréale qui a l'avantage de pouvoir se conserver longtemps après la récolte. Pour pouvoir être utilisée dans la fabrication de la bière, elle doit d'abord être maltée. C'est l'orge maltée qui déterminera la couleur et le goût de la bière.

D'autres céréales sont également utilisées dans la fabrication de certaines bières telles que : l'avoine, le maïs, le froment.

- **Le houblon**

Le houblon est une plante grimpante avec des pieds mâles et femelles, dont seules les fleurs femelles sont utilisées. Il en existe de différents types, de très amer à aromatique.. C'est, en effet, le houblon qui donne l'amertume à la bière. Il eut tellement de succès qu'au 18e siècle toutes les bières en contenaient.

- **Les levures**

La levure est un champignon unicellulaire, accharomyces cervisiae ou levure de bière, elle est dotée d'un équipement enzymatique qui permet sa croissance et sa multiplication.

On la range volontairement dans les matières premières pour simplifier, mais la levure n'est pas vraiment une matière première. Permettant la fermentation, c'est donc elle qui est responsable de la transformation du sucre contenu dans la malt en alcool et en gaz carbonique .

- Saccharo signifie sucre, myces champignon, tandis que cervisiae fait référence à cervoise, nom qu'on donnait autrefois à la bière. La véritable levure de boulangerie (mais pas la levure chimique) appartient elle aussi à l'espèce Saccharomyces cervoisiae.
- Les cellules levuriennes convertissent alors le sucre des céréales en alcool et en dioxyde de carbone. Elles produisent également des changements dans les protéines et dans certaines autres constituants du moût, ce qui modifie la saveur de celui-ci et le transforme finalement en bière.
- Tous les acides aminés sont présents dans la levure de bière, au nombre de 20, y compris les acides aminés dits essentiels : isoleucine, leucine, lysine, méthionine, phénylalanine, thréonine, tryptophane, valine, alanine, arginine, acide aspartique, acide glutamique, cystine, glycocolle, histidine, proline, sérine, tyrosine.
- Presque toutes les vitamines du groupe B sont présentes dans la levure de bière, ce qui est unique dans le monde végétal. Au nombre de 8, ce sont :
 - La vitamine B1 (thiamine, encore appelée aneurine).
 - La vitamine B2 (riboflavine, encore appelée lactoflavine).
 - La vitamine B3 (niacine, encore appelée vitamine PP).
 - La vitamine B5 (acide pantothénique).



- La vitamine B6 (pyridoxine).
- La vitamine B8 (biotine).
- La vitamine B9 (acide folique).
- Et enfin la vitamine B12 (cobalamine).

.Composition de la bière :

Les constituants de la bière proviennent des matières premières : malt, matières amères, eau de brassage, de la fermentation, des additifs et auxiliaires technologiques (filtrases, colorant caramélisé, CaCl_2 , ZnCl_2) :

- ☞ Eau.
- ☞ Glucides (28g/l).
- ☞ Valeur énergétique (43.3 Kcal/100g).
- ☞ Composés protéiques (5g/l).
- ☞ Acides aminés essentiels (0.49g/l).
- ☞ Acides aminés semi-essentiels (0.43g/l).
- ☞ Acides aminés non essentiels (0.41g/l).
- ☞ Alcool (4g/100g).
- ☞ Eléments minéraux (1.37g/l).
- ☞ Vitamines.
- ☞ Acides organiques (pyruvate, citrate, acétate, gluconate, oxalate, succinate...).
- ☞ Composés phénolique .
- ☞ Composés amers (humulone, acide humilique, hulupone, acide hupulinique,...) .
- ☞ Anhydride carbonique soluble (5g/l).
- ☞ Dioxyde de soufre (3.7mg/l).
- ☞ Amines.
- ☞ Produits secondaires de fermentation (glycérol, isobutanol, alcool isoamylque, méthanol,...).

. La mousse :

La qualité et la quantité de mousse de la bière sont des phénomènes encore largement subis par le brasseur. Une bière qui ne possède pas une mousse stable et adhérente est déclassée par le consommateur, en particulier celui qui a l'habitude de boire de la bière en futs.

La mousse se forme et disparaît en 4 étapes :

- ☞ La formation de bulles au moment du versement de la bière qui sont dues à la sursaturation de la bière en CO_2 après échappement de la pression.
- ☞ Formation d'une mousse crémeuse par la montée des bulles puis drainage ou le liquide coule dans la couche inférieure de la mousse.
- ☞ Diffusion gazeuse entre les bulles causée par la différence de pression de gaz entre les bulles (le gaz migre des petites bulles vers les grosses).



- ☞ Coalescence de la mousse lorsqu'il y a fusion de deux bulles causée par la rupture du film entre les deux : la mousse disparaît petit à petit.

III. Produit fini :

Les produits fabriqués à BRANOMA sont : Spécial et Stork, deux bières blondes de caractéristiques suivantes :

Spécial :

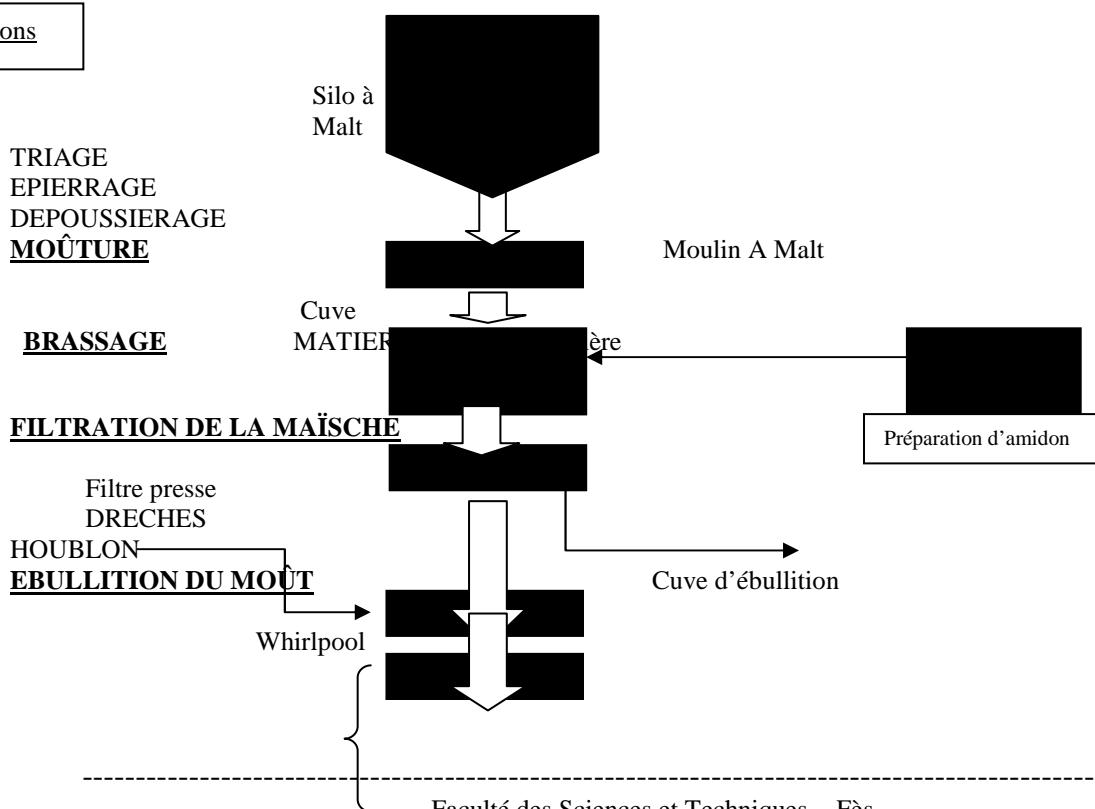
❖ Turbidité	< 0.8 EBC
❖ Couleur	= 8+/-2 EBC
❖ Extrait primitif	= 12+/-2 °P
❖ Amertume	= 22+/-2 EBC
❖ Taux d'alcool	= 4+/-0.2 g/l
❖	pH = 4+/-0.2

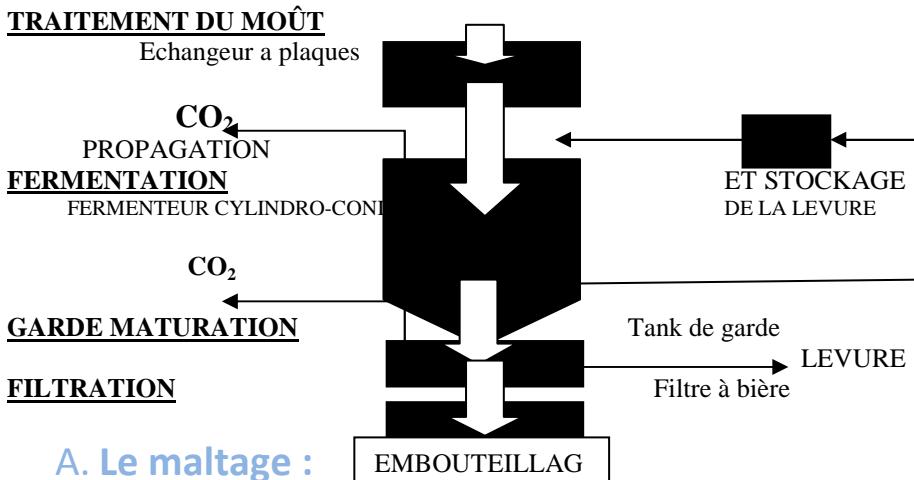
Stork :

❖ Turbidité	< 0.8 EBC
❖ Couleur	= 8+/-2 EBC
❖ Extrait primitif	= 10.6+/-2 °P
❖ Amertume	= 20+/-2 EBC
❖ Taux d'alcool	= 3.6+/-0.2 g/l
❖	pH = 4+/-0.2

IV. Le processus de la fabrication de bière :

Opérations





A. Le maltage :

1. Introduction :

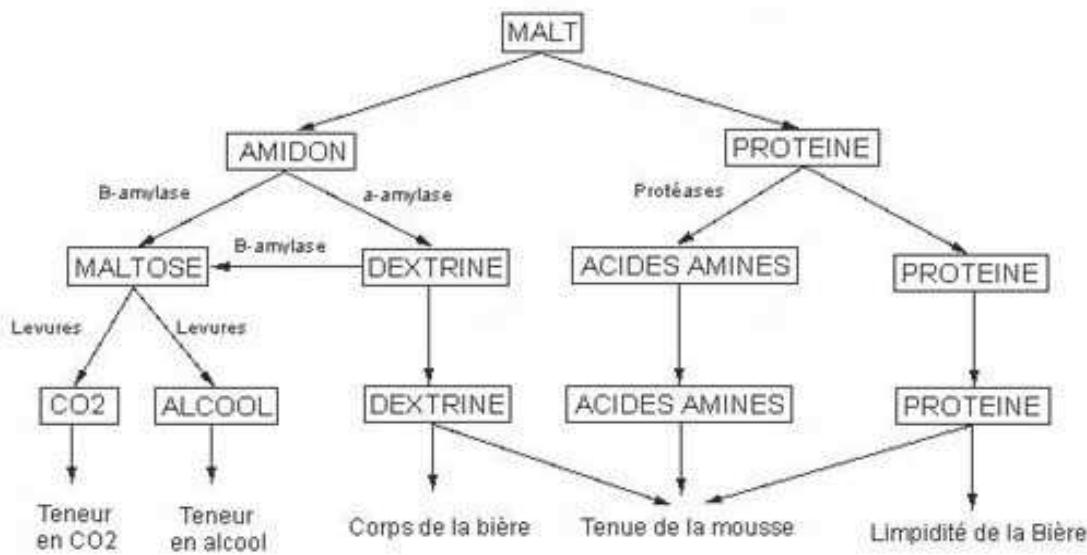
C'est la seule opération qui s'effectue dans les unités de malterie à l'extérieur de BRANOMA de Fès. Actuellement, l'orge est transformée en malt par une malterie à Casablanca.

Lors du maltage, les grains d'orge sont « préparés » pour leur traitement dans la pâte à bière. Jadis, beaucoup de brasseries possédaient leur propre malterie. Au fil du temps, le maltage est devenu une telle spécialité que ce sont des malteries indépendantes qui se chargent désormais de ce procédé.



2. Les objectifs :

Le maltage a pour but de développer dans l'orge les enzymes capables de transformer l'amidon en sucres fermentescibles : les amylases. Les enzymes capables de dégrader les chaînes longues de protéines en acides aminés, dipeptides, tripeptides nécessaire au développement des levures et en polypeptides formant ce qu'on appellera l'azote soluble non assimilable que l'on retrouvera dans la bière finie et qui jouera un rôle dans la mousse et dans le trouble de la bière. Le maltage permet également le développement d'enzymes capables de digérer les parois cellulaires rigides du grain d'orge. Le développement de ces enzymes est nécessaire pour le brassage ultérieur. De plus, il doit donner au grain sa friabilité pour permettre la transformation de l'amidon en saccharose. Finalement, le maltage doit donner à l'orge un arôme et/ou une couleur plus développé.



3. Les étapes :

Le maltage se fait en 3 étapes: le trempage, la germination, le touraillage

a) Le trempage :

Le trempage consiste en une suite de trempages d'une durée qui varie entre six et douze heures selon l'humidité de l'orge et sont entrecoupés de périodes d'aération. Le but de cet exercice est de fournir à l'orge toute l'eau et l'oxygène nécessaire à la germination. L'eau contenue dans les bacs de trempage doit contenir certains sels et être exempte d'autres : les carbonates sont à éviter pour des problèmes de calcaire alors que le sulfate de magnésium et le chlorure de calcium sont nécessaires au travail de la levure. Bien que la membrane extérieure de l'orge ne laisse pas entrer les sels, les grains d'orge auraient tendance à rééquilibrer le taux de salinité intra-cellulaire en évacuant leur eau. De plus, les sels s'attaquent à la membrane de l'orge qui contient des tanins, qui sont importants lors du brassage. La qualité de l'eau est donc un phénomène important au cours du maltage.



Figure 1: cuve cylindro-coniques de trempage

b) La germination

La germination sur aire est ancien procédé où le malt piqué après décuvage est étalé sur le sol de 10 à 20 cm, la température est régulée de 12 à 15°C, les couches sont retournées deux fois par jour, la durée de germination se situe entre 7 et 10 jours, sans système de refroidissement, la germination sur aire est uniquement exploitée pendant les huit mois les plus froids de l'année.

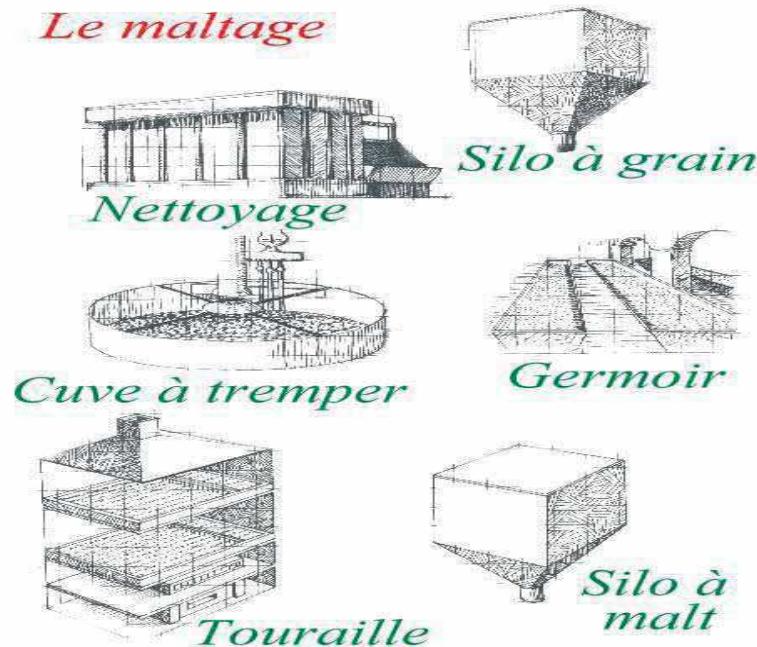


On d'orge. la touraille les graines les chauffe à 80°C. Une bière noire a besoin de grains très torréfiés, presque noirs, on les chauffe à 105°C. Les bières rousses auront des grains moyennement torréfiés ou un mélange de grains blonds et noirs. C'est lors du coup de feu que les grains prennent leur couleur et leur arôme. Quand il reste de l'humidité dans les grains et qu'on les fait chauffer à une température près de 60-70°C, il y a réaction chimique. Les sucres de l'orge entrent en réaction avec les acides aminées et donnent des produits aromatiques colorés: les mélanoïdes. Elles sont à la base de la coloration du grain. Le touraillage bloque aussi l'activité des enzymes, et empêche la dégradation du malt. Le grain ne contient plus que 1 à 3 % d'eau.



Figure 3: Un four ou une touraille

4. Schéma récapitulatif :



B. Le brassage

a. Introduction

Le but du brassage est d'extraire les principes utiles du malt et du houblon pour obtenir un moût sucré. Les facteurs essentiels dont dépendra la réussite du brassage sont la qualité du malt, la nature de la moûture, le procédé de brassage et le mode de soutirage.

La série d'opérations, dont l'ensemble est désigné par le terme brassage est la suivante :

- 1° Le concassage du malt;
- 2° Le brassage proprement dit, ou extraction, par dissolution, des principes utiles du grain;
- 3° La filtration du moût ;
- 4° La cuisson et le houblonnage du moût;
- 5° Le refroidissement et la clarification du moût.

Nous donnerons successivement les principes et le mode de réalisation de chacune d'elles.

Les caractéristiques de brassage à BRANOMA

- Brassage à densité élevée pour des raisons d'augmentation de volume de production avec faible investissement.
- Méthode par infusion grâce à sa simplicité et son coût énergétique réduit par rapport aux méthodes par décoction, mais elle nécessite un malt désagrégré avec un potentiel enzymatique élevé.

b. Les différentes étapes

Les transformations chimiques obtenues au cours du brassage sont principalement la dégradation de l'amidon en dextrine et en maltose (sucres simples) et la solubilisation des matières



azotées. On observe également une diminution de la viscosité du moût due à la solubilisation de certaines molécules complexes, les glucanes.

1. Concassage du malt

La moûture en brasserie comprend principalement la moûture du malt, les grains crus sont en général suffisamment élaborés et prêts à l'emploi l'équipement de moûture pour les grains crus est spécifique à chaque grain cru et les constructeurs de moulin doivent être consultés à ce sujet.

Il existe plusieurs types de moulins équipés d'un cylindre de distribution permettant une alimentation homogène des grains sur les cylindres de moûture.

Le moulin utilisé en BRANOMA, c'est le moulin à cinq cylindre avec trois passage et équipé d'un tamis intermédiaires permettant un 2^{ème} passage de particules insuffisamment broyées.

Les objectifs de la moûture

- Concasser le malt de façon à maintenir les écorces servant de support de filtration et si celle-ci sont broyées cela provoque un ralentissement ou un blocage de la filtration de la maïsche.
- Eviter une moûture contenant une proportion très important de fine farine, celle-ci peut former une couche imperméable pendant la filtration.
- Obtenir le maximum de fins gruaux qui peuvent être facilement solubilisés au cours du brassage.
- Adapter le réglage du moulin de façon à obtenir un profil granulométrique répétable garantissant un moût clair et un meilleur rendement de brassage.

2. Le brassage proprement dit

a) Principes généraux.

Il s'agit d'obtenir, à partir du malt et du houblon, l'extrait à la fois le plus abondant et le meilleur possible. C'est l'eau qui est l'agent d'extraction ; on la fait agir à des températures déterminées, la plupart des substances que l'on trouvera dans le moût se forment durant le brassage même, grâce à des enzymes : c'est ainsi, par exemple, que dextrine et maltose proviennent de la décomposition de l'amidon par l'action des amylases, tandis que les protéines complexes sont décomposées par des protéases en substances azotées solubles.

Sur quels facteurs va pouvoir jouer le brasseur pour mener à bien cette phase essentielle de la fabrication de la bière ?

Tout d'abord, il pourra agir sur la température : l'expérience a montré que c'est entre 45°C à 50°C que s'effectue le mieux la solubilisation des substances azotées, que les sucres fermentescibles s'obtiennent entre 60°C à 65°C et qu'enfin la décomposition la plus rapide de l'amidon a lieu entre 70°C et 75°C, la formation de dextrines est plus abondante qu'à 60°C ou 65°C. Donc en jouant sur les températures, on peut, dans une certaine mesure, régler ces transformations.

Le brasseur jouera également sur le pH (degré d'acidité du milieu) afin de favoriser l'activité des différentes enzymes.

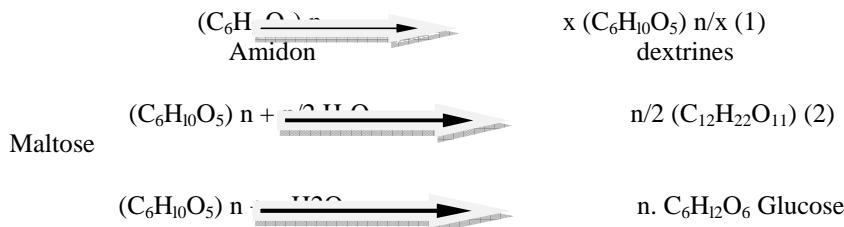


Un principe constant dans le brassage est de toujours mélanger différentes sortes de malts et cela, le plus régulièrement possible : les brassins de mélanges de malts sont, en règle générale, de qualités supérieures à ceux provenant d'un malt unique.

b) Transformations chimiques s'opérant au brassage :

■ Amidon

La transformation la plus importante durant le brassage est la décomposition de l'amidon. Cette décomposition permet la formation des dextrines du maltose et du glucose selon les réactions suivantes :



Ce sont presque exclusivement les réactions (1) et (2) qui se produisent au cours du brassage, sous l'action des diastases.

Les trois stades de la décomposition de l'amidon sont :

- La formation de l'empois ou empesage : Traiter, quelques instants, l'amidon par l'eau chaude pour arriver à l'éclatement des grains d'amidon permettant la formation de solutions colloïdales visqueuses.
- La liquéfaction : Elle est due à une enzyme, l'amylase (α - et β -amylase), qui a pour rôle de scinder les grosses molécules d'amidon en sucres plus simples (glucose, maltose et sucre plus complexe).
- La saccharification : C'est la transformation de l'amidon liquéfié, d'abord en dextrines, puis en maltose sous l'influence de l'amylase.

Une certaine quantité de dextrines subsiste dans le moût : elles représentent $\pm 25\%$ de l'amidon saccharifié. Comme le pouvoir saccharifiant de l'amylase s'affaiblit d'autant plus qu'on approche de 70°C à 72°C , plus on brassera à température élevée, plus il restera de dextrines dans le moût ; au contraire, en brassant surtout à 60°C - 65°C , on aura un moût riche en maltose. On pourra de cette façon obtenir à volonté des moûts plus ou moins fermentescibles.

Il est admis actuellement que l'hydrolyse partielle des amidons du malt, dans la préparation des moûts, est le résultat de l'action de deux diastases : α -amylase, plutôt liquéfiant, se développant pendant la germination et la α -amylase saccharifiant, déjà partiellement présente dans l'orge.

Enfin, la présence d'un peu de glucose dans les produits de décomposition de l'amidon a été confirmée par des travaux récents.

c) Rôle de l'acidité.

Durant le brassage, l'acidité a surtout pour effet d'influencer l'activité des enzymes. Le pH normal d'un moût est d'environ 5,8 si l'on emploie de l'eau neutre. Comme l'activité de la grande majorité des enzymes est maximum pour un pH nettement inférieur à 5,8, on acidifie souvent le brassin jusqu'au pH 5,2 ou même 5. Il est toutefois nécessaire de ne pas exagérer l'acidification, car



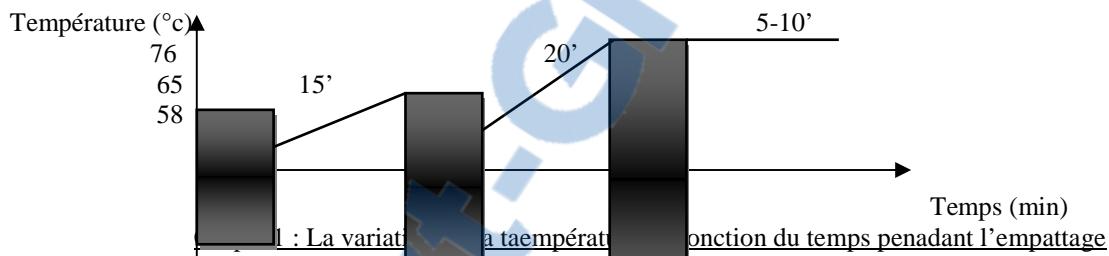
l'abondante dissolution de matières azotées qu'elle provoque peut être nuisible par la suite dans la fabrication de la bière.

L'acidification du brassin a également l'avantage de réduire les dissolutions du tanin et des résines amères des enveloppes qui peuvent donner à la bière un goût désagréable et une trop forte coloration : c'est une des raisons pour lesquelles on doit corriger les eaux alcalines avant de les utiliser au brassage.

d) Méthode par infusion

La moûture est transférée de la caisse à farine dans la cuve d'empattage à travers un hydrateur assurant un bon mélange entre la farine et l'eau, ou, plus récemment, à travers un préempâteur, récipient muni d'une vis sans fin assurant un mélange plus intime. C'est dans la cuve d'empattage, munie d'un agitateur ou « vagueur », que se passent les transformations chimiques. Dans cette méthode, la cuve d'empattage permet le chauffage de la trempe (eau+sucre) pour conduire celle-ci jusqu'à 75°C-78°C, température de saccharification. Dans ce cas, aucune partie de la trempe n'est portée à ébullition. Cette méthode donne de bons rendements avec des malts très bien désagrégés.

Le diagramme représente la variation de la température en fonction du temps durant l'opération de l'empattage.



Remarques :

- Le mode de chauffage est assuré par la convection de la vapeur entre les parois de la cuve et la matière.
- L'agitation est réalisée par un agitateur à 3 pales.
- La cuve est en acier inoxydable.

3. la filtration de la maïsche :

Le but de la filtration de la maïsche est :

- D'obtenir un moût composé de premier bouillon et des lavages avec un extrait maximum.
- D'avoir un moût avec une faible turbidité.

Les systèmes de filtration de la maïsche utilisé en BRANOMA est le filtre presse.



Figure4 : exemple d'un filtre presse

4. Ebullition (cuisson du moût)

Le moût filtré est transvasé dans une cuve appelée cuve d'ébullition où il est porté à l'ébullition 100°C pendant 90min, on ajoute le houblon afin de donner à la bière son goût amère et ses arômes.

Les objectifs de l'ébullition du moût sont multiples et toutes les opérations se déroulent simultanément dans la chaudière à houblonner :

- Inactivation des enzymes.
 - Stérilisation du moût.
 - Concentration du moût.
 - Elimination de volatils nuisibles à la saveur de la bière.
 - Formation des composés de la réaction de Maillard.
 - Isomérisation des acides alpha en acide isophlan.
 - Fixation des profils glucidiques, protéiques lipidique, polyphénolique.
 - Coagulation des composés protéiques.
 - Diminution du pH d'environ 0.2 en moyenne pour atteindre fin.
 - cuisson un pH de 5,2.

5. La clarification/traitement du moût

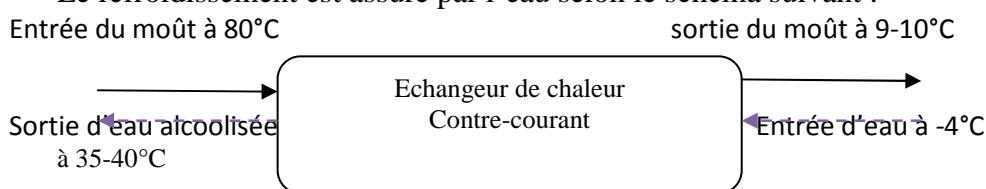
Pour obtenir un moût libéré du trouble, du houblon et des substances non dissoutes, le moût sorti de la cuve d'ébullition est pompé dans un bac tourbillonnaire appelé Whirlpool, ce dernier est fabriqué en acier inoxydable et possède une forme cylindrique, la vitesse d'entrée du moût est de 13m/s, et l'entrée se situe en général au premier tiers de la hauteur totale.

Le moût tourne avec une grande vitesse créant un cyclone permettant la décantation des particules en suspension dans le Whirlpool varie entre 20-30 min avant le début de refroidissement.

Le soutirage du moût doit être effectué à un tiers du bas du Whirlpool pour éviter l'entrainement du trouble.

Le moût est pompé du Whirlpool vers l'échangeur de chaleur à contre-courant

Le refroidissement est assuré par l'eau selon le schéma suivant :





C. La fermentation :

BRANOMA possède une salle de fermentation contenant :

- Un refroidisseur
- 9 fermenteurs
- 3 levuriers
- Filtre à kieselghur (filtre à plaque)
- 3 tanks bière claire

A la sortie du refroidisseur, le fermenteur est saturé en oxygène obtenu par purification d'air à travers une membrane permettant la filtration des microorganismes pour éviter toute contamination possible du moût.

Après aération, suit l'étape d'ensemencement du moût, il s'agit d'injection de la levure qui se trouve dans les levuriers. La qualité de levure à ajouter est de 25 106 cellules/ml du moût.

Le moût clarifié et l'oxygéné est ensemencé juste à la sortie du réfrigérant avec de la levure liquide à raison de 0.5 hl /hl du moût à 9-10°C.

On distingue deux types de fermentation, basse et haute. A BRANOMA, on travaille avec la fermentation basse, qui s'effectue à basse température, permettant la récolte de la levure par un coup de froid qui favorise le rassemblement des cellules et leurs dépôts en bas du fermenteur, inhibant par la suite le développement des levures sauvages.

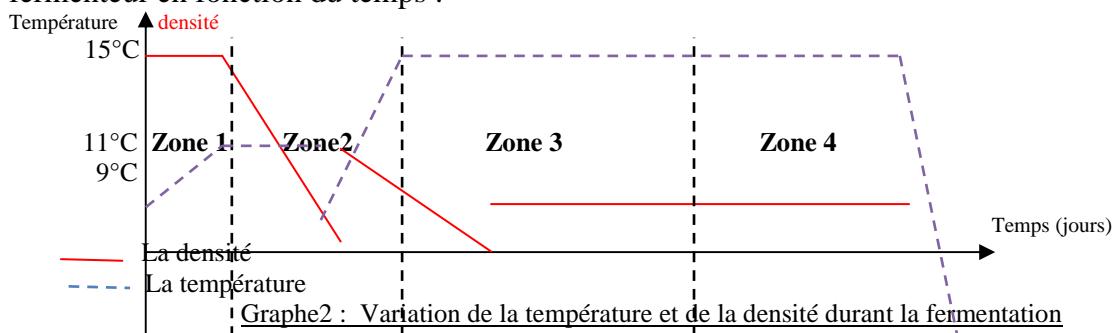
Le séjour du mélange moût et levure demeure 21 jours dans les cuves de fermentation, durant cette période la levure consomme 96% de sucres en libérant le gaz carbonique et l'alcool éthylique selon la réaction :



Actuellement à BRANOMA, on utilise la technologie de fermentation en tank fermé, et en particulier : les cylindro-coniques dont on trouve plusieurs avantages :

- ❖ Réduction du cout d'investissement.
- ❖ Augmentation de la qualité de la bière.
- ❖ Réduction des pertes en matières amères.
- ❖ Simplification de la récolte de la levure.
- ❖ Diminution des contaminations.
- ❖ Les courants de convection dans ces fermentateurs sont assurés par le dégagement de gaz carbonique.

Le diagramme suivant représente la variation de température et de densité le fermenteur en fonction du temps :



Zone 1 : la température d'entrée du moût dans le brassin est de 9-10°C dans cette zone, on assiste à une division cellulaire des levures puisqu'il y a présence d'oxygène du milieu s'épuise après 4 heures de fermenteur. La température augmente mais elle est maintenue dans la consigne par un système de froid à l'eau alcoolisée circulant dans des poches appropriées.

Zone2 : le passage à la consigne 11°C après 24h de fermeture du fermenteur favorise la fermentation. On maintient cette consigne pendant 3 à 5 jours. Pour la densité, on assiste à une diminution après 24h de 1 à 1.5°P ce qui reflète la consommation des sucres fermentescibles avec production d'alcool et CO₂.

Zone 3 : Dans cette zone, la température passe à la consigne 15°C, la densité continue à diminuer jusqu'à sa stabilité à une valeur limite ce qui traduit la fin de la fermentation et l'épuisement du milieu en sucre fermentescible.

Cette zone est une étape intermédiaire entre la fermentation et la garde caractérisée d'une longue durée de séjour à 15°C favorisant les réactions chimiques dans le milieu, on prévoit dans cette période un début de récupération de levure (lorsqu'on constate une stabilité de la densité pendant 2-3 jours successifs).

Zone 4 : appelée (garde chaude ou maturation) dont :

- La température est toujours à 15°C
- La densité demeure stable à une valeur voisine de 3°P
- Favorisant des réactions chimiques déterminant la qualité finale de la bière



D. La maturation et la garde

C'est une étape de maturation pendant laquelle la bière subit dans les tanks fermés une seconde fermentation qui lui permet de s'affiner et de s'équilibrer ; sucres et levures continuent de réagir, tout en produisant du gaz carbonique et la bière prend tous ses arômes. C'est également durant la garde que la bière va se clarifier et acquérir naturellement de la brillance.

Durant cette étape la transformation suivante, ont lieu :

➤ Saturation de la bière en co2 :

La teneur en co2 dans la bière en fin de fermentation est de 2g/l, dans cette phase elle atteint 3.5 à 4 g/l par un système de bondonnage à 0.5°C (garde froide), permettant la solubilisation du Co₂ dans la bière.

➤ Clarification de la bière

Les particules amorphes, les complexes tanins-protéines (trouble froid) et les levures mortes se déposent lentement pendant la garde (garde froide).

➤ Murissement et affinage de la bière :

On constate différentes transformations chimiques donnant des composés finaux qui caractérisent la saveur de la bière et ses arômes.

E. Filtration de la bière

La filtration est l'opération qu'est nécessaire pour éliminer la levure et les particules colloïdales et pour donner à la bière la limpidité et la brillance recherchées. En général, la bière n'est pas absolument débarrassée de toutes les cellules de levure.

La filtration n'est pas obligatoire mais elle est rendue nécessaire par les exigences des consommateurs qui veulent une bière claire et limpide et qui accordent une très grande importance à la couleur de la bière. Cependant, nombreux sont les brasseurs qui estiment que la bière non filtrée est bien meilleure. L'amertume et le goût du malt ne sont plus aussi fondus, le cachet donné par la levure a disparu.

A BRANOMA, la filtration est réalisée par un filtre à kieselghur.

Le kieselghur (silice amorphe, terre diatomée non calcinée et diatomite) ameublit la texture et augmente la surface interne de la couche filtrante.

La filtration s'effectue par tamisage ou par adsorption. Au fur et à mesure que la bière passe à travers la plaque filtrante, les particules sont arrêtées à la surface et obstruent graduellement les pores, il faut alors changer de plaque filtrante.

Après la filtration, la saturation avec CO₂ se fait au moyen d'appareils appelés saturateurs (sous forme d'un long serpentin) juste à la sortie du filtre, elle peut se faire par :

- Injection de CO₂ dans la bière après filtration.
- Saturation au soutireuse.

NB : le Co₂ a déjà subi un traitement efficace à l'aide d'une installation sous forme d'une chaudière ballon.

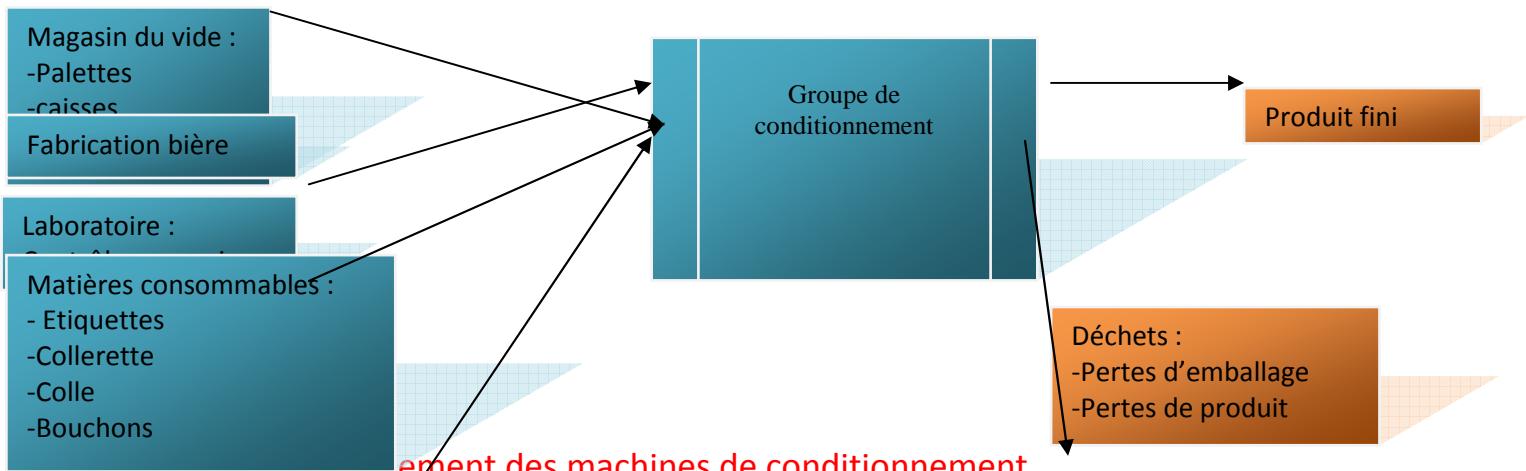
Le stockage de la bière claire est assuré par 3 tanks en acier inoxydable de capacité de 500hl chacun, leur remplissage est effectué tout en réalisant un contre pression en co2 pour favoriser un bon remplissage sans débordement de mousse, et aussi pour éviter toute oxydation imprévue.



F. Conditionnement

A BRANOMA, on trouve une ligne d'embouteillage automatisée qui travaille à une cadence de 30 000 bouteille/h.

1. Processus de conditionnement



2. Fonctionnement des machines de conditionnement

- ✚ Dépalettiseur : déchargement des palettes (dans une palette 56).
- ✚ Décaisseuse : déchargement des caisses (dans une caisse 24 bouteilles).
- ✚ Laveuses des caisses : lavage des caisses.
- ✚ Laveuses bouteilles : lavage des bouteilles avec de l'eau chaude 70°C mélangée avec de la soude caustique.
- ✚ Mireuse : contrôle de la qualité de lavage c'est-à-dire les bouteilles ébréchées, salles ou avec corps étrangers..., sont éjectées à la sortie de la machine pour être ensuite, soit recyclées, soit cassées.
- ✚ Soutireuse : remplissage des bouteilles par de la bière sous une pression de CO₂ et bouchage des bouteilles par des bouchons.
- ✚ Inspectrice1 : contrôle le niveau de bière dans les bouteilles ainsi que le bouchage.
- ✚ Pasteurisateur : pasteurisation des bouteilles, des bouchons, et de la bière : elle permet de détruire les éventuelles levures s'échappant à travers le filtre et qui pourraient troubler la bière ainsi tout germe pathogène pouvant entraîner une contamination ultérieur du produit pour assurer une longue conservation.

Pour pasteuriser la bière, il est nécessaire de la faire passer environ 15 minute à 62°C, cette opération se fait par passage dans un tunnel équipé de 6 bains remplis d'eau à différentes températures :

- Deux bains à 35°C placés au début et à la fin du pasteurisateur.
- Deux bains à 51°C placés au début et à la fin du pasteurisateur.
- Un bain à 60°C : pré-pasteurisation.
- Un bain à 62°C : pasteurisation.



Les bouteilles remplies de bière passent sur un tapis roulant sous des douches d'eau chaude qui cède sa chaleur aux bouteilles.

- Etiqueteuse : habillage des bouteilles, collage des étiquettes et des collerettes sur les bouteilles.
- Inspectrice2 : contrôle des étiquettes, les collerettes, bouchons, et le niveau de remplissage de la bière dans les bouteilles.

Les bouteilles non-conformes éjectées sont soit recyclées s'il s'agit de défaut habillage, ou vidangées s'elles sont mal remplies.

- Dateuse : impression de la date du jour et celle de la péremption pour chaque bouteille.
- Encaisseur : chargement des bouteilles dans les caisses.
- Palettiseur : chargement des caisses dans des palettes.

Remarque :

- Une fois les bouteilles lavées (avec la soude, l'eau adoucie et l'eau de javel) et inspectées, celle-ci doivent être remplies sans qu'il y ait de contact entre la bière et l'air ambiant (l'oxygène et les micro-organismes ambients sont nocifs pour la bière). Ainsi les bouteilles sont remplies par du gaz carbonique puis par de la bière. En sortie de soutireuse, le travail consiste à faire mousser la bière (pour que le volume du goulot soit occupé par de la mousse) par l'intermédiaire d'un fin jet d'eau. ensuite la bouteille est encapsulée.
- Le contrôle flux se fait manuellement à la sortie de la décaisseuse, bientôt, un contrôleur automatique de flux qui est en réalisation va être installé.



Chapitre II : Outils chimiométrique

de ce stage.

I. Rappel des plans d'expériences

1. Introduction

“Est-ce que j’utilise la meilleure méthode offrant le meilleur rendement?”, voici la question à laquelle se confrontent bon nombre de chercheurs lors de leurs travaux.

Les plans d’expérience peuvent tenter d’y répondre ou tout du moins offrir une méthode qui permettrait aux chercheurs d’optimiser rapidement leurs essais.

2. Définition des plans d’expériences :

Selon la [Norme ISO 3534-3]: Les plans d’expériences constituent : essentiellement une Planification d’expériences afin d’obtenir des conclusions solides et adéquates d’une manière efficace et économique.

3. Historique :

La méthode des plans d’expériences n'est pas une technique nouvelle. Elle date en fait du début du siècle avec les travaux de FISHER (1925). Les premiers utilisateurs de ces méthodes furent des agronomes qui ont vite compris l'intérêt des plans d’expériences et notamment, la réduction du nombre d'essais en étudiant de nombreux paramètres. Il était donc indispensable de réduire le nombre d'essais sans perdre la précision et d'être capable de planifier d'une façon formelle la campagne d'essais. Mais cette technique est restée relativement confidentielle et n'a pas réussi à pénétrer de façon significative le secteur industriel occidental avant les années soixante dix.



Années 1960 : les travaux du Docteur TAGUCHI au Japon pour que les plans d'expériences pénètrent les usines. TAGUCHI, a su simplifier et clarifier l'utilisation des plans d'expériences. Son apport est considérable et la diffusion à grande échelle de ses travaux aux Etats-Unis date de la fin des années soixante dix.

Années 1980 : introduction des méthodes TAGUCHI dans les compagnies occidentales, développement d'informatique et gestion de la qualité.

Au cours des ces dernières années, la méthode des plans d'expériences s'est imposée à l'ensemble des industriels. La précision des résultats obtenus, la pertinence des informations apportées par cette méthode contribuent à son développement actuel dans tous les secteurs d'activités.

La méthode une fois comprise, constitue une étape irréversible dans la carrière du technicien qui ne pourra plus envisager de réaliser des essais sans utiliser un plan d'expériences.

4. Pourquoi utiliser les plans d'expérience ?

Différentes méthodes existent déjà mais elles sont utilisées avec plus ou moins de succès. La plus immédiate d'entre elles consiste à fixer plusieurs variables et mesurer la réponse en ne faisant varier qu'une variable. Le problème est que si l'on veut étudier toutes les variables on se retrouvent très rapidement avec un nombre d'expérimentation trop important pour le laboratoire.

Si l'on veut étudier 5 facteurs et que l'on étudie 4 points expérimentaux il faut exécuter $4^5 = 1024$ expériences, la réalisation d'une telle tâche est difficile à réalisée impossible à réaliser. Diminuer le nombre de facteur et de points expérimentaux laisse des zones d'ombres qui seront difficiles à appréhender. Le sentiment du travail incomplet !

Les plans d'expérience permettent ainsi de diminuer le nombre d'essais, on peut se permettre d'étudier un grand nombre de facteurs à la fois, ils offrent une vision bien plus large que les simples effets puisqu'ils permettent de prendre en compte les interactions entre ces facteurs. L'intérêt des plans d'expérience tient aussi dans le fait que l'on peut travailler avec des variables aussi bien discrètes que continues.

Suite à une première série d'expérimentation, si les résultats obtenus sont satisfaisants on modifiera les niveaux des facteurs influents de manière à s'approcher de notre objectif.

5. Déroulement d'un plan d'expérience

Cette partie propose un cheminement logique pour développer un plan d'expérience du début jusqu'à la fin de manière rigoureuse. Elle est schématisée en annexe 1 du rapport.

5-1 Méthode d'expérimentation

5-1-1 Dans un premier temps : bien poser le problème.

Cette partie nécessite un travail en collaboration avec les acteurs du projet concerné. Le but est de démarrer l'étude dans des conditions optimales de manière à arriver rapidement à des conclusions justes et précises.

Le choix des facteurs influents sur la réponse doit se faire sans impasse. Il ne faut surtout pas se fixer de barrières. Il sera toujours possible de diminuer le nombre d'expérience ultérieurement.



Les niveaux de chaque facteur doivent être définis avec précision. En effet, le domaine ne doit pas être trop petit ni trop grand ! Si l'on n'a pas suffisamment de recul concernant le phénomène étudié, cette étape peut être très délicate. Enfin, la réponse doit être définie sans ambiguïté.

5-1-2 Second temps : quelques questions préalables.

✓ Etudie-t-on, tout de suite, tous les facteurs ?

Le nombre d'expériences dépend du nombre de facteurs que l'on souhaite étudier. Si l'on souhaite étudier une dizaine de facteurs on risque de se retrouver avec un nombre d'expériences trop important. Dans ce cas il est nécessaire de cibler les facteurs les plus importants et de fixer à un niveau constant ceux qui le sont moins. De cette manière on se réserve la possibilité de les réintroduire ultérieurement et de compléter le plan d'expérience si le besoin se fait sentir. Ces facteurs non étudiés mais qui sont prêts à l'être sont appelés facteurs préfixés.

✓ Faut-il prévoir des mesures au point central ?

Le point central est un point important du domaine d'étude. Si l'on effectue une mesure au point central du domaine on obtiendra une vraie moyenne, cette moyenne pourra être comparée à celle calculée par le modèle. On vérifie ainsi la validité du modèle.

Si plusieurs mesures sont effectuées au point central on peut également avoir une idée de l'erreur expérimentale. Pour cela, il est vivement conseillé d'effectuer des mesures au point central dès que cela est possible.

5-1-3 Troisième temps : Choix du plan

Le choix du plan dépend des points suivants :

- Le nombre de facteurs
 - Plan complet ou plan fractionnaire en fonction des conditions expérimentales
 - Un point central sera prévu avec ou sans répétition
6. Catégories des plans d'expériences

Les plans sont répartis en différentes catégories :

a. Plans de criblage :

Ces plans sont conçus pour déterminer les facteurs les plus importants affectant une variable de réponse. La plupart de ces plans utilisent des facteurs à deux niveaux uniquement. Ces facteurs peuvent être quantitatifs ou qualitatifs.

Parmi les plans proposés : plans factoriels à 2 niveaux, plans factoriels à niveaux mixtes et plans factoriels fractionnaires.

b. Plans en surface de réponse :

Le problème consiste à connaître en n'importe quel point du domaine expérimental la valeur d'une ou plusieurs propriétés. L'objectif est de trouver des conditions expérimentales optimales pour une propriété étudiée ou de déterminer une zone de compromis acceptable entre les objectifs sur différentes propriétés.

Cette recherche passe par l'utilisation d'un modèle mathématique empirique pour représenter chaque réponse dans le domaine expérimental. Le modèle polynomial retenu est soit du premier degré soit du second degré.

Ces plans utilisent au minimum 3 niveaux pour les facteurs expérimentaux.

Parmi les plans proposés : plans centrés composites, plans de Box- Behnken, plans factoriels à 3 niveaux ...

☞ Plan centrés composite



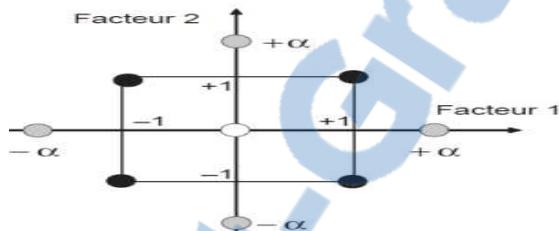
Les plans composites se prêtent bien au déroulement séquentiel d'une étude. La première partie de l'étude est un plan factoriel complet ou fractionnaire complété par des points au centre pour vérifier la validité du modèle PDAI (termes du premier degré et termes d'interactions). Si les tests de validation sont positifs (la réponse mesurée au centre du domaine est statistiquement égale à la réponse calculée au même point), l'étude s'achève le plus souvent, mais s'ils sont négatifs, on entreprend des essais supplémentaires pour établir un modèle du second degré.

Les essais supplémentaires sont représentés par des points d'expériences situés sur les axes de coordonnées et par de nouveaux points centraux. Les points situés sur les axes de coordonnées sont appelés les points en étoile. Les plans composites présentent donc trois parties (Figure 9.1) :

– Le plan factoriel : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine d'étude Le plan en étoile : les points du plan en étoile sont sur les axes et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude.

– Les points au centre du domaine d'étude. On prévoit toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude, et cela aussi bien pour les plans factoriels que pour les plans en étoile.

Le nombre total n d'essais à réaliser est la somme des essais du plan factoriel (nf), des essais du plan en étoile (na) et des essais au centre ($n0$). Le nombre n des essais d'un plan composite est donné par la relation : $n = nf + na + n0$



Le nombre de niveaux est 5 pour chacun des facteurs et seulement 3 lorsque l'on a un plan composite à faces centrées.

c. Plans de mélanges :

C'est l'étude de l'influence des quantités relatives de plusieurs constituants sur les manifestations d'un phénomène physico-chimique adaptés aux facteurs dépendants.

d. Plans factoriels complets/fractionnaires :

Plans factoriels complets : toutes les combinaisons des niveaux de facteurs sont présentes.

Plans factoriels fractionnaires : tous les niveaux de chaque facteur sont présents, mais pas toutes les combinaisons possibles de facteurs.

6. Domaines d'application :

Les plans d'expériences s'appliquent à tous les domaines:

- ❖ en sciences physiques ;
- ❖ en ingénierie ;
- ❖ en sciences médicales ;
- ❖ en sciences humaines ;
- ❖ R&D produits et procédés industriels ;
- ❖ Qualité

Et en particulier aux cas suivants :

- Etudes techniques avec détermination des tolérances ;
- Optimisation de processus ;
- Etude des moyens de fabrication ;



II. Notions de statistique appliquées aux plans d’expériences

On définira d’abord l’erreur expérimentale, puis les notions de population et d’échantillon.

1. Erreur expérimentale

Les quatre points au centre ont des valeurs différentes. Au lieu de donner la liste des quatre valeurs, on peut essayer de la résumer en indiquant la valeur centrale et la dispersion autour de cette valeur centrale. En général, on prend la moyenne arithmétique comme valeur centrale et l’écart-type comme mesure de la dispersion.

➤ Moyenne

Par définition, la moyenne arithmétique d’un ensemble de valeurs est la somme de toutes les valeurs divisées par le nombre de valeurs.

➤ Écart-type

La définition de l’écart-type est un peu moins simple : est obtenu en prenant la racine carrée de la variance :

Pourquoi prend-on la racine carrée de la variance ? Simplement pour exprimer la dispersion dans la même unité que les données d’origine et que la moyenne. Les comparaisons sont ainsi facilitées. En effet, quand on a élevé au carré les écarts à la moyenne, on a aussi élevé au carré l’unité de mesure. La variance est donc exprimée avec une unité qui a pour dimension le carré de l’unité d’origine. Heureusement les ordinateurs sont là pour faire ces calculs et ils indiquent directement la valeur de l’écart-type des réponses.

Que signifient ces deux grandeurs, moyenne et écart-type ? Et comment allons nous nous en servir ?

Si l’on a une série de réponses effectuées au même point expérimental, on peut calculer la moyenne et l’écart-type de la série. Mais peut-on dire d’avance, avec une forte probabilité de ne pas se tromper, quelle serait la valeur d’une nouvelle mesure effectuée au même point expérimental ? Il est fort probable qu’elle ne serait pas très différente de la moyenne. Si au lieu d’indiquer un chiffre, on indiquait une fourchette, on aurait moins de chances de se tromper. Si l’on dit : « la valeur sera probablement comprise entre telle et telle valeur », on augmente les chances de prévision par rapport à la moyenne. Si on prend une fourchette plus large, on aura de grandes chances de faire une bonne prévision. Les statisticiens ont calculé la probabilité que l’on avait de ne pas se tromper ! Et cela grâce à l’écart-type. Pour approfondir ces importantes questions, nous allons voir successivement les notions de population, d’échantillon, de distribution, de degrés de liberté et de transmission des erreurs.

2. Population

Supposons que nous fassions plusieurs mesures dans les mêmes conditions expérimentales. Nous obtenons une suite de valeurs qui sont proches les unes des autres mais qui sont légèrement différentes. Imaginons que nous poursuivions les mesures jusqu’à en obtenir une infinité. L’ensemble de toutes ces valeurs forme une population de grandeurs aléatoires caractérisée par :
– la valeur centrale des mesures, appelée moyenne de la population et notée m ;



- l'écart-type de la population, noté s population,
- la distribution.

3. Échantillon

D'un point de vue statistique, obtenir un échantillon de n valeurs, c'est tirer au hasard n valeurs dans la population de toutes les valeurs possibles. La valeur de n est petite vis-à-vis du nombre d'individus de la population. Un échantillon de n valeurs est caractérisé par :

- la valeur moyenne des mesures ; soit un échantillon de n réponses, y_i ; la moyenne est calculée grâce à la relation :

$$\bar{y} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} y_i$$

- l'écart-type de l'échantillon, noté S échantillon ;
- l'histogramme des valeurs.

Un histogramme est une représentation graphique de l'ensemble de toutes les valeurs de l'échantillon.

De l'échantillon à la population

Il est très rare que l'on puisse connaître directement les caractéristiques d'une population. Le moyen le plus souvent utilisé est d'estimer ces caractéristiques à partir d'un échantillon. Les statisticiens se sont penchés sur ce problème et voici leurs conclusions :

La meilleure estimation de la moyenne de la population, c'est la moyenne de l'échantillon:

Meilleure estimation de m = de l'échantillon

- La meilleure estimation de l'écart-type de la population est notée par la lettre s .

Elle est donnée par la relation :

$s =$ Meilleure estimation de s population =

Il faut souligner que le dénominateur est $n - 1$ et non n .

- Degrés de liberté

Soit n réponses mesurées indépendamment les unes des autres. Il n'existe pas de relation mathématique entre elles. Les n écarts à la moyenne correspondants ne sont pas indépendants. En effet, il existe une relation mathématique entre ces écarts. Quand on en connaît $n - 1$, on peut calculer le dernier avec la relation mathématique.

. On dit que la série des n écarts à la moyenne possède $n - 1$ degrés de liberté (ou ddl). Le nombre de degrés de liberté est important car il intervient dans de nombreuses formules de statistique.

- Distribution

Au fur et à mesure que l'on ajoute des valeurs à un échantillon, on obtient un histogramme de plus en plus régulier et, pour un nombre infini de valeurs, c'est-à-dire pour une population, on a une répartition qui s'appelle une distribution. Il est possible de décrire la distribution d'une population par une relation mathématique.

Par exemple, la distribution la plus souvent rencontrée dans les plans d'expériences est la distribution normale ou distribution de Laplace-Gauss. Cette distribution est illustrée par une courbe ayant l'aspect d'une cloche et elle est définie par la relation :

$$f(y) = \frac{1}{\sigma_{population} \sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(y-\mu)^2}{2\sigma_{population}^2}}$$

D'expériences



4. Transmission des erreurs

D'un point de vue statistique, déterminer une réponse, c'est faire un tirage au hasard d'une valeur dans la population de ces réponses. Cette population possède une distribution, une moyenne et un écart-type. Dans la majorité des cas, la distribution des réponses est une distribution de Laplace-Gauss et l'écart-type de cette population est une mesure de l'erreur expérimentale. Si l'on tire plusieurs réponses au hasard, elles ont de grandes chances d'être réparties autour de la moyenne.

Si on a réalisé plusieurs mesures de la réponse au point central, on peut calculer la moyenne de ces

$$\bar{y} = \frac{1}{4}[+y_1 + y_2 + y_3 + y_4]$$

réponses :

Comment les erreurs commises sur les réponses y_i se répercutent-elles sur la moyenne ? Les statisticiens ont étudié ce problème et se sont aperçus que les erreurs ne s'additionnaient pas. L'erreur commise sur la moyenne n'est pas quatre fois l'erreur commise sur une réponse. Pour résoudre ce problème, il faut faire intervenir une nouvelle grandeur : la variance. Par définition, la variance d'une réponse $V(y_i)$ est le carré de son écart-type, c'est-à-dire que si l'écart-type de la réponse y_1 est s_y , la variance de cette réponse est. La relation donnant une estimation de la variance

$$s_y^2 = V(y_i) = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^{i=n} (y_i - \bar{y})^2$$

de population des réponses est :

5. Analyse de la variance

☞ Principes de l'analyse de la variance

L'analyse de la variance consiste à rechercher les sources de variation des réponses. On suppose que les réponses ont été calculées avec le modèle postulé, $y_i = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) + e_i$, en utilisant la méthode des moindres carrés c'est-à-dire en minimisant la somme des carrés des écarts. Dans ce cas, les réponses calculées s'écrivent et les écarts prennent des valeurs particulières r_i qui s'appellent les résidus. Les résidus sont donc des valeurs particulières des écarts. On a :

$$y_i = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n)$$

Avec ces nouvelles notations, la relation donnant la réponse peut s'écrire :

$$y_i = \hat{y}_i + r_i$$

L'analyse classique de la variance fait intervenir non pas les réponses mais la différence entre les réponses et leur moyenne, ou. Cette différence est désignée soit par écarts à la moyenne, soit par réponse corrigée de la moyenne. Dans le cas des réponses calculées, on parle aussi de modèle corrigé de la moyenne.

Dans le cadre de la méthode des moindres carrés, la moyenne des réponses mesurées est égale à la moyenne des réponses calculées avec le modèle postulé. On a donc, étant la moyenne des réponses :

$$y_i - \bar{y} = \hat{y}_i - \bar{y} + r_i$$

Lorsqu'on élève les deux membres de cette relation au carré, on obtient :

$$\sum (y_i - \bar{y})^2 = \sum (\hat{y}_i - \bar{y})^2 + \sum r_i^2$$

C'est la relation de base de l'analyse de la variance. Le membre de gauche est la somme des carrés des écarts à la moyenne des réponses mesurées. Cette somme se décompose en deux



éléments : la somme des carrés des écarts à la moyenne des réponses calculées avec le modèle et la somme des carrés des résidus.

La somme des carrés des résidus est la plus faible valeur de la somme des carrés des écarts. On a donc :

$$\sum r_i^2 = \text{Minimum de } \sum e_i^2 = \text{Minimum de } \sum (\Delta + \sigma)_i^2$$

Si l'on divise la somme des carrés des résidus par le nombre de degrés de liberté des résidus, on obtient la variance des résidus. La variance des résidus $V(r_i)$ est donc la plus petite variance des écarts $V(e)$. On peut écrire :

$$V(r_i) = \text{Minimum de } V(e) = \frac{1}{n-p} \sum_{i=1}^{n-p} r_i^2$$

C'est cette valeur minimale de la variance des écarts qui est généralement adoptée comme étalon de comparaison pour évaluer l'importance d'un coefficient. La variance des coefficients est alors calculée :

– soit par la formule générale utilisée par les ordinateurs :

$$V(ai) = K V(e) = V(ri)$$

– soit par la formule simplifiée lorsqu'il s'agit de plans factoriels et d'un modèle postulé polynomial :

$$V(a_i) = \frac{1}{n} V(e) = \frac{1}{n} V(r_i)$$

En résumé, la variance des résidus de l'analyse de la variance sert à calculer la variance des coefficients. C'est la variance des coefficients qui sert d'étalon pour tester si un coefficient est significatif ou non.

6. Coefficient de détermination R²

L'analyse de la variance permet de calculer une statistique très utile : le R² ou R carré.

Cette statistique est le rapport de la somme des carrés des réponses calculées (corrigées de la moyenne) à la somme des carrés des réponses mesurées (corrigées de la moyenne) :

$$R^2 = \frac{\text{Somme des carrés des réponses calculées corrigées de la moyenne}}{\text{Somme des carrés des réponses mesurées corrigées de la moyenne}}$$

Si le modèle permet de retrouver exactement la valeur des réponses mesurées, la somme des carrés des réponses calculées est égale à la somme des carrés des réponses mesurées. Le R² est égal à 1.

Si le modèle fournit des réponses calculées égales à la moyenne, la somme des carrés des réponses calculées est égale à 0. Le R² est égal à 0. On dit que le modèle n'a pas de puissance d'explication. Le R² est donc une mesure de la qualité du modèle. S'il est égal à 1, le modèle permet de retrouver la valeur des réponses mesurées. S'il est égal à 0, le modèle n'en dit pas plus que la moyenne des réponses. Dans la pratique, il est difficile d'indiquer la valeur d'un bon R² car les valeurs varient beaucoup d'une discipline à l'autre. Par exemple, un R² de 0,8 peut être considéré comme mauvais par un ingénieur et un R² de 0,3 peut être vu comme bon par un psychologue. Le R² joue véritablement son rôle d'indicateur de la qualité du modèle à condition que les résidus ne soient pas nuls. Si les résidus sont nuls, le R² est égal à 1 quelle que soit la qualité du modèle. On observe un tel cas lorsqu'il n'y a pas de degrés de liberté. Le R² est donc un bon indicateur de la qualité du modèle s'il y a plus de points expérimentaux différents que de coefficients dans le modèle postulé.



Chapitre III : Optimisation des pertes à la salle de brassage

Optimisation des pertes à la salle de brassage par la méthodologie des plans d'expériences

1. Introduction

L'objectif de cette section d'étude est :



- ❖ Minimiser les pertes au niveau de la salle de brassage.
- ❖ Trouver les conditions optimales d'un brassin

Les pertes dans la salle de brassage connaissent une variation incompréhensible dans chaque brassin.

La freinte à la salle de brassage est définie par la relation suivant :

$$F=100-((100*0.96*D_{convertie})/(V_{amidon}*R_{amidon}+V_{malt}*R_{malt}))$$

Définition des paramètres :

- V_f : le volume final du moût à la fin d'ébullition qui est mesuré par une règle graduée avec une échelle de 10 hl.
- $D_{convertie}$: c'est la densité du moût final convertis en volume, obtenue par une analyse d'échantillon prélevé à la fin d'ébullition du moût.
- 0.96 : le facteur de correction (moût chaud-moût froid), et se décompose da la façon suivante : contraction +0.43, volume du houblon +0.20%, dilatation de la chaudière, âge, etc., -0.15%, erreur de température -0.08% soit au total +4.23%-0.23%=4%.
- V_{amidon} , V_{malt} : les volumes d'amidon, malt, (une quantité de malt et amidon respectivement pesée versé dans un volume d'eau bien déterminée).
- R_{amidon} , R_{malt} : les rendements respectivement d'amidon et malt (voir cahier de charge ou bon de réception).

2. Préparation de l'étude

• Description de l'étude

L'objectif de brassage est d'obtenir la meilleure extraction solide /liquide ou de solubiliser la plus grande quantité de matières hydrosolubles du malt, alors le paramètre qui est plus contrôlé dans cette opération, c'est la densité.

Donc d'après les étapes de brassage, il y aura deux étapes essentielles dont lesquels la densité est mesurée, et qui sont :

- l'étape d'empattage et la filtration au premier bouillon :
- Filtration (lavage de la drèche) et ébullition

Une étude sera portée sur chaque étape pour bien définir les causes de la variation anormale de la freinte en brassage.

A. La description de l'étape d'empattage et la filtration au premier bouillon

A.1 L'opération d'empattage :



C'est une étape consistant à extraire le maximum des sucres sous formes des glucides de malt. Le schéma ci-après présente la succession des sous étapes d'empattage:

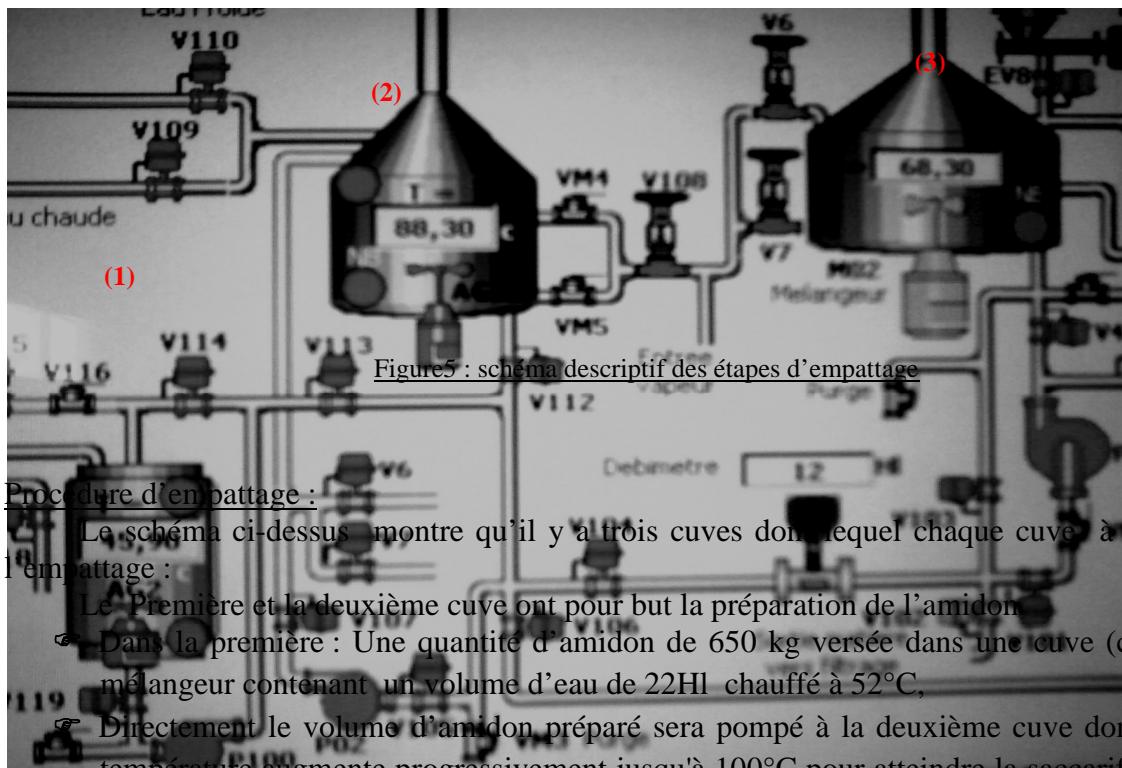


Figure 5 : schéma descriptif des étapes d'empattage

Procédure d'empattage :

Le schéma ci-dessus montre qu'il y a trois cuves dont lequel chaque cuve a un rôle dans l'empattage :

Le Première et la deuxième cuve ont pour but la préparation de l'amidon

• Dans la première : Une quantité d'amidon de 650 kg versée dans une cuve (cuiseur) à un mélangeur contenant un volume d'eau de 22HL chauffé à 52°C,

• Directement le volume d'amidon préparé sera pompé à la deuxième cuve dont laquelle la température augmente progressivement jusqu'à 100°C pour atteindre la saccarification. Lors de la préparation d'amidon, une trempe du maïsche (presque 14HL) est ajoutée à l'amidon pour qu'il ne se solidifie pas,

Remarque :

L'ajout d'amidon a pour but de minimiser le cout de production sans affecter la qualité de produit fini.

- L'amidon sera pompé vers la cuve matière (troisième cuve) pour se mélanger avec la maïsche qui a été déjà préparée auparavant (mélange de la moût avec l'eau à une température de 58°C),
- le mélange préparé est soumis à un diagramme de température (voire graphe1 chapitre1)
- la maïsche sera ensuite pompée vers le filtre presse.

A.2 la filtration au premier bouillon :

Le filtre MEURA 2001 consiste en un plateau fixe et un caisson arrière réunis par 2 longerons, ainsi que d'un plateau mobile, le tout formant un ensemble fermé. Les chambres de filtration (en polypropylène) viennent s'intercaler entre le plateau fixe et le plateau mobile. Le nombre de chambres varie selon le versement, c'est à dire le volume de matières premières utilisé par brassin. Chaque chambre se compose de deux éléments : un plateau filtrant et un plateau à membrane. Leurs dimensions sont : 2,0 m x 1,8 m. Le plateau filtrant est recouvert de chaque côté d'une toile filtrante perméable, en polypropylène, à travers laquelle circule la maïsche. Le plateau à

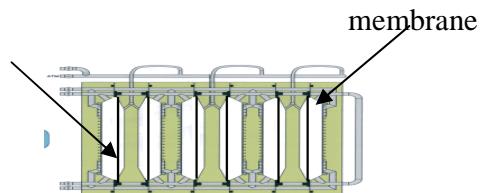


membrane consiste lui en une structure en polypropylène dotée sur chaque côté d'une membrane imperméable en élastomère

Processus de filtration

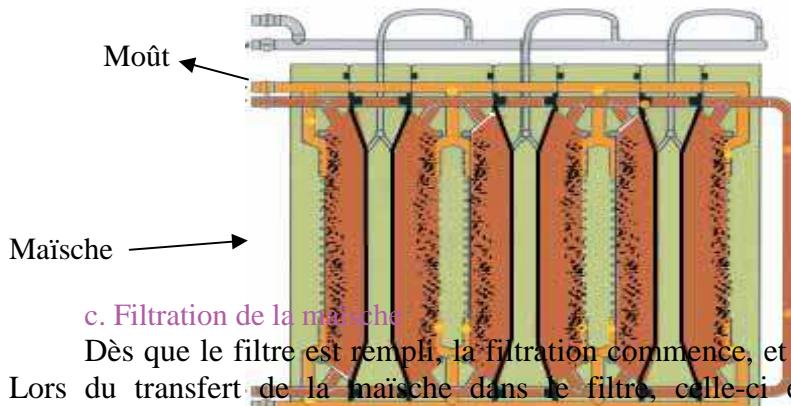
a. Le filtre et le vide

Toile filtrante



b. remplissage du filtre – transfert de la maïsche

Cette opération dure environ 10 minutes.



c. Filtration de la maïsche

Dès que le filtre est rempli, la filtration commence, et ce à une pression constante, à 0.5 bar. Lors du transfert de la maïsche dans le filtre, celle-ci est distribuée équitablement dans les différentes chambres. Une couche filtrante se forme graduellement dans chacune d'elles, sur la toile de filtration. On l'appelle le « gâteau ». Filtrer à une pression trop importante (>0.5 bar) n'est pas conseillé car cela ne ferait que diminuer la productivité du filtre. Le gâteau ainsi créé possèderait en effet une résistance si élevée que le débit de sortie s'avèrerait très faible. Cette opération dure entre 25 et 30 minutes pour des toiles propres.

Si les toiles sont trop colmatées, la filtration peut prendre quelques minutes de plus.

Enfin, le moût dense obtenu suite à la filtration de la maïsche, est pompé vers la cuve d'ébullition.

des prélevements de 18 échantillons s'avèrent nécessaire pour contrôler la densité du moût. (Voir tableau)



nombre de brassin	densité moût dense ($^{\circ}\text{p}$)
1(165)	21,15
2(166)	21,15
3(167)	21,15
4(168)	21,2
5(169)	21,2
6(170)	21,10
7(171)	21,15
8(172)	21,2
9(173)	21,15
10(174)	21,2
11(175)	21,1
12(176)	21,2
13(177)	21,1
14(178)	21,2
15(179)	21,15
16(180)	21,2
17(181)	21,1
18(182)	21,1

Tableau1 : la densité du

Conclusion

D'après le que la valeur de la stable (21.15 ± 0.5) ce n'est pas affectée par

B. Filtration drèche) et

Cette étape travail à effectuer, et groupe du personnel et société, qui m'ont déjà et de suivre le cours de cette étape.

Le but visé pour fixer le taux à la fin de cette étape densité de ce dernier.

Lavage du filtre

Dès qu'on fini la filtration de la maïsche, le drèche (résidu de la première filtration) sera lavée pour récupérer le maximum des sucres y contenus, la solution de lavage sera ensuite portée à ébullition dans une cuve spécifique contenant déjà le moût dense.

☞ La procédure:

L'eau de lavage à une température de 80°C est amenée dans le filtre à pression constante par la même tubulure que l'entrée de la maïsche et vient ainsi remplir l'espace libéré entre le gâteau et la membrane, avec une vitesse constante.

Une fois le filtre rempli d'eau, l'extraction du gâteau est effectuée.

Cette étape se déroule à débit constant jusqu'à récupération d'un volume d'eau prédéterminé. Le moût récolté au début de la phase du lavage a quasiment la même densité que le premier moût. Celle-ci chute ensuite à $0.6^{\circ}\text{Plato}^*$, conséquence directe de la dilution du filtrat par l'eau de lavage. L'opération varie entre 70 -120 minutes.

Remarque :

- ➡ Les toiles de filtration restent sur leurs plateaux durant 2000 à 3500 brassins



- Le nettoyage a lieu, pour un filtre fonctionnant normalement, une fois par semaine. Les toiles sont lavées avec de la soude caustique (à une concentration de 1.5 à 2.5%) afin de le dé colmater et donc d'éviter des prolongations de temps de cycles ainsi que des augmentations de pression.
- Le mout filtré est transvasé dans une cuve appelée cuve d'ébullition ou il est porté à l'ébullition 100°C pendant 90min, on ajoute le houblon afin de donner à la bière son gout amère et ses arômes.

3. Réponse et objectif d'étude

La réponse choisie est la densité, puisque les essais seront porté sur la partie de lavage des drèches dont lequel cherchant les conditions de lavage pour améliorer le fonctionnement de cette étape.

4. Facteurs

Les facteurs retenus à cette étape sont :

Facteur1 : Température de l'eau de lavage (en °C).

Facteur2 : Vitesse de lavage (en HL/min)

De nombreux autres facteurs sont fixés : le pH de l'eau de lavage, le mode de lavage, la pression de filtre

• Choix du plan expérimental

L'étude sera faite par un plan pour surfaces de réponse.

D'après le nombre de facteurs qui sont deux, on choisi un plan composite centré qui sera convenable à l'interprétation des essais.

• Domaine d'études

Les niveaux haut et bas de chaque facteur sont définis comme indiqués ci-après :

Tableau2 : les différents facteurs étudiés et leurs niveaux

Facteurs	Niveau -1.41	Niveau -1	Niveau 0	Niveau +1	Niveau +1.41
Température	77.58	78	79	80	80.41
Vitesse de lavage	1.55	1.6	1.7	1.8	1.84

5. Ex
p

émentation

Les résultats des essais sont rassemblés dans le tableau



Tableau3 :

N°Exp	Température e	Vitesse HL/min	densité °P	plan
1	78.0000	1.6000	14.45	
2	80.0000	1.6000	14.65	
3	78.0000	1.8000	14.25	
4	80.0000	1.8000	14.60	
5	77.5858	1.7000	14.30	
6	80.4142	1.7000	14.25	
7	79.0000	1.5586	14.60	
8	79.0000	1.8414	14.50	
9	79.0000	1.7000	14.50	
10	79.0000	1.7000	14.52	
11	79.0000	1.7000	14.52	
12	79.0000	1.7000	14.51	

d'expérimentation

Interprétation des résultats du plan composite centré (logiciel nemrodw)

✓ Modélisation

Le modèle mathématique postulé est un modèle du second degré. Le modèle utilisé pour la réponse est:

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2 + a_{11} + a_{22} + e$$

Les coefficients du tableau permettent d'écrire le modèle de la densité ($R^2 = 0,695$) en unités codées :

$$Y=14.512+0.06X_1-0.049X_2-0.1X_1^2+0.038X_2^2+0.037X_{12}$$

Les résultats de l'analyse de la variance sont présentés dans le tableau ci-dessous :

Tableau4 : Analyse de la variance : réponse Y1 : d



Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
Régression	0.1395	5	0.0279	304.4353	0.0302 ***
Résidus	0.0612	6	0.0102		
Validité	0.0609	3	0.0203	221.3958	0.0461 ***
Erreur	0.0003	3	0.0001		
Total	0.2007	11			

Tableau5 : Estimations et statistiques des coefficients : réponse Y1 : d

Nom	Ecart Type de la réponse		0.010		Signif. %
	Coefficient	R2	R2	A	
b0	14.512	F.Inflation	Ecart-Type	0.234	
b1	Nombre de degrés de liberté 0.060	R2 prédictif PRESS 1.00	t.exp.	0.433	< 0.01 ***
b2	-0.049	1.00	0.005	3032	0.0246 ***
b11	-0.100	1.04	0.003	3	
b22	0.038	1.04	0.004	17.70	
b12	0.037	1.00	0.004	-14.45	0.0456 ***
			0.005	-26.42	< 0.01 ***
				9.91	0.154 **
				7.83	0.332 **

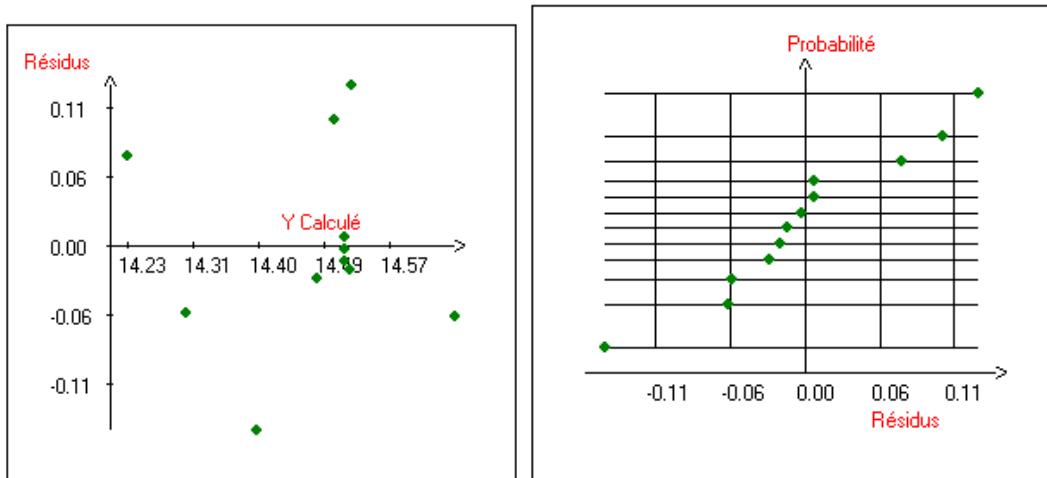


Figure 6: Graphe des résidus

Interprétation des résultats :

On remarque que la variance due à la régression est supérieure à la variance résiduelle, et l'erreur du modèle est très supérieure à l'erreur pur ainsi que le R^2 est trop faible et le graphe des résidus n'est pas linéaire .Donc le modèle n'est pas valide.

Pour corriger cette situation on va essayer d'éliminer les coefficients d'interaction.

- Désactivation des coefficients du modèle

On désactive les coefficients moins significatifs par rapport aux autres et qui sont b_{12} , b_{22} . Les résultats obtenus sont comme suite :

Nombre de coefficients du modèle désactivés : 2

Monômes du modèle désactivés :

$X_2^*X_2 \ X_1^*X_2$

Tableau6 : Analyse de la variance : réponse Y1 : d



Tableau 7
Estimations et statistiques des coefficients :
réponse Y1 : d

Source de variation	Somme des carrés	Degrés de liberté	Carré moyen	Rapport	Signif
		3			0.0172 ***
Régression	0.1249		0.0416	454.2085	
Résidus	0.0758	8	0.0095		
Validité	0.0755	5	0.0151	164.7477	0.0718 ***
Erreur	0.0003	3	0.0001		
Total	0.2007	11			

Ecart Type de la réponse	0.010
R2	0.622
R2A	0.481
R2 pred	0.35
PRESS	0.291
Nombre de degrés de liberté	3

Nom	F.Inflation	Ecart-Type	t.exp.	Signif. %
	Coefficient			
b0	14.543	0.004	3922	< 0.01 ***
b1	0.060	1.00	17.70	0.0246 ***
b2	-0.049	1.00	-14.45	0.0456 ***
b11	-0.108	1.00	-28.99	< 0.01 ***

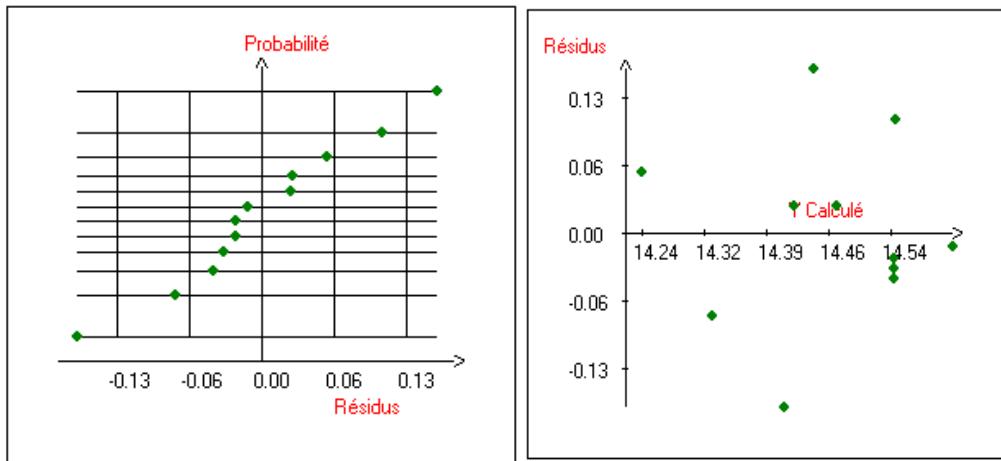


Figure7 : Etude des résidus de la réponse : Y1 : d

Interprétation des résultats :

La désactivation des coefficients d'interaction n'a pas amélioré le modèle car la somme des carrés erreur du modèle est toujours supérieure à celle de l'erreur pure ainsi que le R² a resté faible.

6. Conclusion de l'étude :

Le modèle mathématique élaboré dans la partie expérimentale n'a pas été validé, et cela est du à la présence d'autres facteurs qui peuvent avoir une influence significative sur la réponse en question (densité du moût final).

Conclusion et Perspectives

Ce stage, était une occasion d'appliquer mes connaissances dans le domaine professionnel, particulièrement dans une entreprise ayant son poids économique et commercial à l'échelle national.

A terme de cette étude, nous n'avons pas pu optimiser les pertes à la salle de brassage par la méthodologie des plans d'expérience, ceci montre qu'il fallait tenir compte d'autres facteurs, autre que la température de l'eau et la vitesse de lavage, tels que : la composition de l'eau, le mode de lavage.

Comme perspective :



-
- Le fait de corriger la composition de l'eau de lavage peut apporter une amélioration de l'extraction des sucres contenus dans le drèche, une correction du pH de cette eau s'avère très utile et nous proposons de travailler à un pH légèrement acide de 6 à 7.
 - Un autre point de vue, peut être pertinent, peut porter sur une optimisation depuis le début du brassage, et à chaque étape, jusqu'à la fin.
 - Une mise en place d'une méthode d'analyse au laboratoire peut contribuer à contrôler et calculer le rendement dans la salle de brassage.