



Table de matière

INTRODUCTION.....	1
Chapitre 1 : Présentation de l'organisme d'accueil & Généralité	2
Domaine Douiet	4
Position géographique.....	4
Historique	4
Secteurs d'activités.....	4
Organigramme du Domaine de Douiet	5
Filière produits laitiers ...6	
Etapas de fabrication des produits laitiers	7
Diagramme de fabrication de Yaourt à boire	9
Généralités sur le lait et le yaourt.....	10
Lait	10
Yaourt	13
Chapitre 2 : Rappel sur la méthodologie des plans d'expériences.....	16
Introduction	18
Définition des plans d'expériences	18
Historique des plans d'expériences	18
L'utilité des plans d'expériences	19
Domaine d'application	20
Les objectifs	20
Les étapes de la mise en place d'un plan d'expériences	21
Chapitre 3 : utilisation des plans d'expériences pour l'optimisation de yaourt à boire.....	25
L'optimisation de la viscosité d'un yaourt à boire.....	26
Objectif de l'étude.....	26
Démarche à suivre.....	26
Résultats obtenus par le plan de criblage	27



Résultats obtenu par le plan factoriel complet.....	31
Résultats obtenu par le plan de surface de réponse.....	39
Conclusion et perspectives.....	48
REFERENCE	BIBLIOGRAPHIQUE.....

ABREVIATION

YAB : Yaourt à boire

MAP : Matière protéique

MAG : Matière grasse

DLC : Date limite de consommation

HACCP: Hazard Analysis Critical Control Point

ISO : International Standardisation Organisation

T° : Température

R & D : Recherche et développement

Tps : Temps d'écoulement

Exp : Expérience

Signif. : Signification



INTRODUCTION

Le projet de fin d'étude permet de mettre en valeur et de compléter la formation universitaire. En effet, il est indispensable de passer un stage au sein d'une entreprise afin d'amener les étudiants à se confronter à des situations réelles, d'élargir leur formation dans le domaine pratique et d'avoir une idée sur la vie professionnelle.

Le choix de Domaine Douiet comme lieu de stage trouve sa justification dans la place importante qu'elle occupe dans le secteur laitier au Maroc exprimée aussi bien en chiffre d'affaire qu'en diversité des produits et dans la volonté exprimée de ses dirigeants de suivre de près les progrès technologiques et les rénovations des méthodes de fabrication.

Mon stage était une occasion exceptionnelle qui m'a permis d'étudier de près les activités de « Domaine Douiet » avec ses particularités humaines, techniques et organisationnelles. C'était aussi une occasion pour me sensibiliser aux questions relatives à la vie du travail en équipe.

Le sujet qui m'a été attribué durant ce stage est « l'optimisation de la qualité de yaourt à boire par rapport à son coût ».

Les expériences réalisées dans le cadre de ces études d'optimisation ont été effectuées au sein du laboratoire de la Recherche et Développement du Département des Produits laitiers.

Ce travail essayera, dans la mesure de possible, de répondre à l'objectif suivant :

- Obtenir un yaourt à boire dont la viscosité se trouve à l'intérieur de l'intervalle de temps d'écoulement [50s-65s].

Dans ce rapport, nous développerons les thèmes suivants :

- ***Le Domaine Douiet ;
- *** Généralités sur le lait et le yaourt ;
- ***Présentation de la méthodologie des plans d'expériences utilisée pour l'optimisation,
- ***L'utilisation des plans d'expériences pour l'optimisation des produits du Domaine Douiet notamment le yaourt à boire.



Chapitre : 1

Présentation de l'organisme d'accueil & Généralités

Dans ce chapitre, nous présentons de manière générale le Domaine Douiet,

entreprise dans le domaine



Domaine Douiet

1. Position géographique

Le Domaine Douiet est une exploitation agricole, qui s'étend sur une superficie d'environ 700 ha, situé à 15Km au Nord Ouest de la ville de Fès, il est caractérisé par la diversité de ses activités agricoles et agro-industrielles

2. Historique :

- ✓ 1970 : Création de l'unité de transformation dont les produits sont destinés 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 version 22000 qui vise à accroître la satisfaction de ses clients
- ✓ 2007 : Reconduite de la certification ISO 9001



✓ 2007 : Certification ISO 22000 qui assure la sécurité du consommateur.

3. Secteurs d'activités :

Le Domaine de Douiet avec 800 employés dont 32 cadres, a comme mission la production, la fabrication et la commercialisation de produits agricoles et agroalimentaires. Les activités principales du Domaine sont comme suit :

❖ Agricoles :

- Production végétale : fourrages et céréales.
- Elevage bovin, caprin.
- Production maraîchère.

❖ Agro-industrielles :

- Transformation laitière.
- Conservation de fruits.
- Conditionnement des fruits et légumes.

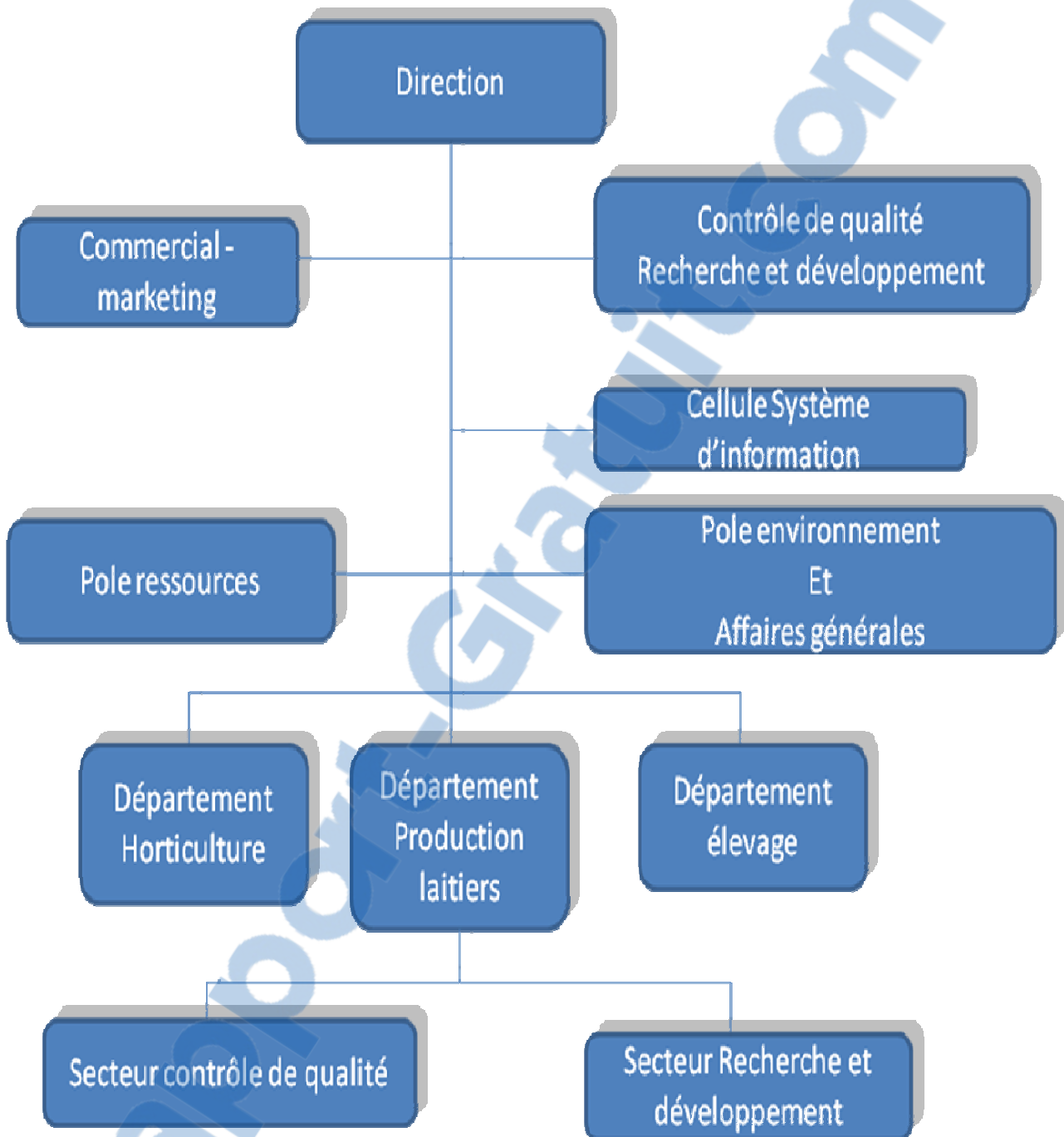


Figure 1 : « L'organigramme du Domaine Douiet »

I-Filière produits laitiers :



Le département des produits laitiers, comme son nom l'indique, a pour mission le développement, la production et la commercialisation des produits laitiers.

Il a été créé en 1997 sur une surface de 2150 m². Ayant une capacité de production de 60000 L/jours.

On y distingue trois lignes de fabrication:

Ligne carton :

- ☀ Lait pasteurisé : entier et écrémé ;
- ☀ Leben : nature, aromatisé et beldi ;
- ☀ Jus de fruits au lait.

Ligne yaourt :

- ☀ Yaourt à boire : aromatisé (banane, vanille, amande, fraise et pêche) ;
- ☀ Yaourt ferme : nature ,0% MG, chèvre et aromatisé ;
- ☀ Yaourt brassé ;
- ☀ Yaourt crémeux.

Fromagerie :

- ☀ Fromages frais et affinés : fromage blanc, tome, mini tome, Emmental, cottage cheese, Zouaghi, affiné de chèvre...
- ☀ Crème fraîche et beurre.

Ces trois lignes mettent des moyens humains et logistiques pour fabriquer des produits de haute qualité portant la marque « **Chergui** ». [1]



1. Etapes de fabrication des produits laitiers :



La plupart des produits laitiers passent par des processus de transformation similaires dont les principales étapes sont les suivantes :

a. la réception du lait :

collecte du lait :

Les domaines de Douiet, Kouacem, Boudra et Sidi Lkamel assurent constamment l'approvisionnement de l'unité de production laitière en matière de lait cru, moyennant des camions-citernes.

Le lait est reçu à une température de 04°C. Il est aspiré par une pompe centrifuge et passe par un compteur volumétrique en traversant un filtre qui retient les impuretés macroscopiques.

Tests :

Avant son dépotage vers les tanks de réception, le lait subit des tests physico-chimiques de conformité pour toute préparation technologique, à savoir :

- ✓ pH; MG ; EST ; MAP ; Température
- ✓ Tests inhibiteur (beta-star/ Delvost) permettant de contrôler la présence d'inhibiteurs de coagulation et d'antibiotiques dans le lait.
- ✓ Test sensoriel : analyse gustative, olfactive et visuelle du produit (goût, couleur et odeur).

Refroidissement et stockage :

Après sa filtration, le lait subit à un refroidissement à 4°C afin d'arrêter la prolifération microbienne, puis il est stocké dans des cuves isothermes équipés d'un agitateur qui empêche la formation de la crème.

b- standardisation :

Selon les espèces, le type d'alimentation et les saisons, la composition du lait est variable. Le taux de matière grasse peut osciller entre 30 à 70g par litre.





L'écumeuse-standardisatrice permet d'harmoniser la composition de laits provenant de différentes exploitations, en particulier pour faire correspondre le taux de matière grasse à celui exigé par la législation dans les laits de consommation et les produits laitiers.

c. Pasteurisation du lait :



Très riche en éléments nutritifs, le lait contient des micro-organismes susceptibles de se développer après la sortie de la mamelle. Parmi eux, certains sont utiles (ferments lactiques.....), d'autres nuisibles à la qualité.

La pasteurisation est un traitement thermique (non sévère) qui permet de limiter la prolifération microbienne ainsi que la destruction de certains enzymes (Lipases), en gardant la qualité organoleptique et nutritionnelle du produits.

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.
- ✿ Dénaturation maximale des protéines solubles pour éviter le phénomène de la synérèse

d. Ensemencement-Incubation :

Le lait refroidi estensemencé avec des ferments lactiques sélectionnés (selon le produit voulu), afin d'accélérer la fermentation. Le lait fermenté est incubé dans une chambre chaude jusqu'au un pH de 4,6.

e. Conditionnement :

Le conditionnement se fait à l'aide des machines conditionneuses, le lait est mis dans des sachets ou des pots où il est inscrit les valeurs nutritionnelles du lait, la date limite de consommation, le nom de la société etc.

Le domaine de Douiet est équipé de sept conditionneuses :



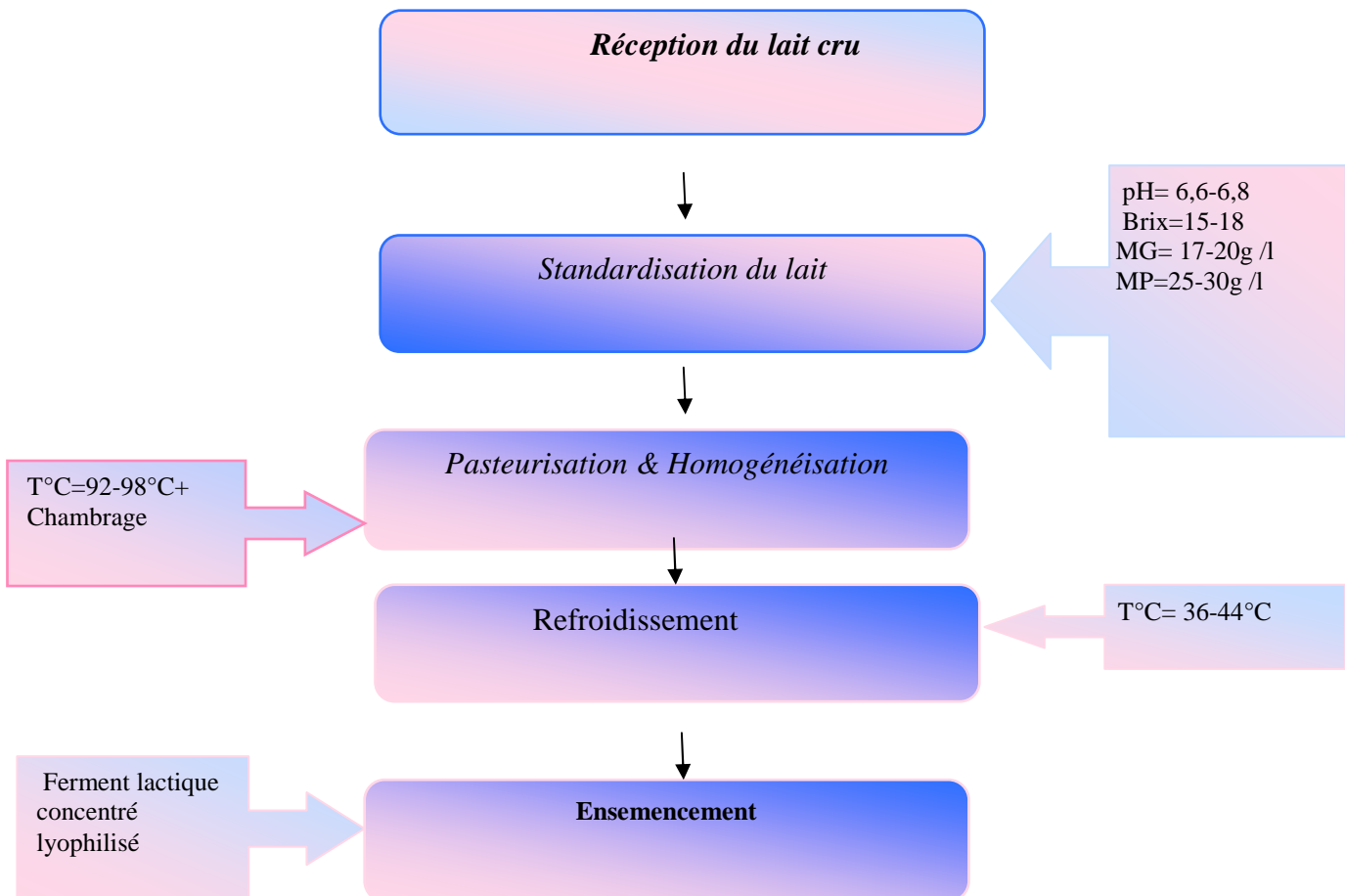
- ✿ RG 250, VPA ET VPB : pour le conditionnement des lebens, jus et yaourt à boire.
- ✿ Mini cross : pour conditionnement des jus 280g.
- ✿ ARCIL1et ARCIL2 : pour le conditionnement des yaourts.

2. Exemple de processus de fabrication :

Nous allons détailler ci-dessous le processus de transformation de yaourt à boire, ainsi que les conditions de fabrication qui garantissent leur qualité.

- ✿ Le pH, le taux de la matière grasse, le taux protéique et la DLC.

❖ Les yaourts à boire :



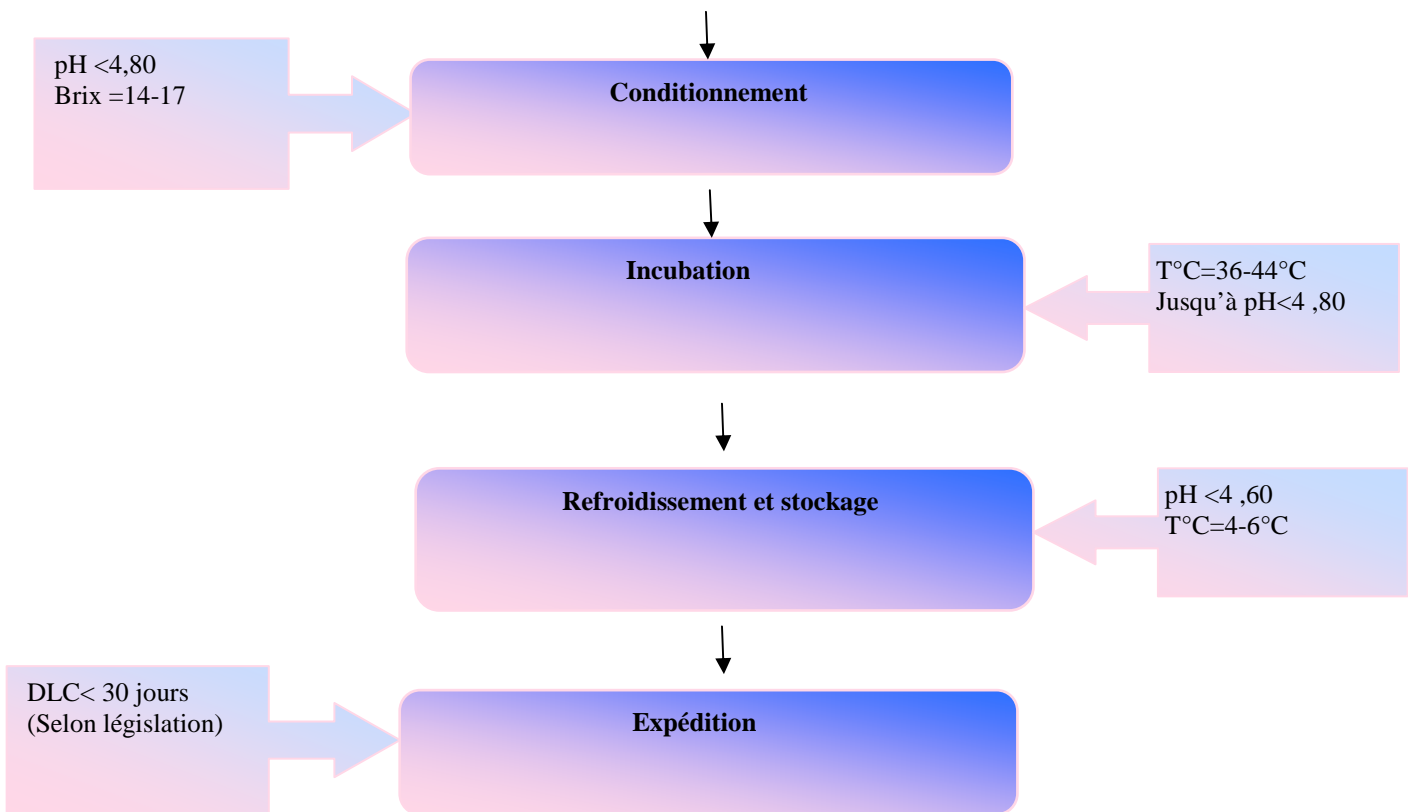


Figure 2 : Diagramme de fabrication du yaourt à boire.

II-Généralités sur le lait et la Yaourt :

➤ Le lait

Selon la réglementation Marocaine (Décret n°2-00-425 du 7 décembre 2000 relatif au contrôle de la production et de la commercialisation du lait et produits laitiers), il est stipulé que :

- ✓ Le lait est le produit de la sécrétion mammaire normale, obtenu par une ou plusieurs traites, sans aucune addition ou soustraction.
- ✓ La dénomination de lait, sans autre indication, est réservée au lait de vache.
- ✓ Pour tout autre lait, cette dénomination doit être accompagnée de l'indication bien apparente de l'espèce animale dont il provient.



→ Le lait est un liquide blanc mat, légèrement visqueux, dont la composition et les caractéristiques physico-chimiques varient sensiblement selon les espèces animales, et même selon les races dans la même espèce.

Ces caractéristiques varient également au cours de la période de lactation, ainsi qu'au cours de la traite ou de l'allaitement.

Du point de vue réglementaire il est défini comme étant : « Le lait est le produit intégral de la traite totale et ininterrompue d'une femelle laitière bien portante, bien nourrie et non surmenée. Il doit être recueilli proprement et ne pas contenir de colostrum et conserver sa saveur agréable ».

1. Composition du lait

Le lait est un aliment liquide complet, très nourrissant, réunissant à lui seul tous les composants nécessaire à l'alimentation humaine. 100g de lait contient 87g d'eau et 13g de matières sèches.

Les principaux constituants de la matière sèche du lait sont :

☞ **La matière grasse :** C'est le constituant le plus variable du lait, Elle est constituée d'un mélange d'acide gras saturés et non saturés qui se trouve en suspension dans le lait sous forme de minuscules gouttelette (globules gras) et forme une émulsion.

☞ **Les protéines :** composées de deux groupes :

- Les protéines de la caséine, qui représentent 80% des protéines totales du lait et qui sont des polypeptides complexes, résultats de la polycondensation de différents acides aminés, dont les principaux sont la leucine, la proline l'acide glutamique et la sérine ;
- Les séroprotéines, minoritaires (20%), mais qui possèdent une valeur nutritive plus élevée que les premières. Le lait est, parmi les liquides biologiques animaux, un de ceux qui contiennent la plus grande concentration d'acide citrique.

C'est un anticoagulant qui s'oppose à la précipitation des protéines.

☞ **Le lactose :** C'est un sucre disaccharide qui se présente sous forme de solution qui est généralement le principal élément solide du lait. Il joue un rôle important lié notamment à sa valeur nutritionnelle et à sa fermentescibilité, son pouvoir sucrant est très inférieur à celui du saccharose.



☞ **les composants secondaires** : constitués par les sels, les enzymes les vitamines et les oligo-éléments. Sa richesse en calcium et en phosphore fait du lait un aliment très adapté à la croissance des jeunes enfants. Le phosphore y fixé sous forme de phosphates. Le calcium s'associe au phosphate et à la caséine pour donner le complexe phosphocaséinate de calcium et forme un colloïde. On y trouve également du magnésium, du potassium et du sodium, mais il est, du moins pour le lait de vache, pauvre en oligoéléments. [2]

2. Caractéristiques physiques

Sur le plan physique, le lait est à la fois une solution (lactose, sels minéraux), une suspension (matière azoté) et une émulsion (matières grasses) et possède les caractéristiques suivantes :

Tableau 1 : caractéristiques physique du lait de vache

Caractéristiques	Valeurs
pH	6.5 à 6.6
Point de congélation	-0.55 à -0.57°C
Acidité	16 à 18°D
Chaleur spécifique à 15°C	0.940 cal /g°C



Activité d'eau		0.995
Viscosité dynamique à 25°C		2 .20 Cp
Conductivité électrique à 25°C		45.10 ⁻⁴ mS
Densité	Lait entier	1.032
	Lait écrémé	1 .036

➤ Le yaourt

1. Définition :

Le Codex Alimentarius, norme n°A-11 (a) (1975) définit le yaourt comme suit :

« Le yaourt est un produit laitier coagulé obtenu par fermentation lactique grâce à l'action de *Lactobacillus Bulgaricus* et *Streptococcus thermophilus* à partir du lait frais ainsi que du lait pasteurisé (ou concentré, partiellement écrémé enrichi en extrait sec) avec ou sans addition (lait en poudre, poudre de lait écrémé, etc.). les micro-organismes du produit final doivent être viables et abondants ».

➡ Le yaourt, ou yoghourt, est le lait fermenté le plus consommé. Il résulte de la fermentation du lait par deux bactéries lactiques thermophiles. Cette fermentation conduit à la prise en masse du lait. Le coagulum obtenu est ferme, sans exsudation de lactosérum. Il peut être consommé en l'état ou après brassage lui donnant une consistance crémeuse ou liquide.

2. Bactéries et substrat de fermentation

Les deux bactéries « *lactobacillus bulgaricus* & *streptococcus thermophilus* » associées dans la préparation du yaourt ont pour rôle principale d'abaisser le pH du lait au point isoélectrique de la caséine (pH 4.6) de façon à former un gel (ou coagulum). Outre le goût acidulé qu'elles



donnent au gel, elles lui assurent une saveur caractéristique due à la production de composé aromatique (acétaldéhyde principalement, cétone, acétone di acétyle).

Le *Lactobacillus bulgaricus* ne produit que de l'acide lactique au cours de la fermentation de lactose. Il se développe bien à une température de 45 à 50 °C en acidifiant fortement le lait jusqu'à 1.8 % (pH voisin de 4.5).

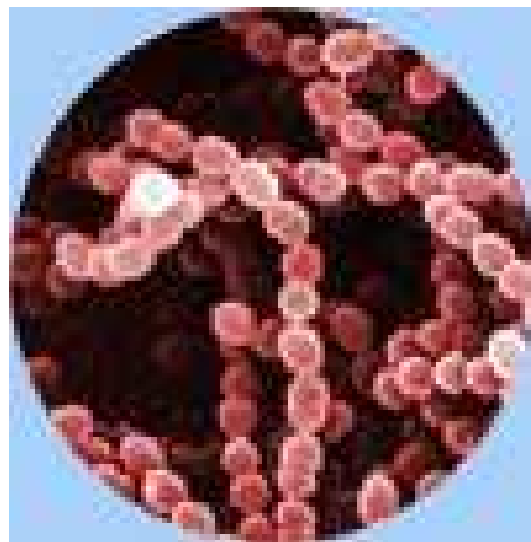
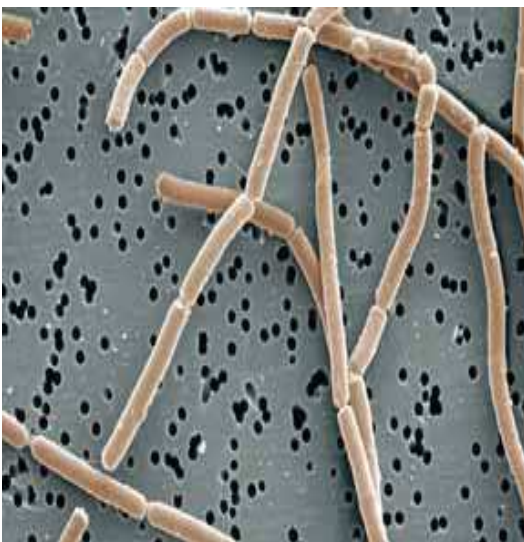
Le streptococcus *thermophilus* se développe bien de 37 à 40°C, mais croit encore à 50°C. Thermorésistant, il survit au chauffage à 65°C pendant 30 minutes ou à 74°C pendant 15 secondes.

Nettement moins acidifiant que le lactobacille, il produit généralement de 0.5 à 0.6 % d'acide lactique (pH voisin de 5.2). Certaines souches sont capables de supporter un pH de 4,3 à 3,8.

Ces deux espèces sont microaérophiles. Elles vivent en symbiose dans le yaourt. Elles produisent davantage d'acide lactique cultivées ensemble que séparément.

Pour se développer, les bactéries ont besoin d'acides aminés et de peptides directement utilisables. Or, le lait n'en contient que de faibles quantités permettent seulement de démarrer leur croissance. Ensuite, le lactobacille par son activité protéolytique, attaque la caséine qui libère les peptides permettant au streptocoque de poursuivre sa croissance. De son côté, le streptocoque stimule le lactobacille par production d'acide formique.

Lorsque l'on ensemence du lait avec les bactéries du yaourt, le pH (6.6-6.8) est favorable au streptocoque qui assure le départ de la fermentation lactique. L'acidité, en se développant, deviennent défavorable au streptocoque qui est alors relayé par le lactobacille qui poursuit son activité fermentaire jusqu'à un pH d'environ 4,3-4,2. [3]



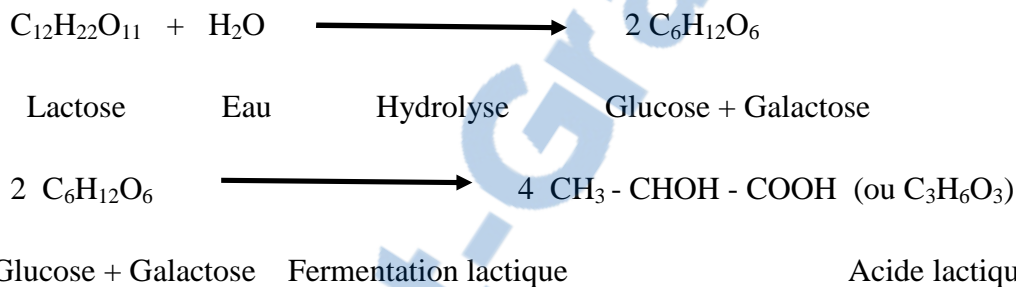
Streptocoque Thermophilus

Lactobacilus Bulgaricus

Figure.3 Les deux bactéries lactiques

Action des bactéries lactiques

Ces 2 bactéries, sont utilisées industriellement pour la fabrication du yaourt. Elles transforment le lactose (sucre du lait) en acide lactique :



Quand le pH du lait atteint une valeur proche de 5, il y a floculation des caséines qui sont les protéines du lait et formation d'un gel homogène : c'est le yaourt.





Figure 4 : Observation microscopique de bactéries contenues dans le yaourt.

*** Streptococcus Thermophilus (flèche en pointillés) et Lactobacillus Bulgaricus (flèche pleine)

[4]

Chapitre 2

Rappel sur la méthodologie des plans d'expériences



L'élaboration des plans d'expériences et leur mise en place nécessitent l'instruction du problème dont dispose les produits de la société et la construction de la matrice d'expériences.

Intr

entrep
des pi

redou

I.

Dans ce chapitre, nous allons définir les objectifs puis les étapes de la mise en place d'un plan d'expériences, et en fin nous allons faire le recensement de différents types de plans d'expériences.

nettent aux
la maîtrise

érent d'une

ences, afin

C'est une série d'essais déterminée à partir d'une approche statistique, employée pour déterminer le meilleur ensemble de données à prélever pour concevoir un plan avec le minimum





d'essais, le maximum de facteurs (paramètres) et un minimum d'erreur, sur la base d'un modèle postulé.

De manière générale, la méthode de plan d'expériences cherche à déterminer et à établir les liens existants entre 2 variables:

- **La réponse** : variable quantitative ou qualitative généralement appelée *fonction objective*.
- **Les facteurs** : variables sensées d'influer sur la variation de la réponse.

Leurs valeurs varient entre borne supérieure (niveau haut) et borne inférieure (niveau bas).

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de *variation du facteur*.

II. Historique des plans d'expériences :

La méthode des plans d'expériences date du début du vingtième siècle avec les travaux de **Ronald Aylmer 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 lorsqu'on étudie de nombreux paramètres. [7]

En effet, les essais en agronomie sont très longs et consommateurs de paramètres, par exemple, l'étude du rendement d'un blé nécessite la prise en compte du type de terrain, des différents traitements, de l'ensoleillement, etc. Il était donc indispensable de réduire le nombre d'essais sans perdre en précision.

Mais cette technique est restée relativement confidentielle et n'a pas réussi à pénétrer de façon significative les industries occidentales avant les années soixante-dix. Une des raisons de ce manque d'intérêt des industriels pour la méthode était probablement l'aspect trop théorique de l'approche proposée.

Au cours des ces dernières années, la méthode des plans d'expériences s'est imposée à l'ensemble des industriels.

III. L'utilité du plan d'expérience

Un plan d'expériences est un outil d'aide à l'amélioration de la qualité.

Lorsqu'on est confronté à un problème complexe, de multiples paramètres sont susceptibles d'influer sur le système étudié. La performance qu'on cherche à atteindre est caractérisée par une ou plusieurs réponses.

Ce type de problème peut être schématisé par une boîte noire.

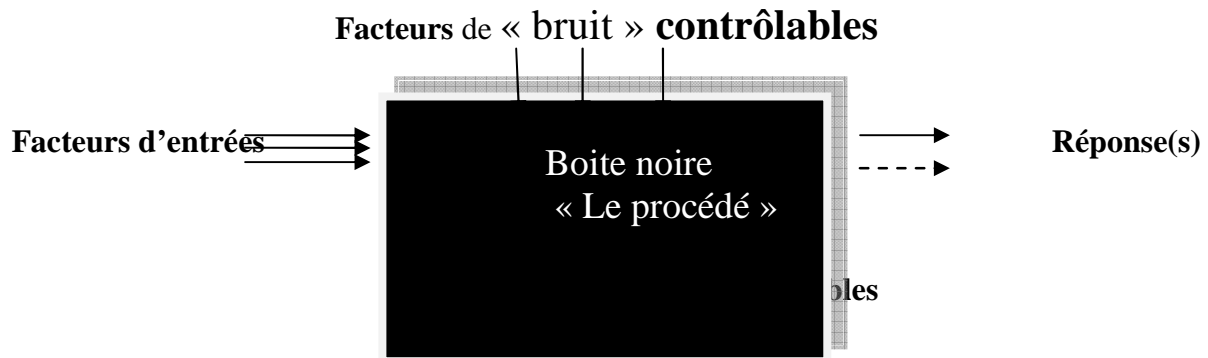


Figure 5 : système de type boîte noire.

Le plan d'expériences sert à mettre en évidence et à quantifier l'influence des paramètres pris en compte, pour cela, tous les industriels doivent se poser quelques questions, lorsqu'ils mettent en œuvre une série d'essais physiques ou une série de calculs numériques :

- ✓ Quelle stratégie d'essais adopter pour arriver rapidement aux résultats attendus ?
- ✓ N'existe-t-il pas de meilleures stratégies que d'autres ?
- ✓ Quel est le nombre minimum d'essais qui doivent être réalisés pour arriver aux résultats ?
- ✓ Ne peut-on pas éviter de réaliser des essais inutiles ?
- ✓ Comment améliorer la précision de mes résultats ?

La méthode des plans d'expériences apporte une méthodologie pour répondre à ces questions. Cette méthodologie sans équivalent permet d'atteindre une meilleure connaissance du système observé par la réalisation d'un " minimum " d'essais et un maximum de précision.

IV. Domaines d'application :

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

- ✿ 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,
- ✓ Essais de laboratoires.

V. Les objectifs :

La méthode des plans d'expériences (design of experiments) a pour objectif l'obtention du maximum d'information au moindre coût c'est-à-dire en minimum d'essai.

Pour ce faire, la méthode vise à optimiser la démarche expérimentale. Les points centraux de la méthode consistent à :

- ✿ Choisir le nombre n d'essai,
- ✿ Définir et mettre au point la matrice d'expérience (M) qui indique dans quelles conditions chacun des n essais doit être réalisé,
- ✿ Choisir le modèle de régression (E) qui dirigera la méthode d'interprétation.

VI. Matériels et méthodes :

Les étapes de la mise en place d'un plan d'expériences :

L'originalité de la méthode des plans d'expériences est sa globalité dans le sens où elle commence au niveau 0 de l'expérimentation c'est-à-dire à la position du problème ; elle contingente la réalisation des essais et se poursuit jusqu'à la conclusion de l'étude. On peut, pour mettre en place un plan d'expériences, considérer les étapes suivantes :

1. Instruction du problème ;
2. Construction de la matrice d'expériences ;
3. Préparation et réalisation des essais ;
4. Analyses des résultats ;
5. Conclusion ;
6. Validation éventuelle de la conclusion.



1- Instruction du problème :

La phase d'instruction du problème est fondamentale et radicalement différente des techniques statistiques usuelles. En effet, il s'agit de réfléchir avant d'agir (ce qui n'est pas toujours le cas). Elle vise à définir et à donner des informations afin de choisir le modèle (E), la matrice (M) et le nombre d'essais (n). Cette étape est l'occasion de rassembler tous les personnels intervenant sur le système.

On peut caractériser les étapes suivantes :

- ✓ Définir le problème ;
- ✓ Définir l'objectif ;
- ✓ Recenser les contraintes ;
- ✓ Définir la (ou les) réponse(s) ;
- ✓ Définir les facteurs ;
- ✓ Définir les modalités ou niveaux des facteurs ;
- ✓ Pressentir les interactions.

2 .Construire la matrice d'expériences :

2.1 Matrice d'expériences :

Dans cette étape, il s'agit de bâtir la matrice d'expériences c'est-à-dire de définir chacune des expériences à mener. Cette construction se présente sous forme d'un tableau appelé matrice d'expériences.

2.2 Les différents types de plans d'expériences :

Selon les objectifs prédéterminés, il faut choisir la matrice d'expériences (le plan d'expérimentation correspondant) la plus adéquate.

On peut citer :

Plan de criblage :

Rechercher rapidement, parmi un ensemble de facteurs, potentiellement influents, ceux qui le sont effectivement



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 fractionnaire.

plan de surfaces de réponses :

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 (jusqu'à 20 paramètres).

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 ...

Les plans des 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. [5]



*Dans ce chapitre nous allons présenter l'amélioration de
yaourt à boire.*

Ainsi nous allons présenter :

- La démarche à suivre*
- L'interprétation des résultats.*



Chapitre 3

Utilisation des plans d'expériences pour l'optimisation de yaourt à boire



L'optimisation de la viscosité d'un yaourt à boire :

Objectifs de l'étude :

L'objectif de cette étude est l'optimisation de yaourt à boire. Pour cela nous allons :

- ✓ Déterminer les facteurs qui sont effectivement influents sur la viscosité de yaourt à boire.
- ✓ Etudier en détail les effets de ces facteurs ainsi que les effets de leurs interactions.
- ✓ Optimiser la réponse.

Démarche suivie :

1. Déterminer les facteurs à étudier

La première stratégie consiste en un criblage de type Plackett-Burman de facteurs potentiellement influents, permettant de connaître les effets significatifs d'un maximum de facteurs parmi plusieurs. Cette stratégie a l'avantage d'utiliser un minimum d'essai ;

La deuxième stratégie consiste à faire une optimisation, qui a pour but de déterminer les conditions optimales de la viscosité de Yaourt à boire, en fonction des facteurs choisis.

La troisième stratégie consiste à chercher la possibilité de prévoir, en tout point intérieur au domaine expérimental, la valeur de la réponse sans être obligé d'effectuer l'expérience.

Nous avons utilisé le logiciel NEMRODW pour le traitement des données issu de plan d'expériences.

2. Déterminer les niveaux de facteurs :

La détermination des niveaux des facteurs s'effectue en présence des responsables technique de l'entreprise.

Résultats obtenus :

A. Résultats obtenus par le plan de criblage :

Modèle

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5 + b_6 * X_6 + b_7 * X_7$$



Avec b_0 = la moyenne des réponses

b_1 = le coefficient de X_1

b_n = coefficient de X_n

C'est une équation polynomiale du premier degré sans interactions.

Il s'agit d'un criblage de sept facteurs susceptible d'influer sur la viscosité du yaourt à boire. Le plan utilisé est un plan de criblage **Plackett et Burman** d'où la nécessité de réaliser huit expériences.

a) Matrice d'expérience :

La matrice d'expériences est représentée dans le tableau 2.

Tableau 2 : Matrice d'expériences d'Hadamard (Plackett et Burman)

N° d'exp	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7
1	+	+	+	-	+	-	-
2	-	+	+	+	-	+	-
3	-	-	+	+	+	-	+
4	+	-	-	+	+	+	-
5	-	+	-	-	+	+	+
6	+	-	+	-	-	+	+
7	+	+	-	+	-	-	+
8	-	-	-	-	-	-	-

b) La réponse étudiée

La réponse étudiée est la viscosité du yaourt à boire. En effet la viscosité reflète la qualité de produit.

Pour mesurer la viscosité du produit. On fait appel à la mesure du temps d'écoulement : plus le temps d'écoulement est long, plus le produit est visqueux : inversement, plus le temps d'écoulement est faible, moins le produit est visqueux.

c) Plan d'expérience :

Nous regroupons dans le tableau 3 ci-dessous, les plans d'expériences, et les résultats de la réponse après avoir effectué les essais.

Tableau 3 : matrice des résultats

valeurs réelles. N° Exp.	Nature du lait	T° de pasteurisation (°C)	T° d'incubation (°C)	Type de ferment	Dose de ferment g/l	Taux de MG g/l	Taux de MP g/l	Tps d'écoulement (s)
1	Lait	96	38	A	15	15	24	20



	reconstitué							
2	Lait frais	96	38	B	10	17	24	38
3	Lait frais	80	38	B	15	15	27	63
4	Lait reconstitué	80	34	B	15	17	24	49
5	Lait frais	96	34	A	15	17	27	70
6	Lait reconstitué	80	38	A	10	17	27	29
7	Lait reconstitué	96	34	B	10	15	27	25
8	Lait frais	80	34	A	10	15	24	79

d) Résultats obtenus

Le traitement des données nous a permis de montrer:

D'après le graphe des effets moyens (figure n°6), on remarque que

La nature du lait, « lait frais ou reconstitué », a une grande influence sur la réponse, elle représente une influence négative sur la viscosité de yaourt à boire ;

- La température de pasteurisation a une influence négative sur la temps d'écoulement ;
- La température d'incubation présente une influence négative;

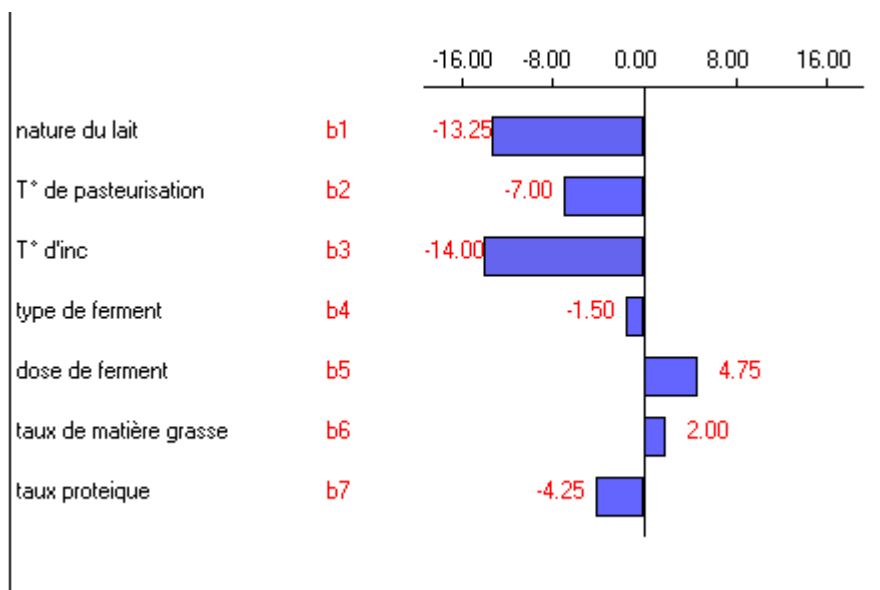


Figure 6: graphe des effets moyens

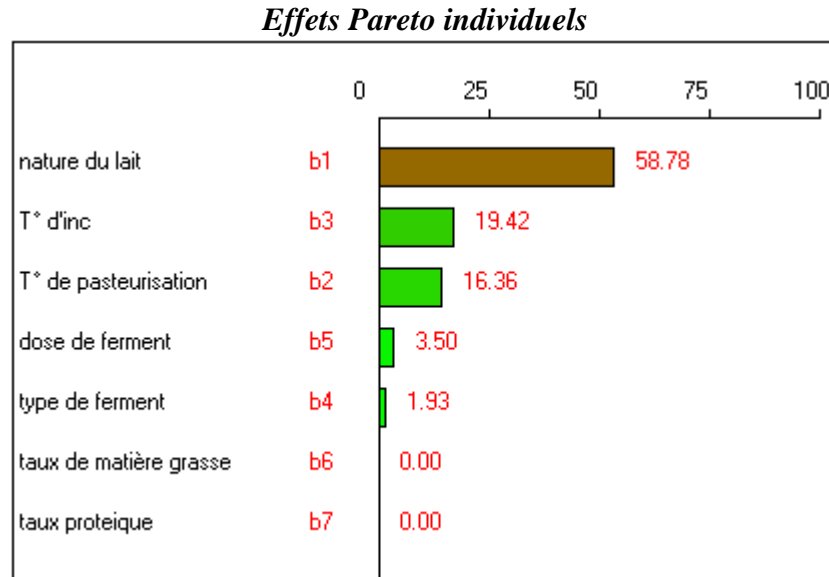


Figure 7 : Graphe de Pareto

L'analyse du graphe de Pareto individuel montre que les facteurs les plus influents sur la réponse sont :

- La nature du lait ;
- La température de pasteurisation ;
- La température d'incubation.

Ces trois facteurs expliquent plus à hauteur de 94% du phénomène étudié.

e) Conclusion

L'étude de criblage menée dans le cadre de ce travail a permis de déterminer trois facteurs parmi sept susceptibles d'influencer la détermination de la viscosité de yaourt à boire.



Nous allons, par la suite, faire une étude des trois paramètres retenus par le plan de criblage. Nous allons nous intéresser à l'effet de ces paramètres ainsi qu'à leurs interactions. Notre choix s'est porté sur un plan factoriel complet.

B. Résultats obtenus par le plan factoriel complet :

L'étude des effets des paramètres ainsi qu'à leur interaction exige de postuler un modèle de premier degré avec interactions.



$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3) + b_{123} * (X_1 * X_2 * X_3)$$

a) Plan d'expérimentation

On exécute les expériences en suivant le mode opératoire.

Mode opératoire suivi :

La préparation du lait :

Pour le lait frais :

Dans une carafe :

- ✓ Mettre 90% de lait frais (lait entier + lait écrémé)
- ✓ Ajouter 9% de sucre
- ✓ 0,68% de texturant.

Pour le lait reconstituer :

Dans une carafe :

- ✓ Mettre 6% de poudre de lait entier
- ✓ Mettre 3% de poudre de lait écrémé
- ✓ Ajouter 10% de sucre
- ✓ Mettre 0,75% de texturant
- ✓ Ajouter 80% de l'eau.

La pasteurisation :

Après la préparation du mélange, on couvre les carafes et on les met dans un bain-marie à la température voulue (80-96°C) pendant 15mn.

Le refroidissement :



Après la fin de la pasteurisation, on fait sortir les carafes et on les laisse refroidir dans un bain d'eau froid jusqu'à la température de culture de ferment ensuite, on ajout le ferment habituellement utilisé dans la production du yaourt à boire.

✿ **L'incubation :**

L'incubation s'effectue dans une étuve à température programmable. On laisse les carafes dans une étuve et on surveille le pH. Arrivées à un pH de 4,4 à 4,55 (pH de conditionnement), on fait sortir les carafes de l'étuve.

✿ **Le refroidissement :**

On met les carafes au réfrigérateur à une température d'environ 6°C pendant 18 heures.

✿ **La mesure de viscosité**

Avant de mesurer la viscosité du produit, on fait sortir les carafes du réfrigérateur et on les laisse se réchauffer à la température ambiante jusqu'à 20°C.

On mesure le temps d'écoulement à l'aide d'un viscosimètre. On fait la mesure 3 fois et on prend la moyenne des résultats.

Après l'exécution des essais du plan d'expériences, on a mesuré les réponses. On représente dans le tableau ci-après le plan d'expériences et les réponses mesurées.

Tableau 4 : plan d'expérimentation

N°Exp	nature du lait	T° de pasteurization (°C)	T° d'incubation (°C)	temps d'écoulement (s)
1	lait frais	80	34	65.00



2	lait frais	80	34	62.00
3	lait reconstitué	80	34	49.00
4	lait reconstitué	80	34	42.00
5	lait frais	96	34	50.00
6	lait frais	96	34	55.00
7	lait reconstitué	96	34	40.00
8	lait reconstitué	96	34	37.00
9	lait frais	80	38	47.00
10	lait frais	80	38	42.00
11	lait reconstitué	80	38	34.00
12	lait reconstitué	80	38	32.00
13	lait frais	96	38	35.00
14	lait frais	96	38	30.00
15	lait reconstitué	96	38	31.00
16	lait reconstitué	96	38	33.00

Le traitement statistique des données de ce plan passent par la procédure de la validation du modèle postulé à priori avant toute utilisation du modèle.

Cette procédure se résume à :

- ✓ Analyse de la variance ANOVA ;
- ✓ Coefficient de détermination R^2 ;
- ✓ $R^2_{\text{Ajusté}}$ et analyse des résidus.

b) Validation du modèle mathématique postulé :

• L'analyse de la variance :

La régression linéaire simple permet de déterminer dans quelle mesure la droite régression est utile à expliquer la variabilité existante dans les observations y_i .

C'est une façon de savoir si la régression est significative ; ce test est effectué à l'aide d'un rapport de variances.

La variation totale est la somme de la variation inexpliquée (variation résiduelle) et de la variation expliquée par le modèle.

Les différentes variations et les degrés de liberté associés sont rangés dans la table d'analyse de la variance ci-dessous.

Tableau 5: analyse de la variance

Source de	Somme des	Degrés	Carré	Rapport	Signif
-----------	-----------	--------	-------	---------	--------



variation	carrés	de liberté	moyen		
Régression	1.74000E+0003	7	2.48571E+0002	26.5143	0.0128 ***
Résidus	7.50000E+0001	8	9.37500E+0000		
Total	1.81500E+0003	15			

L'analyse de la variance montre que la variation due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

Donc, le modèle postulé au départ pour cette étude explique bien le phénomène étudié.

❁ Coefficient de détermination :

Tableau 6 : Estimations et statistiques des coefficients.

R2	0.959
R2A	0.923
Nombre de degrés de liberté	8

Le coefficient de détermination R2 donne le taux d'explication ou le pourcentage de la variation de Y expliquée par la variation de X.

Les valeurs de R^2 et R^2_A confirme la validité du modèle postulé.

❁ Les résidus

Les résidus sont utiles pour détecter la présence de points particuliers ou une non homogénéité de la variance expérimentale dans le domaine d'étude.

Le graphe de la figure 8 confirme de la Normalité des résidus.

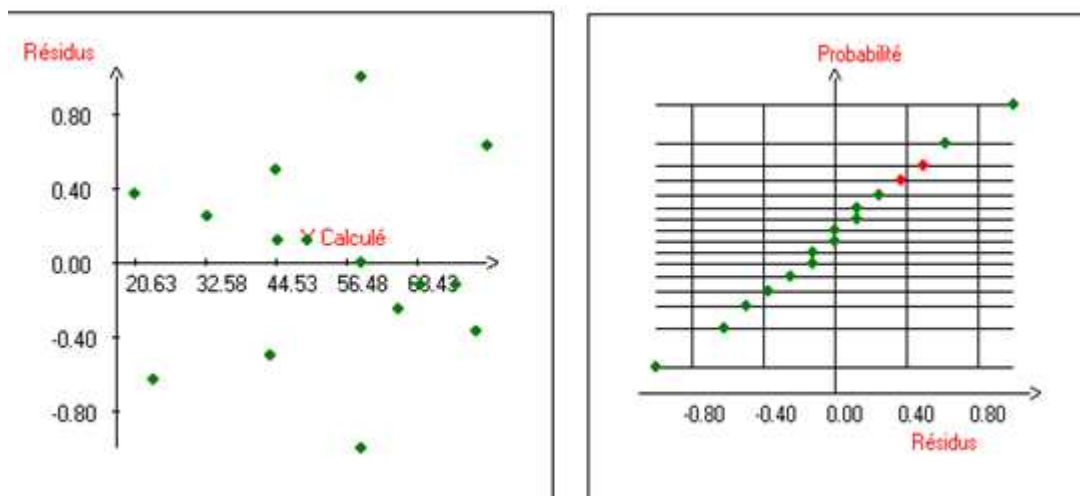


Figure 8 : Distribution des résidus

Les figures ci-dessus montrent bien les résidus sont distribués de façon aléatoire autour de zéro, et sont distribués normalement sur la droite d'Henry. Donc, les résidus vérifient les deux conditions qui permettent, en plus des autres précédemment citées (l'analyse de la variation et le coefficient de détermination), de valider le modèle postulé.

➔ **Le modèle postulé au départ pour cette étude est bien valide et peut être utilisé pour l'interprétation des résultats.**

c) Etude graphique des effets des facteurs :

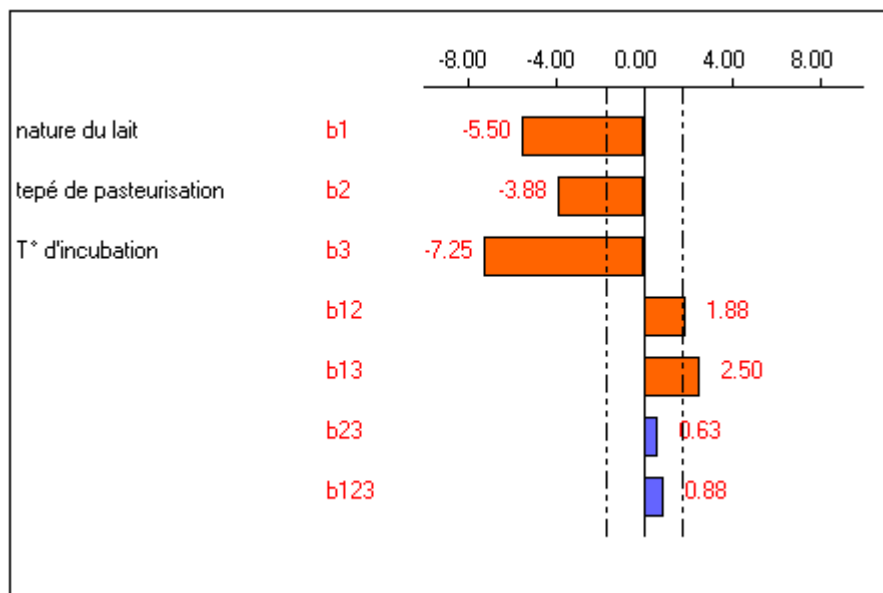


Figure 9: les effets des facteurs

L'analyse de ce graphe des effets montre que

- ✓ Les trois facteurs sont effectivement influents sur la viscosité du YAB.
- ✓ La nature du lait a une grande influence dans le sens de diminution du temps d'écoulement du Yaourt à boire (augmentation de la viscosité).
- ✓ Les températures de pasteurisation et d'incubation ont des effets sur le temps d'écoulement, elles diminuent la viscosité du yaourt à boire.
- ✓ L'interaction entre la nature du lait et la température de pasteurisation est non négligeable dans le sens d'augmentation du temps d'écoulement du produit.
- ✓ L'interaction entre la nature du lait et la température d'incubation est significative.

d) Etude des interactions entre les différents facteurs :

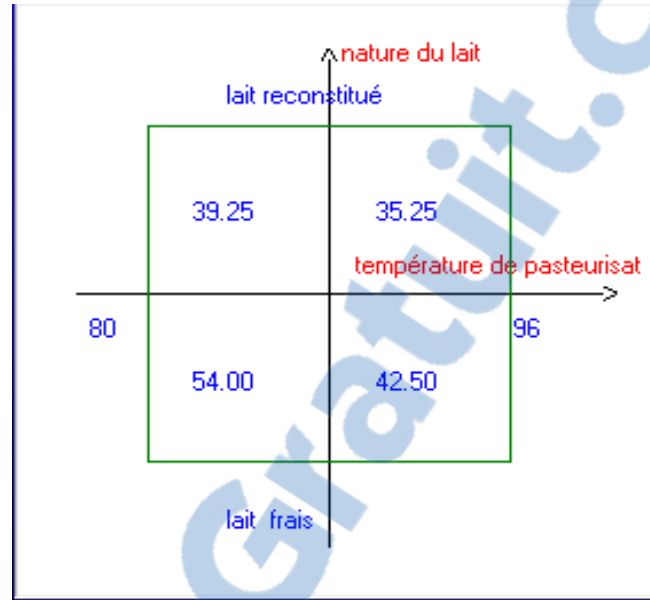


Figure 10 : Diagramme d'interaction X1 * X2

Pour obtenir une valeur du temps d'écoulement qui répond aux exigences du fabricant (54s), il faut travailler avec **un lait frais** sous une température de pasteurisation égale à **80°C**.

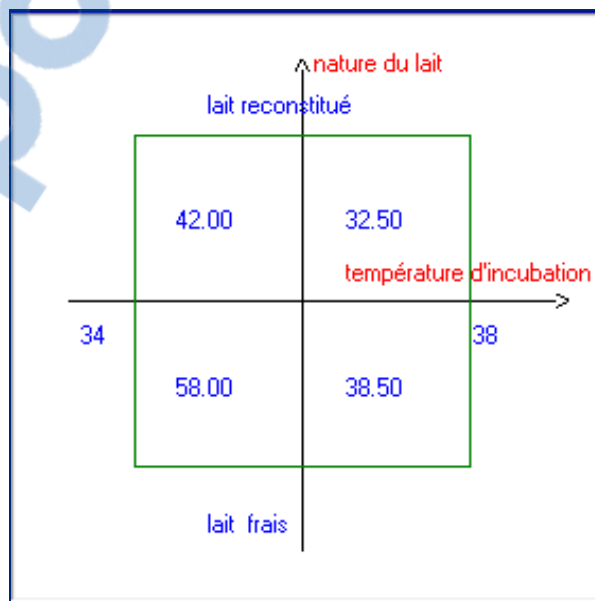




Figure 11: Diagramme d'interaction X3 * X1

La valeur du temps d'écoulement répondant aux critères de la qualité prédéfinie (58s) est obtenu en travaillant avec un lait frais et une température d'incubation égale à **34°C**.

e) Conclusion :

L'objectif est atteint, pour cette étude, dans le cas du lait frais en appliquant le réglage suivant :

- ✓ Lait frais
- ✓ Température d'incubation : 34°C
- ✓ Température de pasteurisation : 80°C

Ces résultats permettent à la société de :

- ✓ **Economiser sur le plan énergétique en diminuant la température d'incubation (36-44°C \implies 34°C) et celle de pasteurisation (92°C-98°C \implies 80°C).**
- ✓ **Obtenir des produits d'une qualité régulière répondant aux besoins des clients**
- ✓ **Eviter les non conformités dues au non maîtrise du processus de fabrication du produit.**

L'utilisation du lait reconstitué ne permet pas d'atteindre l'objectif visé par l'industriel.

En effet, en travaillant avec un lait complètement reconstitué, on obtient un yaourt à boire dont les valeurs de la viscosité inférieures aux exigences.

Parfois, la société se trouve obligé d'utiliser la poudre du lait dans ses formules de production en raison du manque de lait frais surtout dans la période de basse lactation.

Il est donc souhaitable d'étudier, comme paramètre, le mélange des deux laits.

Pour l'optimisation de la viscosité du YAB dans le cas du lait enrichi, on a choisi d'utiliser un plan de surface de réponse.

C. Résultats obtenus par le plan de surface de réponse :

Nous nous sommes intéressés à l'optimisation de la viscosité dans le cas du lait enrichi. A ce sujet nous avons postulé un modèle du 2^{ème} degré.

Modèle

$$Y = b_0 + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_{11} * (X_1 * X_1) + b_{22} * (X_2 * X_2) + b_{33} * (X_3 * X_3) + b_{12} * (X_1 * X_2) + b_{13} * (X_1 * X_3) + b_{23} * (X_2 * X_3)$$

Pour étudier ce modèle, il faut utiliser un plan de surface de réponse. Notre choix s'est porté sur le plan de Box-Behnken.

Box-Behnken :

Les points expérimentaux sont au milieu des arêtes de chaque côté du cube. Ce plan comporte douze essais (pour l'étude de 3 facteurs) auxquels on ajoute un (ou plusieurs) point au centre.

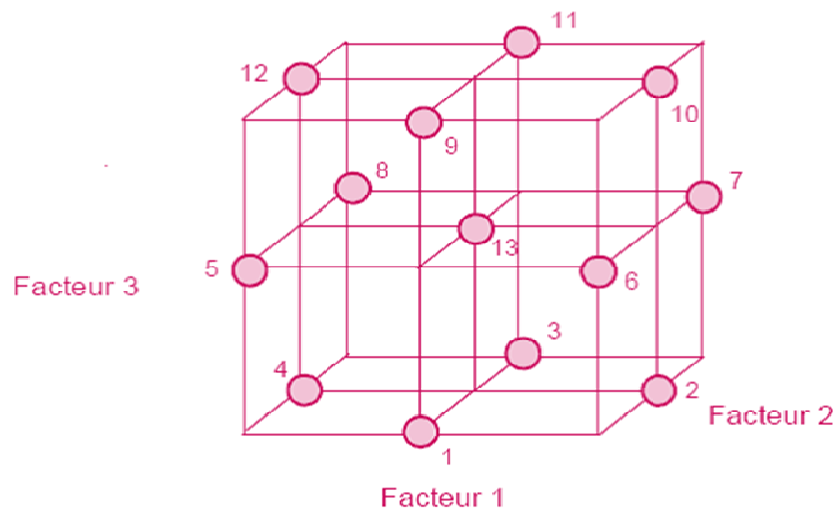


Figure 12 : plan de Box-Behnken pour trois facteurs pour trois facteurs

L'étude porte sur trois facteurs, ce qui nécessite la réalisation de 16 essais (en ajoutant 4 points au centre du domaine). Pour la détermination des dix coefficients du modèle mathématique postulé.

a) Domaine expérimental

Pour atteindre l'objectif visé dans le cas du lait enrichi (mélange du lait frais et poudre de lait écrémé), on a choisi le taux d'enrichissement comme paramètre.

➡ Les facteurs choisis pour cette étude sont :

- ✿ Le taux d'enrichissement (poudre écrémé) ;





- ✿ La température d'incubation ;
- ✿ La température de pasteurisation ;

Nous représentons dans le tableau 7 le plan d'expérience avec les réponses après excursions des essais.

valeurs réelles. N° Exp.	enrichissement	T° d'incubation	T° de pasteurisation (°C)	Tps d'écoulement (s)
1	0,5	34	88	33
2	1	34	88	45
3	0,5	38	88	43
4	1	38	88	65
5	0,5	36	80	69
6	1	36	80	78
7	0,5	36	96	21
8	1	36	96	45
9	0,75	34	80	75
10	0,75	38	80	81
11	0,75	34	96	23
12	0,75	38	96	50
13	0,75	36	88	59
14	0,75	36	88	58
15	0,75	36	88	59
16	0,75	36	88	60

Tableau 7: Plan d'expérimentation

b) Validation du modèle mathématique postulé

Le traitement statistique des données de ce plan passent par la procédure de la validation du modèle postulé à priori avant toute utilisation du modèle.

Cette procédure se résume à :

- ✓ Analyse de la variance ANOVA ;
- ✓ Coefficient de détermination R^2 ;
- ✓ $R^2_{\text{Ajusté}}$ et analyse des résidus.

L'analyse de variance

Tableau 8 : d'analyse de variance

Source de	Somme des carrés	Degrés	Carré moyen	Carré moyen	Rapport	Signif
-----------	------------------	--------	-------------	-------------	---------	--------



variation		de				
		liberté				
Régression	4.98025E+0003	9	5.53361E+0002	5.53361E+0002	885.3778	< 0.01 ***
Résidus	3.75000E+0000	6	6.25000E-0001	6.25000E-0001		
Validité	1.75000E+0000	3	5.83333E-0001	5.83333E-0001	0.8750	54.3
Erreur	2.00000E+0000	3	6.66667E-0001	6.66667E-0001		
Total	4.98400E+0003	15				

Le tableau 8 donne les résultats de l'analyse de la variance en regroupant les différentes sources de variation :

- ✿ La variation due à la régression
- ✿ La variation résiduelle qui, elle-même, est décomposé en deux parties :
 - ✓ Manque d'adéquation du modèle
 - ✓ Erreur expérimentale.

L'analyse de la variance montre que la variation due à la régression est supérieure à la variation résiduelle.

➡ **Donc le modèle postulé explique bien le phénomène étudié.**

Coefficient de détermination

Tableau 9 : coefficient de détermination

R2	0.999
R2A	0.998
Nombre de degrés de liberté	6

L

e

coefficient de détermination R2 donne le taux d'explication ou le pourcentage de la variation de Y expliquée par la variation de X.

Les valeurs de R^2 et R^2_A confirme la validité du modèle postulé.

➡ **Cette valeur est acceptable.**

Les résidus :

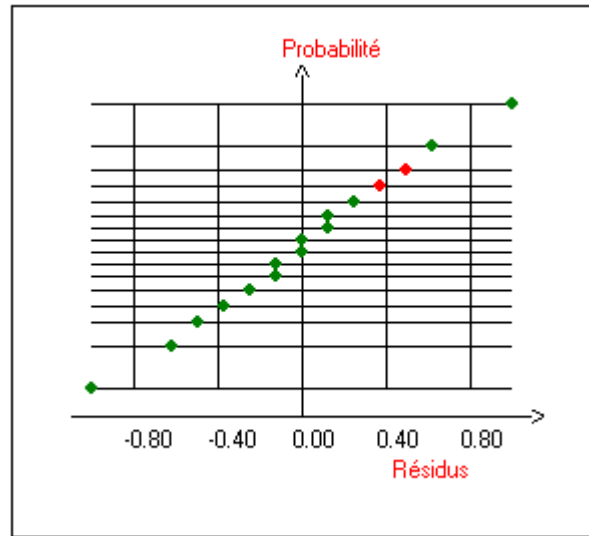


Figure 13 : distribution des résidus

Les figures ci-dessus montrent que les résidus sont distribués normalement sur la droite d'Henry.

La signification des coefficients

Le tableau de signification des coefficients permet de déterminer les coefficients qui sont significativement différents de zéro.

Tableau 10 : signification des coefficients

Nom	Coefficient	Ecart-Type	Signif. %
b0	59.000	0.395	< 0.01 ***
b1	8.375	0.280	< 0.01 ***
b2	7.875	0.280	< 0.01 ***
b3	-20.500	0.280	< 0.01 ***
b11	-8.250	0.395	< 0.01 ***
b22	-4.250	0.395	< 0.01 ***
b33	2.500	0.395	0.0944 ***
b12	2.500	0.395	0.0944 ***
b13	3.750	0.395	0.0160 ***

b23	5.250	0.395	< 0.01 ***
-----	-------	-------	------------

D'après l'analyse de ce tableau, on peut déduire que tous les coefficients de ce modèle sont significativement différents de zéro.

c.) L'étude graphique en deux dimensions

Le graphe de la figure 14 représente la variation de la réponse en fonction des variations de deux facteurs tout en maintenant la valeur du troisième, fixée au centre du domaine expérimental.

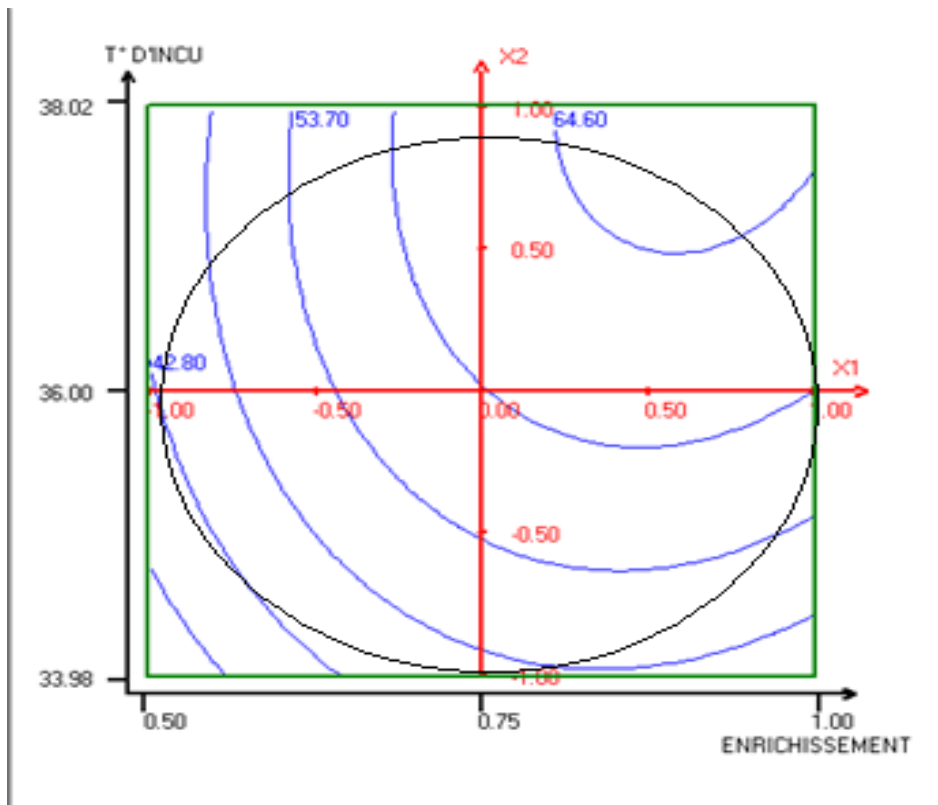


Figure 14 : Variation du temps d'écoulement dans le plan : enrichissement lait, incubation

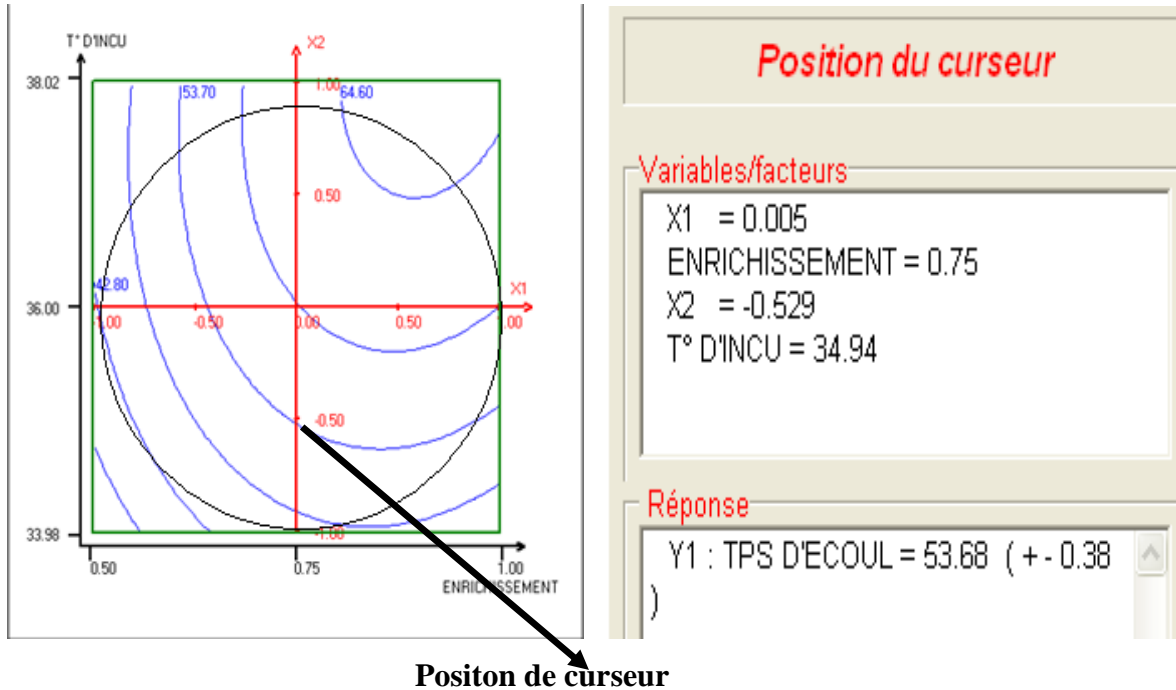
Facteur fixe : pasteurisation = 88°C

Ce graphe représente la variation de la réponse en fonction des variations de la température de pasteurisation fixée au centre du domaine expérimental (88°C).

Chaque point à l'intérieur de ce domaine représente la réponse correspondante à un réglage donné par les niveaux des facteurs choisis.

En effet, si on se déplace avec la souris sur le graphe, les coordonnées (codées et réelles) du point correspondant à la situation de la souris, sont indiquées dans une zone située à droite ainsi que

les valeurs calculées en ce point des réponses déjà étudiées, et les écarts types de la prévision sont indiqués entre parenthèses.



Positon de curseur

L'exemple ci-dessus montre que la position du curseur correspond à un point du domaine défini par le réglage suivant :

- ✳ Enrichissement du lait = 0,75%
- ✳ Température d'incubation = 34.94°C
- ➡ La réponse prévue en ce point est égale à 53,68s (+ - 0,38).

Essai de vérification :

Après avoir validé statistiquement le modèle. Nous avons voulu le vérifier. A ce sujet on a effectué deux essais de vérification.

Nous avons estimées la valeur de viscosité par le modèle postulé et validé précédemment. Ensuite, on a mesuré la viscosité de ces deux essais.

Nous regroupons dans le **tableau 11 « Vérification d'essais »** les résultats de cette étude.



°N d'essai	La réponse
1	54s
2	53s

On remarque d'après les résultats du tableau de vérification que les réponses prédites et les valeurs expérimentales sont pratiquement identiques. On peut utiliser, avec confiance le modèle postulé pour prédire la viscosité du yaourt à boire dans le domaine expérimental étudié.

d) La fonction de la désirabilité :

La fonction de la désirabilité est un autre outil qui permet une recherche plus facile et plus précise de l'optimum.

En précisant les fonctions désirées, on peut trouver le réglage le plus adéquat selon l'objectif de l'étude menée :

- ✓ Maximisation de la réponse
- ✓ Minimisation de la réponse
- ✓ Recherche d'une valeur à l'intérieur d'un intervalle prédéterminé.

Dans le cas de notre étude, on choisit une fonction de désirabilité bilatérale dont les paramètres, par exemple, sont les suivants :

- ✓ La cible : 59
- ✓ Le minimum : 50s
- ✓ Le maximum : 65s

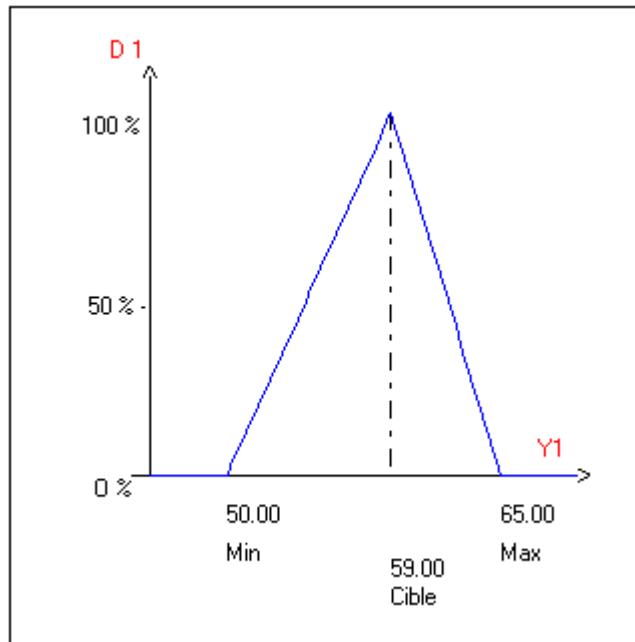


Figure 15 : Fonction de la désirabilité bilatérale

On obtient, par la suite, un graphe qui divise le domaine expérimental en deux parties :

- ✓ Le domaine de désirabilité en blanc
- ✓ Le domaine de non désirabilité en bleu

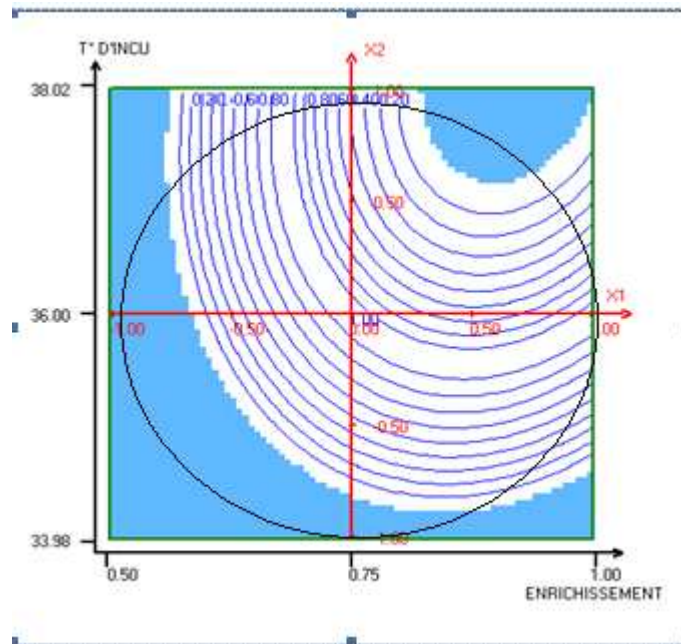




Figure 16 : Variation de la désirabilité dans le plan : enrichissement lait, température d'incubation

Facteur fixe : température de pasteurisation = 88°C

a) Conclusion :

L'objectif d'optimisation de la viscosité du yaourt à boire dans le cas du lait enrichi a été atteint.

L'utilisation d'un plan de surface de réponse nous a permis de :

- ✓ Déterminer la zone de compris acceptable dans laquelle l'objectif visé est atteint.
- ✓ Connaître la valeur de la réponse en n'importe quel point du domaine expérimental. [6]



CONCLUSION ET PERSPECTIVES

A l'issu de ce travail, les principaux résultats nous ont permis de déterminer les conditions optimales de :

La fabrication d'un yaourt à boire répondant aux exigences prédéfinies par l'industriel

Un temps d'écoulement appartenant à l'intervalle [50s-65s]

Dans le cas de lait frais, le réglage qui permet d'atteindre cet objectif est le suivant :

- La nature du lait : lait frais
- Température de pasteurisation : 80°C
- Température d'incubation : 34°C.

Dans le cas du lait enrichi, et grâce au plan de surface de réponse, on peut déterminer les conditions de production d'un yaourt à boire respectant les exigences de l'entreprises

Ces résultats permettent à la société de :

- ✓ Economiser sur le plan énergétique en diminuant la température d'incubation (36-44°C \Rightarrow 34°C) et celle de pasteurisation (92°C-98°C \Rightarrow 88°C).
- ✓ Pouvoir obtenir des produits d'une qualité répondant aux besoins des clients
- ✓ Eviter les non conformités dues au non maitrise du processus de fabrication du produit.

En guise de perspective, je propose d'aborder les problèmes suivants dans le cadre de l'amélioration continue de la recherche et développement :

- La généralisation de la présente étude sur les autres produits (autres secteurs)
- La réalisation d'études AMDEC et d'études statistiques pour l'amélioration des gammes de la R&D
- L'aménagement, la révision et la définition d'une politique pour la gestion de la R&D.

BIBLIOGRAPHIE

[1]Document interne de DOMAINE DOUIET



[2] Wikipedia.org/wiki/lait

[3] Wikipedia.org/wiki/yaourt

[4] Inra, M .C .Le Tarnec, M. Rousseau, Bactéries du yaourt '' Bio Top''

[5] « Introduction aux plans d'expériences » par J.GOUPY et I.CREIHTON, DUNOD, 2006, « Les plans d'expériences » par jaque GOUPY,

[5] Revue MODULARD, 2006, N°34,

[5] Cours plans d'expériences, cycle d'ingénieur '' **Industries Agricole et Alimentaire** ''.

[6] « Probabilités et Statistiques pour modéliser et décider (tests, validation, régression, plans d'expériences) » par Nicolas SAVY. « Ellipses » 2006

[7] *Ronald Aylmer FISHER (1925).*

