

PIERRET MARION



# La validation des lavages pour les équipements parfum : un enjeu majeur



Master Qualité & Performances  
dans les Organisations

2012/2013

## RESUME

Leader mondial de la cosmétique, l'Oréal mise sur des produits zéro défaut. Entreprise phare des produits de luxe (maquillage anhydre et parfum), le site l'Oréal Beauté Recherches & Industries (B.R.I.), anciennement Yves Saint Laurent, localisé en Picardie appartient au Pôle d'Excellence de la Division Luxe.

Cette étude tend à fiabiliser la qualité des produits pour résister à la concurrence du marché.

De plus, forte de ses valeurs, l'Entreprise tend vers la certification environnementale ISO 14001 d'ici juillet 2013 et cherche donc à diminuer ses déchets et réduire les quantités d'alcool utilisées qui influent directement sur les émissions d'alcool qui composent les C.O.V. : Composés Organiques Volatils.

La quête de cette diminution d'alcool se traduit également par la validation des lavages et une optimisation des modes opératoires sur l'ensemble des équipements en fabrication parfums.

**Mots-clés : l'Oréal – division luxe – validation des lavages – fabrication parfums – mode opératoire de lavage**

## ABSTRACT

Leader in cosmetics, l'Oreal looks for total quality that is to say perfect products without any defect. Specialist in luxury products (makes-up and perfumery), "Beauté Recherches & Industries" site of l'Oreal group, BRI previously Yves Saint Laurent, which is located in Picardie, belongs to the Excellence Pole of Luxury Division.

Strong of its values, BRI's goal is to obtain the environmental certification: ISO 14001 in July 2013. That is why, the company works in order to decrease its waste and reduce alcohol consumption. Alcohol belongs to the Volatile Organic Compounds so its consumption checking is necessary to decrease the VOC emission.

The quest of reducing alcohol consumption also means validation of the cleanup and an optimization of the cleanup procedures of all of the equipment at perfumes manufacturing.

**Key words : l'Oréal – luxury division – validation of washings – perfumes manufacturing – washing procedures**

## Table des matières

INTRODUCTION .....	7
Chapitre 1 : Fiabiliser la qualité des produits chez le leader mondial des cosmétiques.....	8
L'Oréal : leader mondial .....	8
Positionnement stratégique de l'Oréal .....	8
B.R.I. : spécialiste des produits de luxe .....	10
Pourquoi la validation des lavages ? .....	11
Enjeux .....	11
Problématique .....	14
Chapitre 2 : Fiabiliser la qualité des parfums en validant les nettoyages .....	16
Organisation et planification .....	16
Première partie : validation des lavages en salle glaçage/filtration .....	17
Deuxième partie : validation des lavages sur les cuves HEC .....	21
Points clefs indispensables au bon déroulement au vu d'un changement.....	23
La communication : .....	23
L'accompagnement .....	24
Le plan d'expériences VS les essais pour valider les lavages .....	25
Le plan d'expériences par Tagushi .....	25
Les Essais .....	25
Lien entre l'existant et les axes d'améliorations .....	26
Chapitre 3 : valider les lavages sur les équipements parfum.....	27
Les cloches de filtration.....	27
Etat des lieux de l'existant.....	28
Remplissage total de la cloche .....	29
Remplir la cloche de filtration par le haut.....	31
Remplir pour assurer un nettoyage complet via un bullage* à l'azote .....	32
Les cuves HEC .....	34
1ère étape : Déterminer un seuil de polluant dans la méthode actuel .....	34
2ème étape : Diminuer les quantités d'alcool grâce à la recirculation.....	37
3ème étape : utiliser de l'alcool sale pour le lavage .....	38
Résultats obtenus.....	39
Résultats escomptés.....	41
CONCLUSION .....	43

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout particulièrement à remercier ma maître de stage, Corinne Laurent, manager du service process, pour m'avoir accompagnée et encadrée durant cette période de stage. Sa disponibilité, les conseils et l'aide apportée ont été une aide précieuse pour réaliser les missions qui m'ont été confiées.

Je suis très reconnaissante à l'ensemble du service qualité et plus particulièrement le process qui m'a intégré au sein de l'équipe et qui a rendu ce stage agréable.

Je gratifie l'ensemble du personnel des unités de production qui ont eu la patience de m'expliquer le fonctionnement et sans qui la création des dossiers de validation n'aurait pu se faire.

Je témoigne toute mon affection à l'ensemble des stagiaires et apprentis que j'ai côtoyé et avec lesquels j'ai pu échanger durant toute cette période, un échange sur les différents sujets de chacun a permis de découvrir l'entreprise dans sa globalité.

Pour n'oublier personne, je souhaite remercier l'ensemble des personnes du site qui ont participé de près ou de loin à mon intégration et m'ont permis de faire cette durée de stage avec envie et enthousiasme.

Enfin, je tiens à remercier Jean Pierre Caliste (tuteur école) et Gilbert Farges (responsable master) pour leur suivi et leur attention à distance durant mon stage. La visite effectuée au milieu de stage est très bénéfique et permet de continuer sereinement le stage.

## GLOSSAIRE & ABREVIATIONS

### GLOSSAIRE

CHAI : lieu de fabrication et de macération des parfums

Macération : technique intervenant au cours de la fabrication du parfum et qui consiste à laisser reposer le concentré alcoolique un certain temps dans de grandes cuves. Cette opération permet d'obtenir une qualité olfactive optimale et d'éliminer l'odeur d'alcool frais

Jus : terme trivial employé en parfumerie pour désigner la solution alcoolique d'un concentré de parfum – produit contenu dans un produit fini

Worst case : cas le plus critique définit suivant les conditions d'expérience. Le worst case varie d'un établissement à l'autre il dépend aussi des équipements

Bullage : action mécanique de nettoyage qui consiste à souffler avec de l'azote dans l'alcool

5S : technique de management japonaise d'amélioration qui consiste à débarasser (Seiri), ranger (Seiton), nettoyer (Seiso), Ordonner (Seiketsu), et être rigoureux (Shitsuke).

Ténacité : aptitude d'une fragrance à persister dans le temps

**ABREVIATIONS**

BRI : Beauté Recherches & Industries

COV : Composés Organiques Volatils

UTC : Université Technologique de Compiègne

CA : Chiffre d’Affaire

ATEX : ATmosphère EXplosive

HEC : Huiles Essentielles Concentrées

UV : Ultra-Violet

QQOQCP : Qui Quoi Où Quand Comment Pourquoi

PDS : Planification Dynamique Stratégique

PDCA : Plan Do Check Act

GC : Chromatographie en phase Gazeuse

COFIL : COmité de PILotage

MP : Matière(s) Première(s)

SF : Semi(s)-Fini(s)

PF : Produit(s) fini(s)

OPL : One Point Lesson

## TABLE DES ILLUSTRATIONS

Figure 1 : le positionnement mondiale de l'Oréal [3] .....	8
Figure 2 : les divisions et leurs CA chez l'Oréal[4] .....	9
Figure 3 : le pôle d'excellence picard[5] .....	10
Figure 4 : les origines d'une source d'explosion en zone ATEX [6] .....	11
Figure 5 : la fabrication de parfum imagée[4] .....	12
Figure 6 : la problématique posée sous forme de QQQQCP [4] .....	14
Figure 7 : la présentation des objectifs de l'étude via une Planification Dynamique Stratégique[4] ...	15
Figure 8 : le diagramme de décision suite à l'analyse de risques[4] .....	16
Figure 9 : le plan de la salle glaçage/filtration[4] .....	17
Figure 10 : organisation suivant la roue de Deming et le PDCA[4] .....	18
Figure 11 : logigramme de validation du mode opératoire[4] .....	19
Figure 12 : les sept familles olfactives de parfum [4] .....	20
Figure 13 : représentation d'un fondoir HEC[4] .....	21
Figure 14 : diagramme représentant l'enchaînement des étapes[4] .....	22
Figure 15 : schéma de la recirculation[4] .....	22
Figure 16 : avantages et inconvénients du plan d'expérience[4] .....	25
Figure 17 : avantages et inconvénients des essais[4] .....	25
Figure 18 : prix d'achat et de revente de l'alcool[4] .....	27
Figure 19 : représentation d'une cloche de filtration[4] .....	27
Figure 20 : entretoise et filtre en ouate utilisés lors de la filtration[4] .....	28
Figure 21 : quantité d'alcool et prix par mois avant étude[4] .....	28
Figure 22 : les grandes et petites cloches[4] .....	29
Figure 23 : volume des cloches[4] .....	30
Figure 24 : quantité d'alcool nécessaire par mois avec la méthode remplissage total des cloches de filtration[4] .....	30
Figure 25 : le coût de la méthode remplissage total des cloches de filtration[4] .....	30
Figure 26 : avantages et inconvénients de la méthode remplissage total des cloches de filtration[4]	30
Figure 27 : circuit de l'alcool par la méthode arrivée de l'alcool par le haut de cloche[4] .....	31
Figure 28 : avantages et inconvénients de la méthode arrivée de l'alcool par le haut de cloche[4] ...	31
Figure 29 : quantité d'alcool nécessaire par mois avec la méthode de bullage à l'azote[4] .....	32
Figure 30 : coût de la méthode de bullage à l'azote[4] .....	32
Figure 31 : avantages et inconvénients de la méthode bullage à l'azote[4] .....	33
Figure 32 : schéma d'une cuve HEC[4] .....	34
Figure 33 : résultat de l'analyse de l'alcool après lavage du fondoir[4] .....	35
Figure 34 : tableau lié au graphique obtenu par GC[4] .....	35
Figure 35 : taux de polluants dans l'alcool de lavage du concentré "la vie est belle"[4] .....	36
Figure 36 : taux de polluants dans l'alcool de lavage sur d'autres concentrés[4] .....	36
Figure 37 : résultat de l'alcool de coulage propre[4] .....	36
Figure 38 : déroulement d'un essai de lavage sur le fondoir HEC[4] .....	37
Figure 39 : taux de polluants relevés dans une même cuve au cours des lavages[4] .....	38
Figure 40 : responsables aux quels est soumis le dossier de validation[4] .....	39
Figure 41 : OPL du rinçage glaçage/filtration[4] .....	40

## INTRODUCTION

Ce projet est élaboré dans le cadre d'un stage de fin d'études du master Qualité & Performances dans les Organisations de l'UTC au sein de l'entreprise l'Oréal Beauté Recherches & Industries (BRI) spécialisée dans les produits de luxe.

Dans un contexte de compétitivité, l'Oréal tend à être réactif et adapte sa production à la demande du marché dans le meilleur délai [1].

Face à cette réactivité, il est essentiel de fiabiliser la qualité des produits et plus particulièrement dans cette étude le nettoyage des équipements utiles à la fabrication des parfums, en validant les rinçages et en minimisant l'impact environnemental c'est-à-dire en réduisant les quantités d'alcool utilisées.

Afin de clarifier la problématique, une première partie présentera le contexte de l'Oréal et la fabrication des parfums.

Dans une deuxième partie les alternatives possibles pour résoudre cette problématique seront exposées et les résultats obtenus après cinq mois d'études seront présentés.

## Chapitre 1 : Fiabiliser la qualité des produits chez le leader mondial des cosmétiques

### L'Oréal : leader mondial

#### Positionnement stratégique de l'Oréal

Le groupe l'Oréal est le leader mondial de la cosmétique [1] avec 22,5 milliards d'euros de chiffres d'affaires en 2012, en croissance de 5,5% [2]. Il représente un siècle d'expertise cosmétique soit 27 marques internationales réparties dans 130 Pays et 41 usines (figure 1). 5,8 milliards de produits finis sont commercialisés chaque année grâce au travail de 72 600 collaborateurs [3]. Pour renforcer son expansion internationale, l'Oréal effectue de nouvelles percées stratégiques sur les marchés émergents tels que le Brésil, la Russie, le Mexique, la Chine, l'Inde et dernièrement l'Arabie-Saoudite.

Ce groupe représente une expertise qualité dans les soins de la peau et des cheveux, les maquillages, les colorations, les produits d'hygiène et les parfums. Afin de séduire toujours plus de consommateurs, le groupe développe ses produits au plus près des exigences du marché.

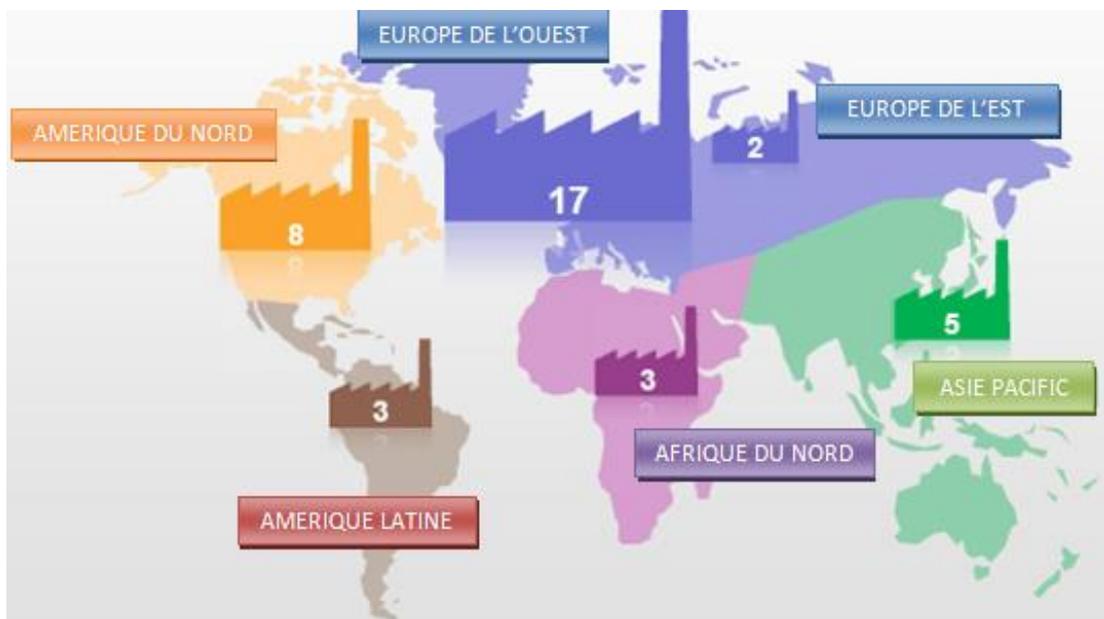


Figure 1 : le positionnement mondiale de l'Oréal [3]

Pour faire face à ses principaux marchés et pour faciliter les circuits de distribution, le groupe l'Oréal a structuré ses opérations en deux divisions.

**La division des produits grand public** qui représente l'activité la plus populaire du groupe, celle des produits diffusés dans les circuits de la grande distribution, qui symbolise 51,5% du Chiffre d'Affaire (C.A) de l'Oréal [3].

**La division sélective** organisée autour de quatre entités :

**L'Oréal luxe** : activité la plus rentable, elle inclut des marques prestigieuses en distribution sélective. Elle représente 26,8% du CA.

**Les produits professionnels** : activité originelle du groupe, au service des professionnels de la coiffure, constitue 14,4% du CA.

**La cosmétique Active** : activité de haute technologie dont le but est de répondre aux besoins des peaux spécifiques entre les peaux saines et les peaux à problèmes par des soins dermo-cosmétique atteint 7,3 du CA.

**The body shop**, créé en 1976 et appartenant depuis 2004 au groupe, tient compte du naturel, du sensoriel et de l'éthique du produit à bases d'ingrédients naturels.

La répartition de ces CA entre divisions est représentée sur la figure 2.

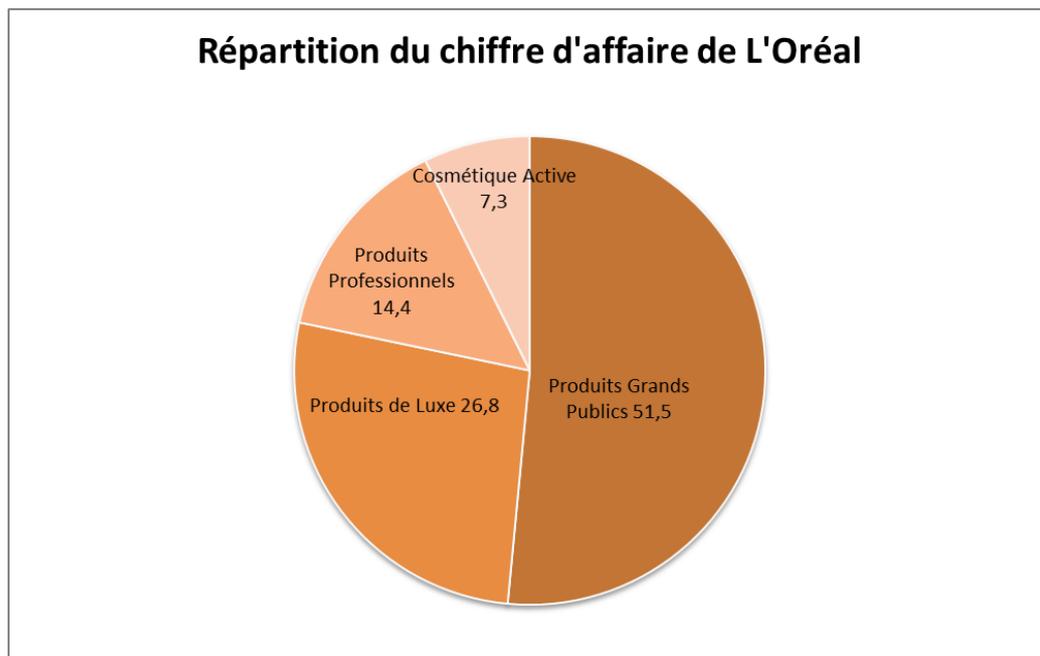


Figure 2 : les divisions et leurs CA chez l'Oréal [4]

En France, L'Oréal luxe se trouve fortement représenté en Picardie, et est appelé Pôle d'Excellence via les sites de Sicôs à Caudry, Fapagau à Gauchy et Beauté Recherche & Industries (B.R.I.) à Lassigny dans l'Oise (figure 3) [2]. Ces trois sites assurent la production de 70% des soins, maquillage et parfums haut de gamme vendus dans le monde par le groupe. Ces produits incarnent l'élégance et le raffinement. Une centrale logistique localisée

à Roye regroupe l'ensemble des produits du pôle d'excellence et assure les expéditions sur la planète [5]. Au sein du pôle « Une réorganisation appuyée sur la chaîne logistique contribue à la compétitivité et permet de répondre vite à la hausse de la demande » [5].



Figure 3 : le pôle d'excellence picard [5]

### B.R.I. : spécialiste des produits de luxe

B.R.I., usine de L'Oréal luxe, est spécialisée dans la production de maquillages anhydres et de produits alcooliques de luxe (figure 3). B.R.I. se développe sur 45 000 m<sup>2</sup> de surface de production, 40 lignes de conditionnement et 25 cuves de fabrication. Il en sort environ 3300 produits différents [2] : vernis à ongles, parfums, vernis à lèvres, blush, poudres de teints, fards à paupières de marques prestigieuses telles que Yves Saint Laurent, Lancôme, Giorgio Armani, Viktor&Rolf, Vichy, La Roche-Posay, Héléna Rubinstein et Roger&Gallet [3].

L'objectif chez B.R.I. est d'assurer un service d'excellence et un niveau de Qualité au service du luxe [2] :

- En maîtrisant la sécurité
- En réduisant l'empreinte environnementale
- En rendant performants les outils de production et l'organisation
- Dans le respect des femmes et des hommes de cette entité en favorisant leur formation, leur responsabilisation et leur développement

Les valeurs du groupe et de BRI sont basées sur six principes : la passion, l'innovation, le goût d'entreprendre, l'ouverture d'esprit, la quête d'excellence et la responsabilité de chacun des collaborateurs.

## Pourquoi la validation des lavages ?

### Enjeux

L'Oréal et plus particulièrement B.R.I. fabrique des produits de cosmétiques de luxe et s'engage à répondre à un cahier des charges très strict basé sur le zéro défaut.

L'étude porte sur la fabrication de parfum et plus particulièrement le nettoyage entre chaque fabrication. La fabrication du parfum se fait au chai\*, zone de fabrication aux normes ATEX (ATmosphères EXplosives), c'est dans ces salles que l'on trouve les différentes cuves de fabrication.

La réglementation ATEX est une directive européenne qui demande à tous les responsables d'établissements de maîtriser les risques relatifs à l'explosion de certaines atmosphères. Pour cela, une évaluation du risque d'explosion dans l'entreprise est nécessaire pour permettre d'identifier tous les lieux où peuvent se former des atmosphères explosibles et ainsi mettre en œuvre les moyens d'éviter les explosions [6].

Une explosion est une réaction rapide d'oxydation ou de décomposition entraînant une élévation de température et de pression. Toutefois, pour qu'une explosion survienne, trois facteurs sont nécessaires : l'oxygène de l'air, un combustible (gaz ou vapeurs) et une source d'inflammation (ou un point chaud) comme présenté sur la figure 4 [6].

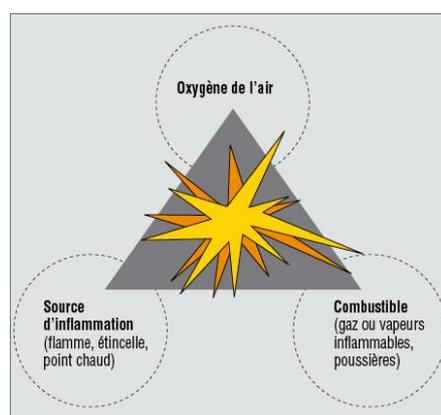


Figure 4 : les origines d'une source d'explosion en zone ATEX [6]

La fabrication de parfum chez B.R.I. se fait dans un environnement composé de 100 cuves de stockage, ce qui représente une capacité totale de 319 000 litres, 2 unités de glaçage/filtration.

La fabrication de parfum (figure 5 [4]) débute tout d'abord par la fabrication des HEC : Huiles Essentielles Concentrées, qui constitue l'essence du parfum. Elle forme la préparation composition parfumante ①. Cette dernière est incorporée dans la cuve de macération\*② et est mélangée avec l'eau et l'alcool, matières premières principales d'un parfum, pour être stockée pendant une durée propre à chaque parfum. A la suite de cette période de macération, le jus est glacé ③ afin de stopper le processus de macération et pour condenser les impuretés afin de faciliter la précipitation des substances les moins solubles qui seront retenues par l'étape de filtration④.

La filtration s'effectue dans une cloche de filtration équipée d'une superposition de plaques en plastiques et de filtres en ouates (20 au total).

Enfin, le jus\* est stocké dans une cuve dite cuve de stockage⑤ dans laquelle selon les formules, l'ajout de colorant est possible avant d'être pompé pour le conditionnement ⑥. Ce dernier s'effectue sur 8 lignes de conditionnement grâce à 112 personnes qui produisent 22 millions d'unités.

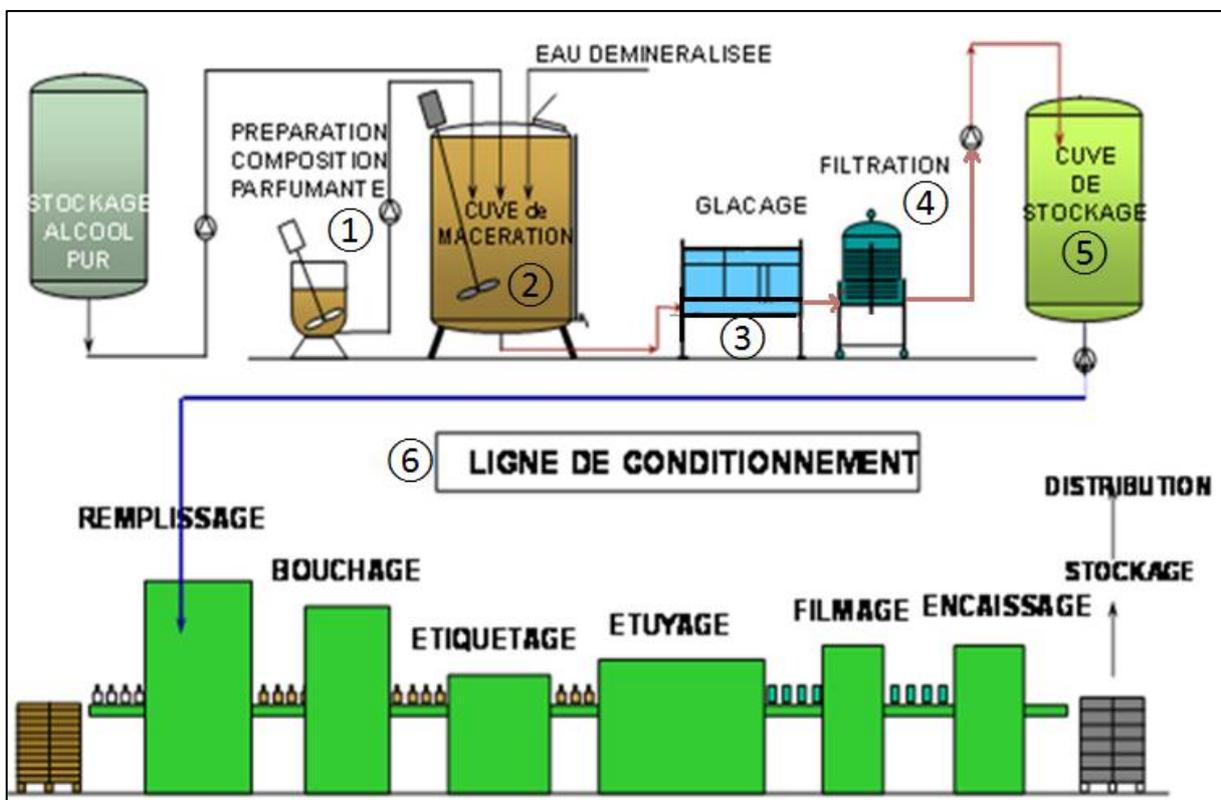


Figure 5 : la fabrication de parfum imagée[4]

L'étude de validation des lavages porte sur la partie fabrication (étapes ① à ⑤) donc n'imbrique pas la partie conditionnement (⑥).

Les parfums peuvent être classés dans différentes familles suivant leur ténacité, dont voici quelques exemples :

- Très tenaces : Opium, Kouros après rasage : ce sont les parfums les plus forts olfactivement
- Tenaces : Cinéma, Stella, Paris, Flower Bomb
- Peu tenaces : Roger&Gallet Eau de Cologne rose, ils sont également appelés légers

L'apparition d'une pollution de jus début 2012 a entraîné la destruction d'une quantité importante de parfum et des pertes économiques non négligeables pour le groupe. Après une analyse 5M (Matières, Matériel, Milieu, Méthode, Main-d'œuvre) globale de la fabrication, l'action prioritaire décidée est la validation des lavages et aussi le fait de dédier des cuves aux jus très tenaces (Opium) et sensibles (Flower Bomb). Allouer certaines cuves revient à passer un seul parfum dans l'équipement et le circuit correspondant.

L'ensemble des cuves et des circuits est rincé après chaque fabrication par un coulage d'alcool. Actuellement, l'objectif de l'unité de fabrication parfum est de fiabiliser la qualité des produits en sortie de fabrication, de développer une démarche d'amélioration des lavages pour déterminer la quantité minimale d'alcool à couler, dans l'idée de réduire l'impact environnemental.

### Problématique

La validation des lavages permet de s'assurer de l'élimination de toute pollution possible entre deux fabrications. Une pollution se caractérise par une odeur résiduelle de parfum précédent et qui va s'incorporer dans la nouvelle formule modifiant les attentes olfactives initiales et rendant le produit non commercialisable.

La problématique est identifiée grâce à l'outil QQQQCP (Qui, Quoi, Où, Quand, Comment, Pourquoi ?) sur la figure 6.

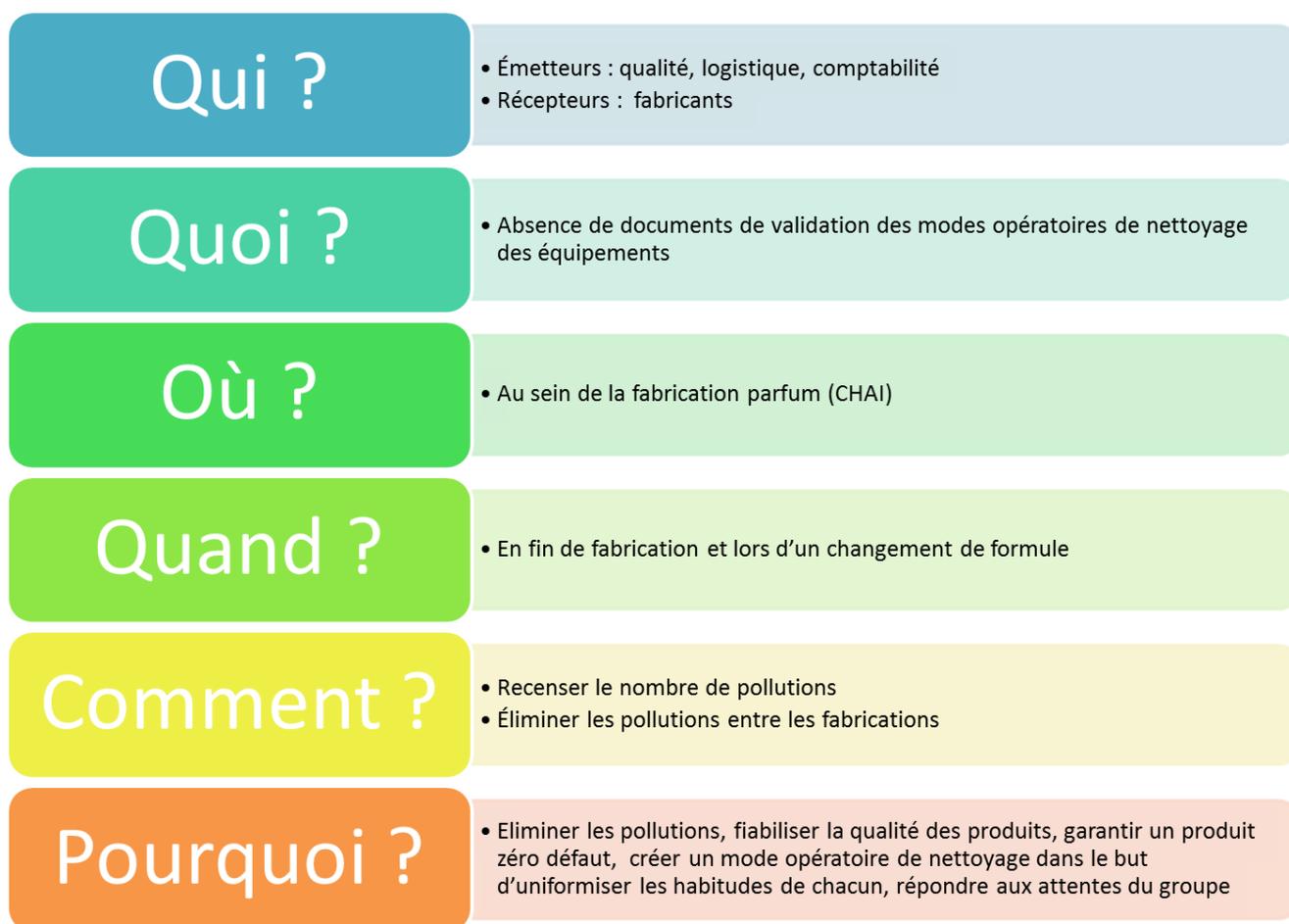


Figure 6 : la problématique posée sous forme de QQQQCP [4]

Une Planification Dynamique Stratégique (PDS) est créée pour représenter les objectifs et l'organisation du projet, figure 7.

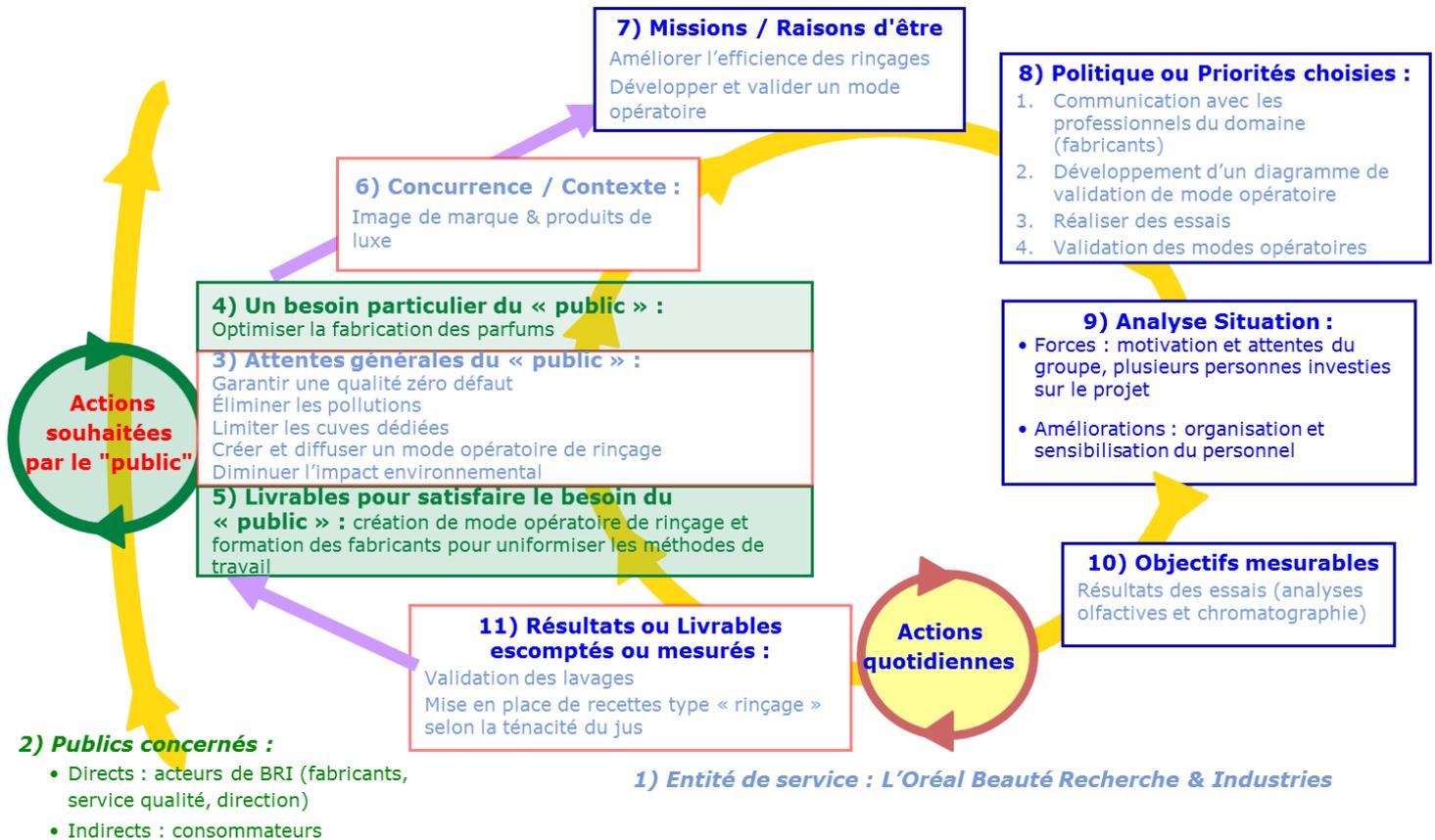


Figure 7 : la présentation des objectifs de l'étude via une Planification Dynamique Stratégique [4]

## Chapitre 2 : Fiabiliser la qualité des parfums en validant les nettoyages

### Organisation et planification

#### Dates clefs du projet

Le projet a déjà été porté par plusieurs stagiaires mais l'ensemble des résultats n'a pas été finalisé ni capitalisé dans un fichier.

- Début du projet : dès le 11 février 2013 : date d'entrée sur le site
- Fin de projet : la validation des lavages est attendue par le Responsable Qualité pour Juin 2013

#### Analyse des risques

L'analyse de risque se base sur trois aspects principaux qui sont le respect des délais, la réalisation des essais et l'aboutissement qui est la constitution des dossiers de validation (figure 8). Les différents risques (en rouge) sont identifiés et les alternatives positives qui seront mises en place sont identifiées en vert.

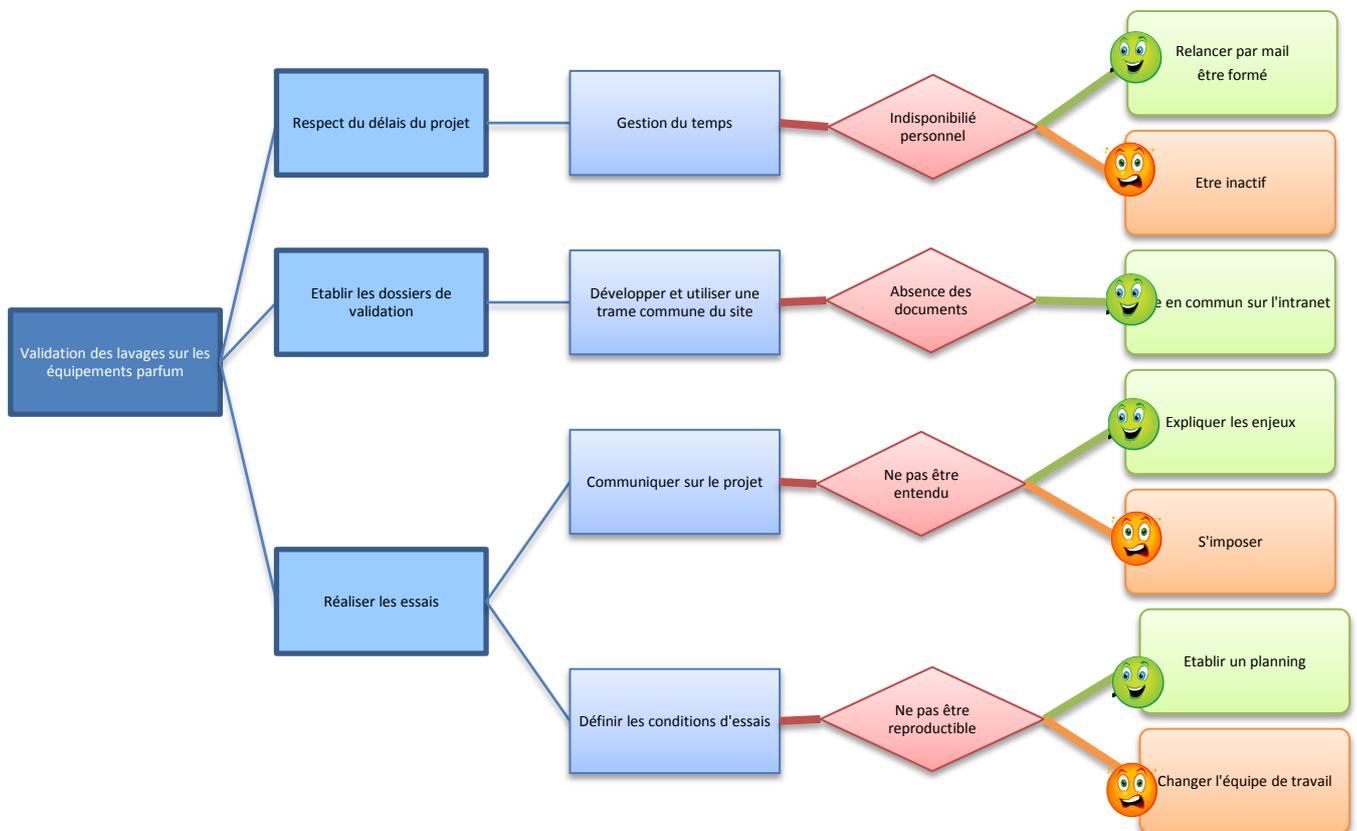


Figure 8 : le diagramme de décision suite à l'analyse de risques [4]

L'étude se décompose en plusieurs phases :

- Glaçage/filtration
- Cuve HEC

### Première partie : validation des lavages en salle glaçage/filtration

La partie glaçage/filtration se compose de deux échangeurs à plaques : 1A et 1B. L'échangeur 1A permet de refroidir le jus filtré dans les cloches H105, H106, H107, H108 et H109 ; le 1B permet de refroidir celui des cloches H101, H102, H103 et H104 (figure 9).

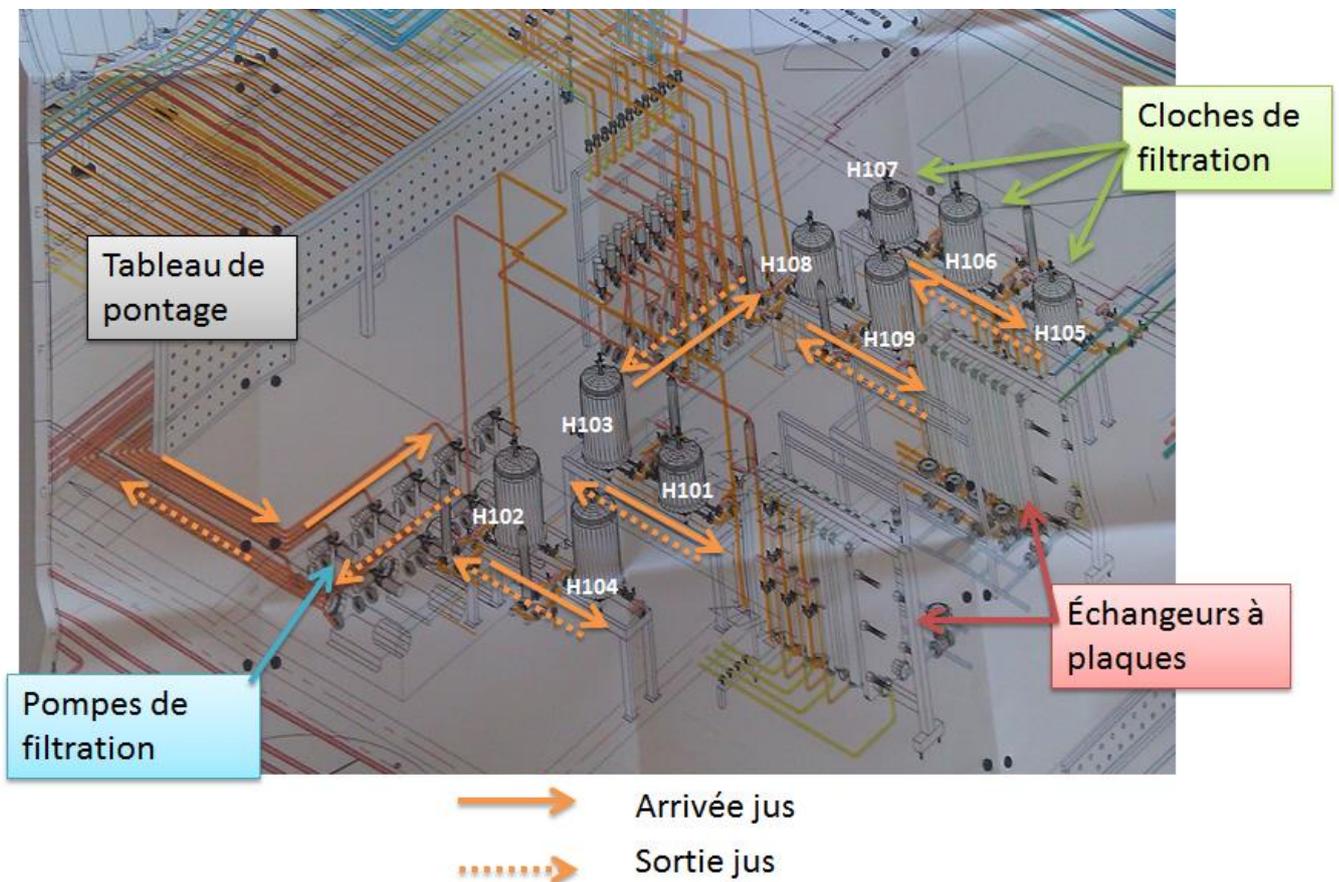


Figure 9 : le plan de la salle glaçage/filtration [4]

Pour l'étude, l'identification du worst case\* (cas le plus critique) des cloches pour chaque échangeur est nécessaire car il est impossible de démontrer la similarité des deux systèmes de refroidissement. Le worst case est la cloche la plus grande en terme de volume et celle qui présente le plus de bras morts sur ses canalisations. Un bras mort est un tuyau isolé des autres canalisations principales où peut s'accumuler du jus et de l'alcool et qui peut devenir un facteur limitant s'il n'est pas correctement traité.

### Déroulement

Pour procéder aux essais, il est primordial de déterminer une quantité d'alcool à utiliser pour le rinçage et le temps de soufflage à l'azote nécessaire pour évacuer la totalité de l'alcool des tuyauteries et sécher ces dernières.

Pour déterminer le mode opératoire optimal de rinçage, un suivi de la roue de Deming (figure 10) a lieu.

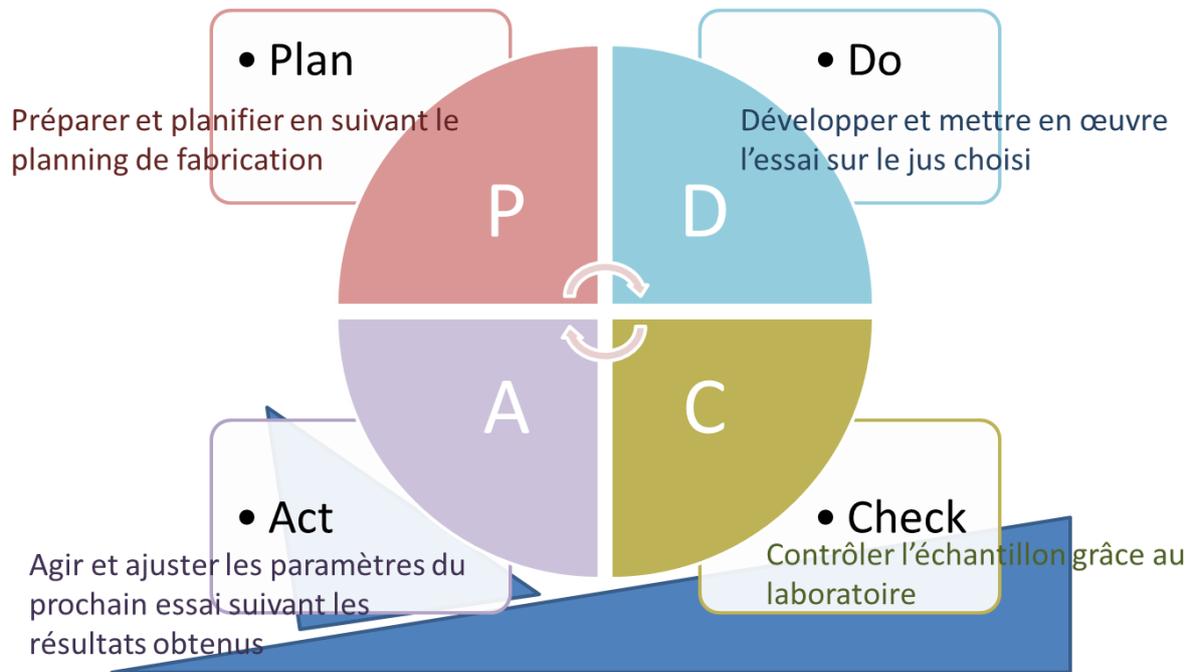


Figure 10 : organisation suivant la roue de Deming et le PDCA [4]

Pour faire les analyses, une simulation de nouvelle fabrication sera faite grâce à un coulage de 100 kg d'alcool récupéré dans un fût et analysé. Les essais et analyses suivront le diagramme de décision présenté figure 11 qui constitue un mode opératoire de lavage en cours de validation. La quantité d'alcool et le temps de soufflage représenté sur la figure par les XX seront déterminés successivement suivant les essais et seront revus pour chaque nouvel essai en fonction des résultats obtenus par le laboratoire.

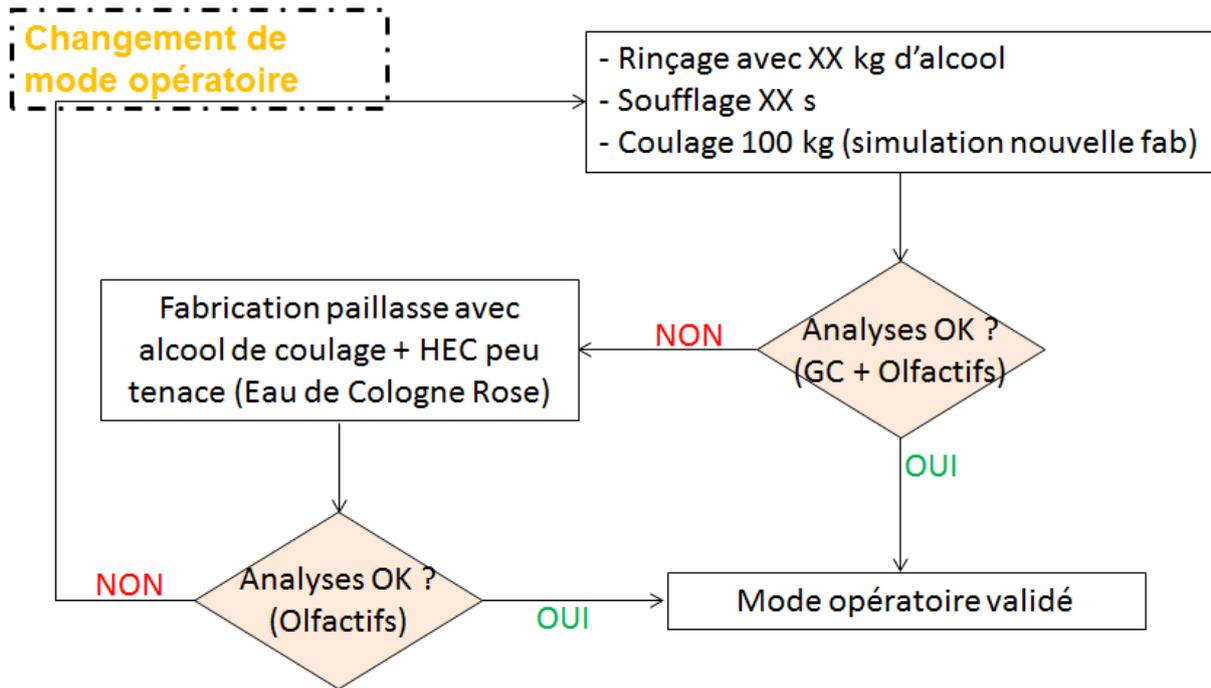


Figure 11 : logigramme de validation du mode opératoire[4]

A la suite du rinçage, un coulage d'alcool de 100 kg (quantité minimale pour représenter une nouvelle fabrication), est fait et évacué dans un fût. Cet alcool est analysé par Chromatographie en phase Gazeuse (GC) et selon les critères organoleptiques. Ces derniers correspondent à trois analyses de l'alcool dilué à 30% dans l'eau déminéralisée : limpide, inodore, incolore. En présence de polluants, l'alcool se trouble dans l'eau. En cas de résultat non conforme, une fabrication paillasse est réalisée avec l'alcool récupéré du fût. Le but est de déterminer si les polluants restants lors du rinçage seraient susceptibles de polluer une fabrication suivante. La fabrication paillasse sera donc volontairement un jus de ténacité légère pour représenter un worst-case. Le jus le plus léger et le plus simple (sans macération) à représenter en paillasse est donc l'Eau de Cologne Rose de Roger&Gallet.

Cette fabrication paillasse est comparée à un témoin paillasse formulé dans les mêmes conditions avec de l'alcool propre. Ces deux fabrications seront comparées olfactivement par rapport à un témoin fait de façon industrielle. Pour compléter l'olfaction on effectue une GC de la fabrication paillasse et une comparaison avec une fabrication industrielle est faite pour visualiser les constituants du jus.

Les critères de validation sont l'absence de pollution en GC et le coulage d'alcool lui aussi non pollué c'est-à-dire limpide, inodore et incolore.

Pour faire l'analyse olfactive de la fabrication paillasse, il faut étudier trois notes :

- Les notes de tête : les plus volatiles sont senties en premier. Elles constituent la première impression et s'estompent avec le temps
- Les notes de cœur : elles se révèlent et prennent le relais des notes de tête, elles perdurent quant à elles plusieurs heures et déterminent le thème du parfum.

- Les notes de fond : elles sont peu volatiles et persistantes jusqu'à plusieurs jours.

Selon la ténacité des parfums, les notes sont différentes. Les notes proviennent essentiellement des concentrés (HEC) constituant le parfum.

A ce titre, il existe sept familles olfactives de parfum (figure 12) : hespéridés, floral, fougères, chypre, boisé, ambré et cuir [7]. Dans le cadre de la validation, il faut veiller à ne pas fabriquer un parfum qui appartient à la même famille olfactive ce qui rend l'analyse trop délicate car les notes se ressemblent.

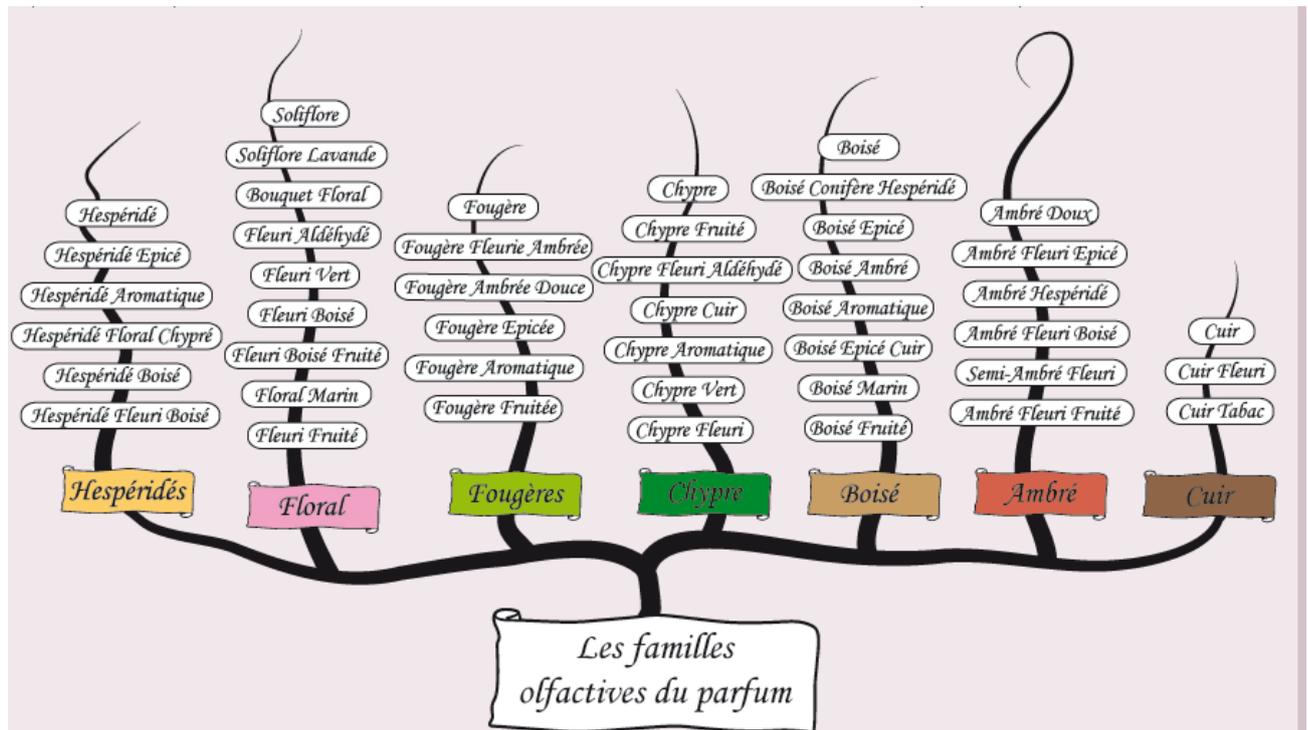


Figure 12 : les sept familles olfactives de parfum [7]

## Deuxième partie : validation des lavages sur les cuves HEC

La deuxième partie des validations des lavages s'effectue sur les cuves de fabrication d'Huiles Essentielles Concentrées. Il en existe deux sur le site de B.R.I., de contenances différentes : 1 Tonne et 2 Tonnes. L'étude porte uniquement sur la cuve 1 Tonne, présentée sur la figure 13, mais pourra être reproduite à l'identique sur la 2 Tonnes (actuellement cette dernière n'est pas en service). Toutes les actions sont pilotées via la supervision.



Figure 13 : représentation d'un fondoir HEC[4]

Pour la fabrication d'HEC, on mélange des matières premières diverses et variées ainsi que l'essence de parfum. Certaines fabrications sont utilisées directement sur le site tandis que d'autres sont vendues.

Pour l'étude, il faut émettre l'hypothèse que les lavages actuels suffisent au bon nettoyage des cuves puisqu'il n'y a aucune pollution rencontrée. C'est-à-dire que lors des fabrications d'HEC, aucune pollution n'est révélée lors des enchaînements de formules différentes. Après un cycle de lavage actuel, il faut couler une quantité d'alcool qui est analysée pour doser les polluants résiduels suite au lavage. Ce niveau ne devra pas être dépassé lors des essais d'optimisation.

De ce fait, le travail à réaliser consiste à déterminer le seuil de polluants acceptable présent dans l'alcool de lavage en effectuant un lavage dans les conditions actuelles par les fabricants. Une fois de plus, le dialogue avec ces derniers est nécessaire et essentiel pour connaître les astuces de chacun et les inclure dans le projet.

Grâce à cet échange avec les fabricants et via leurs expériences, les essais seront réalisés avec 150 kg d'alcool propre comme à l'ordinaire, suivi d'un coulage de 50 kg d'alcool analysés en chromatographie pour définir le taux de polluants résiduels.

Un des points clefs de cette étude repose sur l'impact environnemental donc l'enjeu sera de diminuer la quantité d'alcool utilisée pour le nettoyage.

### Déroulement

Le but de ce travail est d'étudier l'existant pour ensuite l'améliorer. Le diagramme sur la figure 14 présente l'enchaînement des étapes à réaliser sur les cuves.

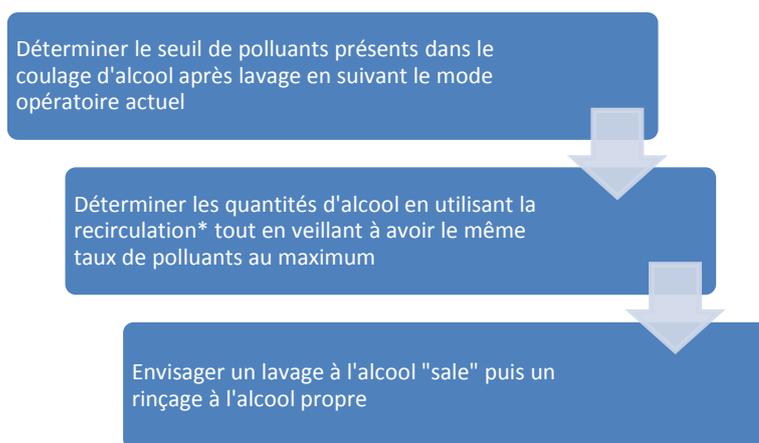


Figure 14 : diagramme représentant l'enchaînement des étapes [4]

Il est à noter que ce que l'on appelle alcool « sale » (alcool ayant déjà servi au lavage) n'est autre que de l'alcool chargé de très peu de polluants sur la quantité présente en cuve. A la suite d'une GC sur un alcool présent dans une cuve d'« alcool sale », il s'est révélé que le taux de polluants est de 0,5%. Cette étude est démontrée plus loin dans le mémoire.

La recirculation dans une cuve est une action mécanique qui consiste à faire passer une même quantité d'alcool plusieurs fois à l'aide d'une pompe. Sur la figure 15 la recirculation est représentée par le circuit marron.

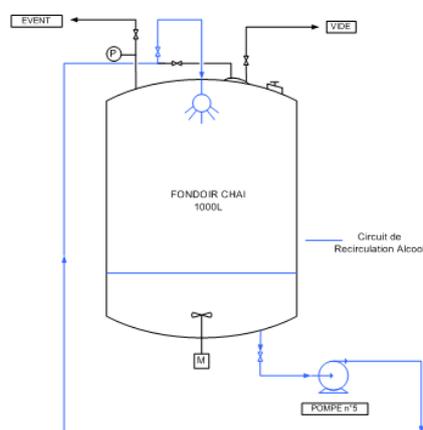


Figure 15 : schéma de la recirculation [4]

## **Points clefs indispensables au bon déroulement au vu d'un changement**

Pour réaliser un changement dans une entreprise, une discussion avec l'ensemble des collaborateurs visés de près ou de loin par les modifications est essentielle. Les faire participer les aidera à assimiler les évolutions souhaitées par la hiérarchie. Une diffusion et un retour des informations sont nécessaires.

### **La communication :**

La communication est un axe à prioriser pour envisager le déploiement d'un changement quel qu'il soit. Il faut inclure l'ensemble du personnel qui peut être concerné par ces modifications [8].

### **Avec les fabricants**

Un échange important avec les fabricants sur leurs méthodes de travail est indispensable en l'absence de documents écrits. Il s'agit des personnes les plus à même de connaître le matériel et leur expérience est primordiale en apportant des informations susceptibles de faire évoluer les choses. De plus, pour envisager un changement, l'implication de l'ensemble des personnes concernées par celui-ci est indispensable pour construire une dynamique de changement pérenne. Il faut favoriser l'autonomie tout en gardant un contact privilégié avec la personne en question [9].

### **Avec les métiers supports**

Les techniciens et les personnes habilitées à effectuer des travaux sur les outils sont également indispensables au bon déroulement du chantier puisqu'ils connaissent les points forts et faibles des équipements.

### **Avec le service qualité**

Les essais réalisés sont soumis au laboratoire. Il s'agit des personnes responsables et habilitées au contrôle olfactif qui seront des interlocuteurs privilégiés puisqu'elles communiqueront les résultats ce qui permet de continuer les essais.

### **Avec la direction**

La validation des lavages est une attente du groupe. Un état des lieux est donc demandé chaque mois lors du COPIL QUALITE c'est-à-dire le COmité de PILotage de l'ensemble des projets relatifs à la qualité. Cette réunion mensuelle réunit l'ensemble des responsables du service qualité (responsable qualité, responsables process, laboratoire Matières Premières (MP), et Produits Semi-finis (SF) ou Finis(PF) tous les chefs de service : Sécurité, logistique, production ... et le directeur du site.

### L'accompagnement

L'accompagnement sur les tâches à réaliser est important. Il est nécessaire de définir qui, quand, comment et où se déroulent les actions d'améliorations et de changements. Une écoute sur les améliorations et les encouragements est utile.

### Avec les fabricants

Un accompagnement bilatéral est primordial pour créer une dynamique de changement.

Une nouvelle personne arrivée sur le terrain a besoin pour apprendre de recevoir des informations sur la tâche à réaliser [10].

La compétence fournie par les fabricants englobe l'habileté acquise par l'expérience. Leur motivation se rapporte à la confiance, l'engagement et l'implication personnelle qui leur sont confiés.

Un accompagnement avec les fabricants est essentiel durant le temps d'adaptation. Une réunion hebdomadaire sur un créneau regroupant l'ensemble du personnel (trouver un créneau où les équipes se croisent) est importante pour d'une part communiquer sur les essais à réaliser, les résultats des essais précédents.

D'autre part, il est primordial de comprendre le ressenti des fabricants, de comparer et discuter sur les techniques de chacun pour résoudre des soucis d'éthique entre les équipes.

### Le service qualité

Un accompagnement et une implication au sein du service qualité (laboratoire MP) est souvent mieux perçue. La démarche d'amélioration nécessite des analyses supplémentaires et vient donc ajouter une charge de travail et modifie l'organisation.

Les manipulations simples peuvent être déléguées au chargé de projet pour diminuer la surcharge de travail. Pour se faire, une double compétence : qualité et chimie est appréciée pour créer une certaine dynamique et autonomie au projet.

### La direction

L'engagement des dirigeants de l'entreprise est indispensable pour promouvoir un changement [11].

Il est donc primordial qu'ils accompagnent leurs personnels dans cette démarche.

## Le plan d'expériences VS les essais pour valider les lavages

Pour résoudre cette problématique il existe deux méthodes possibles : le plan d'expériences et les essais successifs.

### Le plan d'expériences par Tagushi

La première méthode établie a été le plan d'expérience. Il s'agit d'une suite ordonnée d'essais, permettant d'acquérir de nouvelles connaissances tout en contrôlant un ou plusieurs paramètres [12].

La méthode de Tagushi se distingue des autres méthodes car elle permet de réduire de façon considérable le nombre d'essais [12] à réaliser tout en gardant une précision correcte. Une étude préalable des facteurs pouvant influencer et leurs interactions est à réaliser avant de choisir les essais les plus judicieux à réaliser. Les facteurs sont classés selon la difficulté de réalisation de ces derniers. Les plus difficiles auront une place spécifique dans le plan d'expériences pour effectuer le moins de changements de niveaux disponibles [13].

Les avantages et les inconvénients de cette méthode sont tracés dans le tableau figure 16.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Diminution du nombre d'essais</li><li>- Identification des interactions entre les facteurs</li><li>- Interprétation rapide des résultats</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Complexe dès lors que les facteurs sont peu ou mal connus</li></ul>

Figure 16 : avantages et inconvénients du plan d'expérience [4]

Il s'avère que les facteurs rencontrés (longueurs des canalisations, quantité d'alcool, temps de soufflage à l'azote en fin de filtration et en fin de rinçage) dans cette étude sont trop nombreux et différents d'un équipement à l'autre et influent sur les résultats obtenus.

### Les Essais

La méthode de succession d'essais suivant les résultats obtenus par le laboratoire est privilégiée.

Les avantages et les inconvénients de cette méthode sont tracés sur la figure 17.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Choix des conditions d'expérimentation</li><li>- Facile de réalisation</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>- Nombreux essais</li><li>- Interprétation délicate des résultats</li></ul>

Figure 17 : avantages et inconvénients des essais [4]

Avant de procéder à des essais, un benchmark chez FAPAGAU (site de production de parfums) a permis de comparer la quantité d'alcool utilisé pour le nettoyage des

équipements parfum. Toutefois, leurs cuves étant équipées de recirculation, les volumes sont moindres que sur le site de B.R.I.

Pour conclure sur le choix des deux méthodes, le plan d'expérience n'est pas l'outil le plus approprié en raison de la multitude de facteurs entre les différentes cloches de filtration et les essais seront plus cohérents pour résoudre la problématique.

### Lien entre l'existant et les axes d'améliorations

Avant de vouloir modifier l'entièreté des choses, un état des lieux de l'existant est nécessaire.

Les fabricants travaillent sur des équipements où tout se commande par automatisme et par un système de supervision, mis à part les pontages de tuyaux et l'ouverture des vannes.

## Chapitre 3 : valider les lavages sur les équipements parfum

### Les cloches de filtration

Cette étude se base sur une moyenne de 60 filtrations réalisées chaque mois (chiffre représentatif de la fabrication actuelle sur le site de B.R.I.). Notons que sur les 60 filtrations mensuelles, il y a 5 filtrations de jus très tenaces et 55 de jus tenaces et légers. Ces chiffres seront importants pour la comparaison des méthodes possibles.

Une restriction des quantités d'alcool a lieu car il a un coût (figure 18).

Prix alcool propre	0,89€ / kg
Prix alcool envoyé en distillation	0,20€ / kg
Coût total d'alcool	0,69 € / kg

Figure 18 : prix d'achat et de vente de l'alcool [4]

Afin de mieux visualiser, une cloche de filtration est représentée sur la figure 19.



Figure 19 : représentation d'une cloche de filtration [4]

Il existe une vanne permettant l'entrée de l'alcool et deux vannes permettant la sortie de l'alcool. Une vanne de mise à l'évent permet de réguler le taux d'azote présent à l'intérieur du circuit.

L'alcool arrive par le bas de la cloche de filtration. Une des contraintes est donc de s'assurer que le haut de la cloche est bien nettoyé par l'alcool.

Rappelons ici que la filtration s'effectue à l'aide d'entretoise (plaque plastique) et de filtres en ouate superposés représenté sur la figure 20.

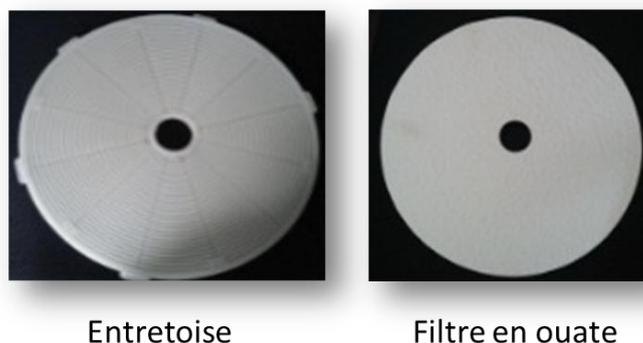


Figure 20 : entretoise et filtre en ouate utilisés lors de la filtration [4]

L'étude se base sur le nettoyage des cloches de filtration vide. Les entretoises sont nettoyées en salle de lavage et les filtres en ouate sont détruits à chaque fin de filtration.

### Etat des lieux de l'existant

Avant l'étude, toutes les cloches de filtration sont nettoyées avec 100 kg d'alcool et mise à part quelques jus, considérés comme critiques, c'est-à-dire plus difficiles à nettoyer soit du fait de certaines matières premières ou de par leur odeur, sont nettoyés avec 150kg d'alcool. La durée du soufflage quant à elle est indéterminée et peut durer jusqu'à 45 minutes.

Ainsi actuellement le rinçage des cloches de filtration coûte mensuellement à l'entreprise 4 312,50€ (figure 21) :

Quantité d'alcool	$55 \times 100 + 5 \times 150 = 6\,250 \text{ kg}$
Coût engendré	$6\,250 \times 0,69$ 4 312,50€

Figure 21 : quantité d'alcool et prix par mois avant étude [4]

Le soufflage se fait à l'azote qui arrive par le pied de cuve dans la cuve « alcool sale », il en résulte un bullage de l'alcool. L'alcool s'évapore facilement ce qui implique des pertes et une augmentation des Composés Organiques Volatils (COV). Il s'agit donc d'un facteur à contrôler. Les COV regroupent une multitude de substances qui sont d'origine naturelle ou suite à l'activité humaine. Ils sont composés d'élément carbone et d'halogène, d'oxygène ou de soufre [14].

Leur propagation entraîne des impacts directs et indirects sur la nature et les animaux. Ils interviennent dans le processus de formation d'ozone [15].

Les émissions sont dues à certains procédés industriels impliquant la mise en œuvre de solvants tels que les cosmétiques. Ils ne représentent qu'un faible pourcentage mais doivent être contrôlés [16].

Plusieurs méthodes sont possibles pour résoudre la validation des lavages sur le circuit glaçage/filtration.

Les méthodes vont être décrites successivement ; les avantages et les inconvénients de chacune seront présentés.

### Remplissage total de la cloche

Une première méthode est de remplir l'ensemble de la cloche de filtration d'alcool pour s'assurer que toutes les parois sont soigneusement rincées.

Un calcul du volume des cloches et d'un volume de sécurité a été réalisé (figure 23). Cette étude a été faite pour les deux types de cloches présentes sur le site : petite cloche (3 sur le site) et grande cloche (6 sur le site) (figure 22).



Figure 22 : les grandes et petites cloches [4]

Caractéristiques	Petite cloche	Grande cloche
Diamètre (m)	0.36	0.36
Hauteur (m)	0.35	0.65
Volume (m <sup>3</sup> )	0.035	0.119
Masse d'alcool (kg)	28	96

Figure 23 : volume des cloches [4]

La masse volumique de l'alcool vaut 800 kg/m<sup>3</sup>.

Cette hypothèse implique un rinçage supplémentaire puisque le premier alcool se charge des résidus du jus. Admettons que seulement la moitié de la quantité d'alcool utilisée pour le lavage permette d'acquérir un rinçage satisfaisant, il faudrait 280 kg d'alcool pour rincer les petites cloches de filtrations et 1920 kg pour les grandes cloches de filtration (figure 24).

	Petite cloche	Grande cloche
Nombre de filtration par mois	60 x 0,33 soit 20 filtrations par mois	60 x 0,67 soit 40 filtrations par mois
Quantité d'alcool de lavage par mois	20 x 28 = 560 kg	40 x 96 = 3840 kg
Quantité d'alcool de rinçage par mois	560/2 = 280 kg	3840/2 = 1920 kg
Total d'alcool	840 kg	5760 kg
<b>Total</b>	<b>6 600 kg</b>	

Figure 24 : quantité d'alcool nécessaire par mois avec la méthode remplissage total des cloches de filtration [4]

Pour un mois, on est donc à une utilisation globale de 6 600 kg d'alcool (figure 25).

Quantité d'alcool sur 1 mois	6 600 kg
Dépenses sur 1 mois	6 600 x 0,69 =4 554€

Figure 25 : le coût de la méthode remplissage total des cloches de filtration [4]

Cette méthode est délicate puisque l'alcool circule dans les tuyauteries et l'échangeur à plaques avant d'arriver dans la cloche de filtration. Pour recueillir la totalité de l'alcool utile au remplissage de la cloche, un soufflage à l'azote est nécessaire avant ouverture des vannes de sortie de la cloche. L'azote a également un coût. Les avantages et les inconvénients sont représentés dans le tableau figure 26.

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Remplissage total de la cloche de filtration</li> <li>- Garantit un nettoyage complet de la cloche de filtration</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Absence de gain sur l'utilisation d'alcool</li> <li>- Difficulté à estimer le temps pour que la totalité de l'alcool atteigne la cloche</li> <li>- Difficile à mettre en œuvre</li> <li>- Lavage statique moins efficace que dynamique</li> </ul>

Figure 26 : avantages et inconvénients de la méthode remplissage total des cloches de filtration [4]

### Remplir la cloche de filtration par le haut

Cette hypothèse implique des investissements puisque l'alcool arrive actuellement par le bas de la cloche et il faudrait parvenir à le faire arriver par le haut de cloche pour le faire circuler de manière dynamique. La figure suivante représente la simulation de l'arrivée d'alcool par le haut de cloche (figure 27 en orange), qui implique une dispersion de l'alcool sur les parois pour s'accumuler dans le fond de la cloche de filtration avant ouverture des vannes de sortie.



Figure 27 : circuit de l'alcool par la méthode arrivée de l'alcool par le haut de cloche [4]

Pour réaliser ces lavages, la quantité utilisée d'alcool ne changerait pas c'est-à-dire 100 kg pour 55 filtrations et 150 kg pour 5 filtrations par mois. Ainsi aucun gain d'alcool n'est envisagé. Les avantages et les inconvénients sont représentés dans le tableau figure 28.

Avantages	Inconvénients
- Nettoyage de façon dynamique	<ul style="list-style-type: none"><li>- Modification de l'architecture du CHAI</li><li>- Nécessite des investissements</li><li>- Long à mettre en place</li><li>- Aucun gain sur les quantités d'alcool</li></ul>

Figure 28 : avantages et inconvénients de la méthode arrivée de l'alcool par le haut de cloche [4]

### Remplir pour assurer un nettoyage complet via un bullage\* à l'azote

Le savoir-faire des fabricants a lui-même évoqué une troisième hypothèse qui est de remplir avec un volume minimum d'alcool et de souffler à l'azote pour créer une zone dite de « bullage » qui permet à l'alcool d'arriver jusqu'en haut de cloche. En effet un nettoyage est défini comme étant une opération assurant un niveau de propreté et d'aspect, consistant à séparer et éliminer d'une surface les salissures généralement visibles, par la combinaison de facteurs, en proportions variables, tels que des actions chimiques ou mécaniques (bullage), température, durée d'application [17].

Ce volume minimal est défini comme étant égal à 75kg. Cette quantité étant répartie dans les tuyaux et dans la cloche de filtration.

La succession d'essais a permis de révéler que les jus tenaces et légers pouvaient être rincés avec 75 kg d'alcool et 600 secondes de soufflage à l'azote, tandis que les jus très tenaces avec 100 kg et 900 secondes de soufflage.

Les jus légers auraient pu être rincés avec une quantité d'alcool moindre mais la hauteur des cloches est un facteur limitant.

Une famille de jus supplémentaires fait son apparition et ne tient pas compte de la ténacité des jus, il s'agit des jus contenant des matières premières spécifiques grasses et donc difficiles à nettoyer. Cette famille fait office d'essais similaires aux jus très tenaces et tenaces/légers.

Ainsi il est possible de faire un rapide calcul pour présenter le gain réel possible avec cette nouvelle méthode. Pour un mois l'utilisation globale est de 4 625 kg d'alcool (figure 29), ce qui implique les coûts représenté figure 30.

	Cloche
Jus très tenaces	5 x 100 = 500 kg
Jus tenaces et légers	55 x 75 = 4 125 kg
<b>Quantité d'alcool total par mois</b>	<b>500 + 4 125 = 4 625 kg</b>

Figure 29 : quantité d'alcool nécessaire par mois avec la méthode de bullage à l'azote [4]

Quantité d'alcool sur 1 mois	4 625 kg
Dépenses sur 1 mois	4 625 x 0,69 =3 191 €

Figure 30 : coût de la méthode de bullage à l'azote [4]

Cette méthode apporte un gain appréciable d'alcool (1500 kg environ). Les avantages et les inconvénients de cette méthode sont représentés dans le tableau figure 31.

## La validation des lavages sur les équipements parfum : un enjeu majeur

Avantages	Inconvénients
<ul style="list-style-type: none"><li>- Gain d'alcool</li><li>- Gain financier (1 000€ par mois)</li><li>- Lavage en dynamique</li></ul>	

Figure 31 : avantages et inconvénients de la méthode bullage à l'azote [4]

Les essais seront réalisés en suivant cette méthode de création de zone de bullage.

## Les cuves HEC

La figure 32 représente une cuve HEC de 1T présente sur le site de BRI. La cuve est équipée d'une boule de lavage (rond bleu en haut de la cuve) qui permet une bonne dispersion (comparable à une pluie) de l'alcool.

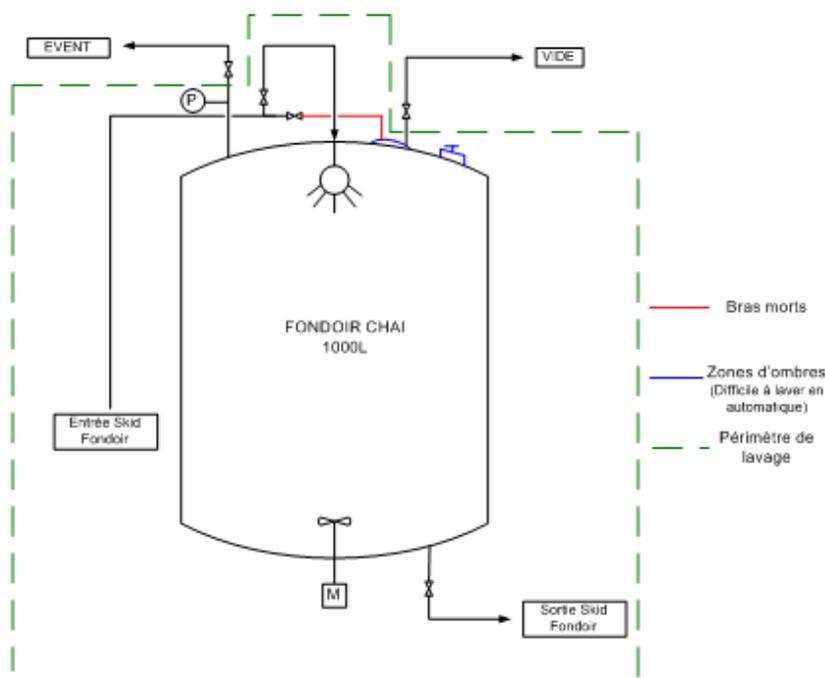


Figure 32 : schéma d'une cuve HEC [4]

Avant le début de cette étude, les fondoirs HEC sont rincés avec 150 kg et sont soumis à un soufflage d'une durée de 180 secondes. Les bras morts indiqués sur la figure nécessitent un nettoyage manuel.

Plusieurs méthodes sont possibles pour réaliser cette validation de lavage. Toutefois, elles seront traitées les unes à la suite des autres pour ne pas prendre de risque.

### 1ère étape : Déterminer un seuil de polluants résiduels dans la méthode actuelle

Pour débiter cette étude, il faut déterminer un seuil de polluants et prouver la répétabilité des lavages. L'hypothèse initiale est la conformité des lavages puisqu'aucune pollution n'est recensée dans la succession des fabrications.

Pour se faire on récupère une partie de l'alcool servant au lavage du fondoir. L'alcool est soumis à une GC. La figure 33 présente les résultats obtenus en GC.

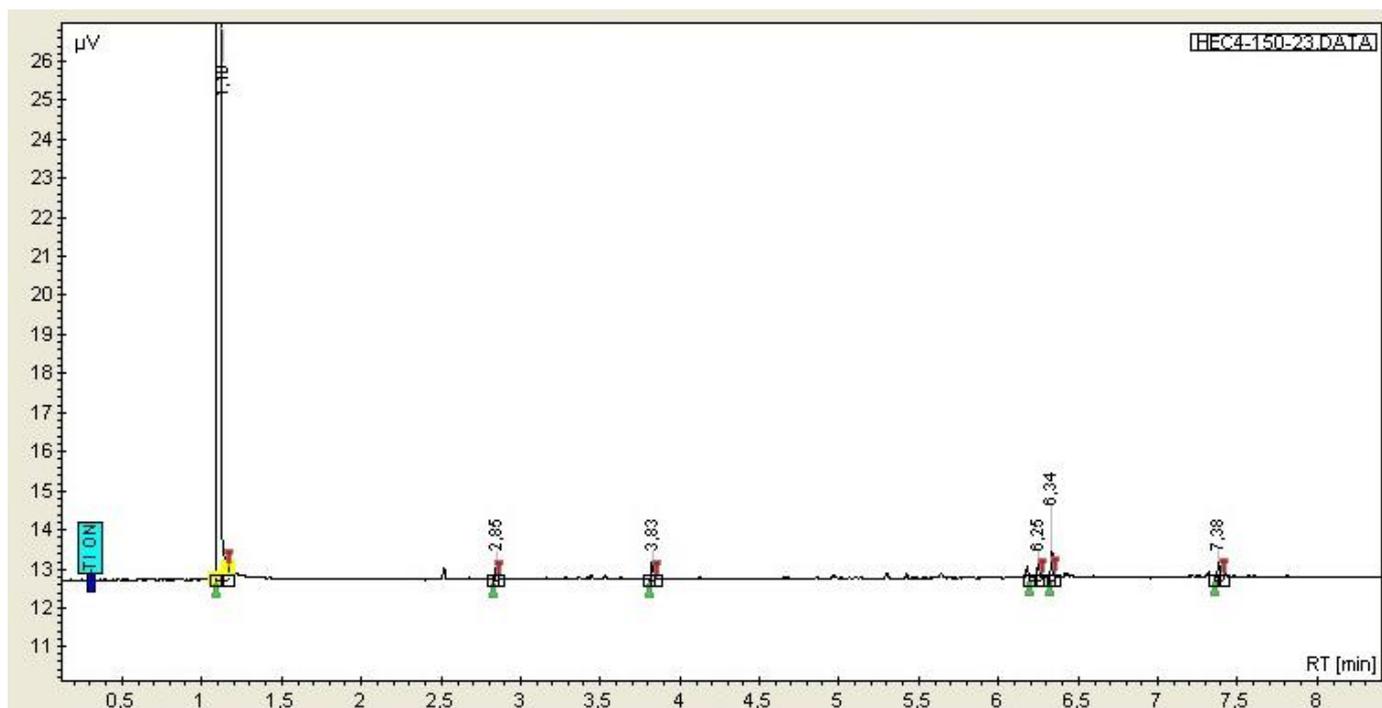


Figure 33 : résultat de l'analyse de l'alcool après lavage du fondoir [4]

Une étape supplémentaire permettant d'intégrer le pic d'alcool est nécessaire. Ainsi le tableau directement obtenu après analyse présenté figure 34 indique le taux de pureté de l'alcool en pourcentage. Les pics apparents sur la figure 33 sont numérotés et apparaissent à un temps de rétention T (Time) selon un pourcentage (Quantity), l'intensité du pic (Height) et un calcul se répercute pour trouver l'aire du pic (Area) qui est ensuite traduit en % en comptabilisant l'ensemble des pics.

#	Name	Time [Min]	Quantity [% Area]	Height [µV]	Area [µV.Min]	Area % [%]
1	UNKNOWN	1,10	99,91	4532,9	53,2	99,909
2	UNKNOWN	2,85	0,01	0,5	0,0	0,012
3	UNKNOWN	3,83	0,01	0,5	0,0	0,015
4	UNKNOWN	6,25	0,02	0,5	0,0	0,023
5	UNKNOWN	6,34	0,02	0,7	0,0	0,020
6	UNKNOWN	7,38	0,02	0,5	0,0	0,021
Total			100,00	4535,6	53,2	100,000

Figure 34 : tableau lié au graphique obtenu par GC [4]

Le taux de polluants est donc égal à 100-99,909 soit 0,091 % de polluants. Cette étape est répétée trois fois sur la même formule afin de tester la répétabilité. Le tableau figure 35 présente les résultats sur le concentré utilisé pour la fabrication du parfum « La Vie est belle ».

Essais	Quantité de polluants
<b>Essai 1</b>	0,085%
<b>Essai 2</b>	0,091%
<b>Essai 3</b>	0,074%

Figure 35 : taux de polluants dans l'alcool de lavage du concentré "la vie est belle" [4]

Une étude est également faite sur le lavage d'autres concentrés. Les résultats sont présentés dans le tableau figure 36 et il est constaté que le même ordre de grandeur de polluants se révèle.

Essais	Quantité de polluants
<b>Essai 4</b>	0,112%
<b>Essai 5</b>	0,06%
<b>Essai 6</b>	0,136%

Figure 36 : taux de polluants dans l'alcool de lavage sur d'autres concentrés [4]

Grâce à l'expérience des fabricants il a été mis en évidence quatre formules qui peuvent être plus difficiles à nettoyer. Ces formules sont composées de nombreuses matières premières dont des poudres qui peuvent rester sur les parois, ce qui crée une difficulté pour le nettoyage. Il s'agit des essais 4 et 6. Il s'en découle un taux de polluants plus élevé, mais qui reste toutefois raisonnable.

Pour garantir un nettoyage correct, un coulage de 50kg d'alcool est réalisé et analysé. Dans chacun des essais, la GC ne distingue aucun polluant, en effet, la figure 37 présente le résultat. Cette absence de polluant peut résulter d'un lavage excellent ou d'une sensibilité de l'appareil trop élevée.

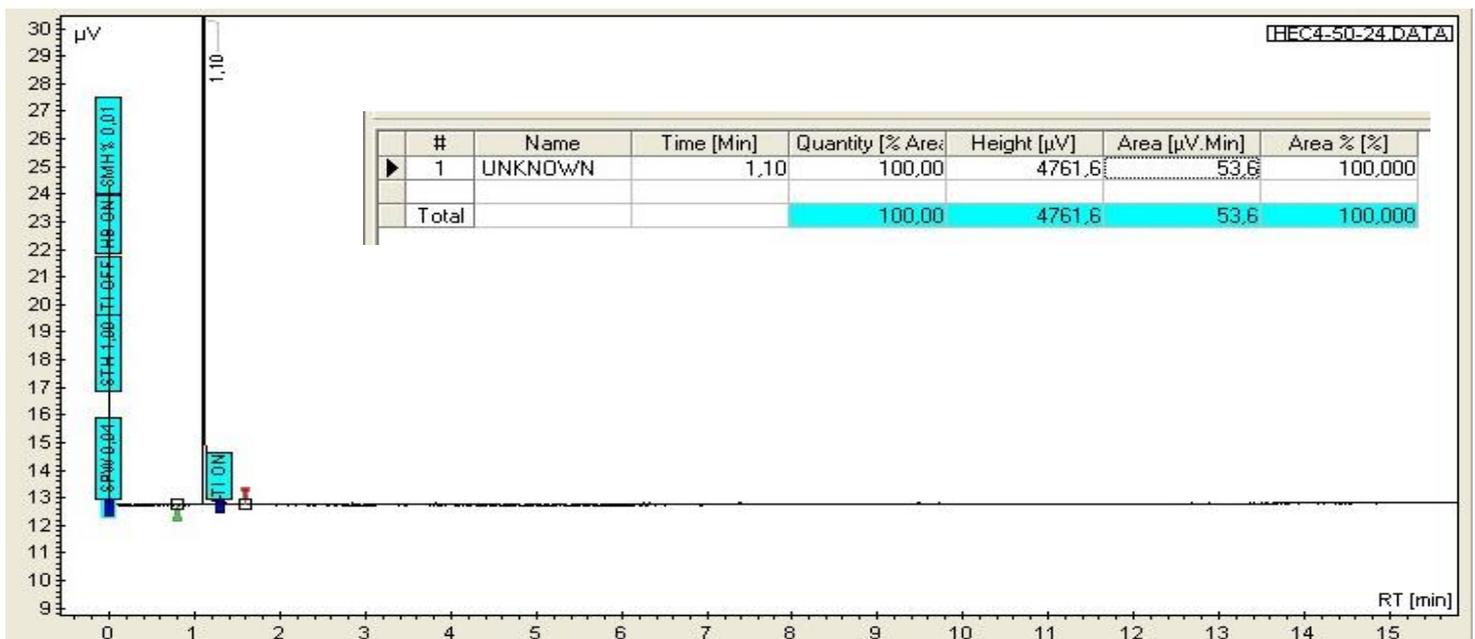


Figure 37 : résultat de l'alcool de coulage propre [4]

A partir de ces résultats, le but est de mettre en œuvre la recirculation. L'étude consiste à retrouver des taux de polluants similaires à ceux trouvés sur les coulages d'alcool (aucun polluant détecté en GC) lors des essais 1 à 6.

### 2ème étape : Diminuer les quantités d'alcool grâce à la recirculation

La recirculation nécessite une démarche sécurité car la cuve doit être inertée et doit répondre à des critères spécifiques. Le lavage peut être effectué à l'alcool uniquement si le taux d'oxygène est inférieur à 3,0% dans le fondoir. Pour mesurer ce taux, l'installation d'un oxygéno-mètre est essentielle.

L'inertage est utilisé principalement pour assurer la sécurité des procédés et maintenir la qualité des produits en minimisant leur contamination ou leur dégradation provoquées par la présence d'air en ciel de cuves [18]. Cet inertage est validé via un appareil nommé astinax pour mesurer en temps réel le taux d'oxygène dans un espace contenant ou susceptible de contenir une atmosphère explosive gazeuse ou pulvérulente [19].

Grâce à la recirculation l'objectif est de diminuer au moins de moitié la quantité d'alcool nécessaire pour le rinçage.

La quantité et le temps sont des facteurs à déterminer. Suivant les résultats de la GC sur les alcools prélevés, une adaptation des conditions d'essais sera nécessaire.

Un exemple avec le premier essai réalisé est présenté sur la figure 38. Une étape supplémentaire est ajoutée pour les essais : l'étape d'alcool de coulage. Les étapes sont décrites et les résultats des analyses GC sur les alcools sont indiqués.

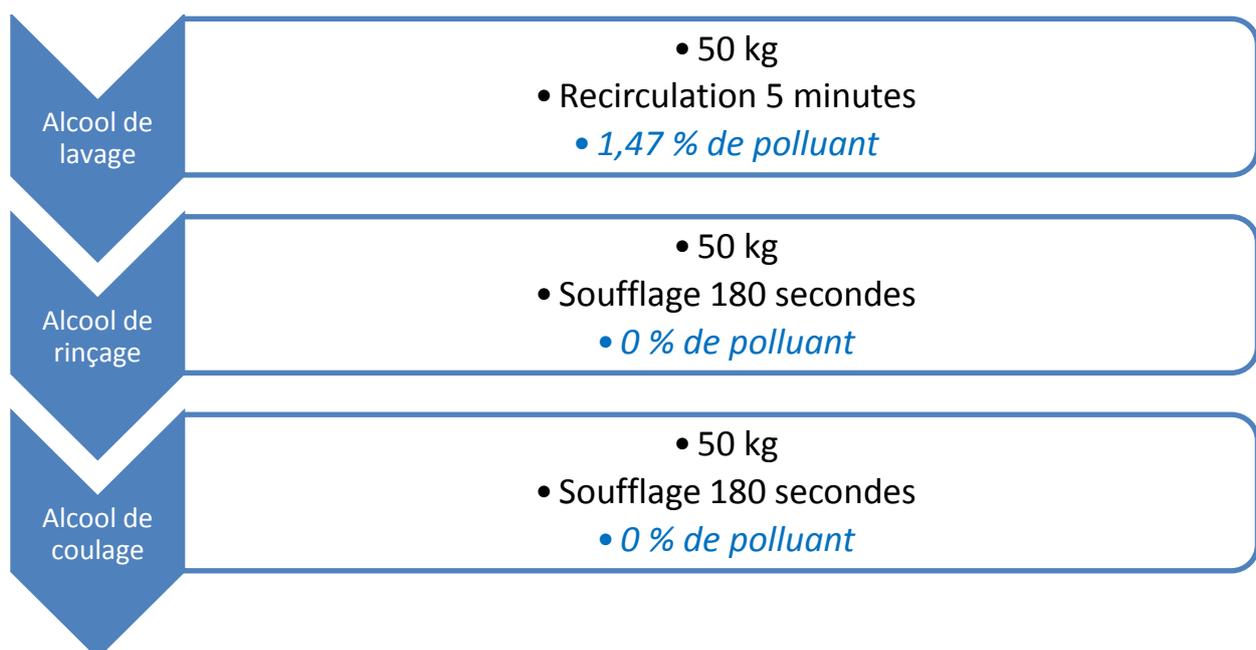


Figure 38 : déroulement d'un essai de lavage sur le fondoir HEC [4]

L'objectif est de déterminer une quantité minimale pour satisfaire un rinçage conforme.

La validation d'un mode opératoire a été déterminée par l'obtention de trois rinçages successifs conformes.

Le mode opératoire avec 50 kg d'alcool en recirculation est donc validé après trois essais.

L'objectif est de diminuer la quantité d'alcool pour le rinçage. Des essais avec 30 kg d'alcool pour le lavage sont faits suivit d'un rinçage avec 20 kg d'alcool. Ce mode opératoire n'a pas été retenu.

L'enchaînement d'essais a permis de conclure sur le mode opératoire suivant :

- Rinçage avec 50 kg d'alcool
- Coulage de 50 kg d'alcool.

Le coulage est uniquement réalisé dans le cadre des essais. Le mode opératoire sera validé lorsque les HEC déterminés comme critiques seront rincés en suivant ce mode opératoire.

Cette étape n'a pu être validée faute de temps et de planification des HEC critiques.

### 3ème étape : utiliser de l'alcool sale pour le lavage

La troisième et dernière étape consiste à laver avec un alcool sale et rincer avec un alcool propre. Il est appelé alcool sale, l'alcool qui a déjà servi une fois à nettoyer les cuves d'HEC.

Le risque de cette méthode est de souiller davantage la cuve avec l'alcool sale. Pour éviter cette hypothèse, il est essentiel d'étudier l'évolution du taux de polluants dans la cuve d'alcool sale au cours des lavages. Cette étude a été menée et les résultats sont présentés dans le tableau sur la figure 39. Le taux de polluants n'évolue pas ou très peu au cours des lavages.

Nombre de lavages	Taux de polluants
<b>1 lavage</b>	99,864%
<b>8 lavages</b>	99,564 %

Figure 39 : taux de polluants relevés dans une même cuve au cours des lavages [4]

Cette troisième étape nécessite un rinçage à l'alcool propre. Toutefois, les premiers résultats avec la recirculation à l'alcool propre montrent que seul l'alcool de lavage est pollué. Cette étape ne sera peut-être pas appliquée car elle ne permettra pas de réduire davantage les quantités d'alcool consommées.

## Résultats obtenus

D'un point de vue réglementaire, la démarche de validation qualité du nouveau mode opératoire passe par la rédaction de dossier de validation. Pour chaque équipement un dossier de validation est créé :

- L'échangeur 1A
- L'échangeur 1B
- La cuve de fabrication HEC

Sur la partie glaçage/filtration, une économie d'environ 1 000€ est réalisée avec le nouveau mode opératoire.

Ces dossiers sont constitués de plusieurs parties dont les caractéristiques de l'équipement étudié, les caractéristiques du détergent ou de la matière utile au nettoyage, les points critiques pour l'étude, le type de nettoyage et le mode opératoire qui s'y réfère ainsi que les essais qui prouvent l'efficacité et la répétabilité de la nouvelle méthode mise en place.

Ce dossier est ensuite soumis aux différents responsables de secteur représenté sur la figure 40 pour être validé.

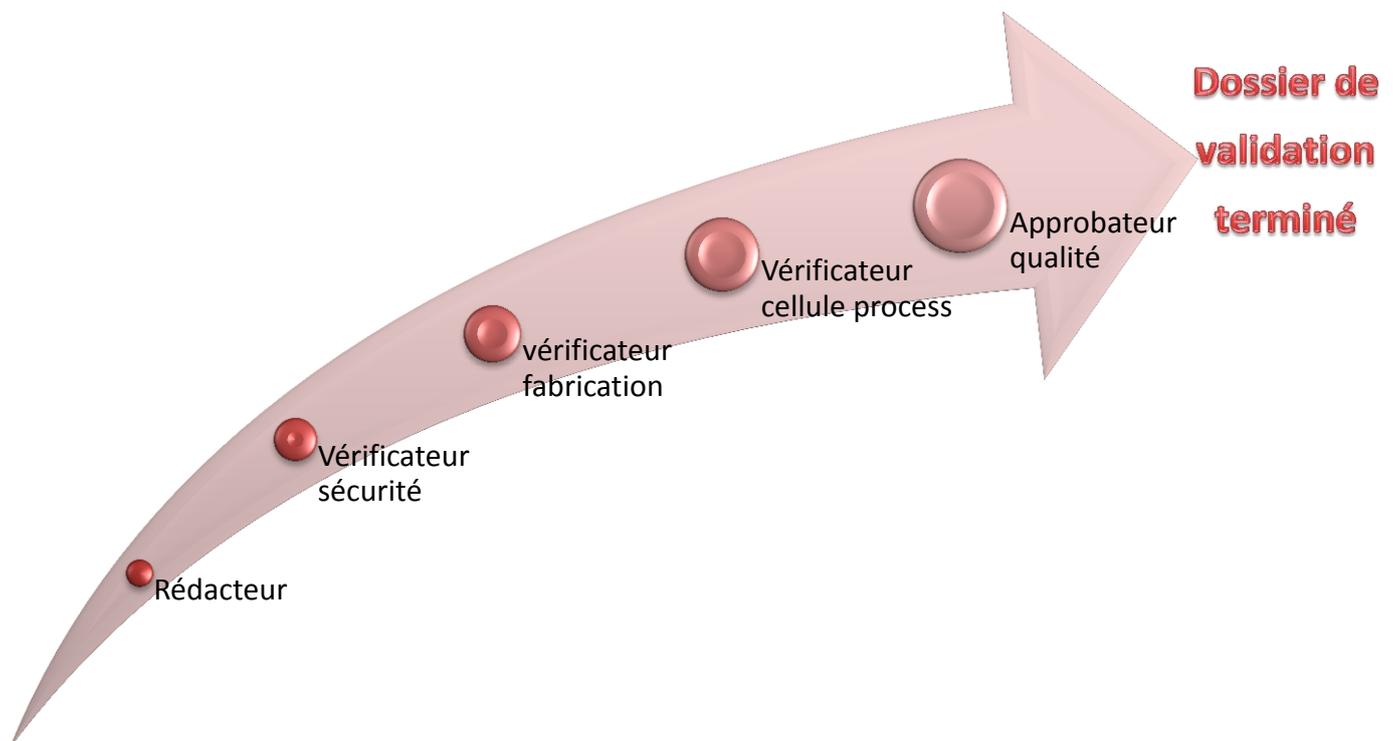


Figure 40 : responsables aux quels est soumis le dossier de validation [4]

Il en découle un mode opératoire de rinçage de l'atelier glaçage/filtration transcrit sous format d'OPL « One point lesson » ou « formation minute ». Ce document est utilisé dans la méthode des 5S\*, une démarche qualité ayant pour but d'améliorer les conditions de travail et la productivité dans le milieu industriel. Aujourd'hui cette démarche est présente plus généralement dans tous les secteurs d'activités où la concurrence et la compétitivité sont au cœur des préoccupations de l'entreprise, tel est le cas chez BRI. Il s'agit d'une leçon de 5 minutes sur le sujet des nettoyages. Elle se présente sous une forme rédactionnelle simplifiée et présente des illustrations. Elle constitue une base de connaissance commune sur laquelle pourront s'appuyer les collaborateurs de l'entreprise. La figure 41 présente l'OPL créée propre à la nouvelle méthode de rinçage glaçage/filtration.

**B.R.I.**  
BEAUTÉ. RECHERCHE & INDUSTRIES

## OPL : Leçon en un point

### Rinçage glaçage/filtration

Fab UP1

N° 08

Emetteur : Marion PIERRET  
Date : 23/05/2013

Métier / Fonction : Fabricant

Connaissance de base     Problème     Amélioration

**1. Démontage**



Entretoises      &      Filtres en ouate

Procéder au rinçage des cloches de filtration vide

**2. Pontage**



Arrivée d'alcool      Tableau de pontage

- ❖ Entrée filtre vers sortie pré-mélange
- ❖ Sortie filtre vers cuve d'alcool sale

**3. Création de recettes**

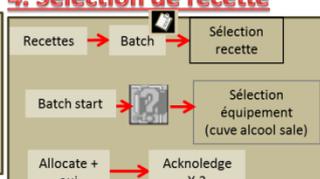


Scheduler → Recipe → Filter → Production ISIS

Remplac alcool 96 FIXE      Remplir les champs suivant OPL : déclaration alcool supervision

Add → ✓

**4. Sélection de recette**



Recettes → Batch → Sélection recette

Batch start → Sélection équipement (cuve alcool sale)

Allocate + oui → Acknowledge X 2

**5. Réglages supervision**



3. Ouvrir la vanne bi-pass

1. Mise en marche de la pompe      2. Ouvrir la vanne d'entrée filtre

**6. Réglages cloche de filtration**



1. Purger l'air dans la cloche

Avec les vannes de sortie fermées      2. Quand Xi d'alcool passé

Ouvrir les vannes de sortie      3. Désactiver la pompe

Fermer vanne tête de cloche      Attendre la fin des 180s

**7. Soufflage manuel**

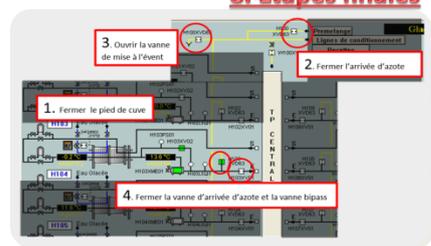


2. ouvrir l'arrivée d'azote

3. Ouvrir le pied de cuve

4. Ouvrir la vanne d'azote du filtre      1. Fermer la vanne d'entrée filtre

**8. Etapes finales**



3. Ouvrir la vanne de mise à l'événement

1. Fermer le pied de cuve      2. Fermer l'arrivée d'azote

4. Fermer la vanne d'arrivée d'azote et la vanne bipass

**Tableau de pontage**

Ranger et identifier (matériel propre) les tuyaux

**Cloche de filtration**

- ❖ Remonter les filtres (plaques propres + ouates)
- ❖ Identifier matériel propre

Figure 41 : OPL du rinçage glaçage/filtration [4]

## Résultats escomptés

L'étude sur les fondoirs HEC n'est pas encore terminée en ce début de mois de juin 2013. L'objectif est de trouver un mode opératoire en diminuant les quantités d'alcool utilisée d'ici la fin de cette période de stage.

Les essais continuent chaque jour, et permettent de progresser dans le cheminement d'amélioration. D'ici mi-juillet 2013, il serait souhaitable d'avoir terminé les essais et rédigé le dossier de validation.

La difficulté est de s'adapter au planning de fabrication. Réaliser des essais demande du temps supplémentaires aux fabricants et il faut veiller à ne pas perturber la fabrication qui est prioritaire sur la démarche d'amélioration.

Il est toujours difficile de reprendre un sujet commencé par une autre personne c'est pourquoi, clôturer celui-ci apporterait une plus-value à l'entreprise pour prouver l'efficacité de ses nettoyages et donc la qualité de ses produits.

### **Bilan personnel**

Cette période de stage de fin d'étude m'a été très bénéfique. J'ai eu la chance de travailler avec des personnes ouvertes et qui m'ont très bien expliqué leur métier.

Le monde de la cosmétique m'était déjà connu. L'an passé chez L'Oréal, l'apprentissage des fabrications de shampoings, de mascaras et de crèmes m'avait plu et poussé à réaliser ce dernier stage de ma scolarité au sein d'une autre usine de L'Oréal : fabrication de parfums, de rouge à lèvres et de maquillage anhydre.

Un sujet d'une grande importance pour le site et pour le groupe m'a été confié et je trouve m'être bien adaptée à la demande de ma hiérarchie. Ma tutrice, toujours très disponible, a favorisé un échange très dynamique. Son accompagnement au début de stage a permis mon intégration au sein des différentes équipes.

Le master dans le domaine de la qualité à la suite de mes études d'abord dirigées vers l'agroalimentaire et les analyses chimiques, microbiologiques et chimiques m'ont été d'une forte utilité. En effet, cette double compétence me permettait de réaliser en solitaire les analyses et grâce aux aptitudes en qualité une réaction et une réadaptation rapide des conditions d'essai ont été faites.

J'ai eu l'occasion de faire évoluer mon aspect managérial en créant un point hebdomadaire et en étant l'interlocutrice directe avec les fabricants.

## CONCLUSION

Cette période de stage chez L'Oréal : Beauté Recherches et Industries, clôture deux ans de formation au sein du master Qualité et Performances dans les Organisations à l'UTC. Durant ce stage j'ai pu apporter au groupe une vision nouvelle et un œil critique au site dans une optique d'amélioration.

L'Oréal est un groupe mondialement connu et sa croissance prouve la détermination de rester leader dans le domaine de la cosmétique. Les normes qualitatives évoluant, elles impliquent des changements au sein des entreprises. Cela entre dans l'optique de performance et d'amélioration.

La qualité est le gage de la fabrication de cosmétiques conformes au cahier des charges et ainsi aux attentes des consommateurs. La qualité passe donc par la validation des lavages dans l'optique d'éliminer toute pollution croisée possible et donc obtenir un produit conforme.

La validation des lavages terminée, elle permet de réduire l'impact environnemental de l'entreprise. Cette vision est en accord avec le citizen days organisé chaque année, et la recherche de certification ISO 14001 prévue courant juillet 2013.

## Références bibliographiques

- [1] « L'Oréal », [www.bfmbusiness.com](http://www.bfmbusiness.com), 01-mars-2013.
- [2] Mario FOURMY, « L'Oréal mise sur le Nord pour servir le marché mondial du luxe », *l'Usine Nouvelle*, p. cosmétique, 01-mars-2013.
- [3] « L'Oréal », [www.loreal.fr](http://www.loreal.fr), 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: [www.loreal.fr](http://www.loreal.fr).
- [4] M. PIERRET, « La validation des lavages pour les équipements parfum : un enjeu majeur », Université de Technologie de Compiègne, Master Management de la Qualité, stage professionnel de fin d'études, <http://www.utc.fr/master-qualite>, puis « Travaux » « Qualité-Management » réf n°264, juin 2013.
- [5] Dominique Chapuis, « La hausse des ventes de l'Oréal dans le luxe profite à ses usines françaises », *France*, p. 22, 04-mars-2013.
- [6] « Environnement et normes : la norme ATEX », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.petzl.com/fr/pro/lampes-frontales/norme-atex>.
- [7] « les familles olfactives de parfum », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: [http://www.aroma-zone.com/aroma/dossier\\_parfum.asp](http://www.aroma-zone.com/aroma/dossier_parfum.asp).
- [8] norme, « NF EN ISO 21500 :octobre 2012 – ligne directrice sur le management de projet) ». AFNOR, [www.afnor.org](http://www.afnor.org), oct-2012.
- [9] D. B. Frederique Alexandre-Bailly, N. R.-C. Jean-Pierre Gruère, et V. T. Christine Roland-Lévy, « comportements humains et management », in *comportements humains et management*, Édition 2013., 2013.
- [10] « maturité des comportements », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://papidoc.chic-cm.fr/36comportpouvoir.html>.
- [11] « la méthode "smart safety" », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.smart-safety.com/fr/methode.php>.
- [12] « la méthode de Tagushi », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://sn1.chez-alice.fr/calculs/taguchi/taguchi.html>.
- [13] « les plans d'expérience », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/procedes-chimie-bio-agro-th2/genie-industriel-alimentaire-42469210/plans-d-experiences-f1006/>.
- [14] « Les Composés Organiques Volatils », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://www2.ademe.fr/servlet/KBaseShow?sort=-1&cid=96&m=3&catid=15979>.
- [15] « composés organiques volatils », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: [http://www.actu-environnement.com/ae/dictionnaire\\_environnement/definition/compose\\_organique\\_volatil\\_cov.php4](http://www.actu-environnement.com/ae/dictionnaire_environnement/definition/compose_organique_volatil_cov.php4).
- [16] « Origine et effet du polluant », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: <http://www.citepa.org/fr/pollution-et-climat/polluants/aep-item/composes-organiques-volatils>.
- [17] Norme, « NF EN ISO 22716:2007 Cosmétiques -- Bonnes pratiques de fabrication (BPF) -- Lignes directrices relatives aux bonnes pratiques de fabrication ». [www.afnor.org](http://www.afnor.org), 2007.
- [18] « l'inertage des cuves », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: [www.opta-periph-france.com/coffret-d-inertage.html](http://www.opta-periph-france.com/coffret-d-inertage.html).
- [19] « sécurité industrielle & inertage », 10-juin-2013. [En ligne]. Disponible sur: [www.anticipia.com/](http://www.anticipia.com/).