



Table des matières

Introduction générale	1
Introduction	2
Chapitre 1 : Procédé de fabrication des olives confites	3
I-Définition et caractéristique générales de l'olive	4
II-Etude anatomique	4
III-Composition chimique des olives.....	5
IV-Types d'olive de table	6
V-Etapes d'élaboration des olives de table	7
V-1 - Elaboration des olives vertes	8
V-2-Elaboration des olives tournantes	9
V-3- Elaboration des olives noires	9
Chapitre 2 : Processus d'oxydation des olives tournantes en olives noires et l'étude des facteurs influençant l'oxydation des olives	11
Introduction	12
I-L'opération « OXYDATION »	12
I-1 - Réception des olives	12
I-2- Désamérisation	13
I-3- lavage	14
I-4- Saumurage	14
I-5- Neutralisation	14
I-6- Fixation de la couleur	14
II-DES FACTEURS INFLUENÇANT L'OXYDATION	15
II.1 L'influence de pH et la temperature	15
II-2 L'influence des concentrations de soude et les durées de cuisson des olives	19
Chapitre 3 : La théorie des plans d'expériences	22
Introduction	23
I-Définition des plans d'expériences	23
II-Historique	24
III -Avantage des plans d'expérience	24
IV-Domaine d'application	25
V-Catégories des plans d'expériences	25
VI- Démarche méthodologique	25



VII-Sélection des facteurs et choix de leurs niveaux	26
Conclusion	27
Chapitre 4 :	
Optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences	28
Introduction	29
I -Problématique	29
II -Objectif de l'étude	29
III-Procédure de l'étude	30
IV-Plan de criblage	30
IV-1-Choix et description des facteurs et du domaine de variation	30
IV-2-Choix et description des réponses	31
IV-3-Plan de plackett et bruman	32
IV-4-Modèle mathématique	32
IV-5-Matrice d'expériences	32
IV-6-Plan d'expérimentation	33
IV-7-Traitement des résultats	34
Conclusion	38
Annexe	39
Références.....	40

INTRODUCTION GENERALE

L'olivier est la principale espèce fruitière cultivée au Maroc, il se développe sur toutes les régions du pays. Il représente à peu près 54% des superficies arboricoles; soit environ 590.000 ha dont 220.000 ha en zone irriguée (Haouz, Tadla, Souss-Massa, Nador, Boulemane, Oujda, Marrakech, , Bénimellal Ouarzazate, Tafilalet, Essaouira..), 200.000 ha en zone de montagne (Chefchaouen, Taounate, Taza, Tanger, Tétouan, Azilal, Khénifra, Al Hoceima), 100.000 ha en zone bour favorable (Sefrou, El Hajeb, Fès, Meknès, Sidi Kacem, Gharb, Loukkos, Benslimane) et 40.000 ha dispersés entre Safi, Settat, Khémisset et Khouribga.

L'olivier joue un rôle socio-économique très important puisque sa culture contribue largement à la formation des revenus agricoles. La variété la plus répandue au Maroc est la Picholine marocaine plus communément appelée "*Beldi*". Son rendement dépend de l'entretien prodigué et de l'irrigation apportée.

La production d'olive se situe autour de 560.000 tonnes et permet de générer 50.000 tonnes d'huiles d'olives et 90.000 tonnes d'olives de table industrielles



L'industrie des olives de table joue un rôle économique important, avec une production moyenne de 80 à 120.000 tonnes par an, dont environ 80% sont destinées à l'exportation, le Maroc est classé le 2^{ème} exportateur mondial d'olives de table après l'Espagne.

Actuellement les entreprises sont amenées à donner plus de garantie sur la qualité des produits ou de services. Il ne suffit plus de fabriquer des produits conformes, il devient aussi nécessaire de prouver la capacité de l'entreprise à garantir en continuité cette conformité.

Pour cela les entreprises ont besoin de mettre en place le système qualité qui leur permet de garantir « à priori » l'obtention de la qualité requise à moindre coût, ceci pour des raisons de compétitivités et surtout de suivi de l'évolution du marché.



INTRODUCTION

Mon projet de mémoire de fin d'étude (4 mois de stage) s'est déroulé au sein de SICOPA de Fès, société agro-alimentaires de conserves des produits alimentaires et plus précisément les olives de table dont l'objectif principal est d'augmenter la qualité des olives noircies par oxydation.

Pour répondre à cet objectif, nous nous sommes intéressés, dans ce travail, à l'utilisation de la méthodologie des plans d'expériences pour l'optimisation de processus d'oxydation des olives en fonction des facteurs influents ce procédé.

Dans notre travail, on va développer dans le :

- ❑ **Chapitre 1 :** Le procédé de fabrication des olives confites.
- ❑ **Chapitre 2 :** le processus d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires et l'étude des facteurs influençant l'oxydation des olives.
- ❑ **Chapitre 3 :** La théorie des plans d'expériences.
- ❑ **Chapitre 4 :** L'optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.



CHAPITRE 1 :

PROCEDE DE FABRICATION DES OLIVES CONFITES

I- Définition et caractéristiques générales de l'olive :

❖ Définition :

L'**olive de table** est le fruit de l'olivier ayant subi un traitement spécifique afin d'être conservé puis consommé. Cueilli jeune, il donne l'**olive verte**, cueilli à pleine maturité, il donne l'**olive noire**.

❖ Caractéristiques générales de l'olive :

- **La taille :** constitue un facteur important de présentation, les olives moyennes entre 3 et 5 g et les grandes plus de 5 g.
- **La forme :** les olives de forme sphérique sont acceptées sur le marché, et il ya d'autres qui sont allongées.
- **Le noyau :** il doit se détacher facilement de la pulpe, le rapport entre le poids de la pulpe et celui du noyau est généralement de 5 à 1, la valeur commerciale s'améliore en fonction de l'augmentation de ce rapport.
- **L'épiderme :** il doit être fin, élastique et résistant aux coups et à l'action de solutions alcalines et de la saumure.

II- Etude anatomique :

L'olive est une drupe à mésocarpe charnue, de forme ovoïde, à dimension variable selon les variétés et de couleur changeante selon le stade de maturation.

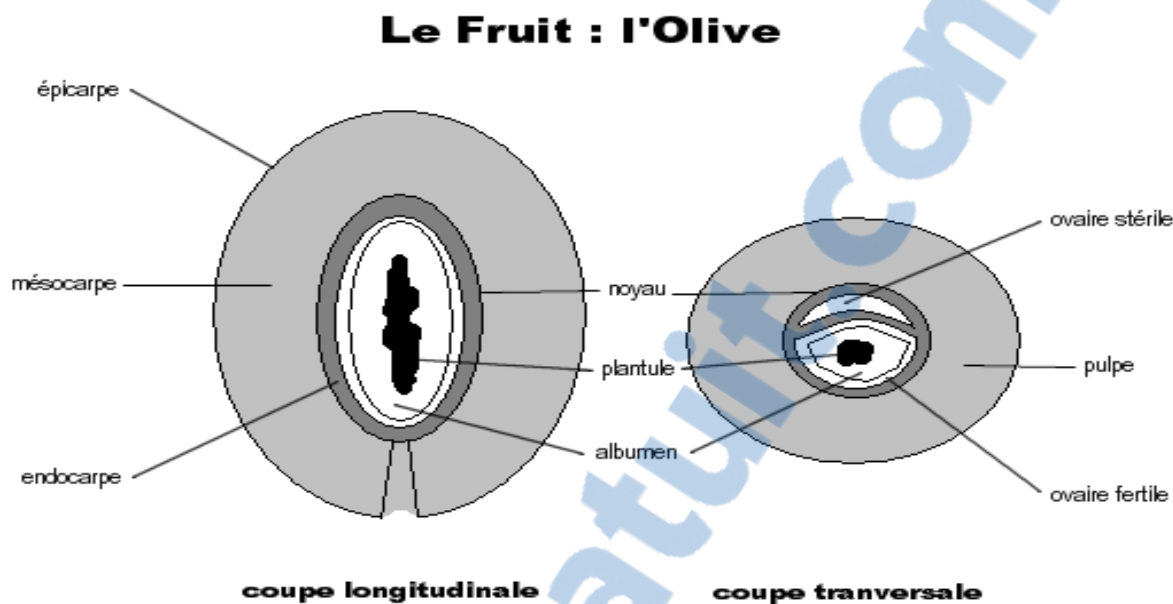


Figure 1 : coupe longitudinale et transversale d'olive

↳ **L'épicarpe** : qui est en fait la peau de l'olive. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule qui est imperméable à l'eau.

↳ **Le mésocarpe** : qui nous intéresse particulièrement puisque c'est la pulpe du fruit. Elle est constituée de cellules dans lesquelles vont être stockées les gouttes de graisses qui formeront l'huile d'olive, durant la "lipogenèse" qui dure de la fin août jusqu'à la véraison.

↳ **L'endocarpe** qui est le noyau. Il est formé de deux sortes de cellules :

- L'enveloppe qui se clarifie l'été à partir de fin juillet ;
- L'amande à l'intérieur du noyau qui contient deux ovaires dont l'un n'est pas fonctionnel et donc stérile ; le deuxième produit un embryon qui en situation favorable d'humidité, de chaleur et d'environnement, peut donner un jour un nouvel olivier. Le noyau est constitué de triglycérides.

III-Composition chimique des olives :

L'olive est un fruit complexe qui contient un nombre très important d'éléments différents :

- Quelques éléments minéraux (en dose très variable) : Manganèse, Cuivre, Fer, Calcium, Magnésium, Chlore, Iode, Soufre et le Phosphate ;
- Des vitamines A/B1/B2/C/D et F (en doses très faibles), des sucres (fructose, glucose);
- Des protéines parmi lesquelles deux acides dont la teneur est très importante pour les oléiculteurs :
 - **L'acide oléique** : dont la proportion détermine le classement de l'huile en huile vierge extra ou pas.
 - **L'acide oléopicroline** : également appelé oléuropéine ou encore oléuropéoside, qui par son amertume extrême, rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation.

Tableau 1 : taux de différents composants des olives

	Olives vertes moyennes	Olives noires moyennes
Eau	50 à 75%	Moins de 1%
Protides	0.75%	3%
Lipides	14.5%	59%
Matières à extraire	8%	33%
Celluloses	1%	3.5%
Cendre	0.5%	1.7%

IV-Types d'olive de table :

On peut distinguer trois types d'olives selon le degré de maturité des fruits au moment de la cueillette :

- ❑ **Olives vertes** : sont obtenues à partir des fruits récoltés au cours de cycle de maturation, avant la véraison, au moment où elles ont atteint leur taille normale.

Elles sont commercialisées sous forme :

- ✕ Olives vertes entières;
- ✕ Olives vertes dénoyautées;
- ✕ Olives vertes cassées;
- ✕ Olives vertes en rondelles (Sliced).

- ❑ **Olives tournantes** : sont obtenues à partir de teinte rose, rose vineux ou brune, récoltées avant complète maturité, ayant subi ou non un traitement alcalin et prêtes à la consommation. Elles sont commercialisées sous forme :

- ✕ Olives tournantes cassées (noyau facile à enlever) ;
- ✕ Olives tournantes tailladées (permettre la pénétration de saumure) ;
- ✕ Olive tournantes dénoyautées

- ❑ **Olives noires** : obtenues à partir de fruits récoltés au moment où ils ont atteint leur complète maturité ou peu avant, leur coloration peut varier selon la zone de production et l'époque de la cueillette, du noir violacé, le violet foncé et le noir olivâtre. Elles se commercialisent sous forme :

- ✕ Olives noires entières ;
- ✕ Olives noires dénoyautées ;
- ✕ Olives noires en rondelles ;
- ✕ Olives noires façon Grèce.

V-ETAPES D'ELABORATION DES OLIVES DE TABLE :

L'élaboration des olives de table nécessite trois étapes :

➤ **Contrôle à la réception :**

➤ **Effeuillage et pré-calibrage :**

➤ **Triage :**

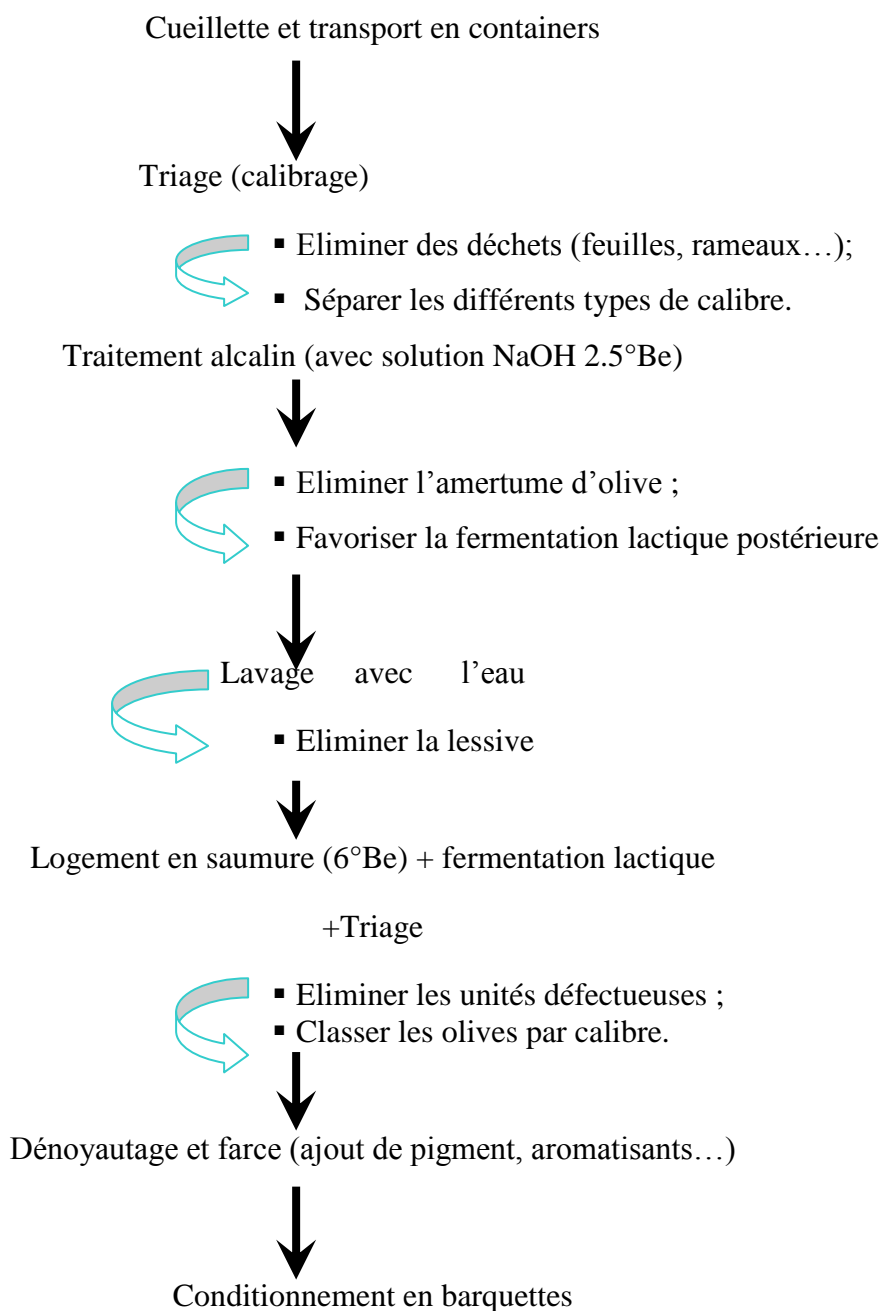


Ces trois étapes se font à la SICOPA 2.

V-1 - Elaboration des olives vertes :

Les olives vertes confites en saumure, sont des olives traitées avec une lessive alcaline puis conditionnées en saumure dans laquelle, elles subissent une fermentation lactique naturelle totale.

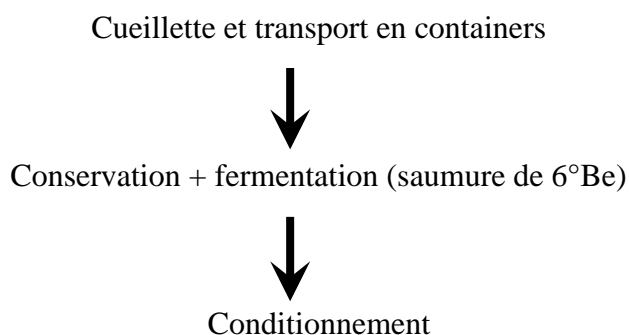
Les principales phases du processus d'élaboration de ce type d'olive sont :



V-2-Elaboration des olives tournantes :

Les olives tournantes sont des olives récoltées avant complète maturation, ayant subi ou non un traitement alcalin et prêtes à la consommation.

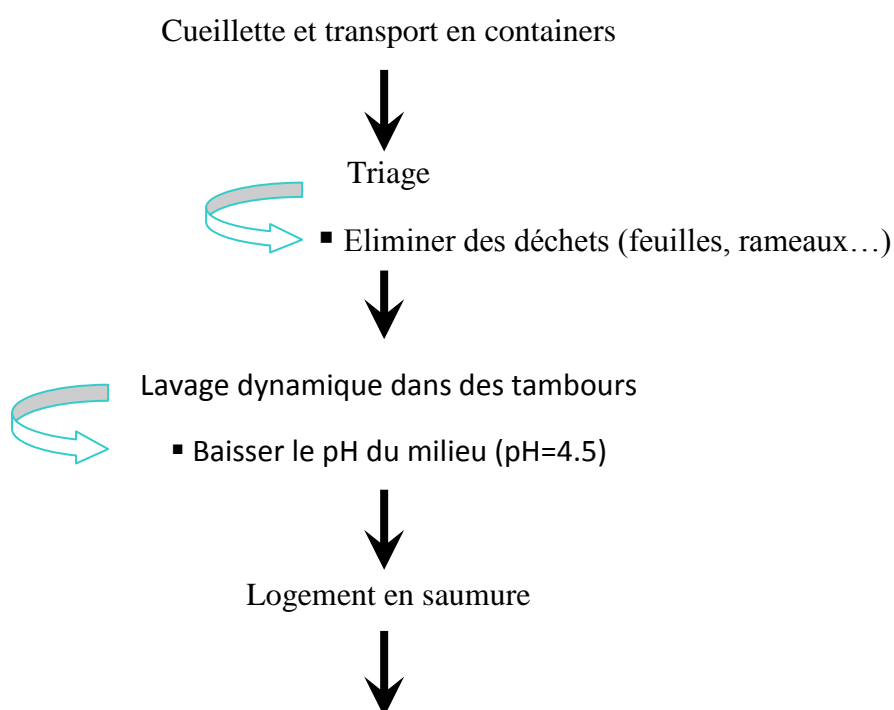
Les principales étapes du processus de fabrication sont :



V-3- Elaboration des olives noires :

Il s'agit d'olives noires au sel sec confites, l'élaboration de ce type d'olive est obtenue à partir des fruits fermes pratiquement mûre (maturité complète).

Les différentes étapes de processus d'élaboration sont :



Fermentation anaérobie spontanée



- Saumure de 8%
- $4 < \text{pH} < 4.2$



Triage et classement par calibre



Conditionnement en sachets plastiques



Pasteurisation (ou ajout d'agents de conservation autorisé)



CHAPITRE 2 :
PROCESSUS D'OXYDATION DES OLIVES TOURNANTES
EN OLIVES NOIRES ET L'ETUDE DES FACTEURS
INFLUENÇANT L'OXYDATION DES OLIVES

INTRODUCTION

Le processus d'oxydation des olives vertes tournantes a commencé à être préparé aux Etats-Unis et actuellement il a acquis une importance considérable au Maroc.

Les olives noircies par oxydation sont des olives obtenues à partir des fruits n'ayant pas atteint leur pleine maturité (olives vertes tournantes), elles deviennent noires et désameriser par succession des étapes d'opération d'oxydation avec un traitement par la soude caustique (NaOH), ces olives doivent être conditionnées dans un saumure et préservées par stérilisation thermique. Cette zone d'oxydation contient 26 bassins opérationnels pour le traitement d'oxydation, avec une capacité de 5 tonnes pour chaque bassin.

I-L'OPERATION « OXYDATION »

L'opération oxydation des olives est réalisée selon les étapes suivantes :

I-1- Réception des olives

D'habitude, la matière première est apportée à l'usine en camion en vrac. Les olives sont introduites dans les bassins d'oxydation qui sont reliés aux tuyaux de réception par l'intermédiaire d'un système de motopompe.



Figure 2 : Réception d'olives

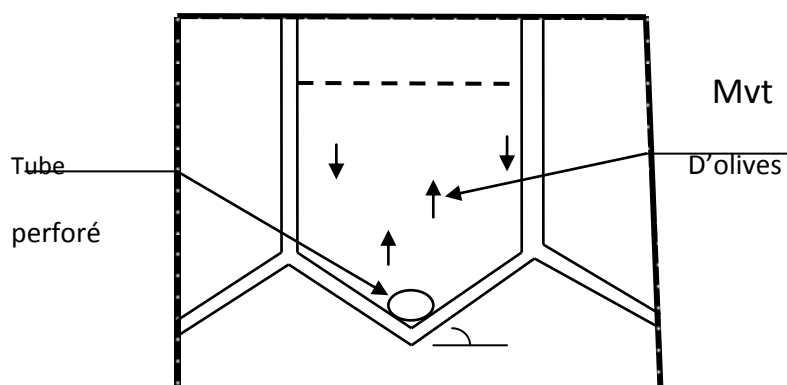
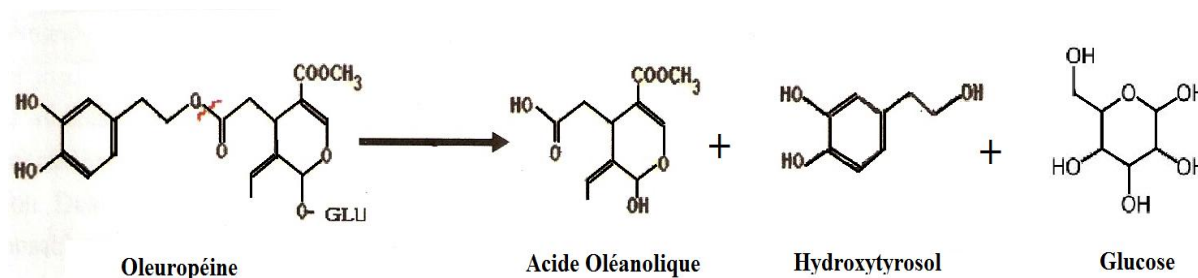


Figure 3 : Bassin d'oxydation

I-2- Désamérisation

La désamérisation est l'opération qui permet d'enlever le goût amer des olives par l'hydrolyse de l'oleuropéine qui est le principe amer présent dans les olives, en glucose, acide oléanolique et hydroxytyrosol, en utilisant la soude caustique :



La désamérisation se fait en deux étapes :

Etape 1 : Préparation de la soude caustique vierge ou recyclé à une concentration de 1.5 à 3.5°Be ((1 °Be = 6,8g/l) Pour cela, on utilise l'aéromètre pour avoir la concentration désirée de la lessive.

Etape 2: Après 1h30 sous l'action de l'aération, la soude commence à pénétrer dans la pulpe de l'olive. Pour évaluer la pénétration de la soude dans la pulpe des olives il faut prendre 5 ou 6 fruits et faire une coupe, en sens longitudinal, sur leur Pulpe_jusqu' au noyau , En règle générale, après 6h environ, on arrête la désamérisation lorsque la soude a pénétré dans le mésocarpe des drupes de $\frac{2}{3}$ ou $\frac{3}{4}$ de la pulpe, autrement dit lorsque 80% devient sombre.



Figure 4 : la soude n'est pas encore pénétrée



figure 5 : olives sombres

I-3- lavage

Après la vidange complète de la soude, 2 lavages avec de l'eau sont effectués, et chaque lavage peut durer 1h.

I-4- Saumurage

Après avoir effectué les lavages, les olives sont immergées dans une saumure (NaCl) de 3°Be avec barbotage.

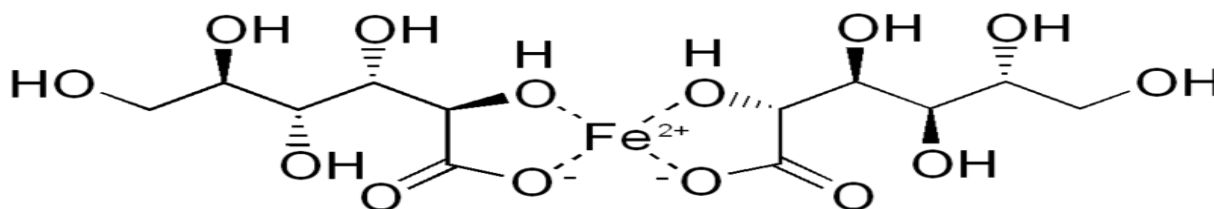
L'intérêt de cette étape est la préservation de la texture des olives et de garder un bon goût.

I-5- Neutralisation

Réalisée par l'ajout de l'acide chlorhydrique HCl à 32% afin de neutraliser le résidu de la soude et diminuer le pH à une valeur comprise entre 4,5 à 5,7. cette étape dure presque 3 jours.

I-6- Fixation de la couleur

Les olives sont mises dans une solution contenant les ions de fer (Fe^{2+}), L'élément



utilisé dans cette opération est le gluconate ferreux :

L'addition du gluconate de fer a pour rôle de maintenir la coloration noire des olives due à l'oxydation par l' O_2 de l'air barboté.

La réaction d'oxydation du gluconate ferreux produit les ions ferriques Fe^{3+} selon l'équation :





L'ion Fe^{3+} va se fixer sur le polymère coloré afin de former un complexe résistant à la chaleur.

On barbote le mélange pendant 2 à 3 jours jusqu'au noircissement des olives puis on arrête le barbotage. On ajuste le pH à 5,45 par l'ajout de l'acide chlorhydrique (HCl).

II. LES FACTEURS INFLUENÇANT L'OXYDATION :

II.1 L'influence de pH et la température :

Pendant l'opération d'oxydation, certains paramètres tels que, le pH et la température connaissent des variations pendant le processus d'oxydation.

Pour permettre la pénétration de la soude, de l'acide chlorhydrique et du gluconate du fer, on utilise un petit bassin qui nous a permis d'effectuer des mesures du pH et de la température.

A chaque étape d'oxydation et pour différents calibres d'olives, on note les valeurs du pH (à l'aide d'un pH- mètre) et de la température en fonction de temps.

Calibre : nombre d'unités dans 100 grammes d'olives.

Les calibres existant généralement à la SICOPA sont de: **16/18, 19/21, 22/25, 26/29, 30/33, 34/37, 38/42.**

Calibre 22/25

Tableau 2 : Evolution de pH et de la température des olives pendant le traitement

	Calibre 22/25		
	Temps (heure)	pH	Température (C°)
	Au début (t ₀)	4,7	22,4
NaOH	1-2	13,1	23,6
	3-4	13	24,6
	5-6	12	26,5
LAVAGE	7-8	10,2	25
	8-9	10	25
HCl + G.FER	1 ^{er} jour	10	22,3
	2 ^{ème} jour	6,8	21,8
	3 ^{ème} jour	5,7	21

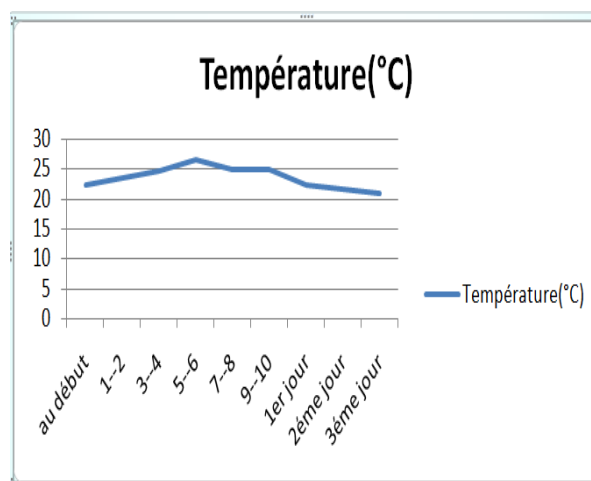
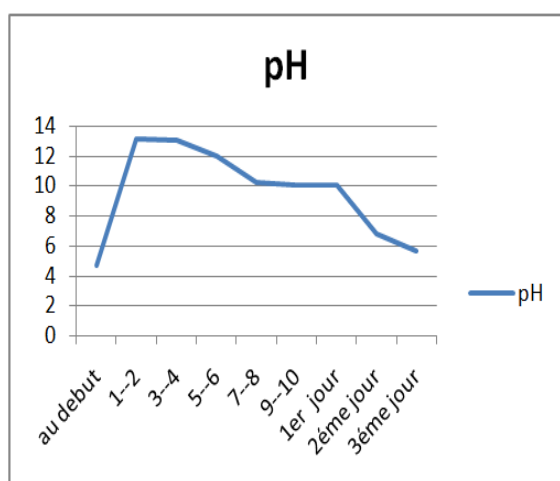


Figure 6: le pH des olives pendant le traitement

Figure 7: la Température des olives pendant le traitement

Calibre 26/29

Tableau 3 : Evolution de pH et de la température des olives pendant le traitement

Calibre 26/29			
	Temps (heure)	pH	Température (C°)
	Au début	5,45	18,10
NaOH	1-2	13	22
	3-4	12,2	22,6
	5-6	12	23,5
LAVAGE	7-8	11,8	21
	8-9	11,7	21
HCl + G.FER	1 ^{er} jour	11,5	19,20
	2 ^{ème} jour	7,6	18,9
	3 ^{ème} jour	5,8	18,8

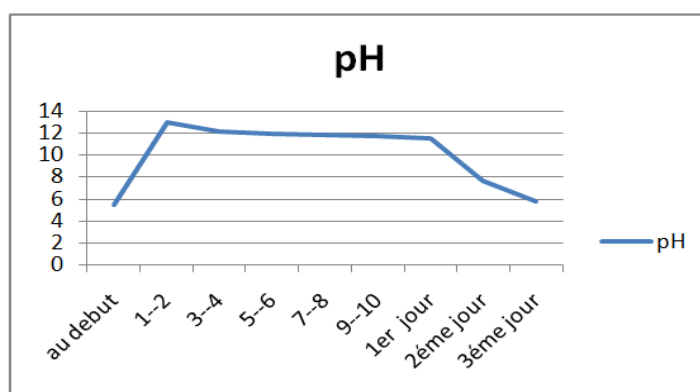


Figure 8 : le PH des olives pendant le traitement



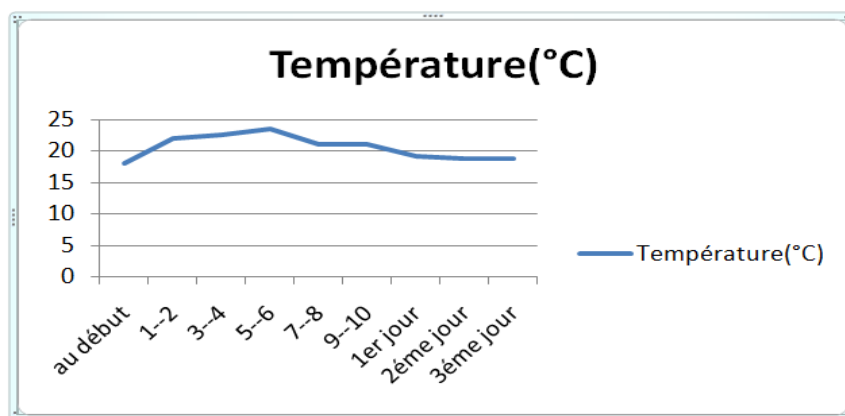


Figure 9 : Température des olives pendant le traitement

Interprétation :

Pendant le suivi de la température des olives au niveau de la zone d'oxydation on constate que la température augmente à l'ajout de NaOH puis diminue aux étapes postérieures. On conclue donc que la réaction entre l'olive (l'oleuropéine qui est le principe amer présent dans les olives) et la soude (OH^-) est une réaction exothermique.

Calibre30/33

Tableau 4 : Evolution de pH et de la température des olives pendant le traitement

Calibre 30/33			
	Temps (heure)	pH	Température
	Au début(t_0)	5,5	18,7
NaOH	1-2	13	23,5
	3-4	12,9	23,9
	5-6	12,8	24,8
LAVAGE	7-8	12,8	22,9
	8-9	12,3	21,5
HCl + G.FER	1 ^{er} jour	11,9	21,3
	2 ^{ème} jour	6,2	21,00
	3 ^{ème} jour	5,6	21,00

Calibre 38/42

Tableau 5 : Evolution de pH et de la température des olives pendant le traitement

Calibre 38/42			
	Temps (heure)	pH	Température (C°)
	Au début	5,6	20,00
NaOH	1-2	13,2	22,7
	3-4	12,9	22,4
	5-6	12,8	24,5
LAVAGE	7-8	12,8	23,1
	8-9	12,5	22,5
HCL+GFER	1 ^{er} jour	11,4	21,9
	2 ^{ème} jour	7,2	21,8
	3 ^{ème} jour	6	21,7

D'après ces résultats, on peut conclure que le pH et la température des olives pendant le traitement dans la zone d'oxydation sont indépendants des calibres d'olives et ils varient uniquement avec l'addition des solutions basiques comme la soude permettant ainsi la transformation de l'oléuropéine en glucose et acide oléanolique. Le pH et la température varient également à l'ajout des solutions acides comme l'acide chlorhydrique permettant d'abaisser la valeur du pH à une valeur de 5,7.

II-2 L'influence des concentrations de soude et les durées de cuisson des olives :

Dans le but de déterminer l'influence des concentrations sur la vitesse de pénétration, des tests ont été réalisés sur une quantité déterminée d'olive, avec des concentrations de soude allant de 2,1 à 3 degré baumés (°Be). Les concentrations choisies et préparées en degré baumé sont les suivantes : 2,1-2,4 - 2,6 -3.

Le suivi de la pénétration de la soude en fonction de temps aux différentes valeurs de concentration est représenté par les tableaux suivants :



➤ Concentration en degré baumé étudiée est : 3°Be

Tableau 6 : temps de traitement et distance de pénétration de la soude (3°Be)

Temps (heure)	la distance équivalente de pénétration de NaOH (mm)
0	0
1	1,35
2	2,86
3h10 min	5,20
3h30 min	Pénétration totale jusqu'au noyau

➤ Concentration en degré baumé étudiée est : $2,6^{\circ}\text{Be}$

Tableau 7 : temps de traitement et distance de pénétration de la soude ($2,6^{\circ}\text{Be}$)

Temps (heure)	la distance équivalente de pénétration de NaOH (mm)
0	0
1	0,63
2	2,625
3h10 min	3,28
4h10 min	Pénétration totale jusqu'au noyau

➤ Concentration en degré baumé étudiée est : $2,4^{\circ}\text{Be}$

Tableau 8 : temps de traitement et distance de pénétration de la soude ($2,4^{\circ}\text{Be}$)

Temps (heure)	la distance équivalente de pénétration de NaOH (mm)
0	0
1	0
2	1,34
3 h 10 min	2,91
4 h 10 min	3,00



- Concentration en degré baumé étudiée est : 2,1°Be

Tableau 9 : temps de traitement et distance de pénétration de la soude (2,1°Be)

Temps (heure)	la distance équivalente de pénétration de NaOH (mm)
1	0
2	1,30
3 h 10 min	2,74
4 h 10 min	2,95
6 h 10 min	Pénétration totale jusqu'au noyau

Interprétation :

D'après ces résultats, on remarque que le temps de pénétration totale de soude jusqu'au noyau diminue avec l'augmentation de la concentration de soude.

Pour la concentration 3°Be, le temps nécessaire pour réaliser la pénétration totale est de 3h30 min, pour 2,6°Be est de 4h10min, pour 2,4°Be est de 5h45min et pour 2,1°Be le temps pour effectuer la cuisson d'olive est de 6h10min.



CHAPITRE 3 : THEORIE DES PLANS D'EXPERIENCES



INTRODUCTION :

Devant le souci augmenté des entreprises d'améliorer la qualité des produits fabriqués ou en vue de création, les industriels accordent ces dernières années une place importante à l'organisation des essais expérimentaux.

La démarche traditionnelle consistant à faire varier un paramètre du système et faire fixer les autres, était basée sur le savoir-faire et la compétence de l'expérimentateur, ce qui engendrait un nombre important d'essais et un temps considérable pour atteindre parfois des résultats difficilement interprétables.

Aujourd'hui, selon les exigences du client sur le plan qualité d'une part et la course des entreprises vers des réductions des coûts de développement d'autre part, les entreprises nécessitent l'utilisation d'une approche scientifiquement rigoureuse "**plan d'expériences**" aussi appelé une "**stratégie d'expériences**".

I-Définition des plans d'expériences :

Selon la [Norme ISO 3534-3]:

Les plans d'expériences: constituent essentiellement une planification d'expériences, afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

Définition :

C'est une série d'essais déterminée à partir d'une approche statistique, employée pour déterminer le meilleur ensemble de données à prélever pour concevoir un plan avec le minimum d'essais, le maximum de facteurs (paramètres) et un minimum d'erreur, sur la base d'un modèle postulé.

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

- **La réponse** : variable quantitative ou qualitative généralement appelée *fonction objective*.
- **Les facteurs** : variables sensées d'influer sur la variation de la réponse. Leurs valeurs varient entre borne supérieure (niveau haut) et borne inférieure (niveau bas).

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



II-HISTORIQUE :

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

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

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

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

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

III-Avantage des plans d'expériences :

Les avantages de la méthode par rapport à une méthode d'expérimentation traditionnelle sont nombreux, notamment :

- ❖ Moins d'essais ;
- ❖ Une stratégie d'essais : essais planifiés ;
- ❖ Précision et optimisation facile des résultats ;

- ❖ Fiabilité et reproductibilité des résultats ;
- ❖ Interprétation graphique simple ;
- ❖ Révélation d'interactions entre paramètres ;
- ❖ Conclusions fiables ;
- ❖ Amélioration de la qualité des produits et des procédés ;
- ❖ Optimisation du nombre, du temps et du coût des essais ;
- ❖ Capitalisation du savoir-faire.

IV-Domaines d'application :

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

- en sciences physiques ;
- en ingénierie ;
- en sciences médicales ;
- en sciences humaines ;
- Qualité.

V-Catégories des plans d'expériences :

Les plans sont répartis en différentes catégories :

• Plans de criblage :

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

• Plans factoriels complets/fractionnaires :

- ❶ *Plans factoriels complets* : toutes les combinaisons des niveaux de facteurs sont présentes.
- ❷ *Plans factoriels fractionnaires* : tous les niveaux de chaque facteur sont présents, mais pas toutes les combinaisons possibles de facteurs.

VI-Démarche méthodologique :

La mise en œuvre d'un plan d'expérience pour étudier la surface de réponse d'un système expérimental et trouver un optimum peut se résumer selon la procédure suivante:



- ① Définir le problème à étudier ;
- ② Sélectionner la ou les réponses et les facteurs contrôlables ;
- ③ Définir le domaine expérimental, en fixant les niveaux des facteurs sélectionnés ;
- ④ Choisir un modèle ;
- ⑤ Choisir un plan d'expérience tenant compte des conditions propres au problème à traiter ;
- ⑥ Réaliser les essais ;
- ⑦ Traiter les données par un logiciel adéquat ;
- ⑧ Interpréter la validité du modèle postulé et la significativité des coefficients ;
- ⑨ Sélectionner les coefficients significatifs si le modèle est validé ;
- ⑩ Prédire les niveaux des facteurs à l'optimum ;
- ⑪ Faire un essai complémentaire en appliquant les valeurs optimales des facteurs pour valider les conclusions.

VII-Sélection des facteurs et choix de leurs niveaux :

❑ Choix des facteurs :

Cette étape est très importante. En effet, l'oubli d'un facteur important peut faire échouer le plan. C'est pourquoi la présence des personnes compétentes au sein du groupe de travail est nécessaire. Dans le milieu industriel, la stratégie préconisée consiste à augmenter le nombre de facteurs. En effet, plus le nombre de facteurs est grand, plus les possibilités de "réglage" sont nombreuses.

❑ Choix des niveaux des facteurs :

Un niveau correspond à une valeur ou à un état que l'on donne au facteur :

- ✦ Un plan classique comporte 2 niveaux par facteur, mais on peut définir 3 ou 4 (voire 5) niveaux par facteur en sachant que plus il y a de niveaux, plus il y a d'expériences et que le coût augmente.
- ✦ Le choix des niveaux étant technique, l'avis des techniciens est indispensable.
- ✦ La différence entre les niveaux doit être suffisamment discriminative pour qu'un changement de niveau puisse produire une variation dans la réponse.



Conclusion :

La démarche des plans d'expériences est expérimentale, ils représentent un outil indispensable à tout industriel, soucieux d'améliorer la qualité de ses produits. Ces plans apportent justement une solution permettant de réduire considérablement le nombre d'expériences à réaliser, en gardant presque autant d'informations efficaces.





CHAPITRE 4 :
OPTIMISATION DE PROCEDE D'OXYDATION
DES OLIVES CONFITES PAR LA
METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES



INTRODUCTION :

Suite à des résultats non répétables de la coloration noire de la peau des olives noircies par procédé d'oxydation, une étude et une optimisation de ce procédé seraient nécessaire ; j'ai choisi comme moyen d'étude les plans d'expériences, les différents essais ont été réalisés dans une petite cuvette d'oxydation disposée dans l'atelier d'oxydation.

Cette étape adopte deux stratégies successives dépendantes : **criblage** suivi **d'une optimisation**.

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

La deuxième stratégie consiste à faire une optimisation, qui a pour but de déterminer les conditions optimales d'oxydation des olives confites en olives noires, en fonction des facteurs choisis.

Le logiciel **NEMRODW** m'a permis de choisir la stratégie expérimentale à suivre et l'interprétation des différents résultats trouvés.

I-PROBLEMATIQUE :

Le problème rencontré au niveau de la société se résume d'un besoin d'amélioration de la coloration de la peau des olives qui n'est pas tellement noire.

Ce problème se découle dans l'atelier d'oxydation au niveau de procédé de noircissement des olives, d'où la nécessité d'une optimisation de l'ensemble des facteurs influents ce procédé.

II-OBJECTIF DE L'ETUDE :

L'objectif principal de ce projet de stage réside dans l'amélioration de la qualité des olives noircies par oxydation.



Ceci consiste à identifier, maîtriser et optimiser l'ensemble des facteurs influents le procédé d'oxydation de ces olives en olives noircies, tout en visant à optimiser la coloration noire de la peau des olives noircies.

III-PROCEDURE DE L'ETUDE :

Le principe de mon étude consiste à réaliser des essais d'oxydation des olives tournantes en olives noires, en variant plusieurs facteurs influents le processus d'oxydation, tout en suivant la procédure d'étapes d'opération d'oxydation dans une petite cuve des expériences afin de trouver le meilleur essai qui donnera des olives noircies de meilleure qualité.

Pour chaque essai d'oxydation, on doit effectuer un contrôle à la réception des olives tournantes réceptionnées du fournisseur, en évaluant certains paramètres afin de juger sa qualité, à savoir :

- pH ($\text{pH} < 4$) à l'aide de pH-mètre étalonné ;
- Taux de sel de la saumure (solution dans laquelle l'olive est conservée) et de l'olive ($> 5^\circ \text{Be}$) à l'aide de réfractomètre ;
- Homogénéité du calibre ;
- Le taux des olives bonnes, rouges et molles afin de spécifier la qualité des olives vertes tournantes réceptionnées (5 : Bonne qualité ; 3 : qualité moyenne et 1 : Mauvaise qualité).

IV-PLAN DE CRIBLAGE :

L'objectif de ce plan réside en un criblage des facteurs influents de ceux qui le sont effectivement dans un domaine expérimental fixé c'est-à-dire éliminer les facteurs les moins influents le processus d'oxydation des olives confites en olives noires.

IV-1-CHOIX ET DESCRIPTION DES FACTEURS ET DU DOMAINE DE VARIATION :

Le choix des facteurs étant technique, alors après une analyse de processus et une réunion de discussion avec les responsables de service qualité, de contrôle de qualité et atelier d'oxydation, les facteurs les plus influents le procédé d'oxydation des olives confites et leurs domaines de variation sont les suivants :

Tableau 10 : Niveaux des facteurs susceptibles d'entraîner une variation de la réponse.

Facteurs	Niveau -1	Niveau +1
X1= Qualité des olives à la réception	3	5
X2= Quantité des olives	20Kg	25Kg
X3= Concentration de NaOH	2.8°Be	3.5°Be
X4= Nombre de recyclage de la soude	1fois	3fois
X5= Temps d'attaque de NaOH	3h30min	4h30min
X6= Quantité de Gluconate de Fer	25g	35g
X7= Temps total de traitement	3Jours	4Jours

IV-2-CHOIX ET DESCRIPTION DE LA REPONSE :

L'intérêt majeur de la société était d'avoir des olives noircies ayant une peau bien noire, donc on met :

⇒ Y=Coloration noire de la peau d'olive;

La coloration noire de la peau d'olives, est une réponse qualitative basée sur une **analyse sensorielle** (contrôle visuel).

Qu'est-ce qu'une analyse sensorielle ??

L'analyse sensorielle est un ensemble de méthodes permettant de mesurer les perceptions sensorielles (vue, ouïe, odorat, goût, toucher). On parle aussi de métrologie sensorielle.



Pour que les résultats de coloration des essais d'oxydation soient traités par le logiciel **NemrodW**, on doit attribuer pour chaque coloration obtenue un chiffre d'appréciation variant de 1 à 7 selon le degré de coloration noire obtenue :

- 1: Marron clair
- 2: Marron
- 3: marron foncé
- 4: Brune
- 5: Brune foncé
- 6: Noire claire
- 7: Noire

IV-3-PLAN DE PLACKETT ET BURMAN :

Notre choix s'est porté sur un modèle polynomial de régression linéaire de premier degré sans interactions et puisqu'on a plusieurs facteurs à étudier (7 facteurs), nous avons adopté l'utilisation d'un plan de **Plackett et Bruman** ; ce plan se base sur la matrice d'**Hadamard**.

IV-4-LE MODELE MATHAMATIQUE :

Le modèle polynomial de premier degré sans interaction est le suivant :

$$Y = \text{Cste} + b_1 * X_1 + b_2 * X_2 + b_3 * X_3 + b_4 * X_4 + b_5 * X_5 + b_6 * X_6 + b_7 * X_7$$

Avec : Les coefficients $b_1, b_2, b_3, b_4, b_5, b_6$ et b_7 sont successivement les effets des paramètres $X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, X_6$ et X_7 .

IV-5-LA MATRICE D'EXPERIENCE :

Les matrices d'**Hadamard** existent pour un nombre d'expériences N multiples de 4.

Ces matrices se construisent selon un algorithme qui donne la 1ère ligne (ou la 1ère colonne) de la matrice d'expériences, puis les autres lignes sont générées par permutation droite (la plus utilisée).

La dernière ligne de la matrice d'Hadamard est toujours une ligne ne comportant que des signes négatifs.

Dans cette étude on a 7 facteurs à étudier, alors on choisie une matrice de 8 expériences N=8, donnée par le modèle suivant N=8 + + + - + - -

Le modèle choisi nous donne la matrice d'expérience suivante :

Tableau 11 : Matrice d'expérience de Blackett et Burman en variable réduites

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

IV -6-LE PLAN D'EXPERIMENTATION :

En remplaçant les variables centrées réduites par les variables réelles, on obtient le plan d'expérimentation avec les résultats obtenus, après réalisation des 8 essais :

Tableau 12 : Plan d'expérimentation avec résultats associés

N°	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	Coloration peau (Y)
								Unité 1
1	5.00	25.00	3,5	1,00	4 :30	25.00	3.00	5.00
2	3.00	25.00	3,5	3.00	3.30	35.00	3.00	6.00
3	3.00	20.00	3.50	3.00	4 :30	25.00	4.00	6.00
4	5.00	20.00	2,80	3.00	4 :30	35.00	3.00	6.00
5	3.00	25.00	2,80	1.00	4.30	35.00	4.00	7.00
6	5.00	20.00	3.50	1.00	3 :30	35.00	4.00	7.00
7	5.00	25.00	2.80	3.00	3 :30	25.00	4.00	4.00
8	3.00	20.00	2.80	1.00	3.30	25.00	3.00	3.00

IV -7-TRAITEMENT DES RESULTATS :

Le but de cette étape est de cribler les facteurs et de tirer les conclusions nécessaires concernant le poids des facteurs sur les réponses.

Le modèle postulé a priori pour ce plan est un modèle de régression linéaire de premier degré sans interaction. L'analyse des résultats de ce plan et la représentation graphique des effets va nous permettre d'éliminer les facteurs ayant un faible effet.

↳ Estimation des coefficients du modèle :

L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y est illustrée dans le tableau ci-dessous:

Tableau 13 : Estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y

Nom	b ₀	b ₁	b ₂	b ₃	b ₄	b ₅	b ₆	b ₇
Coefficient	5,5	0	0	0,5	0	0 ,5	1	0.500

➤ Etude graphique des effets :

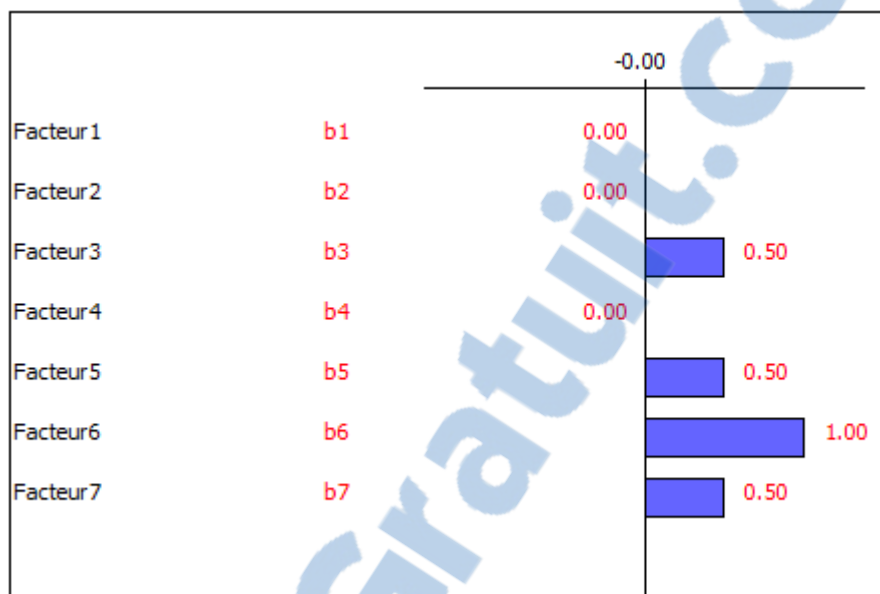


Figure 10 : Graphe des effets de la réponse Y

Ce diagramme en bâtons, représente tous les effets étudiés dans le modèle. La longueur des barres est proportionnelle à l'amplitude de l'effet. Les barres sont dirigées vers la droite lorsque l'effet est positif, vers la gauche lorsqu'il est négatif.

L'analyse de ce graphe montre que quatre paramètres ont une influence assignable sur la coloration des olives.

Les paramètres les plus influents (par ordre d'influence) sont :

X3 : Concentration de NaOH (b3)

X6 : quantité de G.F(b6)

X5 : Temps d'attaque NaOH (b5)

X7 : Temps total de traitement(b7)

D'après le graphe, on remarque aussi que les paramètres **X3 ; X5, X6 et X7** possèdent un effet positif sur la réponse, par contre les paramètres **X1, X2 et X4** possèdent un effet nul sur la réponse.

↳ **Etude graphique des effets totaux :**

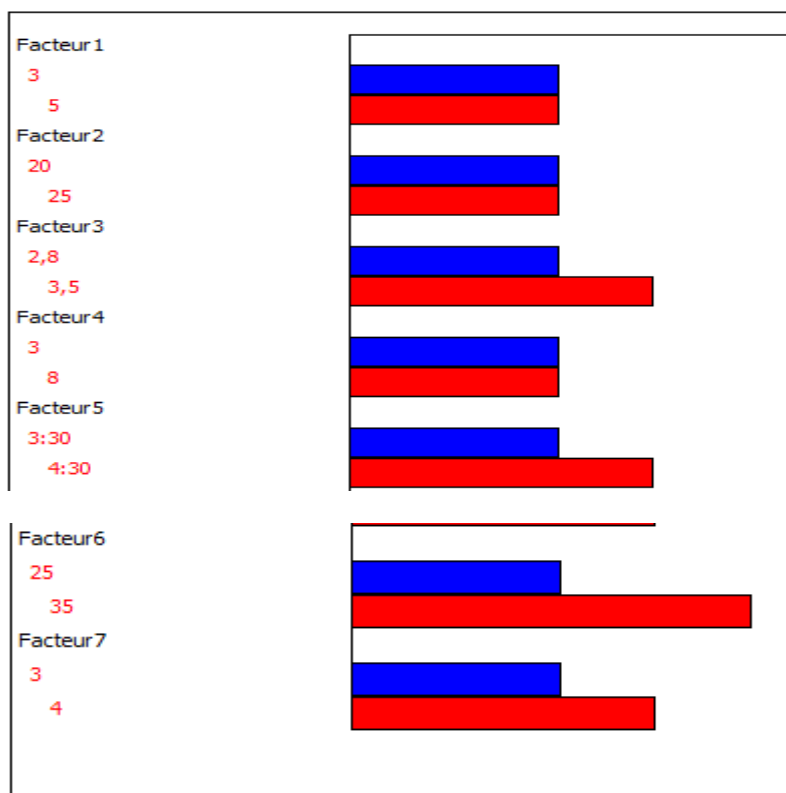


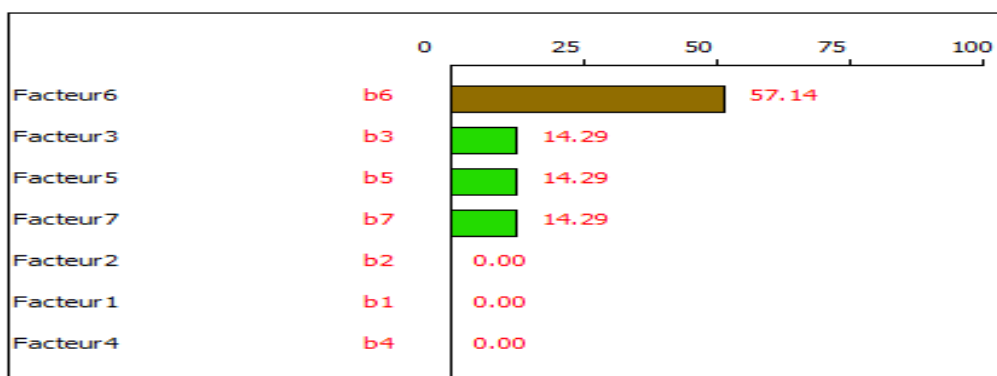
Figure11 : Graphe des effets totaux de la réponse Y

Le graphe ci-dessus montre que :

- Lorsqu'on augmente la concentration de NaOH (X3), X5, X6 et X7 la réponse augmente et vice versa.

↳ **Représentation graphique de l'analyse de Pareto :**

1) Effets Pareto individuels



2) Effet Pareto cumulés

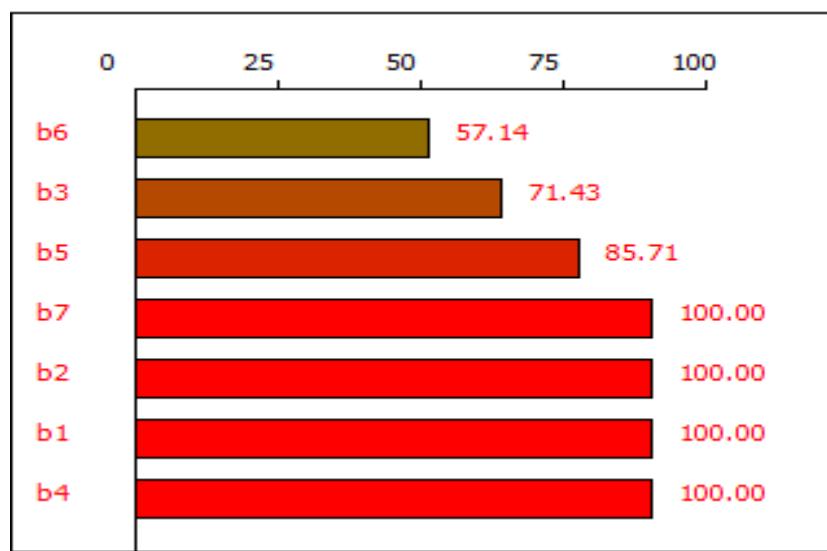


Figure 12: Graphes des effets Pareto individuels et cumulés

L'analyse des graphes de Pareto confirme les résultats cités auparavant.

➔ **Conclusion :**

En se basant sur les résultats du criblage, les quatre facteurs jugés ayant une grande influence (par ordre d'influence) sur la réponse Y sont:

X6 : quantité de G.F(b6)

X3 , X5 , X7 qui ont même influence.

Ces résultats finals obtenus de l'étude de criblage vont faire l'objet d'une optimisation de processus d'oxydation des olives confites, c'est-à-dire de chercher les conditions optimales de l'opération d'oxydation, en se basant sur les résultats trouvés auparavant, dans le but de maximiser la coloration noire et avoir des olives noircies de bonne qualité.



CONCLUSION

L'opération de l'oxydation des olives c'est la première étape dans le circuit de préparation des olives noires dénoyautés ou en rondelles à SICOPA, elle se fait dans des bassins de capacité de 5 à 5.5 tonnes dans une durée qui dépasse 3 à 5 jours parfois.

Dans mon projet de fin d'étude nous avons effectué une optimisation du procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences qui nous a permis de trouver les conditions optimales de réalisation de l'opération d'oxydation des olives confites.

Ces conditions optimales de procédé d'oxydation trouvées, ont été bien exploitées et adaptées par l'entreprise d'accueil, dont elle a tiré plusieurs gains par rapport à sa méthode de départ.

Ce stage c'était une occasion pour mettre en pratique les connaissances que j'ai apprises lors de ma formation en GMP, aussi c'était une opportunité de voir une autre face de l'industrie agroalimentaire qui est l'industrie des conserves et produits agricoles.



ANNEXE

°Be (degré baumé)	g/l (concentration massique)
0,8	10,05
1,8	20,25
3	32,08
3,8	41,07
5,5	62,48
7,7	84,47
13,3	154,10
15,1	179,6
20,4	229,6
20,4	256,10
23,9	311,30

EQUIVALENCE DE CHLORURE DE SODIUM NaCl POUR SAUMURE PURE

°Be (degré baumé)	g/l (concentration massique)
1,4	10,10
2,9	20,41
4,5	30,95
6	41,71
7,4	52,89
8,8	63,89
16,8	135,70
30,2	303,10
34	365,50
40,7	500,40
48,8	723,10
49,9	762,70

EQUIVALENCE D'HYDROXYDE DE SODIUM NaOH POUR SOLUTIONS PURES



REFERENCES

- Code de bonnes pratiques loyales pour les olives de tables ; FEDERATION DES INDUSTRIES CONDIMENTAIRES DE France ; DECEMBRE 2000.
- Séminaire Echantillonnage et Mesure en environnement – Chimiométrie, janvier 2011.
- Procédé d'élaboration des olives de table à base des variétés picholine marocaine et Dahbia, Mai 2007, N°152.



RÉSUMÉ

Le secteur de l'agroalimentaire est toujours en constante évolution et fluctue au rythme des innovations et des découvertes scientifiques afin de répondre en principe aux besoins de l'humanité.

Ce manuscrit présente les résultats de l'optimisation qui a été effectuée au sien d'atelier d'oxydation à la Société Industrielle des Conserves de Produits Alimentaires (SICOPA) en appliquant la méthodologie des plans d'expériences.

Dans ce travail les facteurs essentiels qui peuvent changer la couleur de la peau des olives afin d'obtenir les valeurs optimums qui donnent des olives noires de bonne qualité ont été optimisés.

Mots clés : plans d'expériences, procédé d'oxydation des olives, olives.