



Master Sciences et Techniques  
**G**énie des **M**atériaux et des **P**rocédés

**MEMOIRE DE FIN D'ETUDES**  
Pour l'Obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**Titre :**

**OPTIMISATION DE PROCEDE D'OXYDATION DES  
OLIVES CONFITES PAR LA METHODOLOGIE DES PLANS  
D'EXPERIENCES**

Présenté par:

**M<sup>me</sup> ELOUANJLI Laila**

Encadré par :

- **M<sup>r</sup> A.Belhachemi (SICOPA)**
- **M<sup>me</sup> K.MOUGHAMIR (FSTF)**

**Soutenu Le 20 Juin 2013 devant le jury composé de :**

- **Mme K.MOUGHAMIR**
- **Mr M. CHAOUKI**
- **Mr A.BENTAMA**

**Stage effectué à :** Société industrielle de conserves de produits Alimentaires  
(SICOPA Fès)





Mémoire de fin d'études pour l'obtention du Diplôme de Master Sciences et Techniques

**G**énie des **M**atériaux et des **P**rocédés

**Nom et prénom : M<sup>me</sup> ELOUANJLI Laila**

**Année universitaire : 2012/2013**

**Titre : Optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.**

### **Résumé**

Les olives noircies par oxydation sont des olives plus demandées à l'échelle internationale que national, ce qui exige les entreprises de mettre en place le système qualité qui garantit en continuité la maîtrise statistique de processus d'oxydation et la qualité des produits.

Pour cela, il nous a paru indispensable d'étudier l'effet de chaque facteur influent le procédé d'oxydation des olives confites, pour l'améliorer et l'optimiser à l'aide de méthodologie des plans d'expériences afin d'obtenir des olives noircies de meilleure qualité.

Le présent projet a pour objectif de mettre en place une nouvelle stratégie expérimentale, qui nous emmène à réduire le temps total de traitement d'oxydation, en maximisant la coloration noire de la peau d'olives et minimisant le taux de casses des olives noires coupées en rondelles.

Un plan de criblage nous a permis de réduire le nombre des facteurs de sept à deux facteurs influents pour chaque réponse (concentration en NaOH et qualité des olives pour réponse Y1/Temps total de traitement et Temps d'attaque de NaOH pour la réponse Y2).

Cette étude de criblage nous a permis aussi d'optimiser le procédé d'oxydation et de trouver les conditions optimales de réalisation d'étapes de procédé d'oxydation, en se basant sur la répétabilité des résultats de répétitions de l'essai (N°2), qui a pu optimiser ce procédé sans passer par l'utilisation d'un plan d'optimisation.

**Mots clés :** procédé d'oxydation, désamérisation, plan d'expériences, plan de criblage et matrice d'Hadamard.



# Sommaire

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre 1 : Présentation de la société SICOPA.....</b>	<b>2</b>
I. Description générale de l'entreprise d'accueil.....	3
1. Présentation de SICOPA.....	3
2. Historique.....	3
3. Fiche technique.....	3
4. Organisation interne.....	4
5. Organigramme de structure.....	4
II. Produit de SICOPA.....	5
1. Olives emballées en boîtes.....	5
2. Plats cuisinés.....	6
3. Légumes grillées.....	6
<b>Chapitre 2 : Procédé de fabrication des olives confites.....</b>	<b>7</b>
I - Olive.....	8
Introduction .....	8
1. Définition et caractéristique générales de l'olive.....	8
2. Etudes anatomique.....	9
3. Composition chimique des olives.....	9
4. Types d'olive de table.....	10
5. Les altérations des olives de table.....	11
II - Etapes d'élaboration des olives de table .....	12
1. Contrôle à la réception.....	12
2. Effeuilage et pré-calibrage.....	12
3. Triage .....	12
A. Elaboration des olives vertes.....	12
B. Elaboration des olives noires .....	13



### **Chapitre 3 : processus d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires.....14**

Introduction.....	15
• Oxydation des olives .....	15
• Désamérisation des olives.....	15
• Atelier d'oxydation de la société .....	16
• Les cuves d'oxydation.....	16
• Contrôle effectué à la réception des olives destinées vers l'oxydation .....	16
• Etapes de processus d'élaboration des olives noircies par oxydation.....	17
A. Etapes de procédé d'oxydation des olives vertes tournante en olives noires.....	17
B. Etapes générales de processus d'élaboration des olives noircies par oxydation.....	20

### **Chapitre 4 : Théorie des plans d'expériences.....22**

Introduction .....	23
1. Historique.....	23
2. Définition des plans d'expériences.....	24
3. Avantage des plans d'expérience .....	24
4. Domaine d'application.....	25
5. Catégories des plans d'expériences.....	25
6. Démarche méthodologique.....	26
7. Sélection des facteurs et choix de leurs niveaux.....	27
Conclusion .....	27

### **Chapitre 5 : optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.....28**

A. Outils et principe de la méthode.....	29
B. Optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.....	29
Introduction.....	29
A. Problématique.....	30
B. Objectif de cette étude.....	30
C. Procédure de l'étude.....	30
D. Avantage de l'étude.....	30
I- Plan de criblage.....	31
1. Choix et description des facteurs et du domaine de variation .....	31
2. Choix et description des réponses .....	31
3. Plan de plackett et bruman.....	32
4. Matrice d'expériences.....	32



---

5. Modèle mathématique.....	32
6. Plan d'expérience .....	33
7. Traitement des résultats .....	33
7.1 Réponse Y1 : coloration noire de la peau d'olive.....	34
7.2 Réponse Y2 : taux de casses.....	37
Récapitulation.....	41
Etudes d'optimisation.....	43
Comparaison entre les résultats expérimentaux.....	43
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>46</b>
<b>Annexe.....</b>	<b>48</b>
<b>Bibliographie &amp; webographie.....</b>	<b>50</b>



# Introduction générale

L'olivier constitue la principale espèce fruitière plantée au Maroc, avec une superficie de près de 620.000 hectares. La production avoisinait 750.000 tonnes en 2006, 90.000 tonnes sont destinées aux conserveries industrielles. Le Maroc est le sixième producteur mondial des olives de table avec une moyenne de 93.000 tonnes lors des six dernières campagnes représentant ainsi 5.4% de la production mondiale.

On note qu'il y a une forte dépendance des exportations marocaines des olives de table au marché de l'Union Européenne qui absorbe 69% de ces quantités (44% vers la France), suivi par les Etats-Unis avec 25%.

L'industrie des olives de table joue un rôle économique important, avec une production moyenne de 80.000 à 120.000 tonnes par an, dont environ 80% sont destinées à l'exportation, le Maroc est classé le 2ème 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.

Mon projet de mémoire de fin d'étude (4 mois de stage) s'est déroulé au sein de SICOPA, société agro-alimentaire de conserves des produits alimentaires et plus précisément les olives de table dont l'objectif principal de diminuer le temps total de noircissement des olives vertes tournantes, en optimisant le processus d'oxydation des olives confites en olives noires de meilleure qualité.

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 de l'ensemble des facteurs influents ce procédé.

Ce rapport comporte plusieurs parties ou serait expliqué avec détail la démarche et l'activité pratiquée par la société :

- ✚ Chapitre 1 : Une description générale de la société SICOPA du Maroc et ses différentes activités.
- ✚ Chapitre 2 : Le procédé de fabrication des olives confites.
- ✚ Chapitre 3 : Le processus d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires.
- ✚ Chapitre 4 : La théorie des plans d'expériences.
- ✚ Chapitre 5 : L'optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.



# **Chapirte 1 : PRESENTATION**

## **DE LA SOCIETE**

### **SICOPA**



## I. Description générale de l'entreprise d'accueil :

### 1. Présentation de SICOPA :

**SICOPA**(société industrielle de conserves et de produits alimentaires) est une industrie agro-alimentaire spécialisée dans la production et la commercialisation des olives marocaines de toutes variétés et des câpres.

Son activité est orientée vers l'exportation de produits alimentaires marocains dans le monde entier. Elle est avant tout une industrie spécialisée dans l'olive marocaine (toutes variétés), la câpre, les piments, les tomates, et autres légumes,...

Les importations de matières premières essentiellement l'emballage, se font de France et Espagne, parfois les boîtes métalliques pour conserves sont achetées sur place au Maroc.

Il est à signaler que cette entreprise dispose de deux unités de production :

**SICOPA 1** : siège de l'administration, produit des olives noires, vertes confites entières, dénoyautées et en rondelles (sliced) en saumure et des légumes, dernièrement, elle produit des olives noires de façons Grèce et des câpres ; là où j'ai effectué ce projet de fin d'étude.

**SICOPA 3** : traite et conserve la matière première confite en saumure avant le conditionnement.

### 2. Historique de la SICOPA :

La société industrielle de conserves d'olives et de produits agricoles SICOPA a été créée en 1974 à Fès au Maroc par la famille BENZAKOUR KNIDEL.

Dotée d'un parc de machines les plus performant au monde dans son secteur d'activité de cette façon elle offre un produit de tradition au goût typiquement méditerranéen tout en l'adoptant aux exigences qualitatives modernes.

### 3. Fiche technique :





Tableau 1 : Données générales de SICOPA

Désignation	Société industrielle de conserves d'olives et de produits agricoles (SICOPA)
Adresse	rue Ibn Banna –Q.I. Sidi Brahim- BP2049-30000 Fès – Maroc
Tél	+212 35 64 46 98
Fax	+212 35 73 32 48
E-mail	<a href="mailto:info@sicopa.com">info@sicopa.com</a>
Web	<a href="http://www.sicopa.com">www.sicopa.com</a>
Produits	Olives noires oxydées confites – olive noires de façon grecque – olive vertes confites – olive cuisinées – mini poivrons – légumes grillés – câpres – tomates

4-  
Or  
ga  
nig  
ra  
m  
me  
de  
str  
uct  
ur

e :

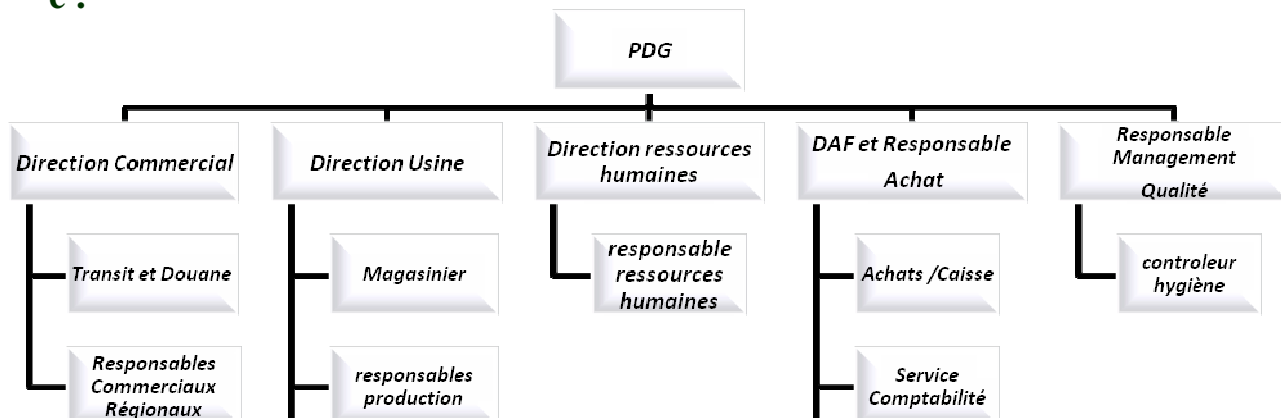
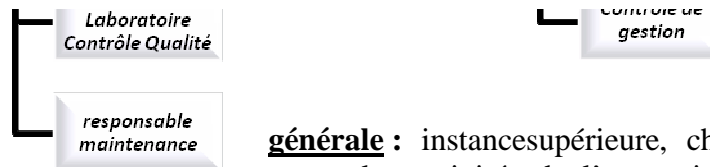


Figure 1: Organigramme de structure de la société SICOPA

5-



Organisation

interne :  
**Direction**

générale de travail permanent avec tous les services.

**Secrétariat de direction** : interface entre la direction générale, les services, les clients et les fournisseurs, en matière d'informations et de communication, il est chargé de la réception, l'accueil et le contact avec les clients, l'élaboration du planning de commande, la réclamation des erreurs et la gestion de planning de livraison.

**Service qualité** : rattaché directement à la direction, il est chargé de :

- ✓ Suivre le contrôle de qualité depuis la réception de la matière première jusqu'à l'expédition des produits finis.
- ✓ Assurer la mise en place des procédures d'hygiène et de désinfection.
- ✓ Traiter les réclamations.

**Service commercial** : chargé de la négociation avec les clients et les fournisseurs de l'achat de la matière première, des produits chimiques, des mobiliers, des pièces de rechange et des emballages



ainsi que la vente des produits finis. Il est en rapport permanent avec les services qualité, finance et comptabilité.

**Service personnel** : chargé de la gestion des ressources humaines, il assure comme tâches :

- Le contrôle de présence du personnel.
- La déclaration des salaires et les paies.
- La gestion des heures supplémentaires.
- Les assurances, les allocations familiales les lignes de crédits.
- Le calcul des congés annuels et de maternité, etc...

**Service technique** : Assure le bon fonctionnement de l'usine et de ses installations, l'entretien technique des appareils et installations. Il travaille en collaboration avec le service qualité et le service de production.

Assure la gestion des stocks d'emballage (boîtes vides, bols, barquettes, carton, étiquette ...), et des produits chimiques.

**Service transit** : chargé d'assurer l'import-export, la déclaration douanière et le suivi des dossiers des clients et de la banque. Ce service est en collaboration de travail permanent avec les services : commercial, finance, comptabilité, qualité et production.

**Service finance comptabilité** : chargé du règlement des comptes fournisseurs, suivi des comptes clients et des opérations financières import-export.

## II-Produit de SICOPA :

La SICOPA a diversifié ses produits au rythme des récoltes et de la demande sur le marché international.

Elle commercialise ainsi des produits tels que « les mini-poivrons farcis », « les poivrons rouges et jaunes », « les tomates séchées », « les câpres », « les légumes grillées », « les plats cuisinés » et bien d'autres produits.

### 1- Olives emballées en boîtes :

- Olives vertes confites en saumure ;
- Olives tournantes confites en saumures ;
- Olives noires confites en saumure,



Figure 2: Exemple de produits finis des olives confites en boîtes: SICOPA

### Remarque :



Ces préparations sont présentées sous forme : entières, dénoyautées et slices (coupées en rondelles).

## 2- Les plats cuisinés :

Ce sont des olives aromatisées et épicées selon des manières traditionnelles :

- ✓ Olives au berbère.
- ✓ Olives noires Californie.
- ✓ Olives à l'andalous : olives vertes cassées, ail, sauce piquante, vinaigre, cumin, huile de tournesol et sel.
- ✓ Olives vertes pimentées.
- ✓ Olives à l'ail.
- ✓ Olives noires de façon Grèce aux herbes : olives, ail, herbe de Provence, huile de tournesol et sel.

## 3- Les légumes grillées :

La préparation des légumes grillées se limite aux :

- ✓ Poivrons rouges et jaunes.
- ✓ Courgettes.
- ✓ Aubergines.
- ✓ Mini poivrons farcis aux fromages, thons ou anchois.

# Chapirte 2 : PROCEDE DE FABRICATION DES OLIVES CONFITES



## I- OLIVE :

### Introduction :

L'olive est le fruit de l'olivier, arbre fruitier caractéristique des régions.

L'olive est une drupe à peau lisse, à enveloppe chacune riche en matière grasse, renferme un noyau très dur, osseux, qui contient une graine, rarement deux, sa forme ovoïde est typique, sa couleur d'abord verte, vire à la noire maturité complète, vers le mois d'octobre et novembre dans l'hémisphère nord.

Au Maroc l'olivier occupe 560.000 ha, à raison d'une superficie oléicole irriguée égale à 200000 ha avec une production moyenne annuelle de 480000 t ; dont 70% est destinée aux huileries et 30% aux conserves d'olive.

En effet, le verger oléicole marocain se partage en trois grandes zones de production, avec des caractéristiques marquées :

- **La région Nord** : Elle concerne essentiellement les provinces rifaines et pré-rifaines (Chefchaouen, Taounate, Tétouan, Sidi Kacem et le Nord de Taza). Son climat est subhumide avec des précipitations comprises entre 500 et 800 mm.



- **La région Centrale :** Elle est située entre la première région et le massif du Moyen Atlas. Elle comprend les provinces de Khemisset, Meknès, Fès, Séfrou, El Hajeb, Khénifra et une partie de la province de Taza (Oued Amlil). Les précipitations moyennes sont comprises entre 400 et 600 mm.
- **La région Sud et Est :** Caractérisée par un climat semi-aride à aride et des précipitations comprise entre 200 et 400 mm, (Marrakech, Tadla, du Haouz, kelaa et du sous massa).

## 1) Définitions et caractéristiques générales de l'olive :

### \* Définition :

On appelle "**olive de table**" le fruit de variétés appropriées de l'olivier cultivé (*oleaeuropaeasativa*) sain, cueilli à un stade de maturité approprié, faisant l'objet des préparations déterminées, il donne un produit consommable et de bonne conservation, ces préparations pouvant éventuellement comporter l'adjonction de divers ingrédients ou aromates de bonne qualité alimentaire.

### \* 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 5g.
- ✓ **La forme :** les olives de forme sphérique sont acceptées sur le marché, bien que certaines olives allongées jouissent également d'un certain crédit.
- ✓ **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.

## 2) 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.

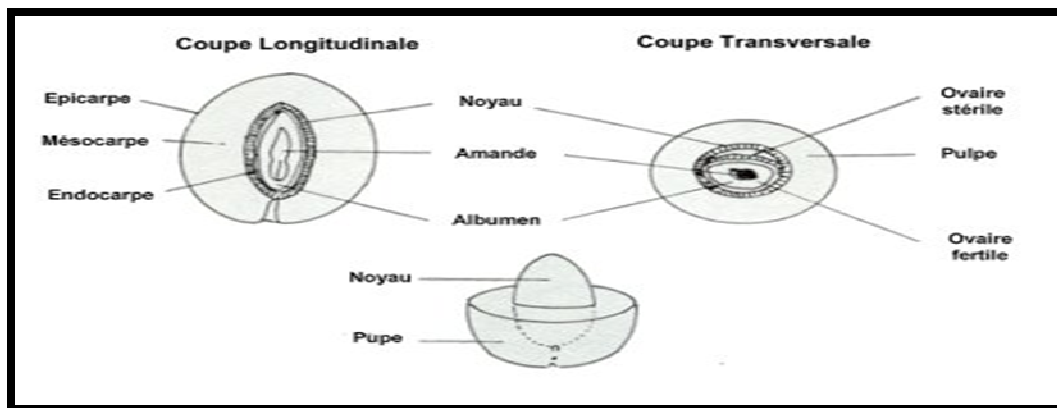


Figure 3 : Coupe transversale et longitudinale d'une olive

Ce merveilleux fruit comprend :

- ↪ **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 cellule 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 clarifié 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, donnera peut-être un jour un nouvel olivier. Le noyau est constitué de triglycérides.

### 3) 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 dose 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 oléopicrine** : également appelé oléuropéine ou encore oléuropéoside, qui par son amertume extrême, rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation.

Tableau 2 : Le taux de différents composants des olives



	olives vertes moyennes (%)	olives noires moyennes (%)
Eau	50 à 75	<1
Protides	0,75	3
Lipides	14,5	59
matières à extraire	8	33
Celluloses	1	3,5
Cendre	0,5	1,7

Toutes ces compositions donnent à l'olive sa haute valeur énergétique et nutritive, que l'on retrouve dans différentes préparations, de conservation qui varie d'une région à l'autre, d'un pays à l'autre et bien entendu d'une variété à l'autre.

#### 4) Type 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:** obtenues à partir de fruits récoltés au cours du cycle de maturation, avant la véraison, au moment où ils ont atteint leur taille normale. La couleur du fruit peut varier du vert au jaune paille.

Elles sont commercialisées sous forme :

- Olives vertes entières.
- Olives vertes dénoyautées.
- Olives vertes cassées.
- Olive verte en rondelles (sliced).

**Olives tournantes:** obtenues à partir de fruits de teinte rose, rose vineux ou brune, récoltés à la véraison et avant complète maturité. Elles sont commercialisées sous forme :

- Olives tournante cassées (noyau facile à enlever).
- Olives tournante tailladées (permettre la pénétration de saumure).
- Olive tournante dénoyautées aux futs.

**Olives noires:** obtenues à partir de fruits récoltés au moment où ils ont atteint leur complète maturité, ou peu avant, leur coloration pouvant varier, selon la zone de production et l'époque de la cueillette, du noir rougeâtre au châtain foncé, en passant par le noir violacé, le violet foncé et le noir olivâtre non seulement sur la peau, mais également dans l'épaisseur de la chair. Elles se commercialisent sous forme :

- Olives noires entières.
- Olives noires dénoyautées.
- Olives noires en rondelles.
- Olives noires de façon Grèce.

#### 5) Les altérations des olives de table :



---

Les altérations que l'olive peut subir de la culture à la consommation sont :

### **A. Poches de gaz :**

Cette altération affecte toutes les préparations des olives de table, elle se caractérise par la formation des poches dans la pulpe des olives, provoquée par une accumulation de gaz à l'intérieur, le dégagement de gaz est provoqué par les bacilles Gram dans le cas des olives noires.

La cause de cette contamination est le non respect des règles d'hygiène du personnel, des équipements, de l'eau et des locaux.

### **B. Altération de la texture :**

#### **Cloque :**

C'est la formation d'ampoules entre l'épiderme et la pulpe des fruits, résultant d'un traitement alcalin trop énergétique de désamirisation (emploi d'une forte concentration de soude ou réalisation de l'opération d'oxydation à une température très élevée). La concentration de la soude doit être réduite au fur et à mesure de l'augmentation de température ambiante.

#### **Les ramollissements :**

C'est la dégradation du matériel pectique de l'olive par des enzymes ou un développement bactérien, dû à un pH élevé, alors on a une perte de textures au niveau de la pulpe d'olive qui peut être d'origine physique, chimique ou biologique.

### **C. Les fermentations anormales :**

#### **La fermentation butyrique :**

Elle se produit au cours des premières étapes de la fermentation. Elle se caractérise par une odeur butyrique, due à la présence des bactéries de genre clostridium produisant de l'acide butyrique.

Les causes de cette altération sont : pH élevé (>4), un mauvais égouttage des olives et à un lavage défectueux.

#### **La fermentation putride :**

Elle se caractérise par le dégagement d'une odeur désagréable des matières organiques. Les micro-organismes responsables appartiennent au genre clostridium.

La cause principale de cette altération est le non-respect des règles d'hygiène.

#### **Zapateria :**





C'est également une altération malodorante qui entraîne de grande perte au niveau des olives confites. Cette altération se manifeste la fin de fermentation par l'action de deux genres de micro-organismes : clostridium et propiobacterium, qui produisent des acides organiques volatils et malodorants.

Ce type d'altération est du à pH élevé ou un lavage inadéquat des olives.

## II. ETAPES D'ELABORATION DES OLIVES DE TABLE :

L'élaboration des olives de table nécessite en commune trois étapes préalables :

### 1- **Contrôle à la réception :**

Lors de la réception, les olives transportées par les camions sont pesées à l'aide d'un pont bascule, en constituant un échantillon représentatif (5 à 6Kg) des différentes caisses de chaque camion, afin d'évaluer le calibre moyen, la proportion des différents types d'olive de tables et la quantité des déchets.

Après passage dans un calibre d'échantillonnage (échantillon de 30 Kg), on évalue la proportion des feuilles, descailloux et les petits calibres et pour chaque calibre on détermine le pourcentage des différents types d'olives.

### 2- **Effeillage et pré-calibrage :**

A la réception, les olives passent dans un calibre à câbles divergents afin d'éliminer les déchets (feuilles, rameaux,...) et obtenir des calibres homogènes.

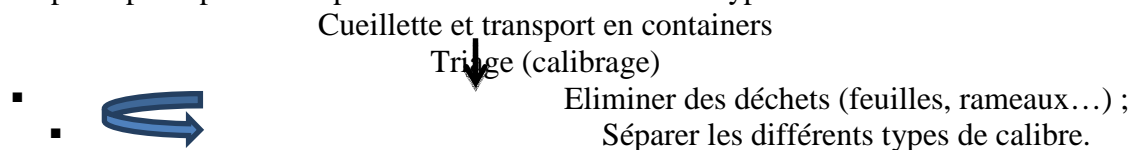
### 3- **Triage :**

A cette étape les olives pré-calibrées sont envoyées vers la sélectionneuse à caméra, afin de séparer les différents types d'olives (vertes, tournantes et noires).

#### **A/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.

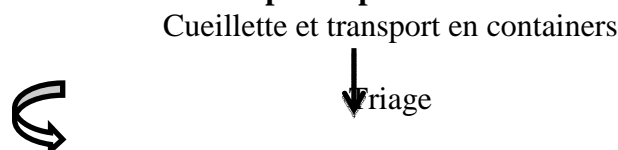
Les principales phases du processus d'élaboration de ce type d'olive sont :

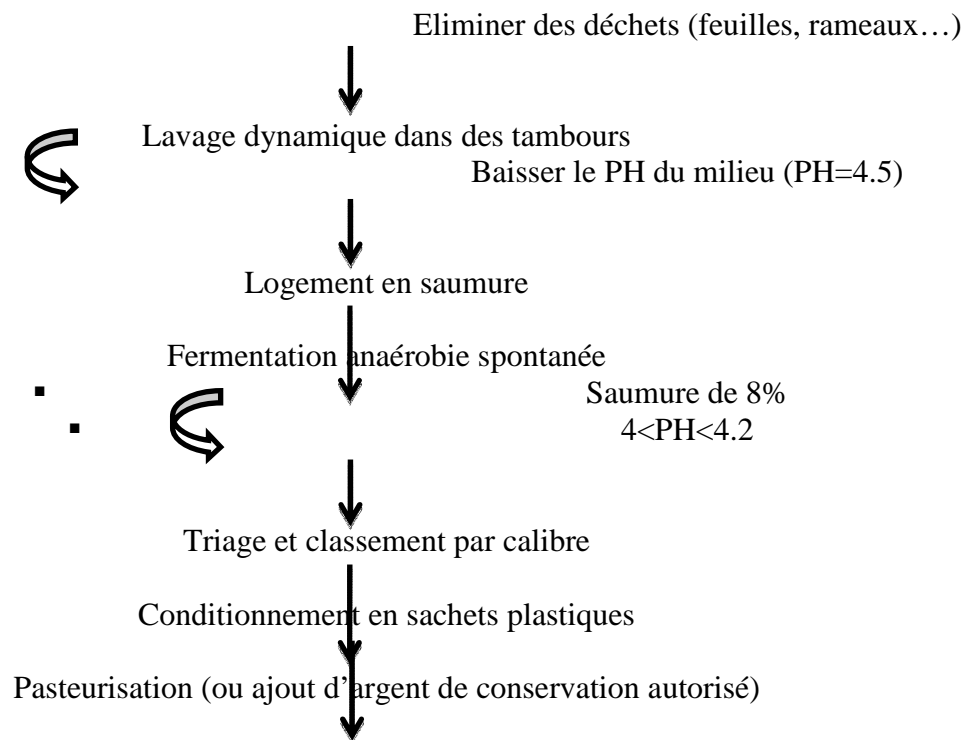


#### **B/Elaboration des olives noires :**

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 murs (maturité complète).

**Les différentes étapes de processus d'élaboration sont :**





## Chapirte 3 : PROCESSUS D'OXYDATION

### DES OLIVES VERTES TOURNAUTES

### EN OLIVES NOIRES

## INTRODUCTION :

Le processus d'oxydation des olives vertes tournantes a commencé à être préparé au Etats-Unis au début du siècle 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 désamériser par l'enchaînement des étapes de procédé d'oxydation avec un traitement à la lessive alcaline, ces olives doivent être conditionnées dans une saumure et préservées par stérilisation thermique.

- **Oxydation des olives :**

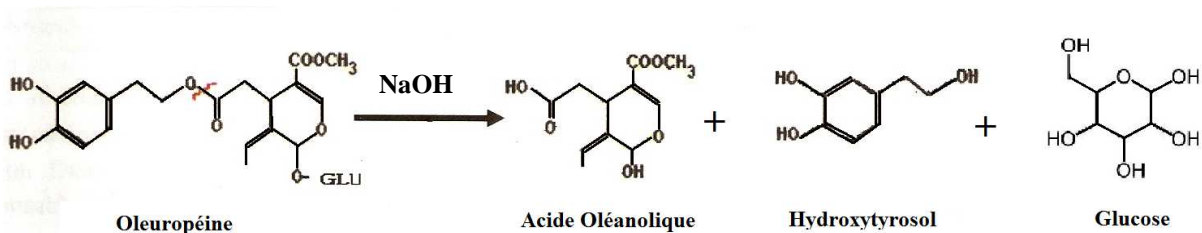
C'est l'opération la plus importante dans le cycle de production des olives, permettant d'élaborer des olives noircies par oxydation. Ce noircissement est obtenu en appliquant un traitement par la lessive alcaline de soude (NaOH) et l'aération (insufflation de l'air ou barbotage) dans les bassins d'oxydation.

Par définition **l'oxydation des olives** : c'est l'ensemble des opérations qu'ont pour objet la désamérisation des olives tournantes claires et la transformation de coloration des olives vertes vers la noire par barbotage mécanique.

- **Désamérisation des olives :**

La désamérisation a pour objet d'enlever l'amertume (goût amer des olives vertes tournantes reçues du fournisseur), due à la présence de **l'oléuropéine** qui est le principe amer présent dans les olives, en l'hydrolysant et le rendre soluble par traitement basique.

Pendant cette phase l'oléuropéine est scindée en glucose, acide oléanolique et hydroxytyrosol, métabolites qui sont successivement éloignés à travers le lavage avec de l'eau, selon la réaction suivante :



**Figure 4 : Réaction chimique de désamérisation**

L'élimination de l'amertume se fait à l'aide de la lessive alcaline de soude en concentration variable entre 1.5 et 3.5 °Be selon la température du milieu, la variété des olives et l'état de maturation des drupes (les olives les plus mures demandent de concentrations plus basses).

La solution de soude doit être utilisée à température ambiante, car si elle est utilisée chaude, elle peut causer l'épluchage des fruits, avec des dégâts irréparables.



**N.B :** °Be =Degré Baumé, est une unité de mesure indirecte de concentration, via la densité, découverte par Antoine Baumé. On note °Be, et l'outil de mesure est l'aéromètre, instrument gradué en verre ou en métal.

#### ✚ Atelier d'oxydation de la société :

La zone d'oxydation de la société contient :

- ❖ 20 cuves opérationnelles pour le traitement d'oxydation et 2 autres cuves pour le stockage de la soude caustique diluée à une concentration de 3.5°Be.
- ❖ 2 citernes de stockage de la soude caustique recyclée après utilisation dans le traitement d'oxydation (1<sup>ère</sup> étape de traitement), cette soude sera réutilisée plusieurs fois(en moyenne 10 fois).
- ❖ La préparation de la saumure se fait dans 4 réservoirs de différentes concentrations, le premier pour la réception du sel et son stockage, le deuxième pour la préparation de la saumure saturée, le troisième pour le stockage de la saumure de 20 °Be et le quatrième pour le stockage de la saumure de 20 °Be.

Cette opération se fait dans une zone séparée et bien identifiée, l'accès vers cette zone se fait par deux portes, une étanche ouverte directement vers l'extérieur de l'usine pour la réception de NaCl, et la deuxième ouverte à l'intérieur de la zone de l'oxydation.

#### ✚ les cuves d'oxydation :

Elles sont de forme parallélépipédique, dont le font est constitué par deux plans inclinés, leur intersection, on trouve un tube perforé par lequel on fait barboter l'air insufflé de l'extérieur sous pression, ce qui favorise une meilleure oxydation des olives vertes tournantes réceptionnées.

L'identification de la tuyauterie dans cette zone se fait par coloration de chaque canalisation avec une couleur bien identifiée en fonction de la contenance :

- **Canaux de couleur blanc** : pour alimentation de NaOH à 3.5 °Be vierge ou recyclée ;
- **Canaux de couleur bleu** : pour activation de l'aération (barbotage).
- **Canaux de couleur vert** : liée au château d'eau douce.
- **Canaux de couleur rouge** : pour alimentation en saumure de 3 °Be.
- **Canaux de couleur noir** : pour le retour de la saumure.
- **Canaux de couleur gris** : pour alimentation des cuves en matière premières.

#### ✚ Contrôle effectué à la réception des olives destinées vers l'oxydation :

Le processus de noircissement s'applique aux olives tournantes claires acidifiées pH<4 et de taux de NaCl> 5 °Be.

A chaque réception des olives tournantes destinées vers l'oxydation on doit vérifier :

- pH (pH<4) à l'aide de pH-mètre portable étalonné.
- Taux de sel de la saumure (solution dans laquelle l'olive est conservée) et de l'olive (>5°Be) à l'aide de réfractomètre.

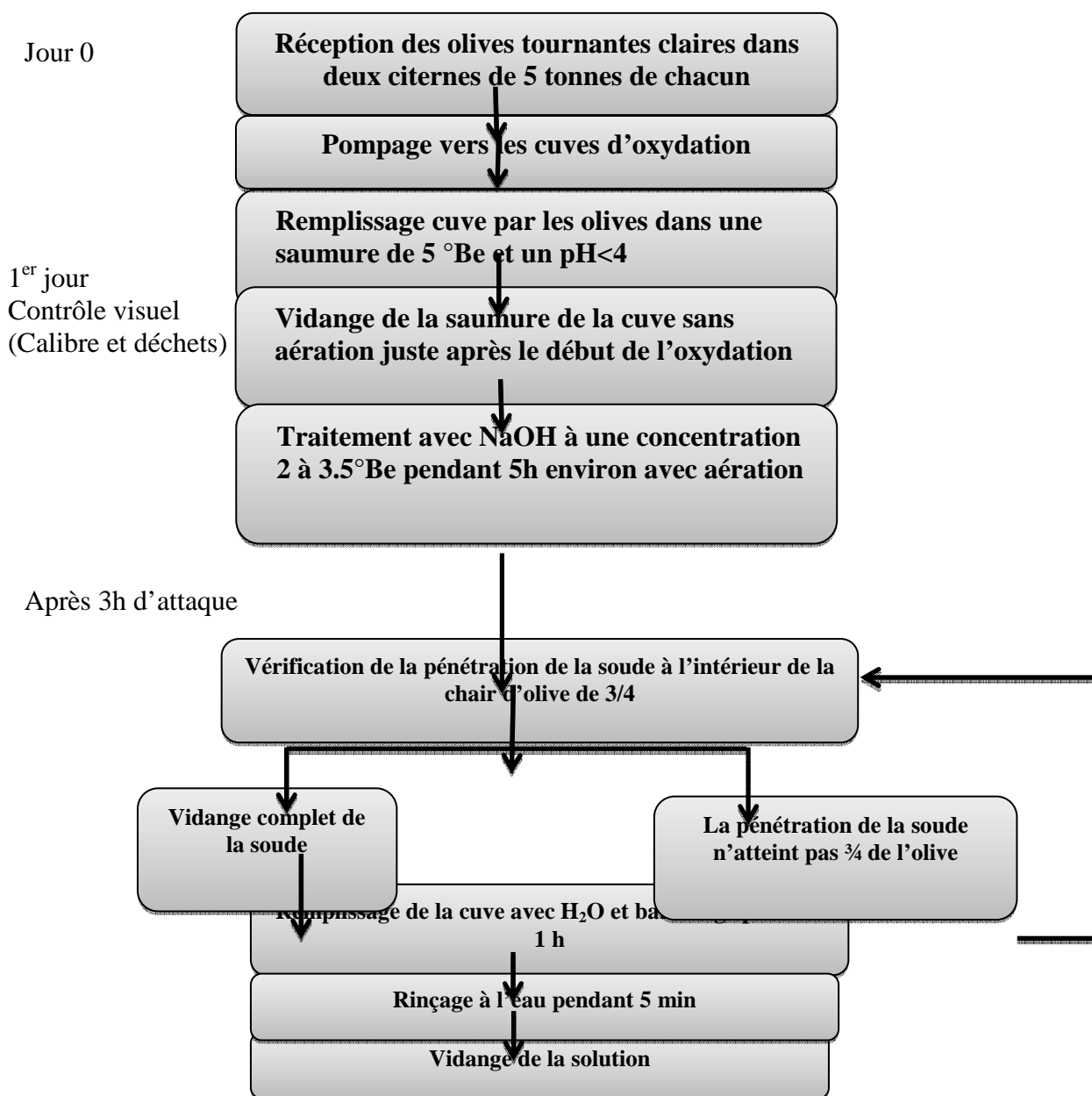


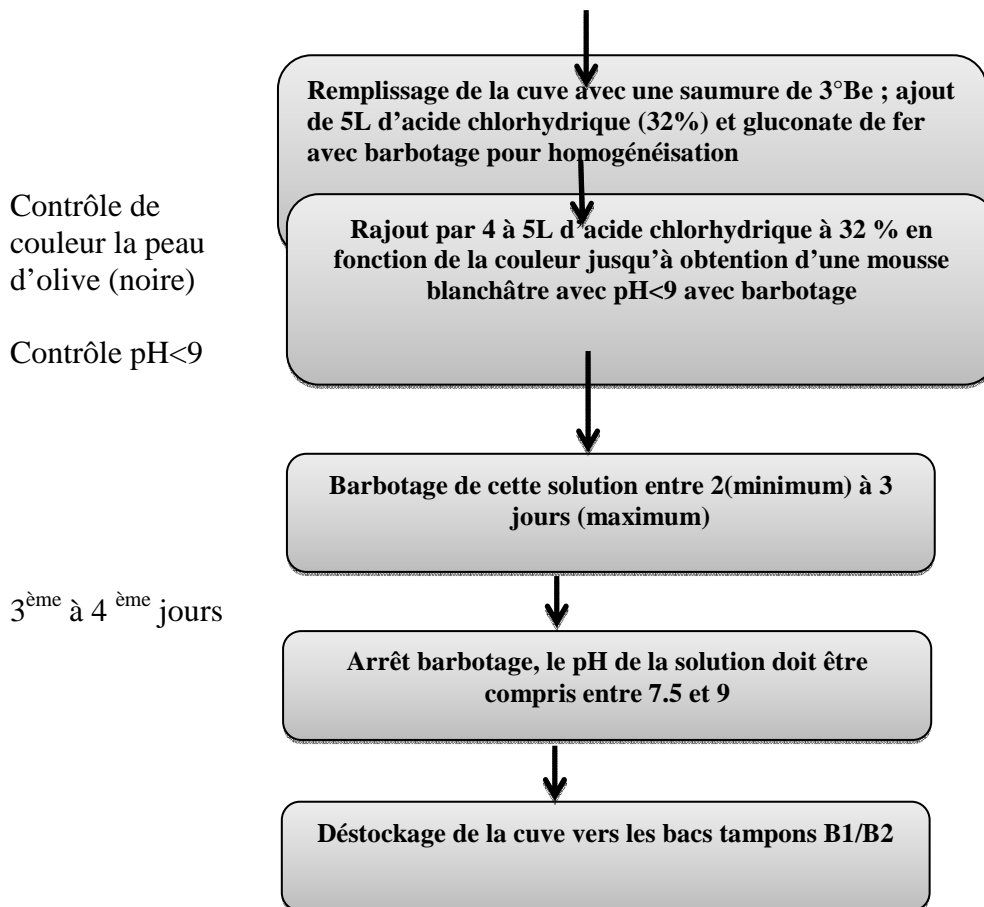
- Homogénéité du calibre.
- Présence ou absence des corps étrangers.
- Taux des olives bonnes, pédonculées, rouges et molles afin de spécifier la qualité des olives vertes tournante réceptionnées (5 : bonne qualité ; 3 : qualité moyenne et 1 : mauvaise qualité).

### ✚ Etapes de processus d'élaboration des olives noircies par oxydation :

#### A/Etapes de procédé d'oxydation des olives vertes tournante en olives noires :

Les olives noircies par oxydation sont des olives obtenues à partir des fruits n'ayant pas atteint leur pleine maturité, noircies par le phénomène d'oxydation et métamérisées à l'aide d'un traitement à la lessive alcaline de la soude.





**Figure 5 : Schéma des principales étapes de l'opération d'oxydation des olives vertes tournantes**

### **1°/ Réception des olives vertes tournantes et pompage vers les cuves d'oxydation :**

La réception des olives tournantes destinées vers l'oxydation se fait dans deux citernes de 5 T de chacun à l'aide de camion de transport, qui sont par suite pompées vers les cuves d'oxydation remplies par une saumure de 5 °Be, ou elles sont conservées dès leur réception avant leur de traitement.

### **2°/ Traitement à la lessive de NaOH avec barbotage :**

Après vidange complet de saumure de conservation, ces olives sont traitées avec une solution de soude déjà préparé 25h auparavant, à concentration variant de 2 °Be à 3.5 °Be (cette concentration dépend du type d'olive, degré de maturité et la température du milieu).

L'attaque de ces olives avec la soude caustique (NaOH) doit se faire avec précaution et avec une marge de concentration, la plus haute 3.5°Be pour les olives relativement ferme et plus mures, tout en fonction de la maturité de l'olive et le climat ambiant.



En général un seul traitement à la lessive alcaline est appliqué jusqu'à une pénétration de  $\frac{3}{4}$  de la pulpe d'olives. La durée de ce traitement est entre 3h et 5h (selon le degré de pénétration de la soude dans la pulpe d'olive), au bout de ce temps on fait un contrôle visuel en opérant des coupes longitudinales de deux faces et on observe si la pénétration a atteint le  $\frac{3}{4}$  de la pulpe dans 80 à 90% des olives coupées, la désamerisation doit être terminée lorsque la soude a pénétré jusqu'à  $\frac{3}{4}$  de la pulpe d'olives.

Le barbotage des olives se fait par une canalisation perforée transversale au fond de chaque cuve, qui dégage de l'air par un système de pompage de l'air de l'extérieur. Le nombre de trous, le nettoyage de ces tuyauteries après chaque vidange appuient l'efficacité de cette opération.

**N.B :** on peut utiliser un indicateur coloré (phénolphtaléine) pour bien s'assurer de la pénétration de la soude.

### 3°/Lavage :

Dès que les olives ont atteint la coloration foncée souhaitée, on soutire la lessive et on fait un lavage avec l'eau douce pendant 1h, tout en contrôlant l'évolution du pH de la solution ( $8 < \text{pH} < 12$ ), puis ces olives sont rincées à l'eau pendant 5 à 10 min jusqu'à ce que le pH de lavage soit de l'ordre de 8.

### 4°/ Logement en saumure et solution de gluconate de fer :

Ces olives sont ensuite émergées dans un bain de saumure de 3°Be avec barbotage pendant 3 à 4 jours.

L'acidification du milieu avec l'acide chlorhydrique dilué peut être pratiquée en vue de faciliter la baisse du pH, afin d'éviter la précipitation du fer lors du logement de ces olives en solution de gluconates de fer (5Kg pour 5T d'olives), pour la fixation de la couleur noire.

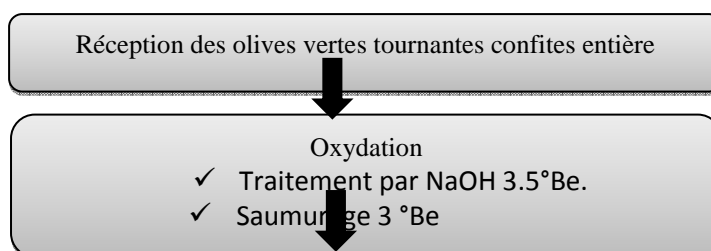
La durée de fixation de la couleur est normalement de 24h.

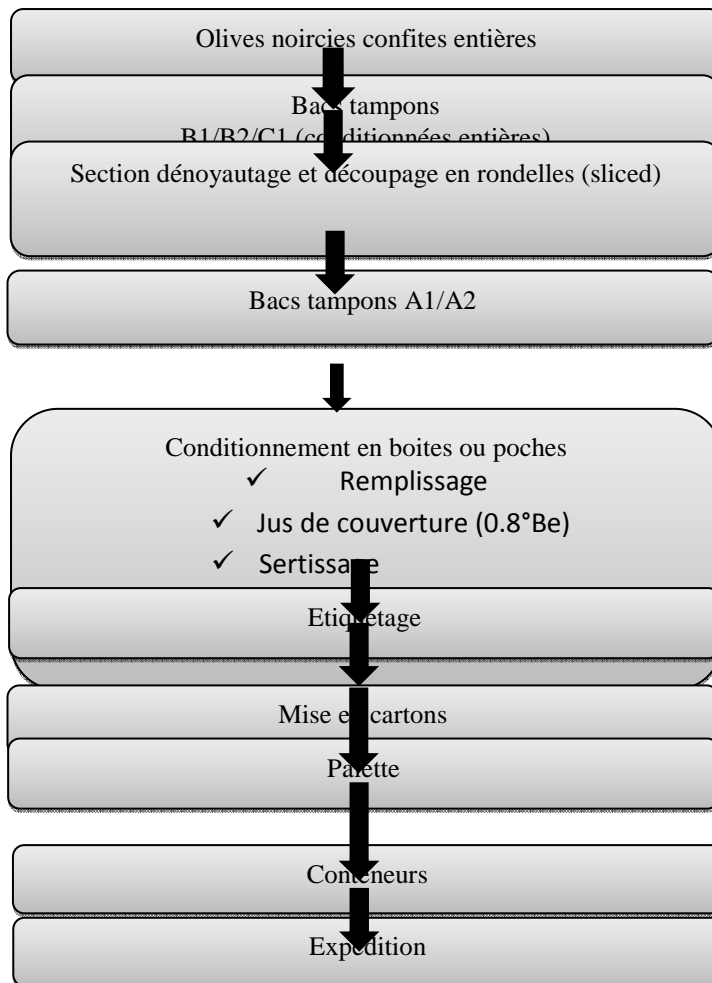
### 5°/ Déstockage de cuve :

A la fin de l'opération d'oxydation, la cuve des olives noircies est déstockée vers les bacs tampons (B1/B2 et C1), pour être envoyées vers la section dénoyautage et découpage en rondelles (B1 /B2) ou conditionnées entières (C1).

## B/ Etapes générales de processus d'élaboration des olives noircies par oxydation :

D'une manière générale les étapes de processus d'élaboration au sein de la société suivant l'enchaînement des étapes suivantes :









# chapitre 4 : THEORIE DES PLANS

## D'EXPERIENCES

### Introduction :

ère  
à ve  
de  
la façon  
niques,  
le nombre de variables peut être élevé. Les stratégies couramment employées pour mener à bien ces expérimentations sont souvent informelles, parfois quelque peu inutiles, et elles peuvent conduire à un nombre de résultats difficile à exploiter. Pour optimiser l'organisation des expériences et exploiter efficacement les résultats obtenus, le scientifique peut avoir intérêt à recourir à des méthodes telles que les Plans d'Expériences (PE).

### 1- Historique:

La Méthodologie des Plans d'Expériences (MPE) est une méthode qui a été initiée dans les années 20 par Sir R. A. Fisher (statisticien anglais - 1925). Les premiers utilisateurs de cette méthode furent les agronomes qui ont vite compris l'intérêt des plans d'expériences. Vers les années soixante, grâce aux travaux de Taguchi, les plans d'expériences sont utilisés au Japon dans l'industrie pour améliorer la variabilité des procédés. Après le Japon les plans d'expériences sont utilisés aux Etats Unis dans les années 80 et en Europe dans les années 90.

La MPE peut s'appliquer à tous les phénomènes type boîte noire ou l'on cherche à optimiser les données de sortie (les réponses) en réglant les données d'entrée (les facteurs). Les données d'entrée sont connues dans la littérature comme étant des facteurs qui peuvent être contrôlés, mais il existe parfois des facteurs qui ne peuvent pas l'être, par conséquent ils ont reçu l'appellation de facteurs bruits.

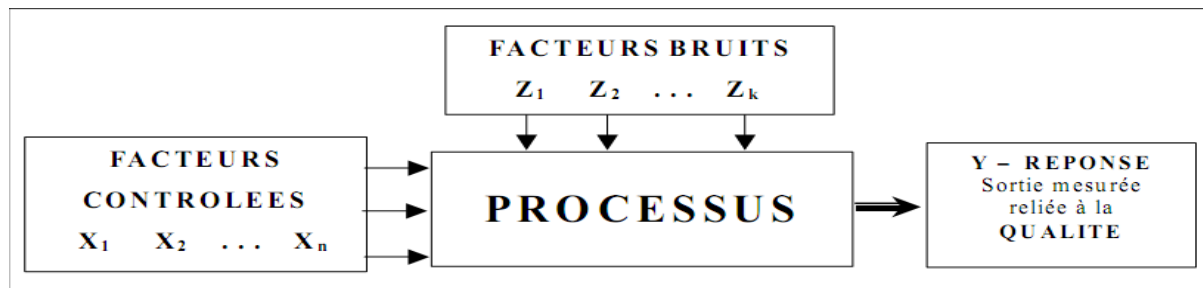


Figure 5 : La boîte noire du processus

- Les objectifs des plans d'expériences sont de :
  - diminuer le nombre d'essais (ou de calculs),
  - connaître les effets des paramètres,
  - déduire les paramètres influents,
  - évaluer les interactions entre paramètres,
  - avoir une meilleure précision sur les résultats,
  - établir une modélisation mathématique de la réponse.

Le terme plans d'expériences vient de l'anglais Design of Experiments qui se traduit par planification des expériences. En fait la méthode englobe aussi bien la définition de la séquence d'essais à réaliser pour étudier un problème donné que l'analyse statistique des résultats de ces essais.

## 2- Définition des plans d'expériences :

Le principe général des PE consiste à n'étudier que certains points du domaine expérimental sous investigation, tout en réussissant pourtant à appréhender le phénomène physique étudié sur l'ensemble du domaine considéré. En s'inspirant de la norme ISO 3534-3 [Exp05], un PE peut être défini comme une organisation raisonnée d'essais. Une difficulté importante de la méthodologie réside alors dans la manière de choisir les points d'études de façon optimale.

Dans l'industrie, la connaissance de la méthode des PE apparaît aujourd'hui comme un préalable d'une part à l'amélioration de la qualité des produits et des procédés, et d'autre part à la réduction des temps de développement. La méthode des PE permet en effet d'obtenir un maximum d'informations à un coût minimal. En résumé, les avantages les plus reconnus des PE sont :

- ✓ L'efficacité, car seules les expériences indispensables sont réalisées,
- ✓ L'exactitude : pour un effort expérimental donné, la plus grande exactitude possible sera atteinte,
- ✓ Les interactions : les synergies existant entre les différents paramètres étudiés sont identifiées et mieux comprises.

D'une manière générale, un PE consiste à mettre en évidence et à quantifier l'influence existant entre deux types de variables :

- **Le facteur** : une variable, ou un état, qui agit sur le système étudié,
- **La réponse** : la grandeur mesurée afin de connaître les effets des facteurs sur le système. Il convient bien sûr que la réponse soit représentative du phénomène observé.

## 3- Avantages 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 planifié ;
- Précision et optimisation facile des résultats ;
- Fiabilité et reproductibilité des résultats ;
- Interprétation graphique simple ;
- Révélation d'interactions entre paramètres ;
- Conclusion fiables ;
- Amélioration de la qualité des produits et des procédés ;
- Optimisation du nombre, du temps et du coût des essais ;
- Capitalisation du savoir-faire.

#### 4- Domaines d'application :

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

- En sciences physique ;
- En ingénierie ;
- En sciences médicales ;
- En sciences humaines ;
- R&D produits et procédés industriels ;
- Qualité.

Et en particulier aux cas suivants :

- Etudes techniques avec détermination des tolérances ;
- Optimisation de processus ;
- Etude des moyens de fabrication ;
- Essais de mise au point ;
- Essais d'endurance ;
- Essais de laboratoires.

#### 5- Catégories des plans d'expériences :

Les plans sont répartis en différentes catégories :

⇒ **Plan de criblage** :

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

⇒ **Plan en surface de réponse** :

Le problème consiste à connaître en n'importe quel point du domaine expérimental la valeur d'une ou plusieurs propriétés. L'objectif est de trouver des conditions expérimentales optimales



pour une propriété étudiée ou de déterminer une zone de compromis acceptable entre les objectifs sur différentes propriétés (jusqu'à 20). Cette recherche passe par l'utilisation d'un modèle mathématique empirique pour représenter chaque réponse dans le domaine expérimental. Le modèle polynomial retenu est soit du premier degré soit du second degré.

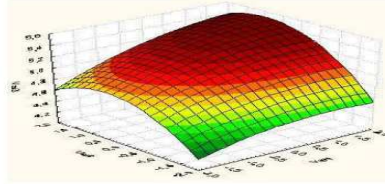


Figure 6: surface de réponse

⇒ **Plans de mélanges :**

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

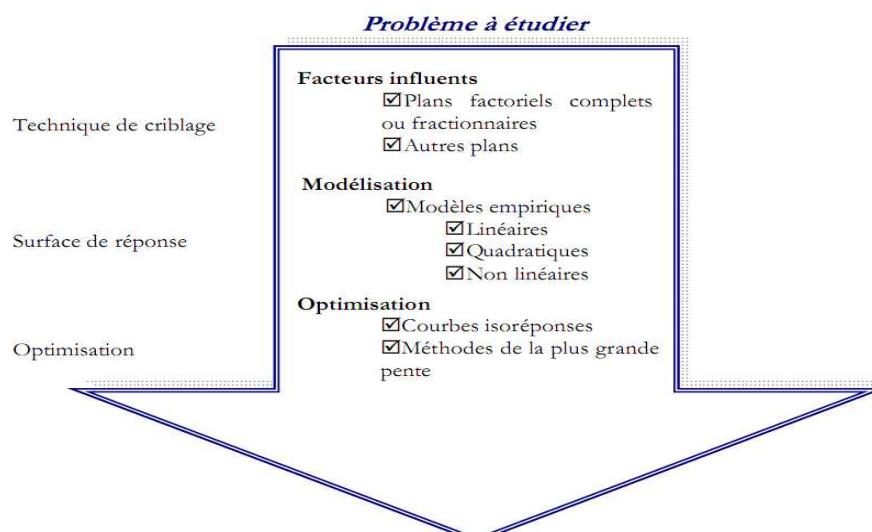
⇒ **Plans factoriels complets/fractionnaires :**

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

## 6- Démarche méthodologique :

Les travaux présentés dans ce rapport ont été réalisés en respectant pour le mieux la méthodologie des PE, et en particulier ses différentes étapes et objectifs :

- ✚ Définition du problème.
- ✚ Application de l'analyse de criblage : étude qualitative et quantitative du système.
- ✚ Application de la méthodologie des surfaces de réponse.
- ✚ Optimisation.





## Conclusions de l'étude

Figure 7 : Démarche méthodologique des PE

### 7- Sélection des facteurs et choix de leurs niveaux :

#### 7.1- 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.

#### 7.2- 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 état technique, l'avis des techniciens est indispensable.
- Si des facteurs concernent des réglages, on peut utiliser les valeurs habituelles de ces réglages.
- Si des non linéarités existent dans l'évolution de la cible, il est préférable de choisir plusieurs niveaux pour les facteurs (au moins 3).
- 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, gardant presque autant d'informations efficaces.



## A-Outils et principe de la méthode :

### ↳ Régressionlinéaire multiple :

La régressionlinéaire multiple est une méthode d'analyse de données quantitatives. Elle met en évidence le lien entre une variable dite « expliquée », que l'on note Y, et plusieurs variables explicatives que l'on note X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub>..... X<sub>k</sub>, le modèle algébrique linéaire qui permettra d'estimer la valeur de Y pour une combinaison quelconque des variables X<sub>i</sub> est :

$$Y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + \dots + a_kx_k + a_{12}x_1x_2 + \dots + a_{1k}x_1x_k + a_{1\dots k}x_1\dots x_k$$

a<sub>ij</sub>:sont les coefficients du modèle à calculer, ils donnent l'effet de chaque facteur et de chaque interaction sur la réponse.

Ce modèle empirique permet de tirer des conclusions sur les facteurs et sur les réponses, c'est possible de déterminer :

- ✚ Les effets des facteurs et ceux qui sont influents et qui ne sont pas influents sur les réponses.
- ✚ S'il y a des interactions sur les réponses.
- ✚ Les valeurs des facteurs afin d'optimiser les réponses.

## B- Optimisation de procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences :

### Introduction :

Suite à des résultats non répétables de la coloration noire de la peau des olives noircies par procédé d'oxydation et de taux de casses de ces olives coupée en rondelles, 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 Plakett-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 traiter les différents résultats trouvés.

## A/Problématique :

Le problème rencontré au niveau de la société se résume essentiellement à un taux de casse des olives noircies coupées en rondelles non répétable et élevé au niveau de section dénoyautage et découpage en rondelles, qui dépasse la norme internationale exigée (17% pour les olives noires sliced), en plus d'un besoin d'amélioration de la coloration de la peau des olives qui n'est pas tellement noire.

Ce problème découle de 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 de ce procédé.

## B/ Objectif de cette étude :

L'objectif principal de ce projet de stage réside dans la diminution du temps de traitement d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires de meilleure qualité.

Ceci consiste à identifier, maîtriser et optimiser l'ensemble des facteurs influents du procédé d'oxydation de ces olives noircies, tout en visant à optimiser la coloration noire coupées dans la section dénoyautage et découpage en rondelles.

## C/Avantage de l'étude :

- ✚ Réduction de temps de traitement d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires ;
- ✚ Diminution de taux de casses des olives noircies coupées en rondelles dans la section dénoyautage et découpage en rondelle ;
- ✚ Amélioration de la coloration noire de la peau des olives.

## D/Procédure de l'étude :

Le principe de mon étude consiste à réaliser des essais d'oxydation des olives tournantes en olives noires, en variant plusieurs facteurs influents du processus d'oxydation, tout en suivant la procédure d'étapes de procédé d'oxydation dans une petite cuve des expériences de capacité d'olives 35Kg similaire à la cuve industrielle, 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 tournante 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 : moyenne qualité ; 1 : mauvaise qualité).

### **I- 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 éliminé les facteurs les moins influents le processus d'oxydation des olives confites en olives noires.

#### **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 3 : 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	30 Kg	35 Kg
X3=concentration de NaOH	2.8 °Be	3.5 °Be
X4=nombre de recyclage de la soude	3 fois	7 fois
X5=temps d'attaque de NaOH	3 heures	4 heures
X6=quantité de Gluconate de fer	30g/35g	36g/42g
X7=temps total de traitement	3jours	4 jours

Le domaine expérimental de variation est défini par la variation de chaque facteur.

#### **2- Choix et description des réponses :**

L'intérêt majeur de la société était d'avoir des olives noircies ayant une peau bien noire et un taux de casses faible pour les olives noires coupées en rondelles, pour cela et après une discussion avec les responsables, les réponses sont :





- **Y1=coloration noire de la peau d'olive ;**  
➤ **Y2=taux de casses ou de déchets en (%) des olives noires coupées en rondelles.**

Avec évaluation pour chaque essai de :

- ✓ pH ;  
✓ taux de sel ;  
✓ amertume.

**Pour la réponse Y1** : coloration noires 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, gout, toucher). on parle aussi de sensométrie ou de métrologie sensorielle.

Le principal problème est que les sens ne se limitent pas à une réaction physiologique à un stimulus, mais prennent en compte l'expérience de la personne, son vécu, son état d'esprit (humeur), son environnement (ambiance)...

L'analyse sensorielle s'attache à avoir un point de vue objectif sur le ressenti.

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

Le résultat de la réponse Y1 pour chaque essai, est déterminé selon l'avis visuel d'une dizaine de personnes interrogées sur la couleur de la peau des olives noires par oxydation.

### **3- Plan de Plackett et bruman :**

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**.

### **4- Modèle mathématique :**

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

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



Avec : les coefficients **b1, b2, b3, b4, b5, b6, b7** sont successivement les effets des paramètres **X1, X2, X3, X4, X5, X6, X7**.

### 5- Matrice d'expériences :

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

Ces matrices se construisent selon un algorithme qui donne la 1<sup>ère</sup> ligne (ou la 1<sup>ère</sup> 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 choisit 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 4 : 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

### 6- plan d'expérience :

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 5 : plan d'expérimentation avec résultats associés**

N°	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	coloration peau(Y1)	taux de casses(Y2)
								unité 1	%
1	5.00	30.00	2.8	8.00	4.50	36.00	3.00	5.00	5.96
2	5.00	35.00	2.8	8.00	3.50	35.00	4.00	6.00	13.89
3	3.00	35.00	3.5	8.00	3.50	42.00	3.00	6.00	10.77
4	3.00	30.00	3.5	8.00	4.50	30.00	4.00	6.00	11.03
5	5.00	30.00	3.5	3.00	3.50	36.00	4.00	7.00	18.16
6	5.00	35.00	3.5	3.00	4.50	35.00	3.00	7.00	6.82
7	3.00	35.00	2.8	3.00	4.50	42.00	4.00	4.00	12.74
8	3.00	30.00	2.8	3.00	3.50	30.00	3.00	3.00	10.03

### 7- Traitement des résultats :



### ↪ Validité de modèle :

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.

⇒ **Pour réponse Y1 : coloration noire de la peau d'olive**

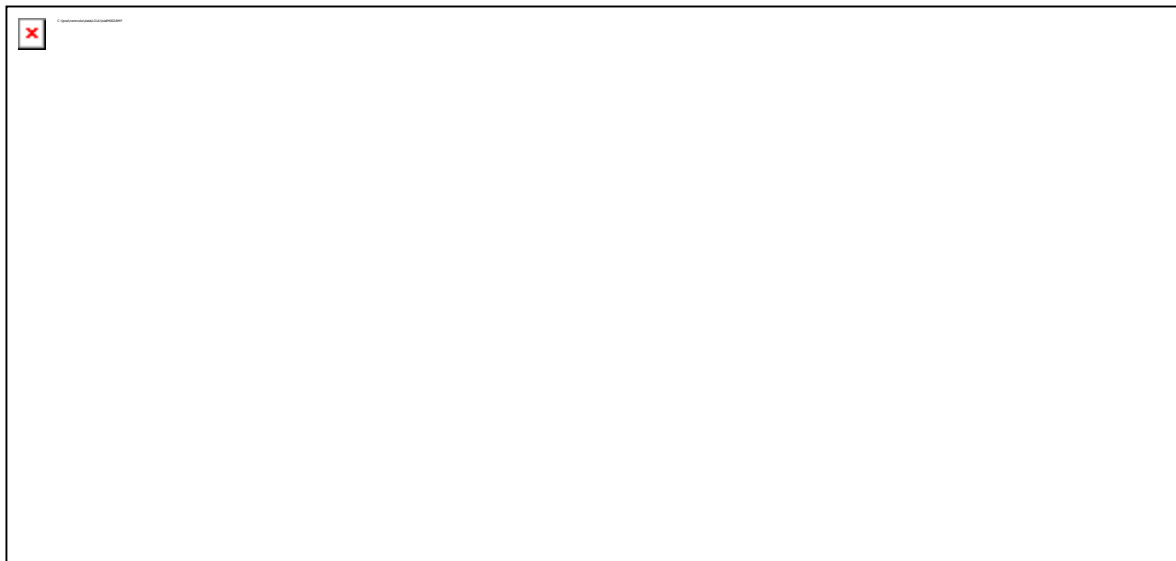
### ● Estimation des coefficients du modèle :

L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y1 est illustrée dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 6 : L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y1**

Nom	$b_0$	$b_1$	$b_2$	$b_3$	$b_4$	$b_5$	$b_6$	$b_7$
Coefficient	12.050	0.75	0.100	2.857	0.100	0.000	0.000	0.500

### ✓ Etude graphique des effets :



**Figure 8 : graphe des effets de la réponse Y1**

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 des effets moyens des facteurs montre, sans ambiguïté, que seuls deux paramètres ont une influence assignable sur la coloration des olives.

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



**X1 : concentration de NaOH (b3)**

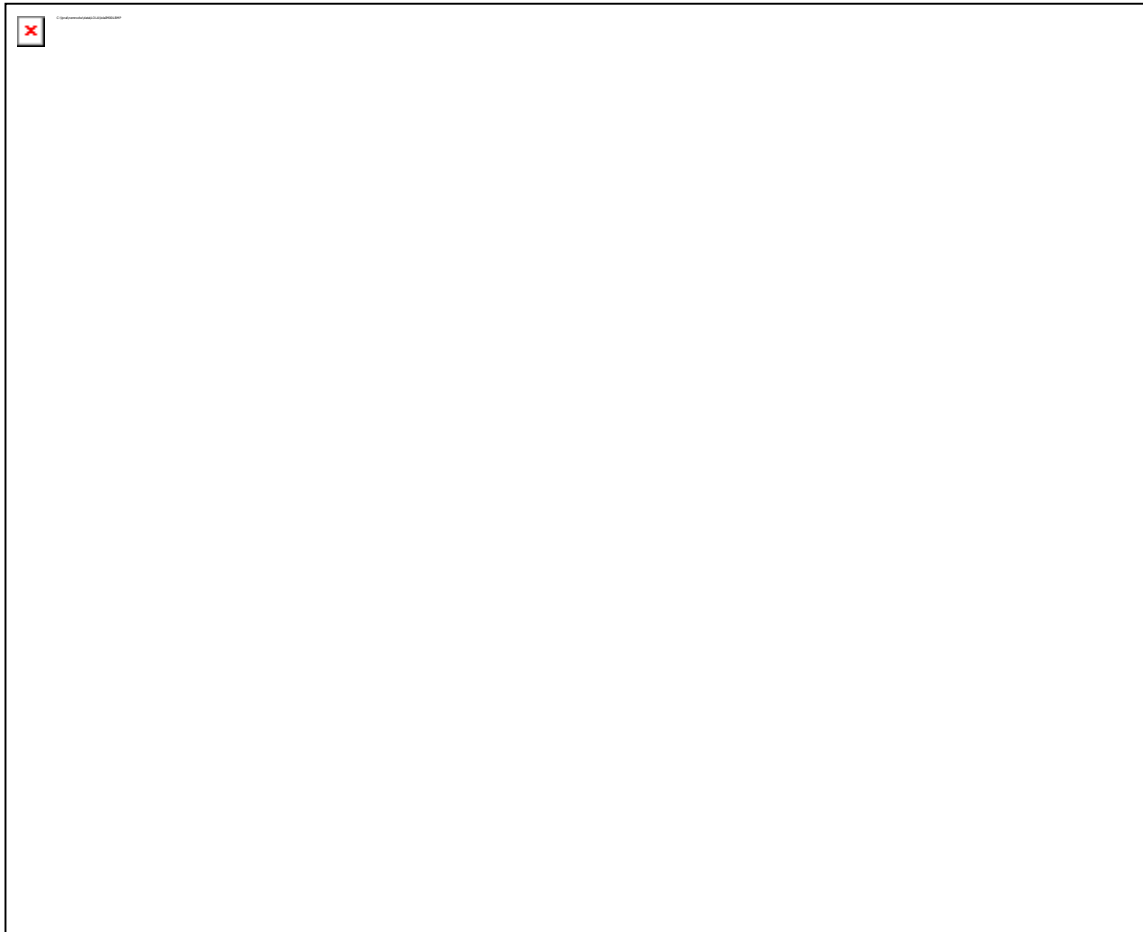
Et

**X3 : qualité d'olives (b1)**

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

✓

**Etude graphique des effets totaux :**



**Figure 9 : graphe des effets totaux de la réponse Y1**

Le graphe ci-dessus montre que :

- Lorsqu'on augmente la concentration de NaOH (X3) à 3.5°Be la réponse augmente et vice versa.
- Lorsqu'on augmente la qualité d'olives (X1) à 5 la réponse augmente et vice versa, mais par rapport au paramètre (X3), l'influence de la qualité d'olives est de moindre importance.



✓ Graphe des effets : Droite de Henry

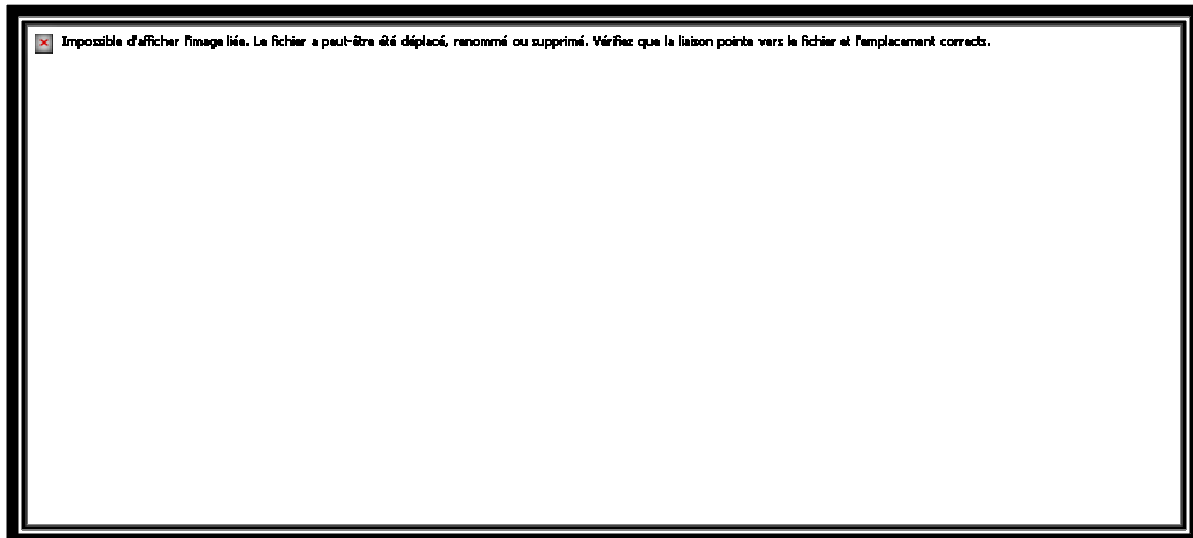


Figure 10 : Droite de Henry en valeurs absolues (Half normal plot)

Ce type de graphe est utilisé pour vérifier si un ensemble de valeurs suit une distribution normale. Cette vérification se fait uniquement de façon visuelle.

D'après le graphe ci-dessus, toutes les valeurs des effets s'alignent bien sur la droite de Henry et suivent une distribution normale, la distribution des valeurs des effets autour de la droite d'Henry semble bonne. Donc la distribution semble suivre une loi normale.

On constate aussi que les deux effets **b3** et **b1** sont les plus significatifs.

✓ Etude graphique de l'Approche de Pareto :

✂ Effets Pareto individuels





### ✂ Effets Pareto cumulés



**Figure 11 : Graphe des effets Pareto individuels et cumulés**

L'analyse des graphes de Pareto confirme les résultats cités auparavant. Elle montre que les effets **b3** et **b1** expliquent à 90% le phénomène étudié.

### ✂ Conclusion :

En se basant sur les résultats du criblage, les deux facteurs jugés ayant une grande influence (par ordre d'influence) sur la réponse Y1 sont :

**X3 : concentration de NaOH ;**

Et

**X1 : Qualité d'olive.**

**En effet la coloration noire des olives va dans le même sens que la qualité des olives et de la concentration en NaOH.**

⇒ **Pour réponse Y2=Taux de casses :**

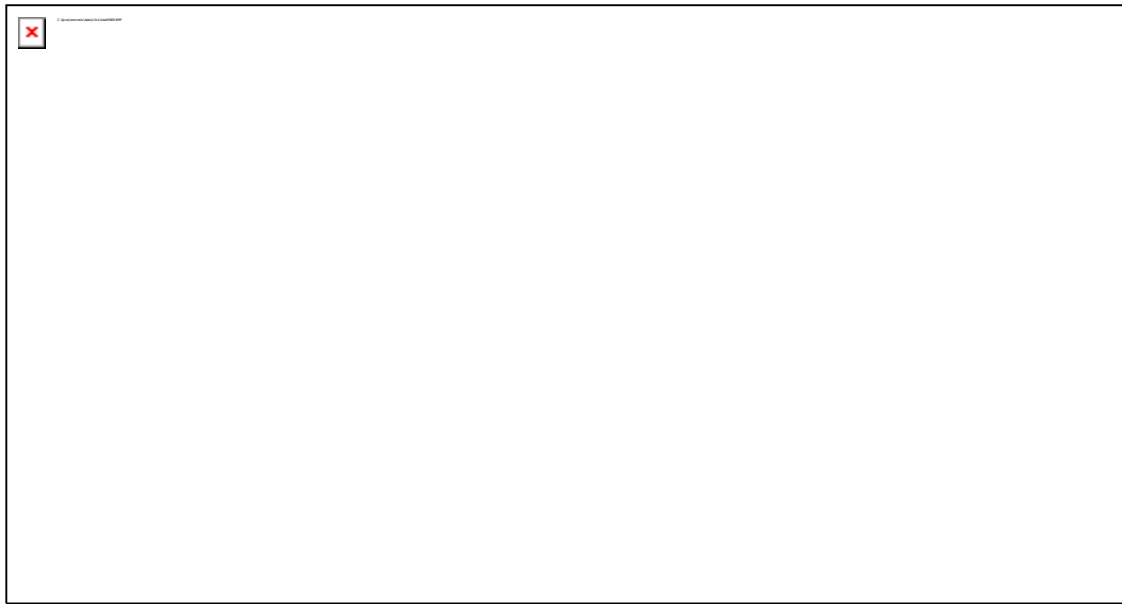
### ● Estimation des coefficients du modèle :

L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y2 est illustrée dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 7 : Estimation des coefficients du modèle pour réponse Y2**

Nom	b0	b1	b2	b3	b4	b5	b6	b7
Coefficient	6.217	0.089	-0.296	1.486	-0.305	-4.075	0.225	5.560

### ✓ Etude graphique des effets :



**Figure 12 : Graphe des effets de la réponse Y2**

L'analyse de ce graphe des effets moyens des facteurs permet, sans ambiguïté, de conclure que seuls deux paramètres ont une influence assignable et remarquable sur le taux de casses des olives noires coupées en rondelles.

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

**X7 : Temps total de traitement (b7)**

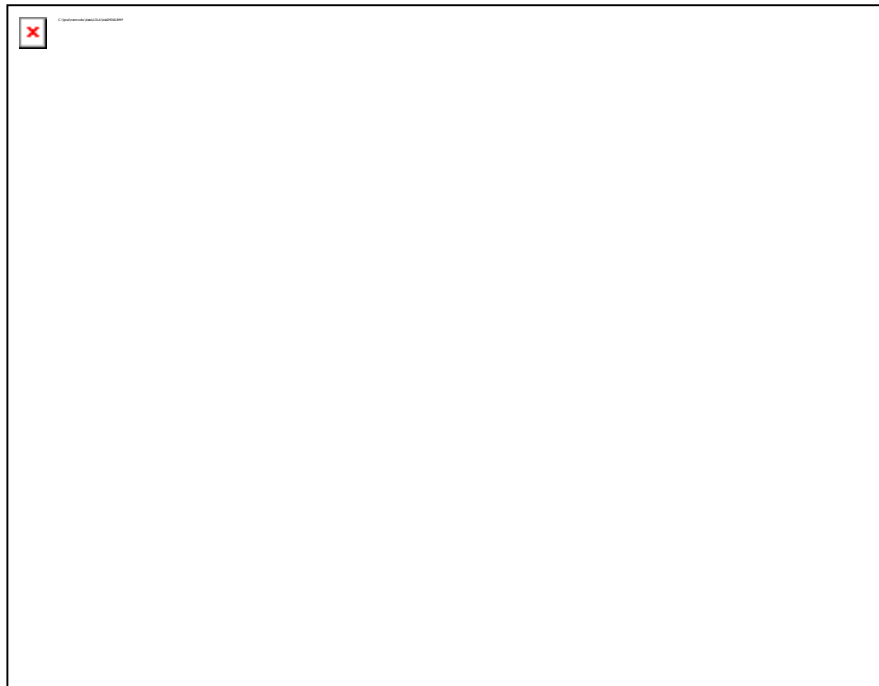
Et

**X5 : Temps d'attaque de NaOH (b5)**

D'après la figure ci-dessus, on remarque aussi que les paramètres :

- X1 : la qualité d'olives présente un effet positif et presque nul sur la réponse.
- X2 : la quantité d'olives influe négativement sur la réponse mais son effet est faible.
- X3 : la concentration en NaOH influe positivement sur la réponse, mais cette influence est faible.
- X4 : le nombre de recyclage d NaOH présente un effet négatif faible sur la réponse.
- **X5 : le temps d'attaque de NaOH** présente un effet négatif important et élevé sur la réponse.
- X6 : la quantité de gluconate de fer a un effet positif et faible sur la réponse.
- **X7 : le temps total de traitement** présente un effet positif très élevé et important sur la réponse.

✓ **Etude graphique des effets totaux :**

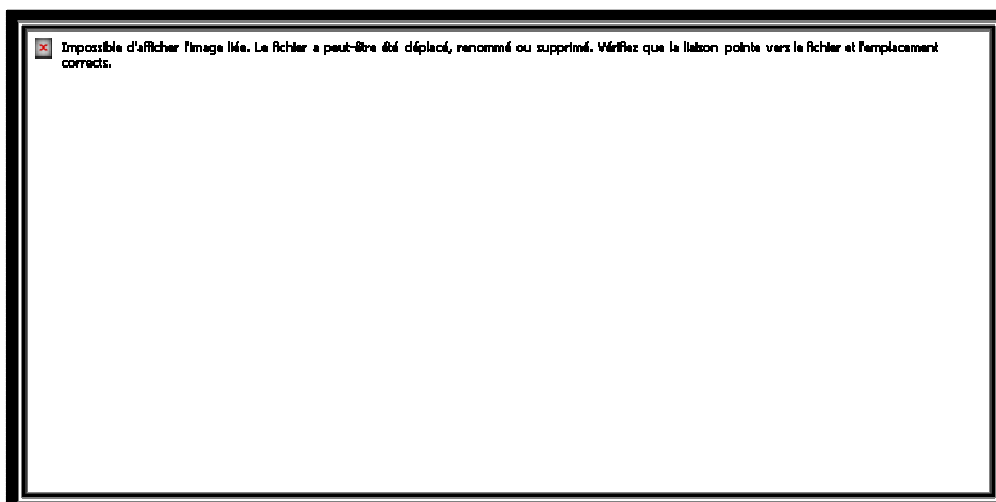


**Figure 13 : Graphe des effets totaux de la réponse Y2**

Le graphe ci-dessus montre que :

- ➔ Lorsqu'on augmente le temps total de traitement (X7) à 4 jours la réponse augmente et vice versa.
- ➔ Lorsqu'on augmente le temps d'attaque de NaOH(X5) à 4h30min la réponse diminue fortement et vice versa, mais par rapport au paramètre (X7), l'influence de temps d'attaque de NaOH est relativement de moindre importance.

✓ **Graphe des effets : Droite de Henry**



**Figure 14 : droite de Henry en valeurs absolues (Half normal plot)**

D'après le graphe ci-dessus, on remarque que toutes les valeurs des effets s'alignent bien sur la droite de Henry et suivent une distribution normale, la distribution semble suivre une loi normale.

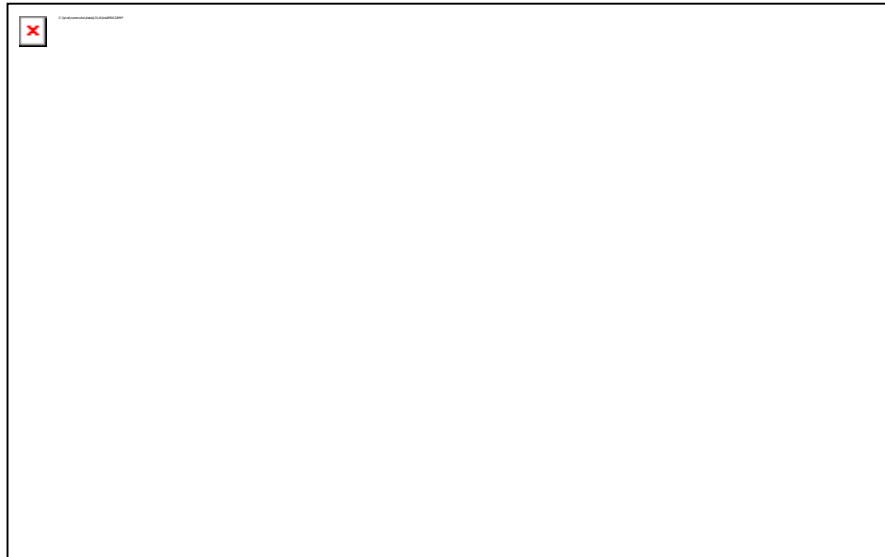




On constate aussi que les deux effets b7 et b5 sont les plus significatifs.

✓ **Etude graphique de l'Approche de Pareto :**

✂ Effets Pareto individuels



✂ Effet Pareto cumulés



**Figure 15 : Graphe des effets Pareto individuels et cumulés**

L'analyse des graphes de Pareto confirme les résultats cités auparavant. Elle montre que les effets b7 et b5 expliquent à 90% le phénomène étudié.

✂ **Conclusion :**

En se basant sur les résultats du criblage, les deux facteurs jugés ayant une grande influence (par ordre d'influence) sur la réponse Y2 sont :

**X7 : Temps total de traitement ;**

Et



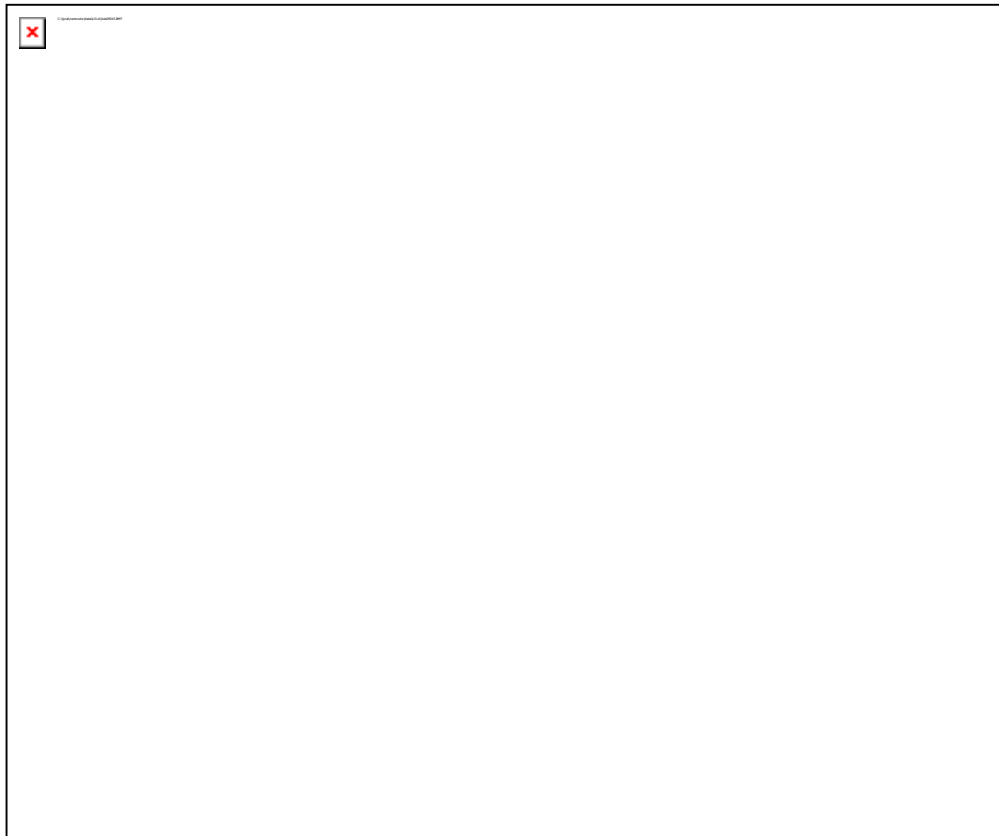
X5 : Temps d'attaque de NaOH.

**En effet plus le temps total de traitement est long plus le taux de casses augmente. Par contre plus le temps d'attaque de NaOH est long plus le taux de casses diminue.**

↳ Donc, afin de minimiser le taux de casses des olives noires, on doit prendre le paramètre X7 à son niveau le plus bas et le paramètre X5 à son niveau le plus haut.

### **☑ Récapitulation :**

✓ Etude graphique des effets pour les deux réponses Y1 et Y2 :



**Figure 16 : Graphe des effets regroupant les deux réponses Y1 et Y2**

Le graphe récapitulatif ci-dessus, montre une comparaison des effets moyens des paramètres pour les deux réponses Y1 et Y2.

D'après ce graphe, on peut constater que l'effet de paramètre :

- **X1(b1)** : va dans le même sens positif que la réponse Y1 et n'a pas d'influence sur la réponse Y2.



- **X2(b2)** : à une faible influence sur les deux réponses.
- **X3(b3)** : va dans le même sens positif que la réponse Y1 et n'influe pas sur la réponse Y2.
- **X4(b4)** : à une influence trop faible sur les deux réponses.
- **X5(b5)** : est nul pour la réponse Y1 et très influent négativement sur la réponse Y2.
- **X6(b6)** : est aussi nul pour la réponse Y1 et à une faible influence sur la réponse Y2.
- **X7(b7)** : est faible pour la réponse Y1 et très élevé pour la réponse Y2.

### 🔍 Conclusion :

Afin d'optimiser les réponses Y1 et Y2 c'est-à-dire de maximiser la coloration noire de la peau d'olives et minimiser le taux de casses de ces olives coupées en rondelles, en se basant sur les résultats trouvés, on doit :

Prendre le paramètre X1 à son niveau le plus haut +1  
Prendre le paramètre X3 à son niveau le plus haut +1

(maximise la coloration noire)

Prendre le paramètre X5 à son niveau le plus haut +1  
Prendre le paramètre X7 à son niveau le plus bas -1

(minimise le taux de casses)

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 minimiser le taux de casses et avoir des olives noircies de bonne qualité.

## ☑ Etude d'optimisation :

Pour cet objectif afin de tester le réglage d'optimisation, on a essayé de faire une estimation (visuellement) d'effectuer deux essais d'oxydation où on fait varier que les paramètres X1 et X3 et les autres paramètres sont fixes.

Les deux essais de réglage d'optimisation sont :

**Tableau 8 : essais de réglage d'optimisation**

N° essai	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7
1	5.00	35.00	3.00	3.00	4.00	30.00	3.00
2	3.00	35.00	3.40	3.00	4.00	30.00	3.00

Après la réalisation de ces deux essais, les résultats trouvés sont illustrés dans le tableau suivant :

**Tableau 9 : résultats des essais de réglage d'optimisation**



N° essai	Réponse Y1	Réponse Y2
1	7	4.56
2	6	8.8

D'après le tableau ci-dessus, on remarque que :

- La réponse Y1 pour les deux essais est maximale et acceptable ( $5 < Y1 < 7$ )
- La réponse Y2 pour les deux essais est minimale et acceptable. ( $< 17\%$ )

### \* Comparaison entre les résultats expérimentaux obtenus :

Afin de trancher entre les résultats expérimentaux de ces deux essais trouvés, on va les comparer avec les résultats calculés à partir de l'estimation des coefficients du modèle de chaque réponse, en remplaçant chaque paramètre par sa valeur dans ces deux essais :

**Tableau 10 : comparaison entre les résultats expérimentaux et calculés de deux essais**

N° essai	Y1 expérimentale	Y1 calculée	Y2 expérimentale	Y2 calculé
1	7	5.6	4.56	7
2	6	5.2	8.8	7.4

On constate d'après le tableau comparatif ci-dessus, que les résultats de l'essai N° 2 de deux réponses (Y1 et Y2) coïncident et trop proche des valeurs calculées à partir de l'estimation des coefficients du modèle de deux réponses.

### ✎ Conclusion :

## **L'essai N° 2 optimise bien le procédé d'oxydation des olives confites.**

Afin de confirmer et vérifier la répétabilité de l'essai N°2, on a décidé de réaliser deux répétitions confirmatives de cet essai. Les résultats sont groupés dans le tableau suivant :

**Tableau 11 : Résultats de répétition de l'essai N°2**

N° répétition	Réponse Y1	Réponse Y2
1	6	7.65
2	6	8.2

D'après le tableau de répétitions ci-dessus, on remarque que les résultats de répétitions sont répétables et acceptables aux normes internationales, pour les deux réponses de procédé d'oxydation des olives confites.

### ✎ Conclusion finale :



Les résultats optimaux et répétables de la coloration noire de la peau des olives noircies et le taux de casses de ces olives coupées en rondelles, trouvés par l'essai N°2 ont bien optimisé le procédé d'oxydation des olives confites.

Donc les conditions optimales de réalisation d'étapes précédées d'oxydation des olives confites, pour l'ensemble des facteurs relevés sont illustrées dans le tableau ci-dessous :

**Tableau 12 : conditions optimales de procédé d'oxydation**

Facteurs	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7
valeur optimale	3	35	3.4	3	4	30	3

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, qu'on cite par ordre d'importance :

- ✚ Réduction de temps total de traitement de procédé d'oxydation des olives confites à 3 jours seulement, au lieu de 4 voire 5 jours de traitement tout dépend de degré de coloration des olives noircies.
- ✚ Une coloration noire répétable et excellente de la peau des olives obtenus par le processus de noircissement.
- ✚ Réduction remarquable de presque 12% dans le taux de casses des olives noires coupées en rondelles, au lieu des valeurs de l'ordre de 20 voire 25% dans les casses.
- ✚ Maintien de la coloration noire de la peau d'olives noircies au cours et après conditionnement (meilleure fixation de gluconate de fer), au lieu des olives décolorées (délavées) après conditionnement.

### **Remarque :**

Généralement l'optimisation d'un procédé se fait à l'aide d'un plan de surface de réponse (modèle quadratique) : composite centrée ; Doehlert ou box behnken qui nécessite l'utilisation d'un grand nombre des essais, (N=12 essais à réaliser pour chaque réponse Y1 et Y2) ; la réalisation de chaque essai d'oxydation des olives confites nécessite en maximum 4 jours, par équivalence il me faut 3 mois et demi de plus et ma durée de stage ne m'a pas permis de le réaliser. et malgré cette contrainte de temps ; j'ai pu en se basant sur les résultats de criblage d'optimiser le procédé d'oxydation des olives confites et de fournir à l'entreprise les conditions optimales de l'opération d'oxydation qu'a déjà commencé à adapter en gagnant le facteur temps.



## Conclusion générale

Dans la présente étude, nous nous sommes intéressés à l'optimisation de procédé d'oxydation des olives confites, le problème de non répétabilité de meilleure qualité des olives noircies a fait l'objet d'une étude de ce procédé par la méthodologie des plans d'expériences.

Cette étude avait comme objectif principal, la réduction de temps total de traitement d'oxydation, en maximisant la coloration noire de la peau des olives et minimisant le taux de casses des olives noircies coupée en rondelles.

L'étude de plan de criblage (Blackett et Bruman) nous a orienté vers une étude de l'ensemble des facteurs influents le procédé d'oxydation, afin de déterminer ceux qui sont vraiment les plus influents parmi plusieurs :

facteurs influents la coloration noire de la peau d'olives	facteurs influents le taux de casses des olives coupées en rondelles
concentration en NaOH	Temps total de traitement
Qualité des olives	temps d'attaque de NaOH

Cette étude nous a permis aussi de tester le réglage d'optimisation de procédé d'oxydation (gagner le facteur temps), au lieu d'utilisation d'un plan d'optimisation qui demande un large temps supplémentaire.

Pour cela, deux essais ont été réalisés. Les résultats de ces deux essais ont été comparés à ceux calculés à partir de l'estimation des coefficients du modèle pour chaque réponse, un essai (N°2) parmi ces deux essais a bien optimisé ce procédé, dont les résultats ne sont pas significativement différents. et afin de confirmer la répétabilité et la véracité de ces résultats, on a fait deux essais de répétitions de cet essai dont les résultats étaient presque la même.

Cet essai nous a permis d'optimiser les conditions expérimentales de notre procédé. Le tableau suivant résume les conditions optimales de procédé d'oxydation :

	conditions optimales d'oxydation des olives confites
qualité des olives à la réception	3
quantité des olives	35Kg
concentration de NaOH	3.4 °Be
nombre de recyclage de la soude	3 fois
temps d'attaque de NaOH	4 heures
quantité de Gluconate de fer	30g
temps total de traitement	3 jours



Enfin, on peut conclure que la méthodologie des plans d'expérience s'avère la plus utile et la plus rentable, parce qu'elle permet d'aborder plus efficacement certains problèmes rencontrés en production industrielle et qui permet de qualifier le produit obtenu et de l'optimiser.

En outre, ce stage m'a permis de franchir le monde professionnel par les grandes porte, en confrontant des gens de caractérisation, d'analyse et de recherche dans le domaine de l'industrie Agro-alimentaire. et aussi de mettre en valeur un ensemble de connaissance que j'ai acquis au cours de ma formation.

# ANNEXE

## Spécification du produit fini : olives noires confites en rondelles

<b>critères</b>	<b>Spécifications</b>
<b>saveur</b>	Gout doux d'olive, caractéristiques, saveur d'olives mures
<b>couleur d'olive</b>	peau et la zone située immédiatement sous la peau: homogène, noire à brune foncée; le reste de la chair : marron clair à beige
<b>couleur de la saumure</b>	marron foncé
<b>texture</b>	ferme, exempt de taches molles



matières étrangères (pédoncule, feuille.)	1 unité/Kg
pH	6.0 < pH < 8
calibre pour ONCD/E	conforme à la BCI
% défauts	Max 17% pour ONCR Max 12% pour ONCD Max 12% pour ONCE
% rondelles 3/4 ONCS	Max 15% pour ONCS
pH	7 +/- 1
% NaCl	1.9 % à 2.5 %
% Gf	< 150 ppm
% matière grasse	< 12%
traitement thermique	conforme aux exigences de FDA

### EQUIVALENCE DE CHLORURE DE SODIUM NaCl POUR SAUMURE PURE

DEGRE °Be	% NaCl	g/l
0.8	1	10.05
1.8	2	20.25
3	3.2	32.08
3.8	4	41.07
5.5	6	62.48
7.7	8	84.47
13.3	14	154.10
15.1	16	179.6
19.7	20	229.60
20.4	22	26.10
23.9	26	311.30

### EQUIVALENCE D'HYDROXYDE DE SODIUM NaOH POUR SOLUTIONS PURES

DEGRE °Be	% NaOH	g/l
1.4	1	10.10
2.9	2	20.41
4.5	3	30.95
6	4	41.71
7.4	5	52.89
8.8	6	63.89





---

16.8	12	135.70
30.2	24	303.10
34.00	29	365.50
40.7	36	500.40
48.8	48	723.10
49.9	50	762.70

## *Bibliographie & webographie*

- Elaboration des olives de table ; CONSEIL OLEICOLE INTERNATIONAL ; Juan Bravo
- Les plans d'expériences ; techniques d'ingénieurs «Jacques GOUPY».
- Procédé d'élaboration des olives de table ; Ecole Nationale d'Agriculture de Meknès «TRANSFERT DE TECHNOLOGIE EN AGRICULTURE ; Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et des Pêches Maritimes».
- Elaboration de conserves d'olives verte, tournante et noires et mesures préventives appropriées : projet fin d'étude 2004-2005.
- <http://www.domaine-lessatini.com/pages/nos-produits/les-olives-de-nice.html>
- [http://www.vinaigre.fr/olive/Code\\_BP\\_Titre4-1.htm](http://www.vinaigre.fr/olive/Code_BP_Titre4-1.htm)
- [http://fr.wikipedia.org/wiki/Olea\\_europaea](http://fr.wikipedia.org/wiki/Olea_europaea)
- <http://www.mon-olivier-de-provence.com>