

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université de Blida 1**



**Faculté des Science de la Nature et de la vie**  
**Département Agro-alimentaire**

**Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention**  
**Du diplôme de Master en**

**Spécialité : Agroalimentaire et Contrôle de Qualité**

**Filière : Sciences Alimentaires**

**Domaine : Sciences de la Nature et de la vie**

**Etudes reproductibilité et répétabilité (R& R) des méthodes**  
**analytique d'une sauce ketchup**

**Présenté par :**

**Mr. Oumechouk Mohamed Abdullah**

**Mr. Legheraba Mohamed Rami**

**Devant le jury composé de :**

|                      |                   |             |                     |
|----------------------|-------------------|-------------|---------------------|
| <b>Mr.MEGATELIS</b>  | <b>MCA</b>        | <b>USDB</b> | <b>Président</b>    |
| <b>Mr.AMALOU.DJ</b>  | <b>MAA</b>        | <b>USDB</b> | <b>Examineur</b>    |
| <b>Mr.BOUTOUMI.Y</b> | <b>PROFESSEUR</b> | <b>USDB</b> | <b>Promoteur</b>    |
| <b>Mr.KADRI.</b>     | <b>MCB</b>        | <b>USDB</b> | <b>Co promoteur</b> |

**Année Universitaire 2019/2020**

## \*\*\*Remerciements\*\*\*

*On souhaite adresser nos remerciements les plus sincères au bon dieu qui nous a donné La force, le courage et la santé pour pouvoir terminer notre travail et pour suivre nos études avec succès.*

*Ainsi au corps professoral et administratif de la faculté SNV plus précisément département agro-alimentaire, pour la richesse et la qualité de leur enseignement et qui déploient de grands efforts pour assurer à leurs étudiants une formation actualisée.*

*Nous remercions également Mr, BOUTOUMI Hocine et Mr, KADRI Ibrahim pour leur encadrement de notre travail et leur soutien durant notre projet de fin d'étude,*

*Nous voudrions remercier le président du jury Mr MEGATELI Smain Et l'examineur Mr AMALOU Djamel (enseignant au niveau de département agroalimentaire à l'université Blida 1) en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

*Nous remercions Mr Peter PDG de GCA Lesieur et Mr Ameer Ahmed directeur qualité d'avoir nous permis d'accomplir ce travail au sien de l'établissement .*

*Nous aimerons aussi gratifier les efforts de Mr, BADACHE Ali pour son accueil a l'établissement Lesieur GCA et pour son travail avec nous et surtout pour toutes les informations et les expériences qui nous a donné, ainsi mademoiselle ESSID Fettouma Fida pour sa présence et sa précieuse aide à la relecture et à la correction de notre travail.*

*Un grand merci à nos parents, pour leur amour, leurs conseils ainsi que leur soutien inconditionnel, à la fois moral et économique, qui nous' a permis de réaliser les études que nous voulons et par conséquent ce mémoire.*

*Enfin, nous remercions tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail, notamment nos familles nos collègues et nos amis.*

# Dédicace

*Du profond de mon cœur, Je dédie ce modeste travail :*

*A ma douce et tendre maman, merci pour ton amour, tendresse et sacrifices, ton soutien et tes prières pour moi tout au long de mes études,*

*A mon cher et précieux papa, mon support dans ma vie qui m'a appris et ma supporté et m'a dirigé vers la gloire...merci d'être présent à mes côtés, et pour tes sacrifices pour nous.*

*Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection et le fruit de votre soutien infaillible.*

*A mes petites sœurs Hasna et kawther je leurs souhaite toute la réussite dans leurs études.*

*Sans s'oublie ma grande famille*

*A mon cher binôme : Leghraba Mohamed RAMY merci pour la complicité et les bons moments qu'on a passé ensemble.*

*Et surtout A mademoiselle Essid fida merci pour ta présence et ton temps et ta patience avec nous.*

*Je dédie ce travail aussi à nos professeur Mr bouthoumi et Mr kadri.*

*Ainsi qu'à l'ensemble de mes collègues la team ACQ et mes amis.*

**MOHAMMED**

## **DEDICACES RAMY:**

*Je dédie ce travail à mes parents :*

✚ *Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.*

✚ *Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit .*

***Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de vous.***

✚ *A mon cher petit frère Nazim Pour toute l'ambiance dont tu m'as entouré, pour toute la spontanéité et ton élan chaleureux, Je te dédie ce travail.*

*Puisse Dieu le tout puissant exhausser tous tes vœux.*

✚ *Une très grande dédicace à ma très chère khaltou, ceci est ma profonde gratitude pour tout le soutien que tu m'as apporté, l'amour que tu m'as donné et ta bienveillance permanente consacré à ma réussite toi et Tonton Didine, que dieu vous garde pour nous.*

✚ *A mon cher Papy qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études. J'espère que, du monde qui est sien maintenant, il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part d'un fils qui a toujours prié pour le salut de son âme. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.*

✚ *Sans oublier mon partenaire Mohamed, je n'aurai pu espérer un binôme meilleur que toi.*

✚ *Je remercie à travers cet humble travail Dr.Bakhchiche R ; pour ses interventions et son aide précieuse qui m'a permis de réaliser ce travail aujourd'hui en cette spécialité.*

✚ *A mon soutien moral et source de joie et de bonheur, a notre amitié pure et sans pareil, a Mlle Rouaiguia Amira pour tout l'encouragement que tu m'as donné depuis notre enfance.*

✚ *Enfin, pour ceux qui sont resté à mes côtés et ont contribué de loin ou de près pour mon meilleur, mes chers amis ou devrai-je dire mes frères et sœurs j'ai la chance de vous avoir.*

**RAMY**

## Résumé

Une méthode d'analyse et de conception est un procédé qui a pour objectif de permettre de formaliser les étapes préliminaires du développement d'un système afin de rendre ce développement plus fiable et plus fidèle aux besoins du client pour assurer la qualité.

Dans l'industrie agroalimentaire on utilise une panoplie de méthode analytique mais il faut qu'elle soit validée et certifiée par des normes internationales. Le présent travail a été basé sur la validation d'une étude analytique très utilisée en termes de capabilité et fiabilité. C'est l'étude R&R certifié par la norme **ISO 17025**, cette validation a été réaliser dans le laboratoire GCA Lesieur Algérie tassala el merdja.

Nous allons donc parler de notre échantillon analysé le Ketchup. Ensuite nous expliquerons la validation d'une méthode et le principe d'une étude R&R.

Enfin, nous exposeront notre travail et les résultats obtenus en détails tout en discutant de ces résultats et on clôturé avec une conclusion générale.

Brièvement parlant, nous avons réalisé cette étude sur 10 échantillons de ketchup de la marque Lesieur, on a utilisé deux méthodes d'analyse qui sont le degré Brix avec un spectrophotomètre et la coulabilité à l'aide d'un consistomètre. La manipulation a été effectuée par 3 operateurs chaque operateur mesure les 10 échantillons et pour chaque échantillon 3 répétitions, totalisant ainsi 90 mesures. Les résultats trouvés sont acceptables par rapport aux pourcentages de référence et montre que notre étude est fiable, nous avons obtenu 11.68% pour le pourcentage R&R du degré Brix et 17.63 % concernant la coulabilité, sachant que les pourcentages de références sont :

- moins de 10% : excellent.
- 10% à 20 % : bon.
- 20% à 30% : marginal.
- plus de 30 % : inacceptable.

Nos résultats sont donc bons et notre étude peut être validée et considérée comme une méthode de référence pour la comparaison avec d'autres méthodes analytiques et pour le suivi de l'analyse effectuée dans le laboratoire et surtout pour distinguer la source d'erreur entre l'operateur, l'instrument de mesure et la pièce.

**Mots clés** : ketchup, méthode R&R, norme iso 17025, coulabilité, Brix

## Abstract

An analysis and design method is a process, which aims to formalize the preliminary stages of the development of a system in order to make this development more reliable and more faithful to the customer's needs to ensure quality.

In the food industry, we use a variety of analytical methods but they must be validated and certified by international standards. This work was based on the validation of an analytical study widely used in terms of capability and reliability. This is the R&R study certified by the ISO 17025 standard, this validation was carried out in the GCA Lesieur Algeria tassala el merdja laboratory.

So let's talk about our sample analyzed Ketchup. Then we will explain the validation of a method and the principle of an R&R study.

Finally, we will present our work, the results obtained in detail while discussing these results, and we close with a general conclusion.

Briefly speaking, we carried out this study on 10 samples of Lesieur brand ketchup; we used two analysis methods, which are the Brix degree with a spectrophotometer and the flowability using a consistometer. The manipulation was carried out by 3 operators each operator measures the 10 samples and for each sample 3 repetitions, thus totaling 90 measurements. The results found are acceptable in relation to the reference percentages and show that our study is reliable; we obtained 11.68% for the R&R percentage of the Brix degree and 17.63% for the flowability, knowing that the reference percentages are:

- Less than 10%: excellent.
- 10% to 20%: good.
- 20% to 30%: marginal.
- More than 30%: unacceptable.

Our results are therefore good and our study can be validated and considered as a reference method for comparison with other analytical methods and for monitoring analyzes carried out in the laboratory and especially to distinguish the source of error between the operators, the measuring instrument and the part.

**Keywords:** ketchup, RetR method, iso 17025 standard, flowability, Brix

## ملخص

طريقة التحليل والتصميم هي عملية تهدف إلى إضفاء الطابع الرسمي على المراحل الأولية لتطوير النظام من أجل جعل هذا التطوير أكثر موثوقية وأكثر وفاء لاحتياجات العميل لضمان الجودة

في صناعة المواد الغذائية، نستخدم مجموعة متنوعة من الأساليب التحليلية ولكن يجب التحقق منها واعتمادها وفقاً للمعايير الدولية. اعتمد هذا العمل على التحقق من صحة دراسة تحليلية تستخدم على نطاق واسع من حيث القدرة والموثوقية. هذه هي دراسة R&R المعتمدة بمعيار ISO 17025 وقد تم هذا التحقق في مختبر لسيور الجزائر تسالة المرجة.

لذلك دعونا نتحدث عن نموذجنا بتحليل الكاتشب. ثم سنشرح التحقق من صحة طريقة ومبدأ دراسة R&R. وأخيراً، سنقدم عملنا والنتائج التي تم الحصول عليها بالتفصيل أثناء مناقشة هذه النتائج ونختتم باستنتاج عام. أجرينا هذه الدراسة على 10 عينات من كاتشب من العلامة التجارية لسيور. واستخدمنا طريقتين للتحليل وهما درجة Brix مع مقياس طيفي وقابلية التدفق. تم تنفيذ المعالجة من قبل 3 مشغلين يقيس كل عامل 10 عينات ولكل عينة 3 تكرارات، وبذلك يبلغ إجمالي القياسات 90. النتائج التي تم العثور عليها مقبولة فيما يتعلق بالنسب المئوية المرجعية وتبين أن دراستنا موثوقة، فقد حصلنا على 11.68٪ لنسبة R&R من درجة Brix و 17.63٪ لقابلية التدفق، مع العلم أن النسب المرجعية هي:

. أقل من 10٪: ممتاز

. من 10٪ إلى 20٪: جيد

. من 20٪ إلى 30٪: هامشي.

أكثر من 30٪: غير مقبول.

لذا فإن نتائجنا جيدة ويمكن التحقق من دراستنا واعتبارها طريقة مرجعية للمقارنة مع الطرق التحليلية الأخرى ولرصد التحليلات التي يتم إجراؤها في المختبر وخاصة لتمييز مصدر الخطأ بين المشغل. وجهاز القياس والجزء

**الكلمات الرئيسية:** كاتشب، طريقة R&R، معيار ISO 17025، قابلية التدفق، بريكس

|                        |  |
|------------------------|--|
| Remerciements          |  |
| Dédicace               |  |
| Résumé                 |  |
| Liste des figures      |  |
| Liste des tableaux     |  |
| Liste des abréviations |  |

## *Sommaire*

|  |    |
|--|----|
| • INTRODUCTION GENERALE.....                                 | 22 |
| I. Chapitre I : formulation d'une sauce alimentaire.....     | 25 |
| 1. Une sauce alimentaire : .....                             | 25 |
| 1.1. La Définition : .....                                   | 25 |
| 1.2. La classification : .....                               | 25 |
| 1.2.1. Selon la couleur : (les sauces mères).....            | 25 |
| 1.2.1.1. Les sauces chaudes blanches :.....                  | 26 |
| 1.2.1.1.1. <i>La béchamel</i> : .....                        | 26 |
| 1.2.1.1.2. <i>Les veloutes</i> : .....                       | 26 |
| 1.2.1.2. Les sauces chaudes rouges : .....                   | 26 |
| 1.2.1.2.1. <i>La sauce tomate</i> : .....                    | 26 |
| 1.2.1.2.2. <i>L'americaine</i> : .....                       | 26 |
| 1.2.1.3. Les sauces brunes : .....                           | 26 |
| 1.2.1.3.1. <i>Le fond brun lie</i> : .....                   | 26 |
| 1.2.1.3.2. <i>L'espagnole</i> : .....                        | 27 |
| 1.2.1.3.3. <i>La demi-glace</i> : .....                      | 27 |
| 1.2.2. Selon la texture : (les sauces émulsionnées) .....    | 27 |
| 1.2.2.1. Sauce émulsionnées chaudes : .....                  | 27 |
| 1.2.2.1.1. Les sauces émulsionnées instables chaudes .....   | 27 |
| ➤ <i>Le beurre blanc</i> : .....                             | 27 |
| 1.2.2.1.2. Les sauces émulsionnées stables chaudes : .....   | 28 |
| ➤ <i>La hollandaise</i> : .....                              | 28 |
| ➤ <i>La béarnaise</i> : .....                                | 28 |
| 1.2.2.2. Les sauces émulsionnées froides : .....             | 28 |
| 1.2.2.2.1. Les sauces émulsionnées instables froides : ..... | 28 |
| ➤ <i>La vinaigrette</i> : .....                              | 28 |
| 1.2.2.2.2. Les sauces émulsionnées stables froides : .....   | 28 |

|   |    |
|---|----|
| ➤ La mayonnaise : .....   | 28 |
| 2. Le cas de ketchup .....  | 28 |
| 2.1. Définition : .....   | 28 |
| 2.2. Historique du ketchup : .....  | 29 |
| 2.3. Le rapport ketchup/ santé : .....  | 30 |
| 2.4. Formulation d'une sauce ketchup industriel : .....   | 30 |
| 2.5. Propriétés physico-chimiques et sensorielles du ketchup .....  | 31 |
| 2.6. Contrôle qualité du ketchup : .....  | 31 |
| ➤ Le contrôle : .....   | 32 |
| 2.7. Contrôle physico-chimique : .....  | 32 |
| 2.8. Contrôle Microbiologique .....   | 32 |
| 2.9. Analyses sensorielles : .....  | 33 |
| 2.9.1. La couleur .....   | 33 |
| 2.9.2. La texture .....   | 33 |
| 2.9.3. Saveur et odeur.....   | 33 |
| II. Chapitre II : validation d'une méthode analytique.....  | 35 |
| 1. Validation d'une méthode : .....   | 35 |
| 2. Démarche de validation : .....   | 35 |
| 3. La répétabilité : .....  | 35 |
| 4. Méthode de reproductibilité et répétabilité (R&R) : .....  | 36 |
| 4.1. Définition de l'étude R&R : .....  | 36 |
| 4.2. L'objectif de l'étude R&R : .....  | 36 |
| 4.2.1 La Tolérance : .....  | 36 |
| 4.2.2 Objectifs : .....   | 36 |
| 4.3. Facteurs pouvant contribuer à la variabilité d'une mesure Y écart type : .....                                 | 37 |
| 4.4. Critères : .....   | 37 |
| 4.5. Définition de reproductibilité et la répétabilité : .....  | 37 |
| 4.5.1. Répétabilité (des résultats de mesurages) : .....  | 37 |
| 4.5.2. Reproductibilité (des résultats de mesurages) : .....  | 37 |
| 4.6. Méthode basée sur une étude de Répétabilité et Reproductibilité II.4.2.1.1. Principe de fonctionnement :<br>37 |    |
| 4.7. ZOOM sur le MSA : .....  | 38 |
| 4.8. L'étude statistique dans l'industrie : .....   | 38 |
| 5. Norme 17025 version 2017 : .....   | 39 |
| III. MATERIELS ET METHODES : .....  | 42 |
| 1. Présentation de l'établissement : Historique sur l'usine GCA(Lesieur) : .....                                    | 42 |
| 2. Lieu de travail : .....  | 43 |
| 2.1. Matériels utilisé : .....  | 43 |
| 2.2. Méthodes : .....   | 43 |
| 2.2.1. La coulabilité.....  | 43 |
| 2.2.1.1. But .....  | 43 |

|            |  |    |
|------------|--|----|
| 2.2.1.2.   | <i>Principe</i> .....  | 43 |
| 2.2.1.3.   | <i>Reference normative</i> .....   | 43 |
| 2.2.1.4.   | <i>Mode opératoire</i> .....   | 43 |
| 2.2.1.4.1. | Préparation de l'appareil .....  | 43 |
| 2.2.1.4.2. | Préparation de l'échantillon.....  | 45 |
| 2.2.1.4.3. | Mesure.....  | 45 |
| 2.2.1.4.4. | Expression des résultats .....   | 46 |
| 2.2.1.4.5. | Nettoyage .....  | 46 |
| 2.2.2      | Le Brix : .....  | 46 |
| I.2.2.1.   | But.....   | 46 |
| I.2.2.2.   | Principe .....   | 46 |
| I.2.2.3.   | Reference normative .....  | 46 |
| I.2.2.4.   | Mode opératoire .....  | 46 |
| I.2.3.     | Analyse statistique : .....  | 48 |
| I.2.3.1.   | Les études R&R (méthode ANOVA) :.....  | 48 |
| I.2.3.1.1. | Principe .....   | 48 |
| I.2.3.1.2. | Mode opératoire .....  | 48 |
| IV.        | Résultats et discussion.....   | 51 |
| IV.2.      | Résultat et discussion pour la coulabilité : .....   | 51 |
| 1.         | Interprétation des résultats principaux pour notre Etude de R&R .....  | 52 |
| 1.1.       | Etape 1 : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure. ....   | 53 |
| 1.2.1.     | Indications concernant l'utilisation des composantes de la variance :.....   | 53 |
| 1.2.2.     | Evaluation de l'instrumentation :.....   | 54 |
| 1.2.3.     | Composantes de la variance : .....   | 55 |
| 1.2.4.     | Interprétation des résultats concernant le % de variation d'étude (%VE) et le % contribution (de CompVar) :.....         | 55 |
| 1.2.       | Etape 2 : Examinassions des graphiques pour obtenir plus d'informations sur notre étude R&R de l'instrumentation : ..... | 55 |
| 1.2.1.     | Illustration des résultats des composantes de variation :.....   | 56 |
| 1.2.2.     | Carte R par opérateur : .....  | 56 |
| 1.2.3.     | Carte X barre par opérateur :.....   | 57 |
| 1.2.4.     | Graphique mesures en fonction des échantillons : .....   | 58 |
| 1.2.5.     | Graphique mesures par opérateurs : .....   | 58 |
| 1.2.6.     | Diagramme des interactions entre échantillons et opérateurs : .....  | 59 |
| 1.2.7.     | Conclusion pour la coulabilité.....  | 60 |
| IV.2.      | les résultats et interprétation pour le Brix : .....   | 61 |
| 1.         | Interprétation des résultats principaux pour notre Etude de R&R .....  | 63 |
| 1.1.       | Etape 1 : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure. ....   | 63 |
| 1.1.1.     | Evaluation de l'instrumentation :.....   | 64 |
| 1.1.2.     | Composantes de la variance : .....   | 64 |
| 1.1.3.     | Indications concernant l'utilisation des composantes de la variance :.....   | 65 |

|        |   |    |
|--------|---|----|
| 1.1.4. | Interprétation des résultats concernant le % de variation d'étude (%VE) et le % contribution (de CompVar) :.....        | 66 |
| 1.2.   | Etape 2 : Examinassions les graphiques pour obtenir plus d'informations sur notre étude R&R de l'instrumentation :..... | 66 |
| 1.2.1  | Graphe des composantes de variation : .....   | 66 |
| 1.2.2. | Carte R par opérateur : .....   | 67 |
| 1.2.3. | Carte X barre par opérateur :.....  | 68 |
| 1.2.4. | Graphique Mesures par pièce : .....   | 68 |
| 1.2.5. | Graphique Mesures par opérateur : .....   | 69 |
| 1.2.6. | Diagramme des interactions Opérateur par Pièce : .....  | 70 |
| 1.2.7. | Conclusion pour les résultats de brix .....   | 71 |
| •      | CONCLUSION GENERALE .....   | 73 |

## Liste des figures

|   |    |
|---|----|
| <b>Figure1 :</b> Flacon de ketchup.....   | 29 |
| <b>Figure2 :</b> Ajustement des deux vis d'un consistomètre Bostwick.....                     | 44 |
| <b>Figure3 :</b> Ajustement de la porte de consistomètre.....                                 | 44 |
| <b>Figure4 :</b> Remplissage d'échantillon dans le consistomètre.....                         | 45 |
| <b>Figure5 :</b> mesure de coulabilité.....   | 45 |
| <b>Figure6 :</b> l'obtention de résultat.....   | 46 |
| <b>Figure7 :</b> réglage et lecture du % de la matière sèche au niveau de refractomètre ..... | 47 |

## **LISTE DES ABREVIATIONS**

**AIAG** : Automotive Industry Action Group

**ANALYSES R&R** : Reproductibilité et Répétabilité

**ANOVA** : L'analyse de la Variance

**ANSES** : Agence Nationale de Sécurité Sanitaire de L'alimentation, de L'environnement et du travail

**EV** : Variation d'Etude

**GCA**: Groupe Condiments Algerie

**HACCP** : Hazard Analyses Critical Control Point

**ISO** : Organisation Internationale de Normalisation

**MSA** : Measurement System Analysis

**SPC** : Statistical Process Control ou maîtrise statistique des procédés

## LISTE DES TABLEAUX

|                   |  |    |
|-------------------|--|----|
| <b>Tableau 1</b>  | Les sauces mères selon la couleur.....                                       | 4  |
| <b>Tableau 2</b>  | Les sauces émulsionnées selon la texture.....                                | 6  |
| <b>Tableau 3</b>  | Application des equations.....   | 27 |
| <b>Tableau 4</b>  | Résultats de la coulabilité.....   | 30 |
| <b>Tableau 5</b>  | Les indications relatives à l'utilisation des composantes de la variance.... | 32 |
| <b>Tableau 6</b>  | Evaluation de l'instrumentation.....   | 33 |
| <b>Tableau 7</b>  | Composant de la variance.....  | 34 |
| <b>Tableau 8</b>  | Résultats de Brix.....   | 40 |
| <b>Tableau 9</b>  | Evaluation de l'instrumentation.....   | 43 |
| <b>Tableau 10</b> | Composante de la variance.....   | 43 |
| <b>Tableau 11</b> | Des references .....   | 44 |
| <b>Tableau 12</b> | Des references .....   | 44 |

# **INTRODUCTION GENERALE**

**Partie 1**  
**Synthèse bibliographique**

**CHAPITRE II :**  
**VALIDATION D'UNE METHODE**  
**ANALYTIQUE**

**PARTIE 2**  
**PARTIE EXPERIMENTALE**

**CHAPITRE**  
**RESULTATS ET DISCUSSION**

# **CONCLUSION**

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

## • INTRODUCTION GENERALE

En Algérie, le secteur de l'industrie agroalimentaire constitue un maillon important du Tissue industriel national du fait du rôle important qu'il joue dans l'économie du pays, Particulièrement en ce temps de crise ou la politique nationale s'oriente de plus en plus vers le développement et l'accroissement de ce secteur clé.

Aujourd'hui, les consommateurs sont de plus en plus exigeants en matière de goût, de couleur, de texture... Ils cherchent des produits bénéfiques pour la santé mais aussi des aliments qui ont du goût, une couleur attirante, et qui se conservent longtemps.

Parmi les préparations alimentaires une des plus demandé est le Ketchup.

Le ketchup est un condiment populaire, habituellement élaboré à partir de sauce tomate, de vinaigre et de sucre.

Pour assurer la qualité il faut passer par des étapes essentielles, il y a une grande relation entre la validation des méthodes analytiques et la conformité des produits, alors la validation analytique d'une méthode correspond à l'étude de plusieurs critères de validation définis ci-après.

La spécificité ou sélectivité d'une procédure analytique est sa capacité à permettre l'évaluation univoque de la substance à analyser en présence d'autres composés potentiellement présents, autrement dit l'application d'une étude statistique sera mieux pour suivre les résultats et pour analyser la variété des résultats et trouver la source de l'erreur.

Notre travail a pour objectif de : en général c'est pour identifier les problèmes liés à un système de mesure à l'aide d'une analyse R&R, et vérifier l'adéquation d'un système de mesure pour assurer la capabilité et la fiabilité

Notre travail a pour objectif de : en général c'est pour identifier les problèmes liés à un système de mesure à l'aide d'une analyse R&R, et vérifier l'adéquation d'un système de mesure pour assurer la capabilité et la fiabilité

Le choix porté sur dix échantillons de ketchup de la marque Lesieur.

Ce manuscrit se divise en trois volets :

Le premier est une synthèse bibliographique structurée en deux chapitres

Chapitre 1 : formulation d'une sauce alimentaire

Chapitre 2 : validation d'une méthode analytique

Le deuxième est la partie expérimentale composée de deux chapitres :

Chapitre 1 : matériel et méthodes

Chapitre 2 : Résultats et discussion

Le troisième représente la conclusion générale.

# **Partie 01**

## **Synthèse bibliographique**

## I. Chapitre I : formulation d'une sauce alimentaire

### 1. Une sauce alimentaire :

#### 1.1.La Définition :

Une sauce est une préparation culinaire liquide ou semi-liquide destinée à accompagner une autre préparation. Une sauce est une préparation dont la cuisson ou la préparation est indépendante du plat qu'elle accompagne. En cuisine française, dans la composition d'une sauce, entrent en général un liquide, un corps gras et des condiments ou des épices. Les gastronomes soulignent qu'une sauce doit mettre en valeur le plat qu'elle accompagne. De nombreuses sauces sont basées sur le roux, une préparation destinée à lier ou épaissir une sauce. (Anonyme.1)

#### 1.2.La classification :

Ce sont des préparations plus ou moins épaisses et onctueuses, composées d'un ou de plusieurs composants (jus, fond, bouillon, corps gras liquide, etc.) et d'une ou plusieurs liaisons. (Blasco.2008)

##### 1.2.1. Selon la couleur : (les sauces mères).

Cette classification des sauces est selon la couleur de ces sauces. Elles sont appelées aussi sauces de base, sont des sauces qui peuvent se décliner presque à l'infini par l'ajout d'un ingrédient tels que les herbes, épices, fromage, légumes, condiments. Exemples : sauce blanche, rouges, brunes... (Voir tableau1). (Anonyme.2)

**Tableau 1** : Les sauces mères selon la couleur. (Anonyme.2)

|                        |  |
|------------------------|--|
| Sauce chaudes blanches | <ul style="list-style-type: none"><li>• La béchamel</li><li>• Les veloutés</li></ul>                             |
| Sauce chaudes rouges   | <ul style="list-style-type: none"><li>• La sauce tomate</li><li>• L'américaine</li></ul>                         |
| Sauce brunes           | <ul style="list-style-type: none"><li>• Le fond brun lié</li><li>• L'espagnole</li><li>• La demi-glace</li></ul> |

### **1.2.1.1. Les sauces chaudes blanches :**

#### **1.2.1.1.1. *La béchamel* :**

La sauce béchamel ou béchamel est une sauce blanche française, préparée à partir d'un roux (mélange de farine et de beurre) cuit avec du lait ou de la crème. Il s'agit d'une sauce mère utilisée dans beaucoup de recettes et qui sert de base à d'autres sauces. **(Anonyme.3)**

#### **1.2.1.1.2. *Les veloutes* :**

C'est une sauce que selon le fond employé dans sa préparation, elle se classe comme veloute de veau, d'oiseaux et de poisson quand elle soit liée. Les ingrédients sont semblables à ceux de la béchamel, avec l'unique différence de substituer le lait par le fond. Faire un roux, ajouter le fond, remuer, assaisonner et cuire pendant 1 heure à feu doux.

Utilisent du poulet, du poisson ou un autre bouillon blanc comme base et sont épaissis avec un roux ou une liaison (jaune d'œuf et crème). Des exemples de sauces secondaires faites avec un veloute incluent des sauces aux champignons, des currys, des sauces aux herbes ou une sauce au vin blanc. Les sauces veloute sont souvent servies avec des plats plus légers comme les légumes, le poisson, les pâtes ou la volaille. **(Anonyme.3)**

### **1.2.1.2. Les sauces chaudes rouges :**

#### **1.2.1.2.1. *La sauce tomate* :**

Sauce mère très souvent utilisée en cuisine pour accompagner les pâtes, les gnocchis, les haricots secs, les lentilles, les beignets et les fritots << Orly >>

La sauce tomate accompagne nombre de plats. C'est une préparation nécessaire à certains mets, tels que les pâtes à la bolognaise et la plupart des pizzas. **(Anonyme.3)**

#### **1.2.1.2.2. *L'americaine* :**

Est une sauce typique de la gastronomie française. Elle s'utilise avec diverses préparations de viandes ou de poissons, sur du homard ou des langoustes. Appelée également sauce armoricaine du côté de la Bretagne ou elle couramment proposée avec des crustacés. **(Anonyme.3)**

### **1.2.1.3. Les sauces brunes :**

#### **1.2.1.3.1. *Le fond brun lie* :**

Ce sont des préparations de base liquides, sans liaison, permettant de réaliser la plupart des sauces <<mère >> chaudes. Ils sont obtenus en pochant départ eau froides (expansion) des

éléments de base qui détermineront leur nature, et une garniture aromatique et sans assaisonnement. **(Anonyme.3)**

### 1.2.1.3.2. L'espagnole :

C'est une sauce mère brune, chaude, préparée à partir d'un fond brun cuit avec une mirepoix et lard bien colorés, du vin rouge et liée d'un roux brun foncé. (La mirepoix est retirée au moment d'utiliser cette sauce) passer au chinois. **(Anonyme.3)**

### 1.2.1.3.3. La demi-glace :

C'est une sauce réduite réalisée à partir d'un fond brun, généralement de veau et parfois de bœuf, qui tire sa texture gélatineuse de la moelle des os utilisés dans le fond brun et sa couleur de la caramélisation des viandes et des os préalablement au mouillage. La demi-glace sert de base pour de nombreuses sauces. **(Anonyme.4)**

## 1.2.2. Selon la texture : (les sauces émulsionnées)

Des sauces émulsionnées chaudes ou froides, stable ou non, sont classées selon ses textures.

Les sauces émulsionnées : une émulsion est le mélange de deux phases qui ne se mélangent pas. Normalement ces deux phases qui ne sont pas miscibles. (Voir tableau 2).

Le tableau ci-dessus montre le différent type de sauce émulsionnée.

**Tableau n 2 : les sauces émulsionnées selon la texture (Anonyme.4)**

|                            |   |                                    |
|----------------------------|---|------------------------------------|
| Sauce émulsionnées chaudes | Les sauces émulsionnées instables chaudes | ➤ Le beurre blanc                  |
|                            | Les sauces émulsionnées stables chaudes   | ➤ La hollandaise<br>➤ La béarnaise |
| Sauce émulsionnées froides | Les sauces émulsionnées instables froides | ➤ La vinaigrette                   |
|                            | Les sauces émulsionnées stables froides   | ➤ La mayonnaise                    |

### 1.2.2.1. Sauce émulsionnées chaudes :

#### 1.2.2.1.1. Les sauces émulsionnées instables chaudes

##### ➤ Le beurre blanc :

Le beurre blanc appelé aussi parfois "beurre nantais" est une sauce à base de réduction de vinaigre, et d'échalotes dans laquelle on introduit du beurre en morceaux.

On peut parfumer un beurre blanc en lui ajoutant des herbes fraîches (ciboulette, aneth, cerfeuil...) des épices (curry, badiane, paprika...), des purées de légumes (poivrons, tomates, fenouils, brocoli...) ou même du Noilly ou du jus de truffes. **(Anonyme.4)**

#### **1.2.2.1.2. Les sauces émulsionnées stables chaudes :**

##### ➤ La hollandaise :

Est une sauce riche et crémeuse qui utilise le beurre comme base et qui est épaissie grâce à la science des émulsions. Les sauces hollandaises sont souvent aromatisées avec des grains de poivre, de Cayenne, de citron ou de vinaigre et peuvent être transformées en sauces secondaires comme la maltaise, la mousseline ou la béarnaise. **(Anonyme.4)**

##### ➤ La béarnaise :

La béarnaise a le même principe de fabrication que la hollandaise à la différence que l'on monte les jaunes sur réduction composée d'échalotes, de mignonnette, de vinaigre et d'estragon. **(Anonyme.4)**

#### **1.2.2.2. Les sauces émulsionnées froides :**

##### **1.2.2.2.1. Les sauces émulsionnées instables froides :**

##### ➤ La vinaigrette :

C'est une sauce froide à base d'huile, de vinaigre, de diverses herbes (persil, ciboulette, etc.) Salée et poivrée, qui sert à assaisonner. **(Anonyme.4)**

##### **1.2.2.2.2. Les sauces émulsionnées stables froides :**

##### ➤ La mayonnaise :

Est une sauce froide à base d'huile émulsionnée dans un mélange de jaune d'œuf et de vinaigre, ou de jus de citron. **(Anonyme.4)**

## **2. Le cas de ketchup**

### **2.1. Définition :**

Le ketchup est une sauce végétale produite à partir du concentré de tomate, sucre, vinaigre, sel, et les différentes épices. Le ketchup est un produit populaire qui est de plus en plus consommé en Algérie. Il est employé avec différentes nourritures parce qu'il améliore leur goût. Le ketchup classique est une sauce pauvre en matière grasse, légèrement acidulé, idéale pour assaisonner tous les plats.

Le ketchup est une suspension hétérogène, ou entre autre des agents épaississants, sont habituellement utilisés dans sa formulation. Ceux-ci fournissent une texture visqueuse, cohérente, et stable.

Vu la consommation croissante du ketchup, les nouvelles formulations avec des ingrédients plus nutritifs est d'actualité. Pour être compétitif sur le marché mondial, ce produit Comme les autres est soumis à une innovation continue. L'un des paramètres d'innovation Étant la qualité sensorielle ; dans le sens où la majorité des consommateurs jugent cet aspect Primordial dans leurs choix. **(Berthouzoz, J., 2009).**

## 2.2. Historique du ketchup :

Plusieurs théories existent sur l'origine du mot ketchup, nous avons choisi de rapporter celle qui est la plus répétée. L'origine du ketchup, remonterait au 18<sup>ème</sup> siècle. A cette époque, les Chinois utilisaient depuis longtemps, de la sauce fermentée « Ké Tsiap » Pour agrémenter leurs plats. Cette sauce était réalisée à partir du jus de poisson conservé ; **(DECOSTERD, S., 2009).**

Elle est ensuite arrivée jusqu'en Malaisie où elle était appelée « Kecap » prononcé «ketchap», ce qui signifie bromure de poisson. Cette sauce relevée et épicée ne contenait aucune tomate, encore inconnue en Chine, à cette époque. Des anglais rapportèrent d'un voyage en Orient cette même sauce et y ajoutèrent de la tomate, des champignons et du sucre, afin d'adapter cette découverte à leur palais. Plus tard, les colons britanniques introduisirent la sauce en Amérique. C'est ainsi que naquit le ketchup que le monde actuel connaît. Ce n'est qu'à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle, qu'un dénommé Henri John Heinz commença à produire le ketchup en série. **(DECOSTERD, S., 2009).**

Heinz est le leader incontestable des producteurs de ketchup, faisant partie des marques emblématiques pour les Américains, qui sont fidèles à sa recette, gardée secrète depuis 140 ans. Depuis sa création, la marque de Henry John Heinz conserve la même composition du ketchup et le même design, à l'exception de certaines améliorations occasionnelles. En 1869, Henry John Heinz crée son premier commerce de produits alimentaires. Il y vend du raifort, substitut de la moutarde, dans des bouteilles en verre. La décennie suivante, il lance son ketchup avec plus de tomates mûries et de vinaigre, recette inchangée jusqu'aujourd'hui. Vers la fin des années 1880, Henry John Heinz introduit sa marque en Europe, plus particulièrement à Londres, où il rencontre un fort succès. **(DECOSTERD, S.2009).**



**Figure 1 : flacon de ketchup**

### 2.3. Le rapport ketchup/ santé :

Le ketchup est fait essentiellement à partir de tomates dont les principaux à tous nutritionnels sont sa richesse en vitamine C et en lycopène, un caroténoïde (un pigment naturel) qui donne cette fameuse couleur rouge à la tomate. Celui-ci a l'avantage d'être un puissant antioxydant. Autre points positifs : le ketchup contient, en règle générale, peu de graisses et apportant un faible nombre de calories (environ 110 calories pour 100 grammes), ce qui en fait un condiment moins calorique que la mayonnaise ou la moutarde.

Enfin, les ketchups ne contiennent pas de conservateur additionnel conformément à la législation qui interdit la présence de conservateurs dans le ketchup (la présence de conservateurs est d'ailleurs rendue inutile grâce à la présence du condiment acide), ni de colorant car la tomate comporte naturellement des colorants : le fameux lycopène (**Rao, A-W et al. 1998**).

Cela dit, à cause de sa richesse en sucres. En effet, 100 grammes de ketchup comprennent 25 grammes de sucre. Le ketchup est un produit à surveiller et à consommer avec modération. Ainsi, lorsqu'une noisette de ketchup est mise dans une assiette (environ 20 grammes), cela correspond à 5 grammes de sucre (l'équivalent d'un morceau de sucre).

### 2.4. Formulation d'une sauce ketchup industriel :

La fabrication du ketchup est un processus simple, qui consiste à mixer tous les ingrédients composant la recette puis à pasteuriser le mélange obtenu, avant de le conditionner. Une pasteurisation adéquate du produit est l'étape critique qui doit assurer l'absence de germes végétatifs pathogènes et réduire le nombre d'organismes capable d'altérer le produit.

De ce fait, la température et le temps de pasteurisation sont les paramètres critiques à surveiller, afin d'assurer un traitement thermique efficace et garantir ainsi la sécurité du consommateur. Peu de chiffre et d'informations sont communiqués à propos de ce produit. Cette sauce est consommée par un large pourcentage de la population, bien que dans l'idéologie populaire, elle soit souvent associée à la restauration rapide. (**Berthouzoz, J., 2009**).

Les tomates sont récoltées un peu partout dans le monde entre la fin du mois de juillet et le mi- septembre période durant laquelle elles arrivent à maturité optimale pour la récolte. Les tomates sont triées lors de la récolte selon leur taille et leur maturité, puis elles sont transportées à l'usine de fabrication de concentré. Là, elles sont triées une deuxième fois en fonction de leur couleur, du taux d'acidité, de matière sèche, etc.

La matière de base du ketchup est le concentré de tomate, qui permet de fabriquer du ketchup tout au long de l'année. Ce concentré est obtenu par chauffage puis évaporation, puis envoyé aux usines de fabrication. A leur arrivée à l'usine les sacs de concentré de tomate sont vidés de leur

contenu. Les concentrés ensuite dilués avec de l'eau sont ensuite additionnés des différents ingrédients, tel que le sucre, le sel, le vinaigre et les épices dans une cuve à mixer.

Le mélange d'épices est ajouté au ketchup, une fois le mélange effectué. Puis le ketchup est chauffé à 85°C pendant 5 minutes pour ne pas perdre les qualités nutritionnelles de la tomate puis le ketchup est mis en bouteilles, les bouchons vissés hermétiquement. Le ketchup peut se conserver (non ouvert) pendant plusieurs mois. Puis les bouteilles sont étiquetées, le ketchup est goûté et contrôlé selon des critères de qualité très stricts. Les flacons de ketchup sont emballés par colis, qui partent afin d'être palettisés et stockés. **(Berthouzoz, J., 2009)**.

## 2.5. Propriétés physico-chimiques et sensorielles du ketchup

Les propriétés de texture des ketchups peuvent être déterminées par des techniques instrumentales aussi bien que l'analyse sensorielle, tandis que, les deux méthodes ont leurs avantages et inconvénients et se complètent. Les méthodes instrumentales employées pour décrire les propriétés sensorielles sont objectives, qu'on peut répéter, et dans le cas des mesures de texture également tout à fait rapide. L'analyse sensorielle est plus longue et ainsi plus chère, mais elle laisse déterminer la nature la plus acceptable du produit pour le consommateur.

Dans quelques matrices de nourriture, après vérification de la corrélation de la méthode instrumentale choisie avec des résultats sensoriels d'analyse, il est possible de décrire la gamme des valeurs mesurées au moyen d'un instrument qui seront acceptées par des consommateurs.

La vue sur différentes propriétés et leur description diffère légèrement. La texture des produits alimentaires comme le ketchup est généralement la manifestation sensorielle et fonctionnelle de leurs propriétés structurales, mécaniques, et extérieures détectées par les sens de la vision, et du contact.

La viscosité, en termes de propriétés physiques mesurables au moyen d'un instrument, décrit le débit produit par l'unité de la force. Dans le cas de l'analyse sensorielle, la viscosité est définie comme force requise pour transférer le liquide à partir d'une cuillère à sa langue **(Varela et al. 2003)**.

## 2.6. Contrôle qualité du ketchup :

Le contrôle de qualité est un aspect de la gestion de la qualité.

### ➤ **Le contrôle :**

Est une opération destinée à déterminer, avec des moyens appropriés, si le produit (services, documents, code source) contrôlé est conforme ou non à ses spécifications ou exigences préétablies et incluant une décision d'acceptation, de rejet ou de retouche.

### **2.7. Contrôle physico-chimique :**

Contrôle physico-chimique aura pour rôle de vérifier la structure de la molécule et d'établir ses propriétés physiques et chimiques. Il a pour but de vérifier que dans un produit déterminé, il Ya bien la substance annoncée (analyses qualitatives, réaction d'identification...)

Le contrôle physicochimique est réalisé en mesurant les différents paramètres (Température, humidité, teneur en matière grasse, coulabilité. taux de sucre, pH...).

### **2.8. Contrôle Microbiologique**

La maîtrise de la qualité microbiologique (hygiénique obligatoire et marchande souhaitée par le fabricant mais aussi le consommateur) passe par un ensemble de démarches qui vont du contrôle des matières première brutes, en cours de transformation ou de l'aliment fini, aux pratiques de bonnes fabrications en passant par l'identification des principaux points Critique du système de production / distribution, le plus souvent par une démarche HACCP (Hazard Analyses Critical Control Point).

Ces analyses prennent aujourd'hui largement de places dans la plupart des usines et des réseaux de distribution et permettent, par la réalisation de contrôle judicieux, une bonne évaluation de la qualité et une mise en évidence d'éventuelles contaminations, les actions correctives qui en découlent sans pour autant trop alourdir les charges.

Le contrôle microbiologique de routine d'un produit alimentaire solide ou liquide consiste Le plus souvent, en absence d'information sur l'éventuelle implication de ce produit à une maladie infectieuse, une toxi-infection ou une intoxication, en :

- Un contrôle de stérilité pour des produits soumis à des traitements antimicrobiens de stabilisation (température, additifs, etc.).
- Une estimation du nombre de contaminants (flore aérobie mésophile totale, Coliformes, anaérobies sulfito-réducteurs) ou leur détection, identification (salmonella, Listeria etc...).

Ce contrôle est actuellement long (plusieurs jours), ce qui implique souvent de stocker le produit en attendant la réponse (impossible pour les produits très Périssables).

De diffuser le produit sans connaître SA qualité bactériologique avec tous les risques qu'il comporte. (JEANTET, R., 2006).

## 2.9. Analyses sensorielles :

L'analyse sensorielle est extrêmement importante dans la fabrication d'un ketchup, car elle permet l'arrangement de beaucoup d'aspects, tels que l'intensité de douceur d'un composé par rapport au sucrose, profil typique de goût dans différents produits alimentaires, acceptabilité chez le consommateur et ainsi de suite.

### 2.9.1. *La couleur*

La couleur joue un rôle important dans l'évaluation de la qualité d'un aliment. La couleur est souvent liée à la maturité, à la présence d'impuretés, à la mise en œuvre appropriée ou défectueuse d'un traitement technologique, à de mauvaises conditions d'entreposage et à un début de détérioration par les microorganismes.

### 2.9.2. *La texture*

Comme la couleur, la texture d'un aliment dépend en partie de l'observateur, le mot texture désigne ce que l'homme perçoit ou mesure des éléments structuraux présents dans l'aliment lorsque ceux-ci subissent des déformations mécaniques.

Les sensations qui se manifestent lors de cette perception sont celles du toucher, de la position.

Cette perception se fait d'abord par :

- 1- La main
- 2- La bouche

La texture détermine souvent l'acceptation ou le refus de l'aliment par le consommateur.

Les aliments d'après leurs textures sont classés comme suit :

- Liquide de viscosité plus ou moins forte.
- Gel, généralement plastique, parfois élastique de consistance plus ou moins faible, ou fondant à la température de la bouche (gel d'amidon, gélatine, Xanthane).
- Aliment sec (biscuit, friable...etc.).

### 2.9.3. *Saveur et odeur*

La saveur et l'arôme des aliments résultent de la stimulation simultanée par un très grand nombre des constituants des aliments, des récepteurs situés dans la bouche et de la cavité nasale.

La sensibilité aux quatre saveurs dites de base : le salé, sucré, acide et amer est plus ou moins importante selon les zones de la langue. **(Zouari et al. (2012)).**

**CHAPITRE II :**  
**VALIDATION D'UNE METHODE ANALYTIQUE**

## II. Chapitre II : validation d'une méthode analytique

### 1. Validation d'une méthode :

Selon la norme NF EN ISO / CEI 17025, il s'agit de la « confirmation par examen et l'apport de preuves objectives du fait que les exigences particulières en vue d'une utilisation prévue déterminée sont remplies ». En fait, selon la norme U47-600-1, cette confirmation « consiste à comparer les valeurs des critères de performance déterminées au cours de l'étude de caractérisation de la méthode à celles attendues ou assignées au préalable (limites d'acceptabilité, objectifs à atteindre), puis à déclarer la méthode d'analyse valide ou non valide.

### 2. Démarche de validation :

La validation d'une méthode d'analyse correspond à une reconnaissance de son aptitude à satisfaire à l'usage attendu en routine. Elle s'effectue en confrontant des valeurs observées de ses caractéristiques de performance avec les valeurs des critères de validation pour les conditions dans lesquelles la méthode est utilisée. Le cas échéant, les caractéristiques de mise en œuvre pourront également être prises en compte pour la validation d'une méthode.

La démarche de validation repose donc sur 3 grandes étapes :

- la définition des critères de validation, ou caractéristiques de performance ciblées, en tant que traduction de l'expression des besoins du client/prescripteur ;
- la caractérisation de la méthode ;
- la validation stricto sensu.

### 3. La répétabilité :

La répétabilité est définie par les conditions de répétabilité qui regroupent les facteurs intra-séries (mêmes conditions opératoires, dont même technicien, et court intervalle de temps entre les répétitions). Il est nécessaire d'avoir des répétitions par niveau pour identifier et quantifier les sources d'erreur. Le nombre de répétitions minimal par niveau est de 2, mais il peut être porté à 3 si le nombre de niveaux étudiés est faible.

## 4. Méthode de reproductibilité et répétabilité (R&R) :

### 4.1. Définition de l'étude R&R :

La répétabilité et la reproductibilité, couramment appelées R&R, est une méthode statistique utilisée dans le contrôle de processus (SPC) pour mesurer la précision et la variation présentes dans un appareil de mesure et l'efficacité de l'instrument qui en découle pour l'utiliser comme instrument de mesure. Comme le nom l'indique, la valeur R&R comporte deux composants, la répétabilité liée à la capacité de l'appareil proprement dit à produire des résultats homogènes (précision) lors d'essai répétitifs selon la même méthode, et la reproductibilité ou capacité de l'appareil à fournir des résultats répétés, quel que soit l'opérateur réalisant l'essai (variation entre les opérateurs).

### 4.2. L'objectif de l'étude R&R :

L'objectif d'une étude de répétabilité et de reproductibilité (R&R) consiste à déterminer le niveau de tolérance du processus utilisé par la variation d'un instrument d'essai de dureté (également appelé variation de l'équipement ou répétabilité) et parmi les opérateurs (également appelé variation de l'évaluateur ou reproductibilité). Lorsque la combinaison de ces sources (répétabilité et reproductibilité ou R&R) mobilise une part importante de la tolérance du processus, un opérateur ne peut pas avoir la certitude de mesurer la dureté d'une pièce ou de simplement générer des valeurs aléatoires. Pour que le contrôle de processus statistique (SPC) fonctionne efficacement, la variation combinée doit être inférieure à 10 pour cent de la tolérance du processus ( $< 10\%$  R&R).

#### 4.2.1 La Tolérance :

L'aspect tolérance du processus dans le calcul est relativement simple : il est directement issu de la spécification technique de dureté de la pièce (par exemple, une pièce nécessitant une dureté de 42 à 48 HRC présente une tolérance totale de 6 points). À noter que le calcul de R&R n'est pertinent que dans le contexte de la tolérance du processus, comparer par exemple la variation de la machine et de l'opérateur à la tolérance d'un étalon ne signifie rien, car cela ne fournit aucune indication sur la capacité de la machine à mesurer des pièces réelles. Les tolérances d'étalon servent à assurer la précision de la machine, mais pas sa répétabilité. **(anonyme.5)**

#### 4.2.2 Objectifs :

- quantifier contribution (absolue, relative) de chaque facteur avec des écarts types / indices
- détecter la variabilité entre les produits

- décider si le processus de mesure (appareil) doit être amélioré

#### 4.3. Facteurs pouvant contribuer à la variabilité d'une mesure Y écart type :

Variabilité humaine : opérateur à opérateur

Variabilité unités mesurées : pièce à pièce / lot-à-lot.

Variabilité répétition = erreur de mesure de l'appareil.

Variabilité temporelle : heure à heure, jour à jour.

#### 4.4. Critères :

Qualification du processus de mesurage en fonction des tolérances %R&R tolérance décision :

- moins de 10% ...excellent
- 10% à 20 % ... bon
- 20% à 30% ... marginal
- plus de 30 % ... inacceptable

#### 4.5. Définition de reproductibilité et la répétabilité :

Généraux de Définitions obtenues de la norme intitulée : « Vocabulaire international des termes fondamentaux et métrologie » :

##### 4.5.1. Répétabilité (des résultats de mesurages) :

Étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs du même mesurande, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure.

##### 4.5.2. Reproductibilité (des résultats de mesurages) :

Étroitesse de l'accord entre les résultats de mesurages du même mesurande, mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesures.

#### 4.6. Méthode basée sur une étude de Répétabilité et Reproductibilité II.4.2.1.1. Principe de fonctionnement :

Selon le GUM, une estimation de l'incertitude peut être effectuée uniquement à partir de résultat de mesure provenant de l'utilisation de toutes les possibilités de mesures (instruments, méthodes, conditions de mesure). Cette recherche statistique exhaustive permettrait de connaître exactement l'incertitude liée à un type de mesure. Cette configuration est irréalisable dans le contexte industriel actuel, étant donné le coût de mise en œuvre.

En s'inspirant de ce concept, on peut quantifier la fidélité d'un processus de mesure en estimant la Répétabilité et la Reproductibilité suite aux manipulations de deux opérateurs au minimum. Cette estimation de la fidélité complétée par une estimation de la justesse donnerait une estimation assez réaliste de l'incertitude du processus de mesure étudié.

Le traitement de ces données sont effectuées selon la méthode intitulée « Range and Average Method » (Méthode des écarts et des moyennes) extraite du MSA (voir encadré ci-dessous). D'après cette référence, la reproductibilité peut être évaluée en la réduisant uniquement au changement d'opérateur, les paramètres extérieurs restant inchangés (température et pression du local de mesure, instrument de mesure...)

Cette méthode est utilisée en substitution de la méthode de comparaison inter laboratoire développée par la norme NF ISO 5725 intitulée : « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesures » qui obtient des résultats certainement plus fiables mais dont la lourdeur et la difficulté de mise en place, rendent difficile à appliquer au sein d'un laboratoire d'essais mécanique industriel.

#### 4.7. ZOOM sur le MSA :

Le MSA contraction de : « Measurement System Analysis » est un document rédigé par l'organisation AIAG (organisation américaine regroupant entre autres les constructeurs automobile Chrysler, General Motors et Ford).

C'est un manuel de référence pour les analyses de système de mesure. Ce document n'est pas une norme internationale mais une directive. Il rassemble des méthodes statistiques permettant des analyses des moyens de mesure dans plusieurs cas de figures (mesures par attributs, mesures destructives...). Tout cela étant développé dans un esprit de compréhension du fonctionnement du processus de mesure étudié et d'amélioration continue. (**Groupe de travail MSA**

**(D.Benham, P.Cvetkovski, M.Down), Measurement System Analysis, 3<sup>ème</sup> édition, 2002)**

#### 4.8. L'étude statistique dans l'industrie :

1. La statistique industrielle est une discipline scientifique : elle développe des méthodes quantitatives et des règles pour la conduite d'études et la prise de décision dans l'entreprise et les organisations.
2. La statistique est une discipline méthodologique
3. C'est une erreur grave de considérer la statistique industrielle (et la statistique tout court) comme une branche des mathématiques.
4. La statistique industrielle a des relations fortes avec d'autres disciplines : économie, management, philosophie science.

5. La statistique industrielle fournit des outils essentiels pour la compréhension des systèmes de conception et de fabrication de produits et services.
6. La maîtrise des outils statistiques et de la pensée statistique est importante à un grand nombre de personnes : gestionnaires, ingénieurs, mercatique,....

## **5. Norme 17025 version 2017 :**

Validation des méthodes.

Le laboratoire doit valider les méthodes non normalisées, les méthodes développées par le laboratoire et les méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu, ou autrement modifiées. La validation doit être aussi étendue que l'impose la réponse aux besoins pour l'application ou le domaine d'application donné.

NOTE 1 : La validation peut également porter sur des procédures pour l'échantillonnage, la manutention et le transport des objets d'essai ou d'étalonnage.

NOTE 2 : Il est possible d'employer une technique ou une combinaison des techniques suivantes pour valider les méthodes:

- a) étalonnage ou évaluation du biais et de la fidélité à l'aide d'étalons de référence ou de matériaux de référence;
- b) évaluation systématique des facteurs ayant une influence sur le résultat;
- c) mise à l'épreuve de la robustesse des méthodes en faisant varier les paramètres maîtrisés tels que la température d'incubation, le volume distribué, etc.;
- d) comparaison des résultats obtenus avec d'autres méthodes validées;
- e) comparaisons interlaboratoires;
- f) évaluation de l'incertitude de mesure des résultats sur la base d'une connaissance des principes théoriques de la méthode et d'une expérience pratique de la performance de la méthode d'échantillonnage ou d'essai.

- Lorsque des modifications sont apportées à une méthode validée, les incidences des modifications introduites doivent être déterminées et, s'il a été constaté qu'elles ont compromis la validation d'origine, une nouvelle validation de méthode doit être effectuée.

- Les caractéristiques de performance des méthodes validées telles qu'estimées en vue de l'emploi prévu, doivent correspondre aux besoins du client et être conformes aux exigences spécifiées.

NOTE Les caractéristiques de performances peuvent comprendre, sans toutefois s'y limiter, l'intervalle de mesure, l'exactitude, l'incertitude de mesure des résultats, les limites de détection, la limite de quantification, la sélectivité de la méthode, la linéarité, la répétabilité ou reproductibilité, la robustesse par rapport à des influences extérieures ou la sensibilité croisée aux interférences provenant de la matrice de l'échantillon ou de l'objet d'essai, ainsi que le biais.

- Le laboratoire doit conserver les enregistrements de validation

suivants: a) la procédure de validation utilisée;

b) la spécification des exigences;

c) la détermination des caractéristiques de performance de la méthode;

d) les résultats obtenus;

e) une déclaration relative à la validité de la méthode, donnant des précisions sur son aptitude à l'emploi prévu.

**Partie 2**  
**Partie expérimentale**

## Chapitre 1

### III. MATERIELS ET METHODES :

#### 1. Présentation de l'établissement : Historique sur l'usine GCA(Lesieur) :

Lesieur est une entreprise agroalimentaire française créée en 1908 et aujourd'hui acteur majeur de la production et de la commercialisation d'huiles et de sauce alimentaire.

Les produits de cette marque sont commercialisés par l'entreprise du même nom, qui appartient au groupe saipol. Le groupe saipol-Lesieur est contrôlé par Avril (anciennement sofiroteol), l'établissement financier de la filière des huiles et protéines végétale, en partenariat avec le groupe international Bunge, leader mondial de la transformation des graines oléagineuse.

C'est en 1908 que Georges Lesieur crée la société « Georges Lesieur et ses fils ». Son logo, aux quatre losanges rouge, symbolise l'union de George Lesieur et de ses 3 fils.

Comme le lait, l'huile était, avant Lesieur, vendue en vrac au tonneau et versée dans un récipient apporté par le client. En déposant sa marque en 1923, George Lesieur crée un nouveau marché : celui de l'huile embouteillée consignée, garantie par sa pureté, son origine et son mode de fabrication.

Un siècle après sa naissance, la société Lesieur est aujourd'hui un acteur majeur du marché des huiles et sauce en France.

Lesieur contrôle l'ensemble de ses huiles et ses sauces à travers la filière : achat de la matière première, la production et le conditionnement. Cette maîtrise totale de l'ensemble des étapes de fabrication permet d'offrir au consommateur les meilleures garanties de qualité.

Depuis plus de 40 ans, Lesieur recherche et innove dans le domaine de la santé et de la nutrition.

Un trio d'expert (un chef cuisinier, un médecin nutritionniste et une diététicienne) travaille en étroite collaboration avec les équipes de recherche et développement Lesieur pour accompagner tous les projets d'innovation et d'optimisation.

Elle croit fermement aux principes du développement durable comme un facteur de progrès pour l'entreprise et pour les hommes et a donc décidé d'intégrer cette démarche pour accompagner son développement en préservant l'environnement et en respectant ses valeurs et principes éthiques.

**(Anonyme.)**

## 2. Lieu de travail :

Lors de la présente étude, tous les analyses ont effectuées au niveau du laboratoire physico-chimique a l'entreprise GCA Lesieur tessala elmerdja qui a été installé en 2017

### 2.1. Matériels utilisé :

- Réfractomètre d'Abbe
- Consistomètre de Bostwick
- Pot de prélèvement
- Pipette
- Spatule
- Equipements (gant, blouse, charlotte, chaussette jetable...)

### 2.2. Méthodes :

#### 2.2.1. La coulabilité

##### 2.2.1.1. *But*

La détermination de la consistance d'une sauce ketchup (méthode au consistomètre de Bostwick) **N.B** : la consistance d'un produit est mesurée en évaluant sa résistance à l'écoulement dans des conditions spécifique et pendant un laps de temps donné.

##### 2.2.1.2. *Principe*

Le produit à analyser est placé dans la plus petite section du consistomètre. La plus grande section est munie de graduation de 1/2cm. Les deux sections sont séparées par une porte qui est maintenue en position basse grâce à un bras de levier. La porte est levée pour libérer instantanément le produit qui va s'écouler le long de la pente pendant **30** secondes. La distance parcourue en cm est directement lue sur l'échelle.

##### 2.2.1.3. *Reference normative*

La présente méthode est une méthode interne GCA

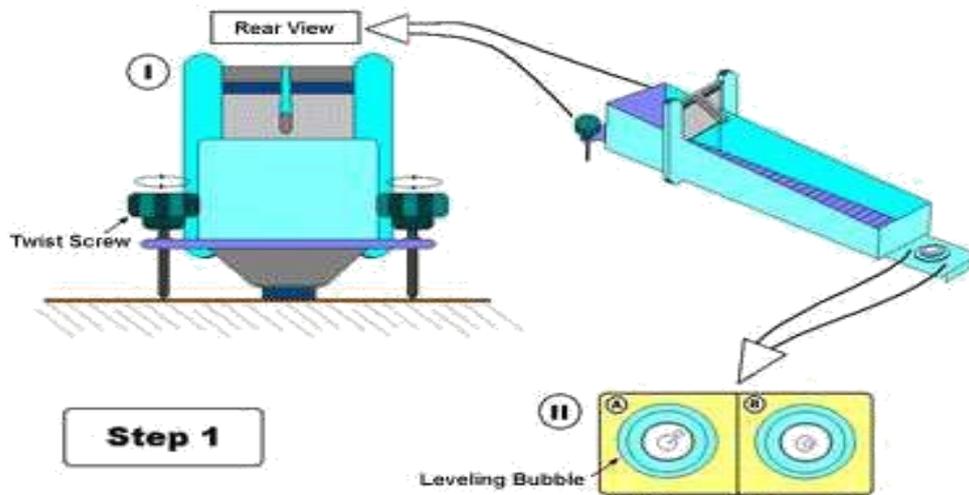
##### 2.2.1.4. *Mode opératoire*

##### 2.2.1.4.1. Préparation de l'appareil

Le consistomètre de Bostwick est conçu pour être positionné suivant un angle spécifique. L'appareil doit être ajusté de manière à ce que cet angle soit respecté.

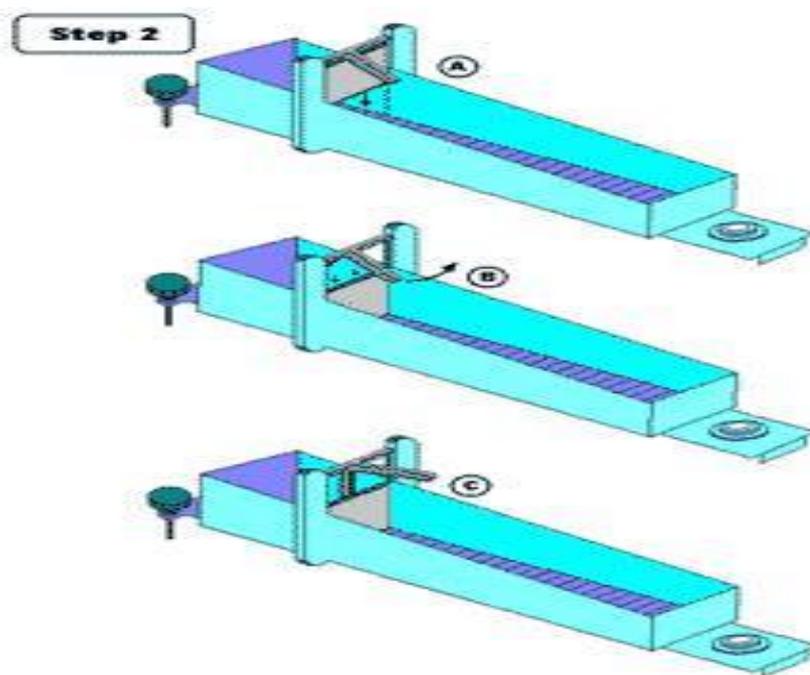
Localisez les deux vis à l'arrière de l'appareil comme illustre sur le schéma 1 : ces deux vis doivent être ajustées pour monter ou descendre les cotes de l'appareil.

Ajustez les deux vis jusqu'à ce que la bulle du niveau à bulle placé sur le devant de l'appareil soit centrée comme indique sur le schéma suivant :



**Figure 2 :** ajustement des deux vis d'un consistomètre Bostwick

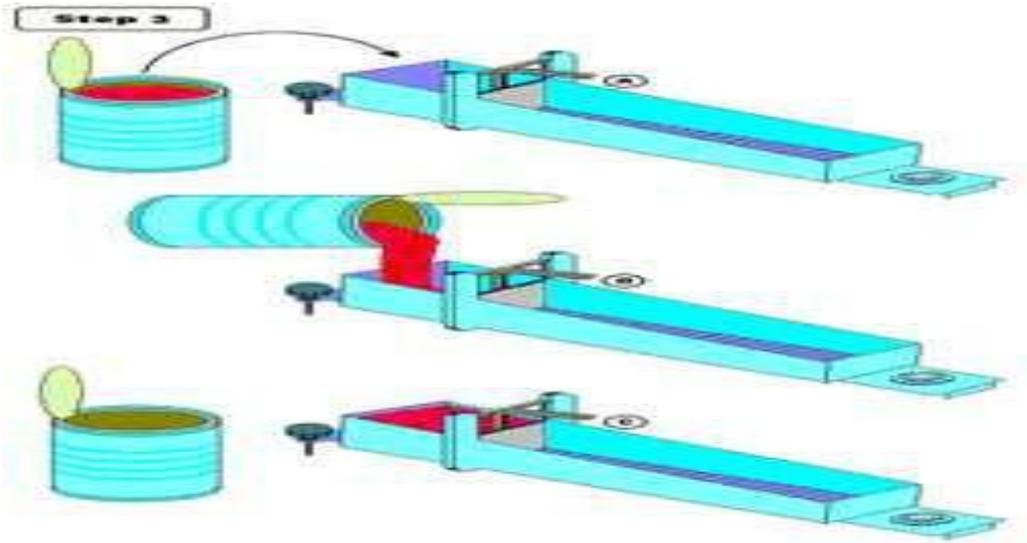
- Fermer la porte du compartiment a produit en la poussant vers le bas (A) et tout en la maintenant en position basse, lever le bas de levier aussi haut que possible (B).
- La porte du compartiment est alors dans sa position « armée » (C).



**Figure 3 :** ajustement de la porte de consistomètre.

#### 2.2.1.4.2. Préparation de l'échantillon

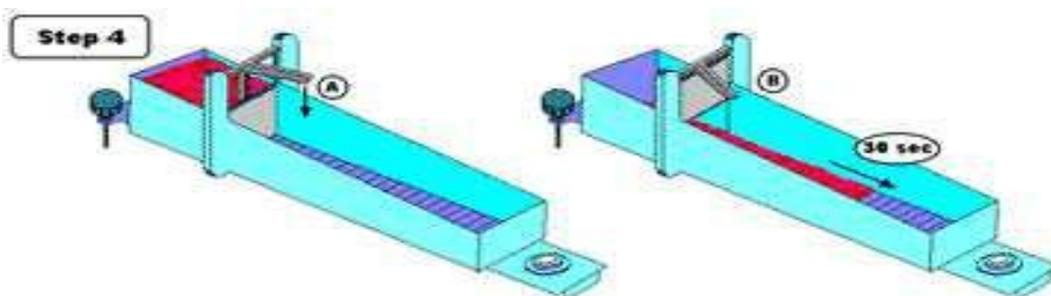
- Versez l'échantillon à évaluer dans le compartiment comme indique en (A) et (B).
- Remplir le réservoir jusqu'à la limite supérieure de la porte(C) et évacuer le surplus à l'aide d'une spatule.
- Le matériau à évaluer doit être maintenu à température constante (généralement à 20C) pendant plusieurs heures avant l'essai afin de garantir une température uniforme.



**Figure 4 :** remplissage d'échantillon dans le consistomètre

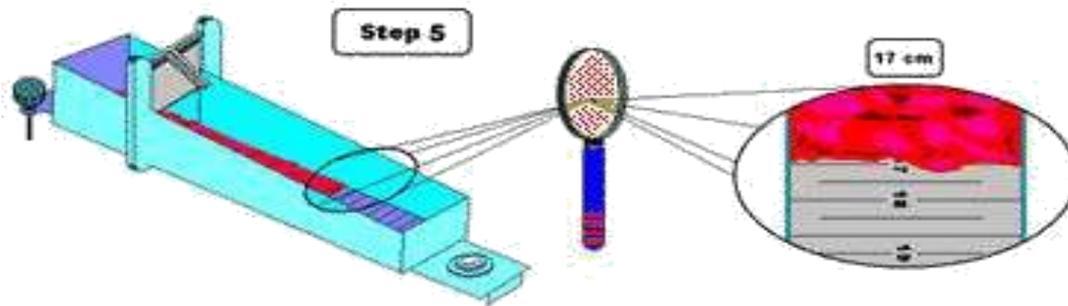
#### 2.2.1.4.3. Mesure

- Libérez le produit en pressant vers le bas le bras de levier (A).
- Laissez s'écouler le produit le long de la pente (B) pendant le temps indique sur la spécification de produit (30 secondes pour le ketchup par exemple).



**Figure 5 :** mesure de coulabilité

- Examinez la distance parcourue par le produit le long de la pente durant ce temps.
- La pente est munie de graduations indiquant la distance parcourue en centimètres.



**Figure 6** : l'obtention de résultat

#### 2.2.1.4.4. Expression des résultats

Enregistrez la valeur comme étant la consistance du produit.

#### 2.2.1.4.5. Nettoyage

Nettoyer le consistomètre de Bostwick avec de l'eau chaude et savonneuse.

Séchez convenablement l'appareil avant de le réutiliser.

Il est important sur le consistomètre de Bostwick soit bien sec avant de l'utiliser. L'eau diminue en effet le coefficient de friction de l'appareil ce qui entraîne des résultats de mesure erronés.

### 2.2.2 Le Brix :

#### I.2.2.1. But

Détermination du degré Brix d'une sauce (Méthode au réfractomètre d'Abbe)

**N.B** : le degré BRIX correspond à la quantité de la matière sèche soluble dans l'eau. Cette dernière n'est pas comparable à la matière sèche obtenue par séchage à l'étuve.

#### I.2.2.2. Principe

Le passage d'un rayon lumineux d'un milieu transparent à un autre de nature différente entraîne sa déviation : c'est la réfraction. L'indice de réfraction d'une substance est mesuré à l'aide d'un réfractomètre : la présence d'un prisme dévie la lumière avec un angle connu lorsque l'on place le produit à analyser dans la fenêtre d'analyse. La présence de sucre dans le produit à analyser entraîne une déviation supplémentaire d'autant plus grande que sa concentration est élevée.

#### I.2.2.3. Reference normative

La présente méthode est une méthode interne GCA

#### I.2.2.4. Mode opératoire

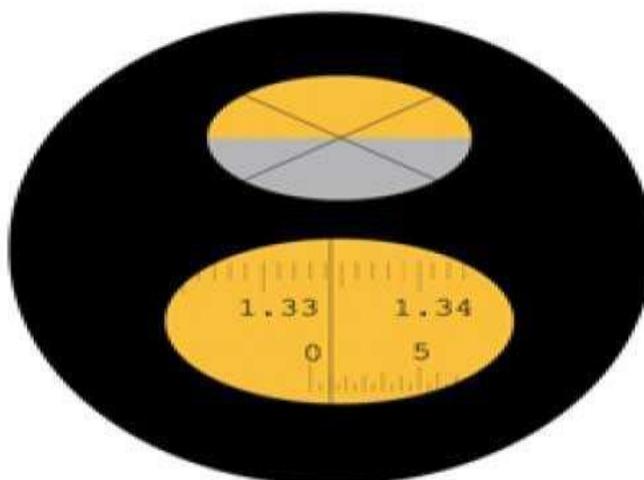
Mettre en marche la régulation de température du réfractomètre. La mesure doit être effectuée à 20°C.

**Note1 :**

Il est possible de réaliser la température ambiante, à condition de relever la température à laquelle la mesure a été effectuée. Si elle n'est pas à 20°C Utiliser les table de correction donnée par le fournisseur.

- Prélever 1 goutte de la sauce Ketchup (phase supérieure) et la déposer sur le prisme inférieur du refractomètre.
- Rabattre avec précaution le prisme supérieur et ouvrir le volet obturant la fenêtre.
- Placer l'œil sur loculaire et manœuvre la molette de réglage de la ligne de séparation (à gauche, voire annexe1) de façon à amener la zone sombre dans la plage du haut.
- Améliorer la netteté de la séparation zone sombre : zone claire en utilisant la molette graduée de correction de la dispersion (à droite).
- Amener la séparatrice des deux champs à la croisée des réticule, et lire le taux de matière sèche soluble dans l'eau en % sue l'échelle inférieure.

Schéma d'un refractomètre d'Abbe : voir Annexe1 :



**Figure 7 :** réglage et lecture du % de la matière sèche au niveau de refractomètre

La valeur du degré BRIX est lue directement sur l'échelle du refractomètre.

### I.2.3. Analyse statistique :

#### I.2.3.1. Les études R&R (méthode ANOVA) :

##### I.2.3.1.1. Principe

La méthode ANOVA (analysis of variance), est préférée à la méthode des étendues et des moyennes. Elle quantifie l'interaction entre la répétabilité et la reproductibilité et est considérée comme plus précise.

La méthode ANOVA utilise les techniques statistiques (test de Fisher) pour analyser les effets des différents facteurs dans les mesurages.

##### I.2.3.1.2. Mode opératoire

Pour quantifier la répétabilité et la reproductibilité en utilisant la méthode ANOVA, plusieurs pièces, un moyen de mesure, des opérateurs et des mesurages sont nécessaires. La méthode recommandée est d'utiliser 10 échantillons, 3 opérateurs et 3 séries de mesure pour chaque échantillon pour un total de 90 mesures.

Cette étude statistique est appliquée selon les équations suivantes :

| source des erreurs               | Somme des carrés | Degré de liberté | Moyenne des carrés              | F statistique          |
|----------------------------------|------------------|------------------|---------------------------------|------------------------|
| Opérateurs                       | SSA              | a-1              | $MSA = \frac{SSA}{a-1}$         | $F = \frac{MSA}{MSE}$  |
| Pièces                           | SSB              | b-1              | $MSB = \frac{SSB}{b-1}$         | $F = \frac{MSB}{MSE}$  |
| Interaction (opérateur et pièce) | SSAB             | (a-1)(b-1)       | $MSA = \frac{SSAB}{(a-1)(b-1)}$ | $F = \frac{MSAB}{MSE}$ |
| Instrument (erreur)              | SSE              | ab(n-1)          | $MSE = \frac{SSE}{ab(n-1)}$     |                        |
| Total                            | TSS              | N-1              |                                 |                        |

**Tableau3** : application des équations

a = nombre d'opérateurs = 3

b = nombre de pièces = 10

n = nombre d'essai = 3

N = nombre total d'essai (abn) = 90

$$\begin{aligned}
SSA &= \sum_{i=1}^a \frac{(Y_i)^2}{bn} - \frac{Y^2_{..}}{N} \\
SSB &= \sum_{j=1}^b \frac{(Y_{.j})^2}{an} - \frac{Y^2_{..}}{N} \\
SSAB &= \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \frac{(Y_{ij})^2}{n} - \frac{Y^2_{..}}{N} - SSA - SSB \\
TSS &= \sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n Y^2_{ijk} - \frac{Y^2}{N} \\
SSE &= TSS - SSA - SSB - SSAB
\end{aligned}$$

La répétabilité EV du système de mesure est donnée par la formule :

$$R\acute{e}p\acute{e}t\acute{a}b\acute{i}l\acute{i}t\acute{e} = 5,15\sqrt{MSE}$$

La reproductibilité AV du système de mesure est donnée par la formule :

$$R\acute{e}p\acute{r}o\acute{d}\acute{u}c\acute{i}b\acute{i}l\acute{i}t\acute{e} = 5,15 \sqrt{\frac{MSAB - MSE}{n}}$$

L'interaction entre les opérateurs et les pièces est donnée par :

$$I = 5,15 \sqrt{\frac{MSAB - MSE}{n}}$$

La répétabilité et la reproductibilité sont données par la formule :

$$R\&R = \sqrt{r\acute{e}p\acute{e}t\acute{a}b\acute{i}l\acute{i}t\acute{e}^2 + r\acute{e}p\acute{r}o\acute{d}\acute{u}c\acute{i}b\acute{i}l\acute{i}t\acute{e}^2 + I^2}$$

La variabilité liée à la pièce est donnée par :

$$Vp = 5,15 \sqrt{\frac{MSB - MSAB}{a.n}}$$

La variabilité totale est donnée par la combinaison quadratique de la variabilité du système de mesure et de la pièce :

$$Vt = \sqrt{R\&R^2 + Vp^2}$$

**CHAPITRE 2**  
**RESULTATS ET DISCUSSION**

#### IV. Résultats et discussion

##### IV.2. Résultat et discussion pour la coulabilité :

| N° de la mesure  | Ramy  | Mohammed | Ali         | X bar (1)   | R bar(1) | Ramy | Mohammed | Ali         | X bar (2) | R bar(2) | Ramy | Mohammed | Ali         | X bar (3) | R bar(3) | SSBi     | SSABOP1     | SSABOP2   | SSABOP3   | Xbar  |  |
|------------------|-------|----------|-------------|-------------|----------|------|----------|-------------|-----------|----------|------|----------|-------------|-----------|----------|----------|-------------|-----------|-----------|-------|--|
| 1                | 5,6   | 5,6      | 5,6         | 5,60        | 0,00     | 5,4  | 5,4      | 5,4         | 5,40      | 0,00     | 5,5  | 5,5      | 5,4         | 5,47      | 0,10     | 271,1511 | 94,08       | 87,48     | 89,653333 | 31,56 |  |
| 2                | 5,4   | 5,4      | 5,4         | 5,4         | 0,00     | 5,4  | 5,4      | 5,4         | 5,4       | 0,00     | 5,8  | 5,8      | 5,8         | 5,8       | 0,00     | 275,56   | 87,48       | 87,48     | 100,92    | 31,56 |  |
| 3                | 5     | 5,2      | 5,2         | 5,133333    | 0,20     | 5    | 5        | 5,3         | 5,1       | 0,30     | 5,5  | 5,3      | 5,3         | 5,366667  | 0,20     | 243,36   | 79,05333333 | 78,03     | 86,403333 | 31,56 |  |
| 4                | 4,8   | 5        | 4,8         | 4,866667    | 0,20     | 5    | 5        | 5           | 5         | 0,00     | 5    | 5        | 5           | 5         | 0,00     | 221,0178 | 71,05333333 | 75        | 75        | 31,56 |  |
| 5                | 5,4   | 5,2      | 5,4         | 5,333333    | 0,20     | 5,2  | 5,2      | 5,2         | 5,2       | 0,00     | 5,4  | 5,2      | 5,2         | 5,266667  | 0,20     | 249,64   | 85,33333333 | 81,12     | 83,213333 | 31,56 |  |
| 6                | 5,4   | 5,2      | 5,2         | 5,266667    | 0,20     | 5,4  | 5,4      | 5,4         | 5,4       | 0,00     | 5,2  | 5,2      | 5,2         | 5,2       | 0,00     | 251,7511 | 83,21333333 | 87,48     | 81,12     | 31,56 |  |
| 7                | 4,8   | 4,8      | 4,8         | 4,8         | 0,00     | 5    | 5        | 5           | 5         | 0,00     | 4,8  | 4,8      | 4,8         | 4,8       | 0,00     | 213,16   | 69,12       | 75        | 69,12     | 31,56 |  |
| 8                | 5     | 5        | 5           | 5           | 0,00     | 5    | 5        | 5           | 5         | 0,00     | 5    | 5        | 5           | 5         | 0,00     | 225      | 75          | 75        | 75        | 31,56 |  |
| 9                | 4,2   | 4,2      | 4,2         | 4,2         | 0,00     | 4,4  | 4,6      | 4,6         | 4,533333  | 0,20     | 4,3  | 4,2      | 4,2         | 4,233333  | 0,10     | 168,1344 | 52,92       | 61,653333 | 53,763333 | 31,56 |  |
| 10               | 4     | 4        | 4           | 4           | 0,00     | 4    | 4        | 4           | 4         | 0,00     | 4,2  | 4        | 4,1         | 4,1       | 0,20     | 146,41   | 48          | 48        | 50,43     | 31,56 |  |
|                  |       |          | X bar T (1) | 4,96        | 0,08     |      |          | X bar T (2) | 5,003333  | 0,05     |      |          | X bar T (3) | 5,023333  | 0,08     | 2265,184 | 745,2533333 | 756,24333 | 764,62333 |       |  |
| Moyenne générale | X bar |          |             | 4,995555556 |          |      | R bar    |             |           | 0,07     |      |          |             |           |          | 2266,12  |             |           |           |       |  |

Tableau 4 : résultats de la coulabilité

|      |             |
|------|-------------|
| SSA  | 0,062888889 |
| SSB  | 19,18266667 |
| SSAB | 0,872666667 |
| TSS  | 20,11822222 |
| SEE  | 2,0000      |

| Source des erreurs               | Somme des carrés | Degré de liberté | Moyenne des carrés | Teste de Fisher Expérimental |      |
|----------------------------------|------------------|------------------|--------------------|------------------------------|------|
| Opérateurs SSA                   | 0,062888889      | 2                | 0,031444444        | 0,943333333                  | MSA  |
| Echantillons SSB                 | 19,18266667      | 9                | 2,131407407        | 63,94222222                  | MSB  |
| Intéraction (Opérateurs, Pièces) | 0,872666667      | 18               | 0,048481481        | 1,454444444                  | MSAB |
| Instrument erreur SSE            | 2                | 60               | 0,033333333        |                              | MSSE |
| Total TSS                        | 20,11822222      | 89               |                    |                              | MTSS |

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Répétabilité</b>                           | 0,940257057 |
| <b>Reproductibilité</b>                       | 0,889451296 |
| <b>Intéraction opératoire / Echantillon I</b> | 0,365953895 |
| <b>R&amp;R</b>                                | 1,345038733 |
| <b>Variabilité lié à l'échantillon Vp</b>     | 7,50915313  |
| <b>Variabilité totale Vt</b>                  | 7,628663705 |
| <b>EV%</b>                                    | 12,32531795 |
| <b>AV%</b>                                    | 11,65933288 |
| <b>R&amp;R%</b>                               | 17,63138061 |
| <b>Intéraction %</b>                          | 4,797090407 |
| <b>Vp %</b>                                   | 98,43340093 |

## 1. Interprétation des résultats principaux pour notre Etude de R&R

Les résultats principaux incluent les estimations de variabilité et les graphiques de mesures et de variabilité de mesure. Pour interpréter les résultats de notre étude R&R nous suivons 2 étapes :

- Etape 1** : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure.
- Etape 2** : Examiner les graphiques pour obtenir plus d'informations sur l'étude R&R.

## 1.1. Etape 1 : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure.

Utilisez les composantes de la variance (CompVar) et % contribution pour évaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure. Les sources sont les suivantes :

- R&R de l'instrumentation totale : somme des composantes des variances Répétabilité et Reproductibilité.
- Répétabilité : variabilité des mesures lorsque la même pièce est mesurée plusieurs fois par le même opérateur.
- Reproductibilité : variabilité des mesures lorsque la même pièce est mesurée par plusieurs opérateurs.
- De pièce à pièce : variabilité des mesures due aux différentes pièces.

Dans l'idéal, la variabilité due à la répétabilité et à la reproductibilité doit être minimale. Les différences entre les pièces (De pièce à pièce) doivent expliquer la majeure partie de la variabilité.

**N.B :** Selon les directives de l'**AIAG** (Auto motive Industry Action Group (2010)), si la variation de votre système de mesure est inférieure à 10 % de la variation du procédé, il est acceptable. Pour évaluer la variation de votre procédé, comparez la contribution de l'étude de R&R de l'instrumentation totale indiquée dans la colonne Var. de l'étude (%) (% Tolérance, % Procédé) dans vos résultats aux valeurs du tableau.

### 1.2.1. Indications concernant l'utilisation des composantes de la variance :

| Pourcentage de variation du procédé | Acceptabilité  |
|-------------------------------------|--|
| Inférieur à 10 %                    | Le système de mesure peut être accepté.  |
| Entre 10 % et 30 %                  | Le système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs. |
| Supérieur à 30 %                    | Le système de mesure ne peut pas être accepté et doit être amélioré.   |

**Tableau 5 :** les indications relatives à l'utilisation des composantes de la variance

Ce tableau contient les indications relatives à l'utilisation des composantes de la variance. Pour évaluer vos composantes de variance, comparez la colonne %Contribution dans vos résultats avec les valeurs du tableau.

| <b>Pourcentage des composantes de la variance</b> | <b>Acceptabilité</b>   |
|---|--|
| Inférieur à 1 %                                   | Le système de mesure peut être accepté.  |
| Entre 1 % et 9 %                                  | Le système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs. |
| Supérieur à 9 %                                   | Le système de mesure ne peut pas être accepté et doit être amélioré.   |

### 1.2.2. Evaluation de l'instrumentation :

| <b>Source</b>                   | <b>Ecart type</b> | <b>Variations d'étude (6 × écart type)</b> | <b>% var étude (%VE)</b> |
|---------------------------------|-------------------|--|--------------------------|
| R&R de l'instrumentation totale | 0,083222          | 0,49933                                    | 17,63                    |
| Répétabilité                    | 0,083222          | 0,49933                                    | 17,63                    |
| Reproductibilité                | 0,063246          | 0,37947                                    | 11,57                    |
| opérateurs                      | 0,054092          | 0,32455                                    | 10,75                    |
| De pièce à pièce                | 0,496299          | 2,97779                                    | 98,62                    |
| Variation totale                | 0,503228          | 3,01937                                    | 100,00                   |

**Tableau 6** : évaluation de l'instrumentation

### 1.2.3. Composantes de la variance :

| Source                          | CompVar  | % contribution<br>(de CompVar) |
|---------------------------------|----------|--------------------------------|
| R&R de l'instrumentation totale | 0,006926 | 2,73                           |
| Répétabilité                    | 0,004000 | 1,58                           |
| Reproductibilité                | 0,002926 | 1,16                           |
| opérateurs                      | 0,000383 | 0,15                           |
| De pièce à pièce                | 0,246313 | 97,27                          |
| Variation totale                | 0,253239 | 100,00                         |

**Tabelau 7 :** Composant de la variance

### 1.2.4. Interprétation des résultats concernant le % de variation d'étude (%VE) et le % contribution (de CompVar) :

Dans notre étude le résultat de VE (variation d'étude) le pourcentage de R&R de l'instrumentation totale est égale 17,63 donc il est entre 10% et 30% alors notre système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs.

Il en va de même pour le pourcentage des composantes de variance qui est égale à 2,79 et donc jugé acceptable vue l'intervalle compris entre 1% et 9%.

### 1.2. Etape 2 : Examinassions des graphiques pour obtenir plus d'informations sur notre étude R&R de l'instrumentation :

**N.B :** Les graphiques de R&R de l'instrumentation fournissent des informations sur le système de mesure.

### 1.2.1. Illustration des résultats des composantes de variation :

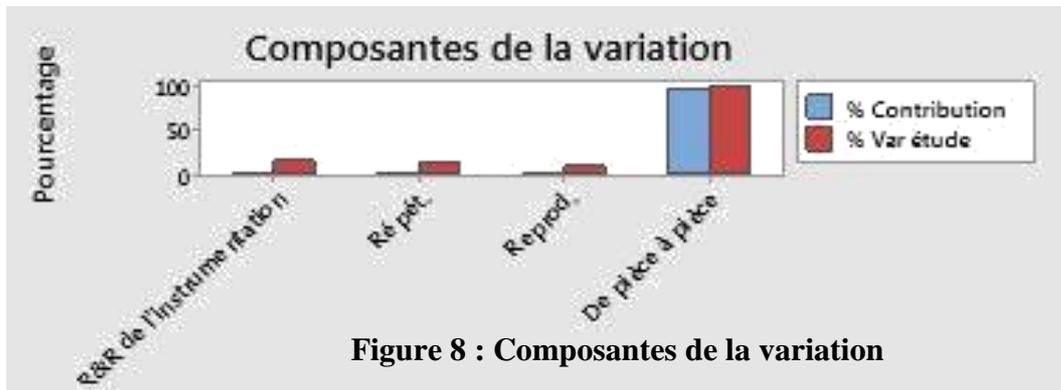


Figure 8 : Composantes de la variation

#### Interprétation :

Ce graphique c'est un diagramme de bâtonnet qui représente deux critères sont :

- le pourcentage de contribution.
- Le pourcentage de variation d'étude (R&R de l'instrumentation, répétabilité, reproductibilité et de pièce a pièce).

Le graphique des composantes de la variation indique la variation due aux sources d'erreur de mesure. On observe une marge de différence largement supérieur entre la variation de pièce à pièce et les autres composantes (répétabilité, reproductibilité et R&R de l'instrumentation qui est entre 1% et 20%.

### 1.2.2. Carte R par opérateur :

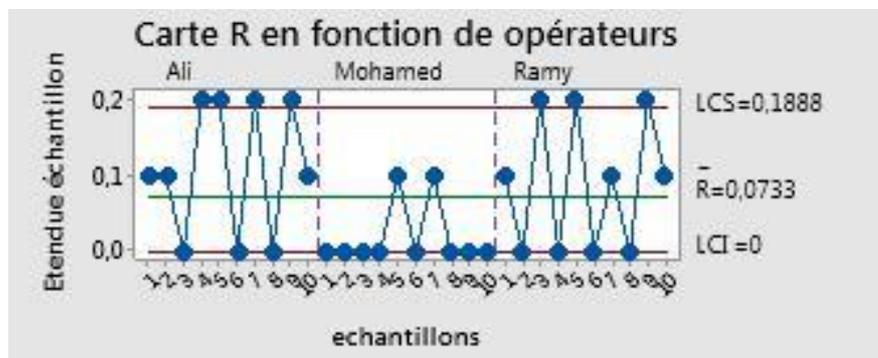


Figure 9 : Carte R par opérateur

### Interprétation :

Ce diagramme représente l'étendue d'échantillon en fonction de répétition des trois opérateurs, alors il contient deux limites lune inferieurs et l'autre supérieur et il affiche si des points se situent au-dessus de la limite de contrôle supérieure. Alors on observe 4 points au-dessus de la limite supérieur chez l'opérateur Ali et 3 points chez Ramy contrairement à Mohamed qui a eu des résultats réguliers.

### 1.2.3. Carte X barre par opérateur :

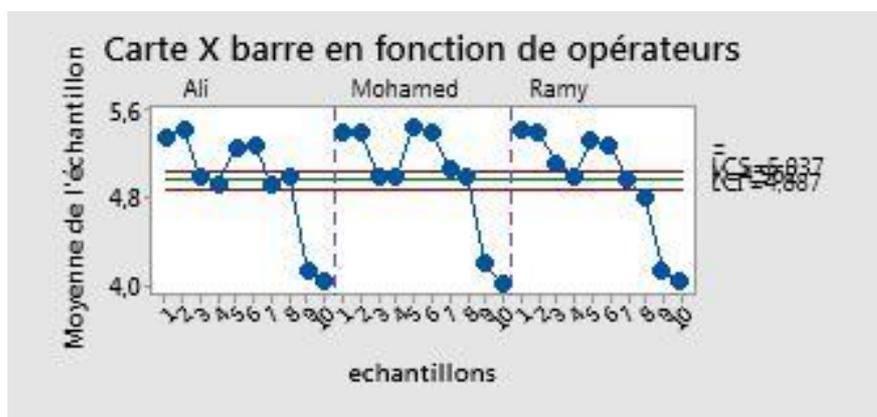
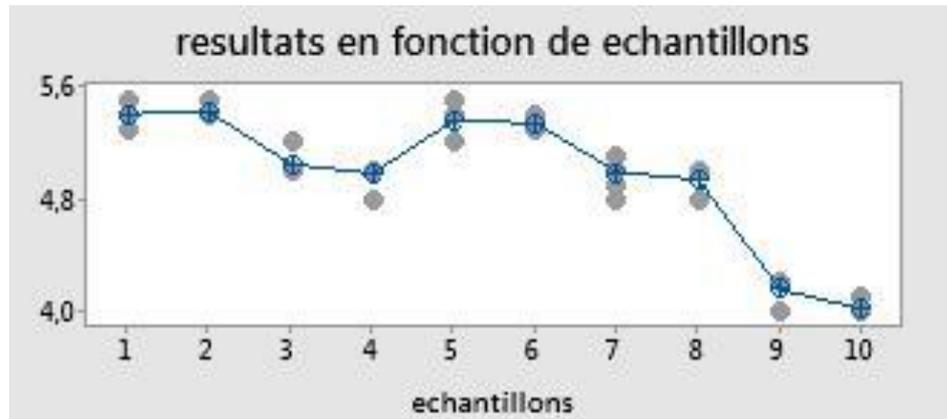


Figure 10 : Carte X par opérateur

### Interprétation :

Ce diagramme illustre la moyenne de l'échantillon en fonction des répétitions des opérateurs il affiche si la plupart des points se situent au-delà des limites de contrôle. Les pièces que nous choisissons pour une étude de R&R de l'instrumentation doivent représenter la variabilité typique de pièce à pièce. Ainsi, nous devons prévoir une variation supérieure entre les moyennes, et le graphique doit montrer que la plupart des points se trouvent au-delà des limites de contrôle. On observe une variabilité presque similaire entre les trois opérateurs et donc une bonne fiabilité de répétabilité et reproductibilité.

#### 1.2.4. Graphique mesures en fonction des échantillons :

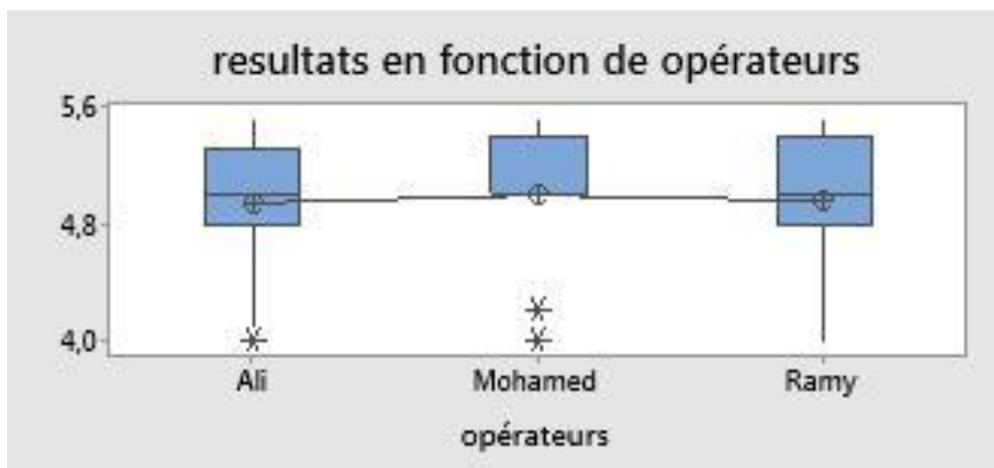


**Figure 11 :** Résultats en fonction des échantillons

#### Interprétation :

Ce diagramme de points illustre les résultats en fonction de pièce il indique si plusieurs mesures de chaque échantillon sont proches les unes des autres. De ce qu'on peut voir les résultats mesurés montre une proximité entre les mesures de chaque pièce avec une légère variation entre eux comme dans le 7eme échantillon avec une moyenne de 4.97.

#### 1.2.5. Graphique mesures par opérateurs :



**Figure 12 :** Résultats par opérateurs

### Interprétation :

Ce diagramme représente les résultats en fonction des opérateurs, il indique si les différences entre les opérateurs sont légères par rapport aux différences entre les pièces. Une ligne droite horizontale entre les opérateurs indique que les mesures moyennes pour chaque opérateur sont similaires. La déviation de la ligne horizontale observée de notre étude est légère et principalement due à la manipulation et l'appareillage.

#### 1.2.6. Diagramme des interactions entre échantillons et opérateurs :

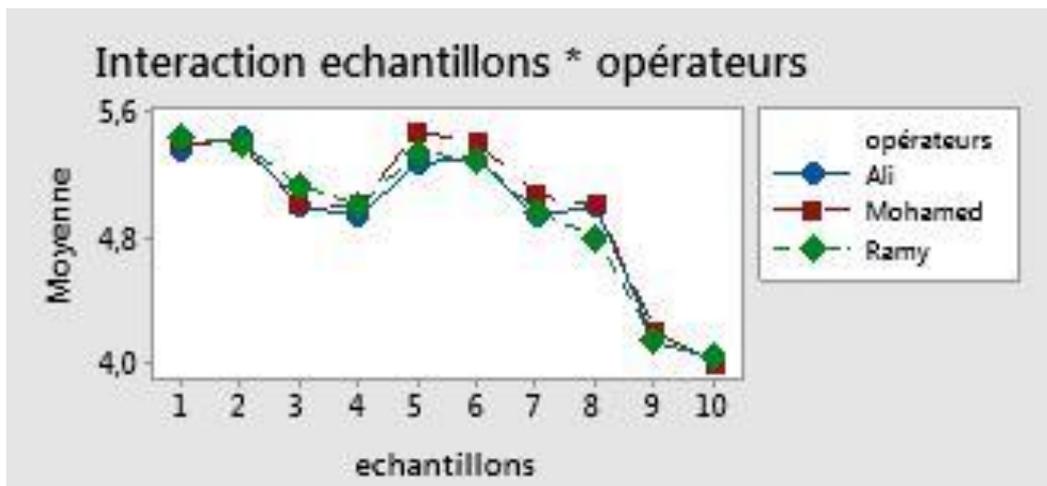


Figure 13 : diagramme représente des interactions entre échantillons et opérateurs .

### Interprétation :

Ce diagramme nous indique si les lignes qui relient les mesures de chaque opérateur sont similaires ou si les lignes se croisent. Les lignes qui coïncident indiquent que les opérateurs mesurent de façon similaire. . Une ligne qui est invariablement supérieure ou inférieure aux autres indique qu'un opérateur ajoute un biais à la mesure en sous-estimant ou en surestimant invariablement.

Les lignes observés dans ce graph ne sont pas identiques par rapport à une nuance de variation entre les opérateurs ou les échantillons mais ils suivent néanmoins la même courbe, ils coïncident parfois et se croisent d'autre fois, prenant comme exemple l'échantillon 2 les opérateurs sont similaires alors que dans l'échantillon 8 l'opérateur Ramy est légèrement inférieur à Ali et Mohamed.

### **1.2.7. Conclusion pour la coulabilité**

La validation d'une méthode analytique est une étape fondamentale, et procédé par une étude R&R est parmi les meilleurs moyens en contrôle de qualité pour la majorité des échantillons en termes de fiabilité. Aussi pour les variations obtenues les facteurs de plusieurs échantillons et opérateurs sont à l'origine car chaque individu effectue une mesure presque différente sur tout lorsqu'on utilise un appareillage ancien ou nécessite la manipulation manuelle. Mais après de longue répétitions et de mesure avec un travail coordonné on a pu obtenir des résultats assez similaire et acceptable et donc fiable pour déduire que notre étude est juste et peut être validé.

## IV.2. les résultats et interprétation pour le Brix :

| N° de la mesure  | Opérateur 1.1 | Opérateur 1.2 | Opérateur 1.3 | X bar (1)   | R bar(1) | Opérateur 2.1 | Opérateur 2.2 | Opérateur 2.3 | X bar (2/R bar2) | Opérateur 3.1 | Opérateur 3.2 | Opérateur 3.3 | X bar (3/R bar3) | SSBi | SSAB(1) | SSAB(2) | SSAB(3)  | the         |             |             |
|------------------|---------------|---------------|---------------|-------------|----------|---------------|---------------|---------------|------------------|---------------|---------------|---------------|------------------|------|---------|---------|----------|-------------|-------------|-------------|
| 1                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6        | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00 | 8987,04 | 2995,68 | 2995,68  | 2995,68     | 31,56       |             |
| 2                | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,7        | 0,00     | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,7             | 0,00          | 31,7          | 31,7          | 31,7             | 0,00 | 9044,01 | 3014,67 | 3014,67  | 3014,67     | 31,56       |             |
| 3                | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,5        | 0,00     | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,5             | 0,00          | 31,5          | 31,5          | 31,5             | 0,10 | 8923,95 | 2976,75 | 2976,75  | 2970,453333 | 31,56       |             |
| 4                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6        | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00 | 8987,04 | 2995,68 | 2995,68  | 2995,68     | 31,56       |             |
| 5                | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,5        | 0,00     | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,5             | 0,00          | 31,5          | 31,5          | 31,5             | 0,10 | 8923,95 | 2976,75 | 2976,75  | 2970,453333 | 31,56       |             |
| 6                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6        | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00 | 8987,04 | 2995,68 | 2995,68  | 2995,68     | 31,56       |             |
| 7                | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,7        | 0,00     | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,7             | 0,00          | 31,7          | 31,7          | 31,7             | 0,10 | 9037,67 | 3014,67 | 3014,67  | 3008,333333 | 31,56       |             |
| 8                | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,4        | 0,00     | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,4             | 0,00          | 31,4          | 31,4          | 31,4             | 0,00 | 8873,64 | 2957,88 | 2957,88  | 2957,88     | 31,56       |             |
| 9                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6        | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,00          | 31,6          | 31,6          | 31,6             | 0,10 | 8980,72 | 2995,68 | 2995,68  | 2989,363333 | 31,56       |             |
| 10               | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,4        | 0,00     | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,4             | 0,00          | 31,4          | 31,4          | 31,4             | 0,10 | 8879,92 | 2957,88 | 2957,88  | 2964,163333 | 31,56       |             |
| X barT (1)       |               |               |               | 31,56       | 0,00     | X barT (2)    |               |               |                  | 31,56         | 0,00          | X barT (3)    |                  |      | 31,55   | 0,05    | 89625    | 29881,32    | 29881,32    | 29862,35667 |
| Moyenne générale |               | X bar         |               | 31,55666667 |          | R bar         |               |               |                  | 0,02          |               |               |                  |      | 89625   |         | 29881,32 |             | 29862,35667 |             |

Tableau 8 : Résultats de Brix

|      |             |
|------|-------------|
| SSA  | 0,002       |
| SSB  | 0,896555556 |
| SSAB | 0,009111111 |
| TSS  | 0,907666667 |
| SEE  | 0,0200      |

| Source des erreurs                    | Somme des carrés | Degré de liberté | Moyenne des carrés | Teste de Fisher Expérimental |      |
|---------------------------------------|------------------|------------------|--------------------|------------------------------|------|
| Opérateurs SSA                        | 0,002            | 2                | 0,001              | 3,000000142                  | MSA  |
| Echantillons SSB                      | 0,896555556      | 9                | 0,099617284        | 298,8518519                  | MSB  |
| Intéraction (Opérateurs, Pièces) SSAB | 0,009111111      | 18               | 0,000506173        | 1,518518504                  | MSAB |
| Instrument erreur SSE                 | 0,02             | 60               | 0,000333333        |                              | MSSE |
| Total TSS                             | 0,907666667      | 89               |                    |                              | MTSS |

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Répétabilité</b>                                | 0,094025706 |
| <b>Reproductibilité</b>                            | 0,16147756  |
| <b>Intéraction opératureur /<br/>Echantillon I</b> | 0,039090219 |
| <b>R&amp;R</b>                                     | 0,190902805 |
| <b>Variabilité lié à l'échantillon Vp</b>          | 1,624994692 |
| <b>Variabilité totale Vt</b>                       | 1,636169805 |

|                      |             |
|----------------------|-------------|
| <b>EV%</b>           | 5,746696059 |
| <b>AV%</b>           | 9,869242129 |
| <b>R&amp;R%</b>      | 11,66766457 |
| <b>Intéraction %</b> | 2,389129717 |
| <b>Vp %</b>          | 99,31699554 |

## 1. Interprétation des résultats principaux pour notre Etude de R&R

Les résultats principaux incluent les estimations de variabilité et les graphiques de mesures et de variabilité de mesure. Pour interpréter les résultats de notre étude R&R nous suivons 2 étapes :

- Etape 1 : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure.
- Etape 2 : Examiner les graphiques pour obtenir plus d'informations sur l'étude R&R.

### 1.1. Etape 1 : Evaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure.

Utilisez les composantes de la variance (CompVar) et % contribution pour évaluer la variation de chaque source d'erreur de mesure. Les sources sont les suivantes :

- R&R de l'instrumentation totale : somme des composantes des variances Répétabilité et Reproductibilité.
- Répétabilité : variabilité des mesures lorsque la même pièce est mesurée plusieurs fois par le même opérateur.
- Reproductibilité : variabilité des mesures lorsque la même pièce est mesurée par plusieurs opérateurs.
- De pièce à pièce : variabilité des mesures due aux différentes pièces.

Dans l'idéal, la variabilité due à la répétabilité et à la reproductibilité doit être minime. Les différences entre les pièces (De pièce à pièce) doivent expliquer la majeure partie de la variabilité.

1.1.1. Evaluation de l'instrumentation :

| Source                          | Ecart type | Variations d'étude<br>(6 × écart type) | % var étude<br>(%VE) |
|---------------------------------|------------|--|----------------------|
| R&R de l'instrumentation totale | 0,023651   | 0,141904                               | 11,66                |
| Répétabilité                    | 0,023327   | 0,139963                               | 11,33                |
| Reproductibilité                | 0,003898   | 0,023388                               | 3,62                 |
| Operateurs                      | 0,003898   | 0,023388                               | 3,62                 |
| De pièce à pièce                | 0,104920   | 0,629518                               | 97,55                |
| Variation totale                | 0,107552   | 0,645313                               | 100,00               |

**Tableau 9** : Evaluation de l'instrumentation

1.1.2. Composantes de la variance :

| Source                          | CompVar   | % contribution<br>(de CompVar) |
|---------------------------------|-----------|--------------------------------|
| R&R de l'instrumentation totale | 0,0005594 | <b>4,84</b>                    |
| Répétabilité                    | 0,0005442 | 4,70                           |
| Reproductibilité                | 0,0000152 | 0,13                           |
| opérateurs                      | 0,0000152 | 0,13                           |
| De pièce à pièce                | 0,0110081 | 95,16                          |
| Variation totale                | 0,0115675 | 100,00                         |

**Tableau 10** : Composante de la variance

**N.B** : Selon les directives de l'**AIAG** (Automotive Industry Action Group (2010)), si la variation de votre système de mesure est inférieure à 10 % de la variation du procédé, il est acceptable. Pour évaluer la variation de votre procédé, comparez la contribution de l'étude de R&R de l'instrumentation totale indiquée dans la colonne Var. de l'étude (%) (% Tolérance, % Procédé) dans vos résultats aux valeurs du tableau.

| Pourcentage de variation du procédé | Acceptabilité  |
|-------------------------------------|--|
| Inférieur à 10 %                    | Le système de mesure peut être accepté.  |
| Entre 10 % et 30 %                  | Le système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs. |
| Supérieur à 30 %                    | Le système de mesure ne peut pas être accepté et doit être amélioré.   |

**Tableau 11 : Des références**

1.1.3. Indications concernant l'utilisation des composantes de la variance :

Ce tableau contient les indications relatives à l'utilisation des composantes de la variance. Pour évaluer vos composantes de variance, comparez la colonne %Contribution dans vos résultats avec les valeurs du tableau.

| Pourcentage des composantes de la variance | Acceptabilité  |
|--|--|
| Inférieur à 1 %                            | Le système de mesure peut être accepté.  |
| Entre 1 % et 9 %                           | Le système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs. |
| Supérieur à 9 %                            | Le système de mesure ne peut pas être accepté et doit être amélioré.   |

**Tableau 12 : Des références**

#### 1.1.4. Interprétation des résultats concernant le % de variation d'étude (%VE) et le % contribution (de CompVar) :

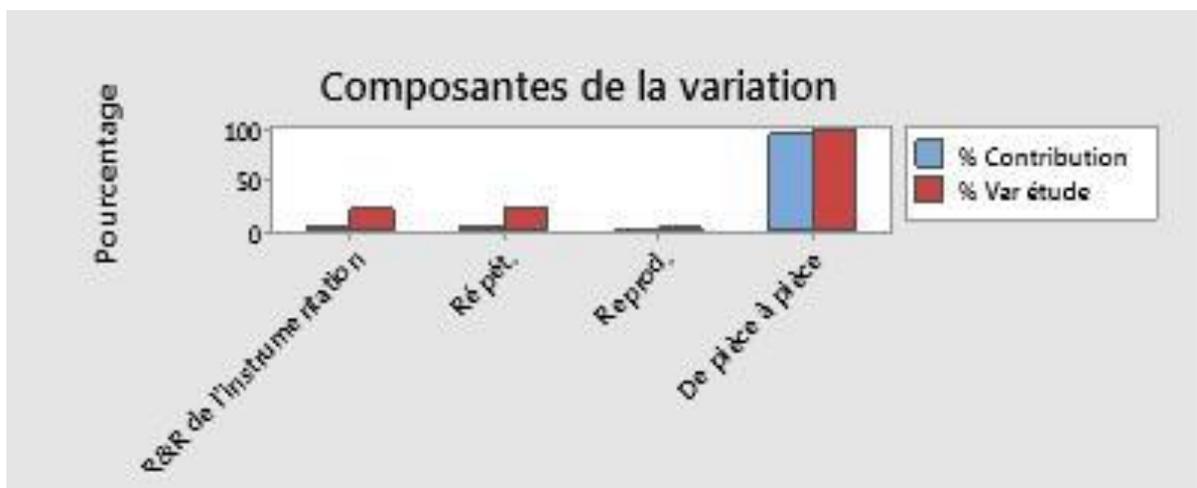
Dans notre étude le résultat de VE (variation d'étude) le pourcentage de R&R de l'instrumentation totale est égale 21,99 donc il est entre 10% et 30% alors notre système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs.

Concernant l'utilisation des composantes de la variance le pourcentage de contribution des composants de variance est égale 4,84% cette valeur se situe entre 1% et 9% donc notre système de mesure peut être accepté, en fonction de l'application, du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs.

#### 1.2. Etape 2 : Examinassions les graphiques pour obtenir plus d'informations sur notre étude R&R de l'instrumentation :

**N.B :** Les graphiques de R&R de l'instrumentation fournissent des informations sur le système de mesure.

##### 1.2.1 Graphe des composantes de variation :



**Figure 14 :** Le graphe des composantes de la variation

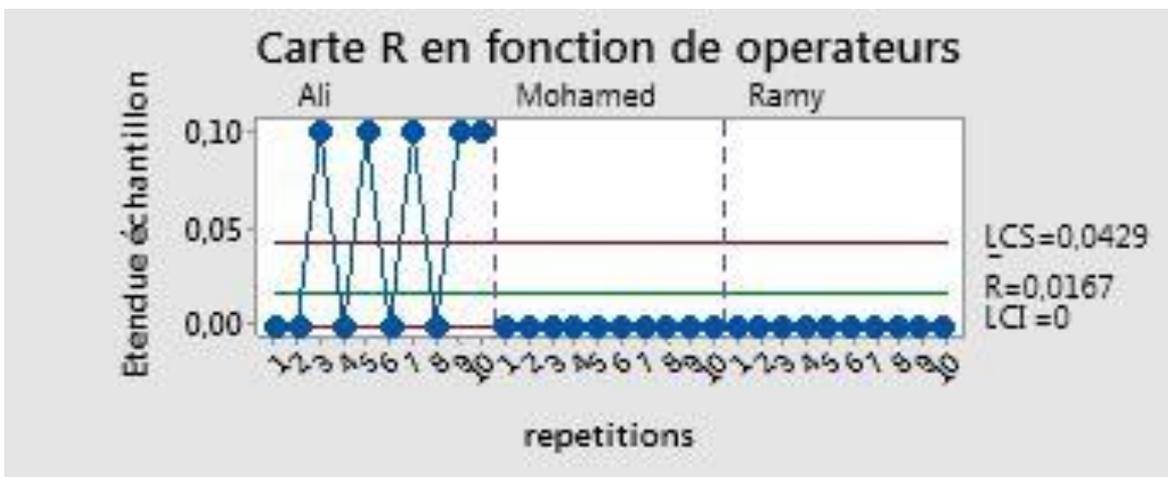
#### Interprétation :

Ce graphe c'est un diagramme de bâtonnet qui représente deux critères sont :

- le pourcentage de contribution.
- Le pourcentage de variation d'étude (R&R de l'instrumentation, répétabilité, reproductibilité et de pièce à pièce).

On a observé que la variabilité de pièce à pièce est supérieure à la variabilité de la répétabilité et de la reproductibilité, mais que la variation de R&R de l'instrumentation totale est supérieure à 10 % et peut être inacceptable.

### 1.2.2. Carte R par opérateur :



**Figure 15 :** Carte R par opérateur

#### Interprétation :

Ce diagramme représente l'étendue d'échantillon en fonction de répétition des trois opérateurs, alors il contient deux limites lune inferieurs et l'autre supérieur et il affiche si des points se situent au-dessus de la limite de contrôle supérieure. Si les opérateurs obtiennent des mesures régulières, les points se situent à l'intérieur des limites de contrôle, alors on a observé que l'opérateur Ali qui n'a pas obtenus des mesures régulièrement car il a 5 points au-dessus de la limite supérieurs.

### 1.2.3. Carte X barre par opérateur :

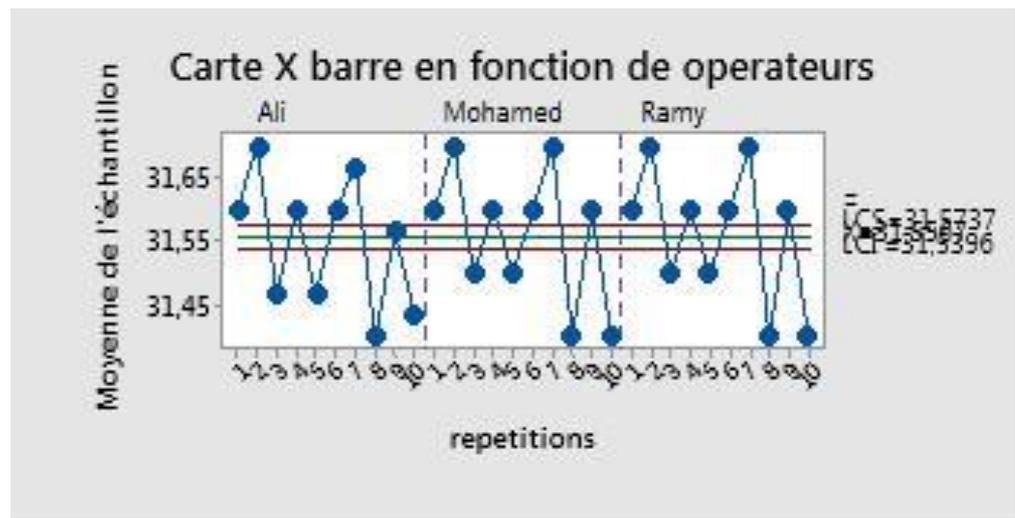


Figure 16 : Carte X barre par opérateur

#### Interprétation :

Ce diagramme illustre la moyenne de l'échantillon en fonction des répétitions des opérateurs il affiche si la plupart des points se situent au-delà des limites de contrôle. Les pièces que nous choisissons pour une étude de R&R de l'instrumentation doivent représenter la variabilité typique de pièce à pièce. Ainsi, nous devons prévoir une variation supérieure entre les moyennes, et le graphique doit montrer que la plupart des points se trouvent au-delà des limites de contrôle, concernant la variabilité des trois opérateurs était bien accepté.

### 1.2.4. Graphique Mesures par pièce :

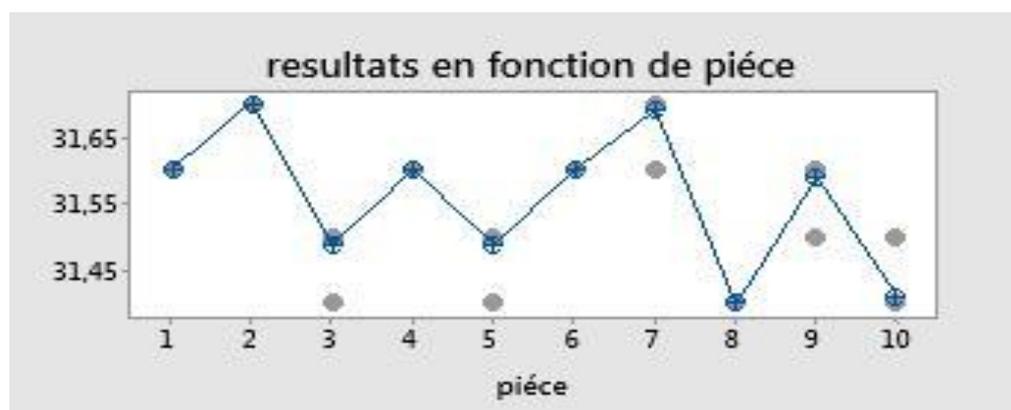


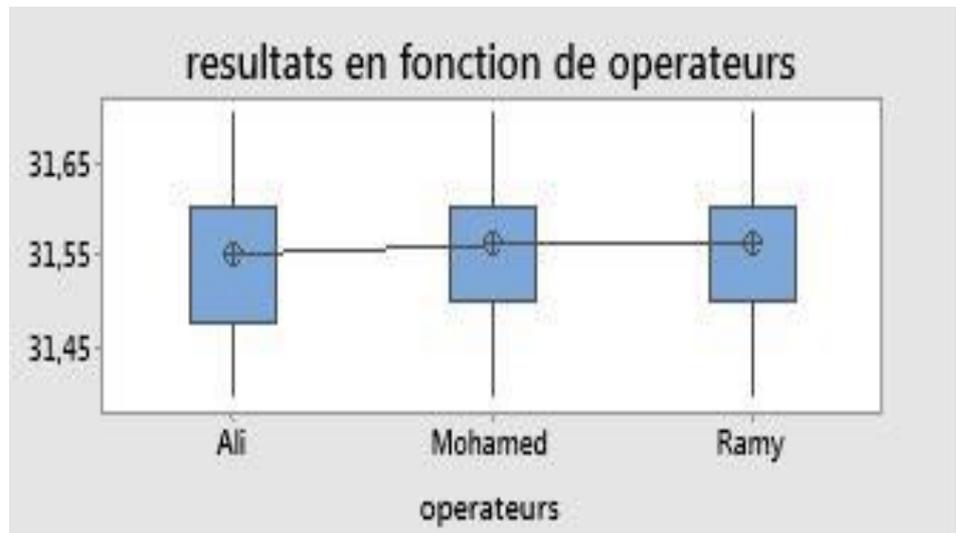
Figure 17 : Résultats en fonction de pièce

#### Interprétation :

Ce diagramme est un nuage de points qui illustre les résultats en fonction de pièce il indique si plusieurs mesures de chaque pièce sont proches les unes des autres. La proximité de plusieurs

mesures de chaque pièce indique une légère variation entre les mesures de la même pièce alors d'après la disposition des points on observe qu'il y avait une variation entre les mesure de la même pièce.

#### 1.2.5. Graphique Mesures par opérateur :

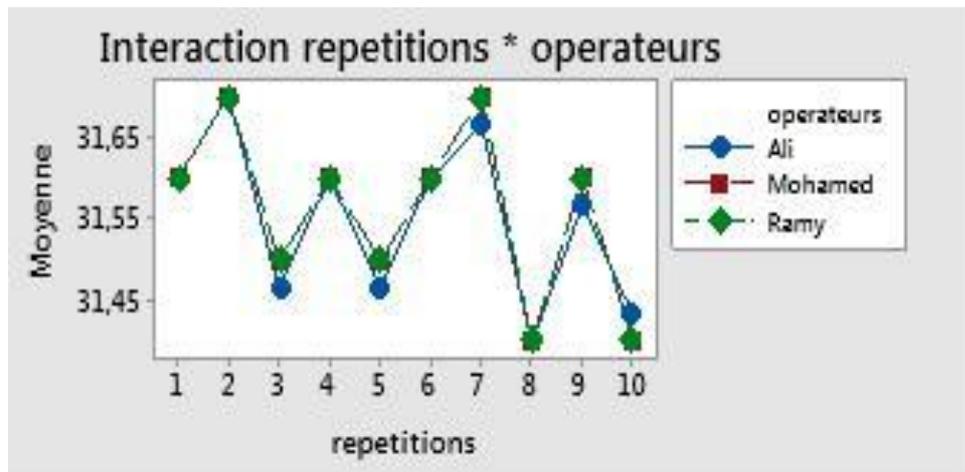


**Figure 18 :** Résultats en fonction des opérateurs

#### **Interprétation :**

Ce diagramme représente les résultats en fonction des opérateurs, il indique si les différences entre les opérateurs sont légères par rapport aux différences entre les pièces. Une ligne droite horizontale entre les opérateurs indique que les mesures moyennes pour chaque opérateur sont similaires. L'idéal est que les mesures de chaque opérateur varient de façon similaire. Alors on observe que la ligne droite est bien équilibrée entre les opérateurs donc les mesures moyennes pour chaque opérateur sont similaires.

### 1.2.6. Diagramme des interactions Opérateur par Pièce :



**Figure 19 :** Interaction opérateur par pièce

#### **Interprétation :**

Ce diagramme représente l'interaction (répétitions\*opérateurs), il indique si les lignes qui relient les mesures de chaque opérateur sont similaires ou si les lignes se croisent. Les lignes qui coïncident indiquent que les opérateurs mesurent de façon similaire. Les lignes qui ne sont pas parallèles ou qui se croisent indiquent que la capacité d'un opérateur à mesurer une pièce dépend invariablement de la pièce mesurée. Une ligne qui est invariablement supérieure ou inférieure aux autres indique qu'un opérateur ajoute un biais à la mesure en sous-estimant ou en surestimant invariablement. Alors on observe que toutes les lignes qui relient les mesures de chaque opérateur sont similaires il n'y a pas une différence donc l'interaction répétition\*opérateur est bien acceptée.

### 1.2.7. Conclusion pour les résultats de brix

D'après les résultats obtenus, le déroulement d'analyse et les mesures effectuées a été bien fait par les opérateurs. Pour trouver l'erreur le suivi est obligatoire surtout le contrôle, alors dans notre étude on a contrôlé plusieurs critères de variabilité les plus essentielle c'est la répétabilité et la reproductibilité et de pièce a pièce, après l'évaluation de la variation de chaque source d'erreur de mesure et l'examinassions des graphes obtenus on a constaté que l'étude R&R est parmi les meilleurs moyens en contrôle de qualité pour la majorité des échantillons en termes de fiabilité.

## **CONCLUSION**

## • CONCLUSION GENERALE

L'émergence de nouvelles marques de produits sur le marché avec des prix très concurrentielles rend la commercialisation des marques de labelle en difficulté. Pour ce faire, les entreprises concernées développent des méthodes analytiques pour assurer la qualité de leurs produits à tout moment.

L'objet de notre étude est le Ketchup de la marque Lesieur, aussi populaire dans le monde comme condiments à basse calories, de consommation courante fabriqué principalement à base de tomates fraîches ou de concentrés tels que la purée de tomate et sauces tomate.

Dans ce contexte, le travail réalisé par l'application des études reproductibilité et répétabilité appelé couramment (R& R) sur deux méthodes analytique (coulabilité, Brix) d'une sauce ketchup a permis d'avoir pour l'évaluation instrumentale 17,63% comme variation d'étude (VE) largement acceptable caractéristique du coût de l'instrument de mesure, du coût des réparations et d'autres facteurs pour la méthode de coulabilité et pour le Brix 11.63%.

On somme, cette étude conduit à la validation de cette étude (R&R) pour la considérer comme une méthode de référence pour but de contrôler la méthode spectrophotométrie dans le laboratoire Lesieur Algérie, cette dernière est une méthode comparative son objectif est d'analyser les échantillons pour l'obtention des résultats de quelques paramètre comme le Brix, la coulabilité, le PH, l'acidité, la teneur en eau ... etc.

Enfin, les résultats de notre étude étaient satisfaisants et acceptable car notre manipulation était bien faite donc on peut valider cette étude et la considérer comme un outil de qualité et une méthode de référence pour le contrôle et pour assurer la fiabilité.

Néanmoins, nous souhaitons à l'avenir l'application de cette étude dans tous les laboratoires de recherche pour le suivi des analyses effectuées et pour assurer la qualité du produit.

## Références bibliographiques

Anonyme.1: [www.Goide-Resto.Info](http://www.Goide-Resto.Info). Consulter le 15.01.2020

Anonyme.2 : [www.Silvia-Flores.com](http://www.Silvia-Flores.com) consulter le 20.01.2020

Anonyme.3 : [www.Chefahmedabrgh.com](http://www.Chefahmedabrgh.com) consulté le 20.01.2020

Anonyme.4 : [www.Gtz.de](http://www.Gtz.de) Consulté le 09.03.2020

Anonyme.5 : (<https://www.buehler.fr/gage-repeatability.php>)

Bernard CLÉMENT, PhD 81ième Congrès de l'Acfas, 6 mai 2013, Université Laval

Berthouzoz, J., (2009). « validation des points de maîtrise pour la production de Blasco.technologie culinaire.2008

carrageenan, and fat interactions and their influence on instrumental texture and sensory

DECOSTERD, S., (2009). « Fiche de produit TOMATO KETCHUP « HOT », Reitzel

Suisse.

Feinberg M., 2009. Labo-Stat : Guide de validation des méthodes d'analyse, Lavoisier,

Tec&Doc

guide de validation des méthodes analytiques ( laboratoire ANSES )

<https://www.buehler.fr/gage-repeatability.php> consulté le 20.01.2020

Instrumental Texture Measures on Ketchup Made with Different Thickeners », Journal of

JEANTET, R., (2006). « Stabilisation biologique et physicochimique, Destruction des

Ketchup », (160), p (10). micro-organismes à température constante » Science des

aliments, chapitre 6.1, TEC&DOC, Lavoisier, Paris, 1, p (279 - 285).

properties of turkey meat sausage using a mixture design approach », International

Journal of Food Properties, 15, p (1233–1246).

NF ISO 5725 – 1 à 6, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure, 1994

Rao, A-W., Waseem, Z., Agarwal, S., (1998). « Lycopene content of tomatoes and

Texture Studies, 34, p (317–330).

tomato products and their contribution to dietary lycopene », Food Research International

31 (10), p (737–741).

Varela, P., Gambaro, A., Gimenez, A.M., Duran, I., Lema, P., (2003). « Sensory and

Zouari, N., Ayadi, M.A., Hadj-Taieb, S., Frikha, F., Attia, H., (2012).«Whey powder

NF ISO 5725 – 1 à 6, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure, 1994.

## ANNEXE I

### 2°) Spécifications

Gamme de mesure (nD) 1,300 à 1,700

Précision 0,0002

Grossissement télescopique 2x

Grossissement du système de mesure 30x

Dimensions 100 x 200 x 240 mm

Poids 2600grs.

### 3°) Principe

$n_1 \times \sin i = n_2 \times \sin r$

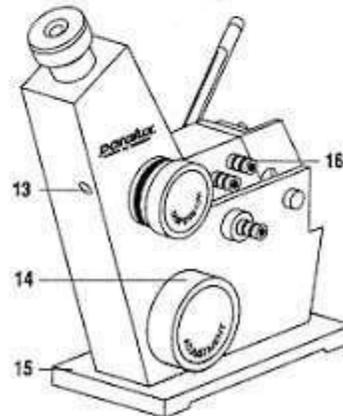
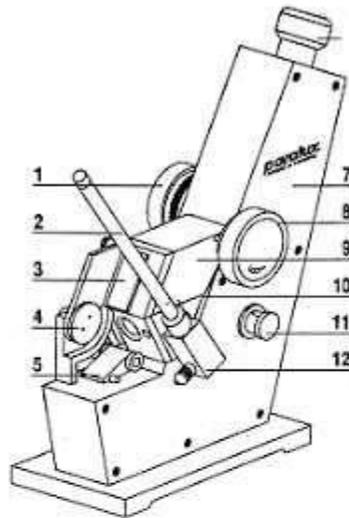
$n_1$  et  $n_2$  Indices de réfraction

$i$  angle incident

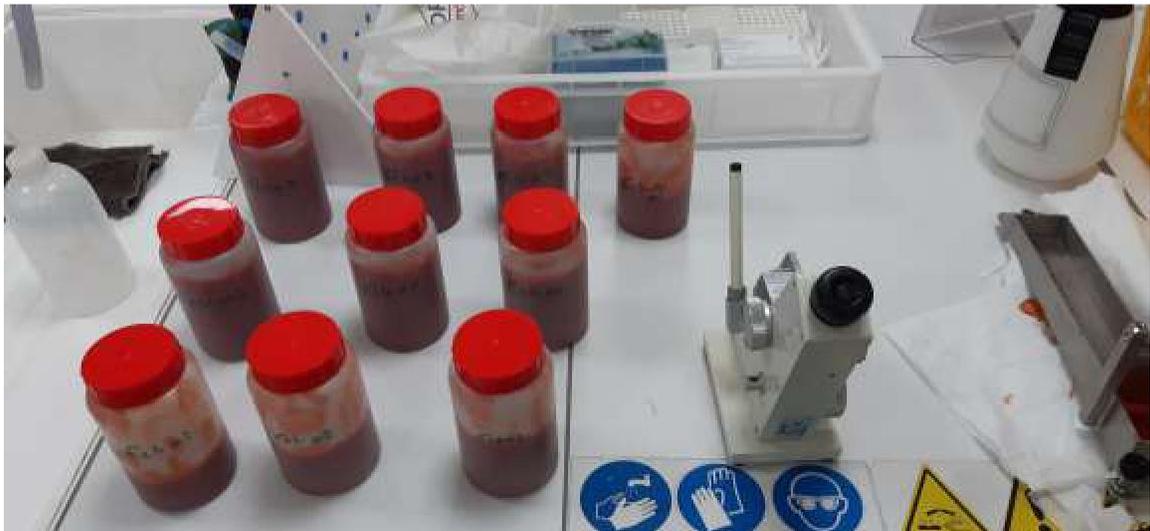
Quand le flux lumineux se déplace d'un milieu optiquement dense à un milieu optiquement moins dense, l'angle incident sera plus petit que l'angle de réfraction. Mesurer l'indice de réfraction revient à déterminer l'angle critique ( $90^\circ$ ).

### 4°) Description (voir schéma droite)

- 1 - Molette graduée de correction de la dispersion
- 2 - Thermomètre avec son joint d'étanchéité
- 3 - Protection escamotable
- 4 - Axe de rotation du prisme incident
- 5 - Miroir réflecteur orientable
- 6 - Oculaire réglable
- 7 - Plateau
- 8 - Molette de blocage du prisme incident
- 9 - Prisme incident
- 10 - Prisme réfracteur (ici caché)
- 11 - Condenseur de lumière des graduations
- 12 - Encastrement pour thermomètre
- 13 - Vis de réglage
- 14 - Molette de réglage de la ligne de séparation
- 15 - Base
- 16 - Tubulures thermostatiques



## ANNEXE II



**Figure 20** : photos des dix échantillons de ketchup étudiés (originale)

### ANNEXE III



**Figure 21** : Réfractomètre (originale)



**Figure 22** : Consistomètre (originale)

### ANNEXE IV

| N° de la mesure         | Ramy | Mohammed Ali | X bar (1)   | R bar(1) | Ramy | Mohammed Ali | X bar (2) | R bar(2)     | Ramy     | Mohammed Ali | X bar (3) | R bar(3) | SSBi      | SSABOP1  | SSABOP2 | SSABOP3  | Xbar        |           |           |       |
|-------------------------|------|--------------|-------------|----------|------|--------------|-----------|--------------|----------|--------------|-----------|----------|-----------|----------|---------|----------|-------------|-----------|-----------|-------|
| 1                       | 5,6  | 5,6          | 5,6         | 5,60     | 0,00 | 5,4          | 5,4       | 5,4          | 5,40     | 0,00         | 5,5       | 5,5      | 5,4       | 5,47     | 0,10    | 271,1511 | 94,08       | 87,48     | 89,653333 | 31,56 |
| 2                       | 5,4  | 5,4          | 5,4         | 5,4      | 0,00 | 5,4          | 5,4       | 5,4          | 5,4      | 0,00         | 5,8       | 5,8      | 5,8       | 5,8      | 0,00    | 275,56   | 87,48       | 87,48     | 100,92    | 31,56 |
| 3                       | 5    | 5,2          | 5,2         | 5,133333 | 0,20 | 5            | 5         | 5,3          | 5,1      | 0,30         | 5,5       | 5,3      | 5,3       | 5,366667 | 0,20    | 243,36   | 79,05333333 | 78,03     | 86,403333 | 31,56 |
| 4                       | 4,8  | 5            | 4,8         | 4,866667 | 0,20 | 5            | 5         | 5            | 5        | 0,00         | 5         | 5        | 5         | 5        | 0,00    | 221,0178 | 71,05333333 | 75        | 75        | 31,56 |
| 5                       | 5,4  | 5,2          | 5,4         | 5,333333 | 0,20 | 5,2          | 5,2       | 5,2          | 5,2      | 0,00         | 5,4       | 5,2      | 5,2       | 5,266667 | 0,20    | 249,64   | 85,33333333 | 81,12     | 83,213333 | 31,56 |
| 6                       | 5,4  | 5,2          | 5,2         | 5,266667 | 0,20 | 5,4          | 5,4       | 5,4          | 5,4      | 0,00         | 5,2       | 5,2      | 5,2       | 5,2      | 0,00    | 251,7511 | 83,21333333 | 87,48     | 81,12     | 31,56 |
| 7                       | 4,8  | 4,8          | 4,8         | 4,8      | 0,00 | 5            | 5         | 5            | 5        | 0,00         | 4,8       | 4,8      | 4,8       | 4,8      | 0,00    | 213,16   | 69,12       | 75        | 69,12     | 31,56 |
| 8                       | 5    | 5            | 5           | 5        | 0,00 | 5            | 5         | 5            | 5        | 0,00         | 5         | 5        | 5         | 5        | 0,00    | 225      | 75          | 75        | 75        | 31,56 |
| 9                       | 4,2  | 4,2          | 4,2         | 4,2      | 0,00 | 4,4          | 4,6       | 4,6          | 4,533333 | 0,20         | 4,3       | 4,2      | 4,2       | 4,233333 | 0,10    | 168,1344 | 52,92       | 61,653333 | 53,763333 | 31,56 |
| 10                      | 4    | 4            | 4           | 4        | 0,00 | 4            | 4         | 4            | 4        | 0,00         | 4,2       | 4        | 4,1       | 4,1      | 0,20    | 146,41   | 48          | 48        | 50,43     | 31,56 |
|                         |      |              | X bar (1)   | 4,96     | 0,08 |              |           | X bar (2)    | 5,003333 | 0,05         |           |          | X bar (3) | 5,023333 | 0,08    | 2265,184 | 745,2533333 | 756,24333 | 764,62333 |       |
| <b>Moyenne générale</b> |      | <b>X bar</b> | 4,995555556 |          |      |              |           | <b>R bar</b> | 0,07     |              |           |          |           |          | 2266,12 |          |             |           |           |       |

| N° de la mesure  | Opérateur 1,1 | Opérateur 1,2 | Opérateur 1,3 | X bar (1)   | R bar(1) | Opérateur 2,1 | Opérateur 2,2 | Opérateur 2,3 | X bar (2)/R bar(2) | Opérateur 3,1 | Opérateur 3,2 | Opérateur 3,3 | X bar (3)/R bar(3) | SSBi    | SSABOP1     | SSABOP2  | SSABOP3    | Xbar  |  |
|------------------|---------------|---------------|---------------|-------------|----------|---------------|---------------|---------------|--------------------|---------------|---------------|---------------|--------------------|---------|-------------|----------|------------|-------|--|
| 1                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60       | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 8987,04 | 2995,68     | 2995,68  | 2995,68    | 31,56 |  |
| 2                | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,70       | 0,00     | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,70 0,00         | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,70 0,00         | 9044,01 | 3014,67     | 3014,67  | 3014,67    | 31,56 |  |
| 3                | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,50       | 0,00     | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,50 0,00         | 31,5          | 31,5          | 31,4          | 31,4667 0,10       | 8923,95 | 2976,75     | 2976,75  | 2970,45333 | 31,56 |  |
| 4                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60       | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 8987,04 | 2995,68     | 2995,68  | 2995,68    | 31,56 |  |
| 5                | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,50       | 0,00     | 31,5          | 31,5          | 31,5          | 31,50 0,00         | 31,4          | 31,5          | 31,5          | 31,4667 0,10       | 8923,95 | 2976,75     | 2976,75  | 2970,45333 | 31,56 |  |
| 6                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60       | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 8987,04 | 2995,68     | 2995,68  | 2995,68    | 31,56 |  |
| 7                | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,70       | 0,00     | 31,7          | 31,7          | 31,7          | 31,70 0,00         | 31,7          | 31,7          | 31,6          | 31,6667 0,10       | 9037,67 | 3014,67     | 3014,67  | 3008,33333 | 31,56 |  |
| 8                | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,40       | 0,00     | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,40 0,00         | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,40 0,00         | 8873,64 | 2957,88     | 2957,88  | 2957,88    | 31,56 |  |
| 9                | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60       | 0,00     | 31,6          | 31,6          | 31,6          | 31,60 0,00         | 31,6          | 31,6          | 31,5          | 31,5667 0,10       | 8980,72 | 2995,68     | 2995,68  | 2989,36333 | 31,56 |  |
| 10               | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,40       | 0,00     | 31,4          | 31,4          | 31,4          | 31,40 0,00         | 31,4          | 31,4          | 31,5          | 31,4333 0,10       | 8879,92 | 2957,88     | 2957,88  | 2964,16333 | 31,56 |  |
|                  |               |               | X barT (1)    | 31,56       | 0,00     |               |               | X barT (2)    | 31,56 0,00         |               |               | X barT (3)    | 31,55 0,05         | 89625   | 29881,32    | 29881,32 | 29862,3567 |       |  |
| Moyenne générale |               | <b>X bar</b>  |               | 31,55666667 |          |               | <b>R bar</b>  |               |                    |               |               |               |                    |         | 89624,99667 |          |            |       |  |

