

Année Universitaire : 2013-2014

**Master Sciences et Techniques GMP
Génie des Procédés**

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

**OPTIMISATION D'OXYDATION DES OLIVES TOURNANTES PAR
LA METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES**

Présenté par:

GHALLOUT Hafid

Encadré par:

- Mr .BELHACHEMI Abdou
- Pr. HAZM Jamal Eddine

**SICOPA
FST FES**

Soutenu Le 21 Juin 2014 devant le jury composé de:

- Pr. HARRACH Ahmed
- Pr. KHALIL Fouad

Stage effectué à :

Société Industrielle de Conserves des Olives et de Produits Agricoles
(SICOPA)



LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Organigramme de structure de la société SICOPA	7
Figure 2 : Cuves opérationnelles pour le traitement d'oxydation	9
Figure 3 : Citernes de stockage de la soude caustique recyclée	10
Figure 4 : Les autoclaves	11
Figure 5 : Coupe transversale et longitudinale d'une olive	14
Figure 6 : Réaction chimique de désamérisation	19
Figure 7 : Les étapes de l'opération d'oxydation des olives vertes tournantes	23
Figure 8 : Les étapes de l'opération d'oxydation des olives noires	26
Figure 9 : La boîte noire du processus	28
Figure 10 : surface de réponse	31
Figure 11 : Démarche méthodologique des PE	32
Figure 12 : graphe des effets de la réponse Y	41
Figure 13 : graphe des effets totaux de la réponse Y	42
Figure 14 : Graphe des effets Pareto individuels et cumulés	43

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1 : Données générales de SICOPA	5
Tableau 2 : Niveaux des facteurs susceptibles d'entraîner une variation de la réponse	37
Tableau 3 : Matrice d'expérience de Blackett et Burman en variable réduites	39
Tableau 4 : Plan d'expérimentation avec résultats associés	40
Tableau 5 : L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y	41



Dédicace :

je dédie ce modeste travail

A mes chers parents

En reconnaissance des nombreux sacrifices qu'ils m'ont consentis durant mes années d'études et je demande Dieu le tout puissant de leur procurer santé et bonheur.

A mes frères

Auxquels je souhaite la réussite, le bonheur et la prospérité dans leur vie.

A mes amis et mes camarades

Auxquels j'exprime mon amour et mes amitiés je dédie ce travail en témoignage des sentiments partagés.

A mes éducateurs

Qui n'ont jamais été avares ni de leur temps ni de leurs connaissances pour satisfaire mes interrogations.

REMERCIEMENTS

Au terme de ce projet de fin d'étude effectué au sein du SICOPA, je tiens à remercier Mr **M. EL KHALDI**, le chef des ressources humaines de SICOPA d'avoir accepté ma présence au sein de leur société.

J'exprime ma reconnaissance à l'égard de **Mr A.Belhachemi**, responsable de production et mon encadrant industriel au sein de SICOPA pour son encouragement, tout le long de mon stage ainsi que pour ses qualités humaines.

Mes profonds remerciements également pour **Mme K.KABAJ**, responsable de management qualité, **Mme Ikram**, responsable de laboratoire aussi **M. Hanin , Hamid , Chaimae et Jamal** sont des techniciens de laboratoire pour toute leurs aides et la patience dont ils ont fait preuve et les précieux conseils qu'ils m'ont prodigué le long de ce travail.

Je remercie vivement **Mr ALOUI**, responsable de l'atelier oxydation pour l'aide qu'il m'a apporté, ainsi que pour ses conseils judicieux et sa disponibilité avec une grande sympathie durant mon stage.

Mes chaleureux remerciements vont également à l'ensemble du personnel de la SICOPA Fès qui était toujours prêt à répondre positivement à mes demandes et à me rendre service.

J'adresse une profonde gratitude et un grand remerciement à mon encadrant à la FST Pr. **Hazm Jamal Eddine** pour l'encadrement efficient qu'il m'a réservé.

Je remercie également Messieurs les membres de jury Pr. **HARRACH Ahmed**, et Pr. **KHALIL Fouad**, d'avoir accepté de juger ce travail.

Mes remerciements pour toute personne qui a contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce travail dans les meilleures conditions.

Merci à tous.

RÉSUMÉ

Le secteur de l'agro-alimentaire 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 que j'ai effectuée dans l'atelier d'oxydation à la Société Industrielle des Conserves de Produits Alimentaires(SICOPA) par la méthodologie des plans d'expériences.

Au cours de ce stage j'avais la possibilité d'optimiser 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.

Mots clés : Méthodologie des plans d'expérience, Olives, Procédés d'oxydation des olives, Elaboration des olives vertes, Elaboration des olives noires.

Introduction générale

Le secteur agroalimentaire est l'un des secteurs moteurs de l'économie Marocaine.

En effet, il contribue à hauteur de 1/3 du PIB (produit intérieur brut) industriel pour une production de plus de 5,4 milliards et dégage 1,6 milliards d'euros de valeur ajoutée.

Il représente ainsi le premier secteur manufacturier du pays selon les résultats des statistiques 2009 effectuées par le ministère de l'industrie, du commerce et des nouvelles technologies.

Ce secteur est en forte croissance grâce à la très bonne tenue de la demande aussi bien intérieure qu'à l'exportation ainsi que le développement des technologies relatives à ce secteur.

Cependant, ce secteur agroalimentaire n'exporte que 17 % de sa production en raison notamment des difficultés à satisfaire les critères de qualité et des exigences sanitaires des pays développés.

Ainsi les industriels de secteur agroalimentaire sont tenus d'effectuer par le biais des services de contrôle, un très grand nombre de dosages chimiques visant soit à vérifier la conformité du produit par rapport à des normes définies par la réglementation et les usages, soit à assurer des qualités hygiéniques ou nutritionnelles des aliments.

L'olivier constitue la principale espèce fruitière plantée au Maroc, avec une superficie de près de 620.000 hectares. La production avoisinerait 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 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.

Ce projet de master s'est déroulé au sein de **SICOPA**, Société Industrielle de Conserves des olives et de Produits Agricoles du Maroc et plus précisément les olives de table et dont **l'objectif principal est: l'amélioration de la coloration noire de la peau des olives, 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 présente trois chapitres suivants :

- ✚ **Chapitre 1** : Une description générale de la société SICOPA du Maroc, ses produits, ses différentes activités.
- ✚ **Chapitre 2** : Les procédés de production et d'oxydation des olives confites.
- ✚ **Chapitre 3** : La partie expérimentale.

Chapitre 1 :

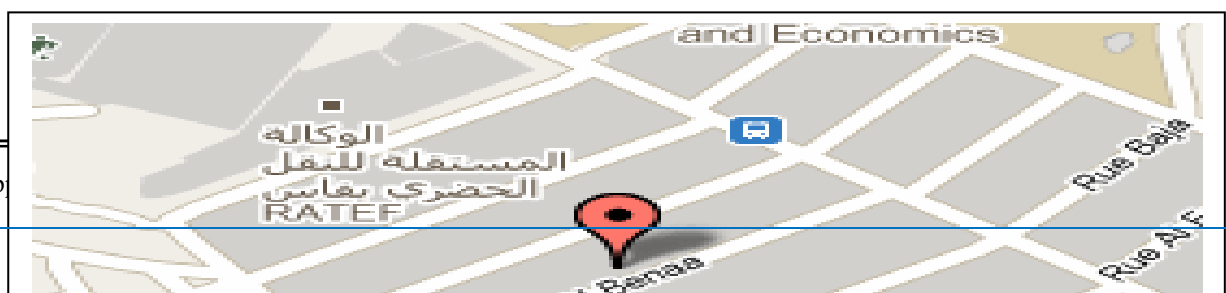
I- Informations générales sur SICOPA :

I.1- Présentation de SICOPA :



La société industrielle de conserves des olives et de produits agricoles du Maroc (**SICOPA**) est une société qui opère dans le secteur agroalimentaire. Elle est spécialisée dans la production des olives et des produits agricoles du Maroc.

Située au quartier industriel de Sidi Brahim (Rue Ibn Banna) à Fès, elle a été créée en 1974 par la famille **Benzakour Knidel**. Elle dispose de deux unités de production :



- **SICOPA 1** : l'unité du siège de l'administration qui s'occupe de la production des olives noires à la façon Grecque, des olives vertes, des olives fraîches, des olives rouges, des olives tournantes claires, des câpres, des caprons et de la tomate séchée...
- **SICOPA 2** : unité supplémentaire de stockage et de transformation de certaines matières premières appelées « SICOPA 2 » située sur la Route de SEFROU, qui alimente principalement SICOPA 1 des matières premières déjà préparées.

La **SICOPA** est une société anonyme. Elle emploie environ 150 personnes (y compris les temporaires).

La totalité des produits de SICOPA sont orientés vers l'exportation dans le monde entier, plus spécialement vers les pays de l'Union Européenne (comme la France) et les pays d'Amérique (comme les états unis)...

Pour satisfaire les besoins de ses clients, **SICOPA** propose une grande variété d'emballages et de mode de conservation, allant de l'emballage individuel aux formats industriels et des Semi-conserves.

Ses équipes de recherche en développement et qualité élaborent et améliorent en permanence des recettes pour la plus grande satisfaction du consommateur. Aussi Chaque étape de la fabrication fait l'objet d'auto contrôle (ISO 22000), de système de management appliqués (ISO 9001) et de l'environnement (ISO 14000).

I.2- Fiche technique :

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	info@sicopa.com
Web	www.sicopa.com
Produits	Olives noires oxydées confites – olive noires de façon grecque – olive vertes confites – olive cuisinées – mini poivrons – légumes grillés – câpres – tomates...etc.

Tableau 1 : Données générales de SICOPA

I.3- Les produits et marques de SICOPA :

Grâce à la diversité et le grand nombre des lignes qui se trouve à **sicopa**, la société peut produire une large gamme de produits avec une qualité qui reprend aux attentes des clients dans le marché international.

Les produits de SICOPA :

Les olives de différentes variétés et spécialités :

- ❖ Les olives noires en rondelles.
- ❖ Les olives vertes et noires dénoyautées.
- ❖ Les olives vertes à l'ail.
- ❖ Olives vertes à la méridionale.
- ❖ Olives vertes au naturel.
- ❖ Olives vertes pimentées.
- ❖ Olives noires à la façon grecque.

Les minis poivrons :

- ❖ Minis poivrons farcis (fromage, thon et anchoix).
- ❖ Minis poivrons sucrés.

Les légumes grillées :

- ❖ Les courgettes.
- ❖ Les aubergines.
- ❖ Les poivrons.

Les artichauts.

Les câpres.

Tomates confites.





I.4- Organigramme de structure :

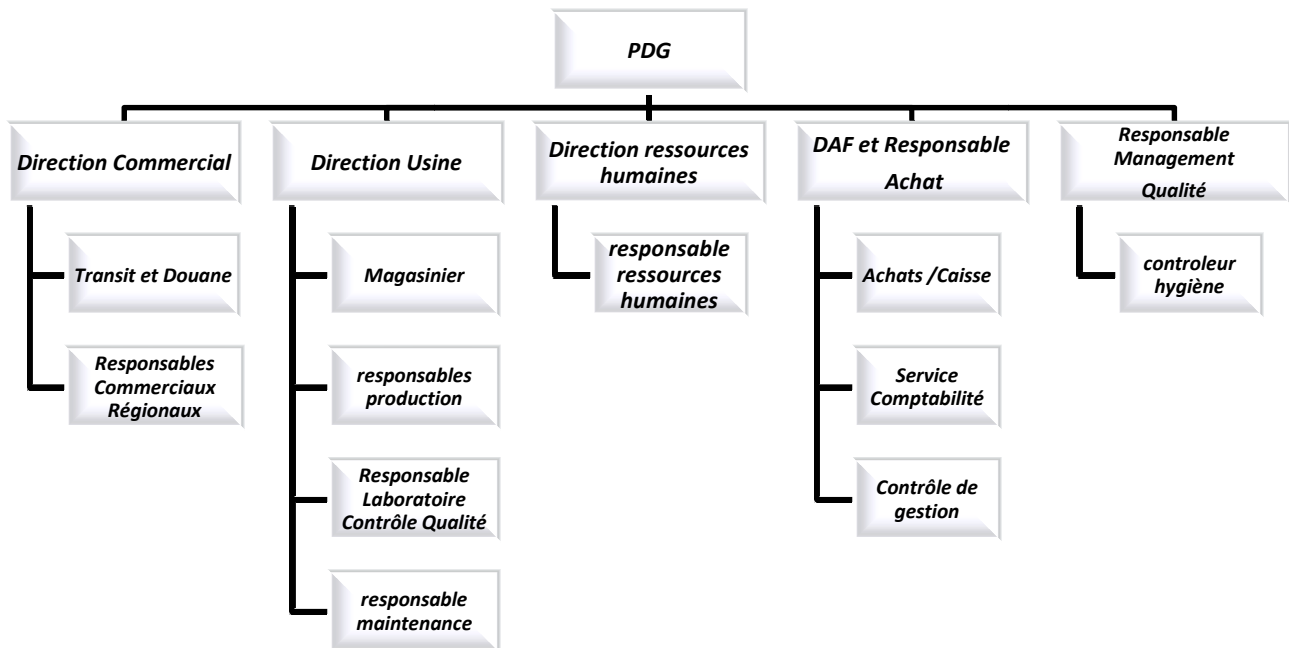


Figure 1: Organigramme de structure de la société SICOPA

I. 5- Les services de la Sicopa :

✚ Direction de l'usine

Elle se trouve à la tête de l'organisation dans la mesure où elle s'occupe des missions suivantes :

- ❖ Déterminer les objectifs.
- ❖ Réaliser les meilleurs résultats et performances.
- ❖ Encourager l'esprit entrepris.
- ❖ Motiver l'ensemble du personnel.

✚ Service achat

Il s'occupe des affaires suivantes :

- ❖ Contrôles permanents du entrées/sorties magasin.
- ❖ Gestion de l'état des stocks concernant aussi la matière première.

Service comptabilité et finance

Sa fonction réside dans :

- ❖ La réalisation de l'équilibre financier de l'entreprise.
- ❖ Enregistrement des opérations comptables de la société.
- ❖ Le règlement des opérations effectuées en espèces.

Service ressources humaines

Il occupe une grande importance au sein de l'organisation SICOPA, il est chargé de toutes les fonctions administratives de l'ensemble du personnel de l'usine.

Direction commercial et financière

Elle se charge de la commercialisation du produit et la relation avec la clientèle, les fournisseurs et les intermédiaires. Elle s'occupe des encaissements des créances.

Direction administrative et financière

Elle s'occupe des relations avec les clients, les fournisseurs, les banques, les recouvrements des dettes.

Service approvisionnement

C'est le service achat (matière première, emballage, énergie, et d'autres consommables).

Elle travaille en collaboration avec les autres services ; par exemple lorsqu'il y a un besoin monétaire ce service contacte le service de comptabilité.

Dans le cas des pannes des machines, ce service fait appel au fournisseur qui offre des moyens techniques de meilleurs devis.

Service magasin

C'est le service qui contrôle le stock y compris la matière première, l'emballage (cartons, films, barquettes, sachets, pots, les tickets) et les additifs alimentaires.

Il vérifie si le stock est suffisant pour livrer une commande ; dans le cas contraire, il signale l'insuffisance d'approvisionnement.

Service technique

Il comporte sept techniciens spécialisés qui ont pour rôle la maintenance et l'entretien du matériel.

II- Description des procédés de production à SICOPA :

A SICOPA, l'unité de production est un bâtiment composé de différentes sections. Chaque section se charge d'accomplir une tâche bien définie et nécessaire à la bonne démarche de la production.

II.1- La chaudière :

La chaudière est une installation industrielle permettant de transférer en continu de l'énergie thermique à un fluide caloporteur (le plus généralement de l'eau). L'énergie thermique transférée (source de chaleur) est la chaleur dégagée par la combustion de charbon, de fioul, de gaz, du bois et des déchets ... etc.

A sicopa, la chaudière utilisée est une chaudière à fioul.

II.2- Les lignes et zones de production :

L'activité de la SICOPA est organisée sous forme de lignes de production. Chaque ligne ou zone est spécialisée dans la production d'un ou plusieurs produits à la fois :

- ***Ligne des olives vertes marinées en petites poches de 30g:*** cette ligne est spécialisée dans la production et le conditionnement en petites poches de 30g des olives vertes dénoyautées.
- ***Ligne des olives en barquettes :*** cette ligne est spécialisée dans le conditionnement en barquettes ou en pots de différents produits, (olives de différents types et saveurs, des poivrons, artichaut mariné... etc.)
- ***Ligne boîte :*** cette ligne fabrique des boîtes de 5 kilogramme standards en saumures d'olives noires ou vertes (entières ou dénoyautées ou en rondelles).
- ***Ligne mini poivron :*** cette ligne est spécialisée dans la production de minis poivrons avec différentes farces.
- ***Zone d'oxydation :*** C'est une zone séparée géographiquement des autres sections de l'usine. C'est l'endroit où se font la désamerisation et l'oxydation des olives tournantes. Cette zone Contient :



Figure 2 : Cuves opérationnelles pour le traitement d'oxydation

- ✚ 20 cuves opérationnelles pour le traitement d'oxydation, avec une capacité de 6 tonnes pour chaque cuve (figure 1).
- ✚ 2 cuves pour la préparation de la soude caustique diluée (2°B).
- ✚ 2 citernes de stockage de la soude concentrée (48°B) à réception.
- ✚ 2 citernes de stockage de la soude caustique recyclée après utilisation dans le traitement d'oxydation (figure 2).
- ✚ 4 réservoirs pour la préparation de la saumure de différentes concentrations.



Figure 3 : Citernes de stockage de la soude caustique recyclée

- *Ligne de dénoyautage et découpage en rondelles* : comme son nom l'indique, cette ligne est spécialisée dans le dénoyautage et le découpage des olives.

- *Ligne de conditionnement en poche* : ou bien zone le l'ensacheuse « Toyo ». Cette ligne est spécialisée dans le conditionnement des olives noires découpées en rondelles : « ONS ».

- *Ligne des olives noires à la façon Grecque* : cette ligne produit les olives noires ridées.

- *Ligne de traitement thermique* : cette ligne est spécialisée dans le traitement thermique (stérilisation ou pasteurisation) de divers produits.

- *Ligne tomate* : c'est la plus récente des lignes. Elle est spécialisée dans le séchage des tomates pour élaborer deux produits, tomates confites et tomates semi séchées surgelées.

- *Zone de la chaudière* : C'est une zone séparée géographiquement des autres sections de l'usine. C'est l'endroit où se fait une installation industrielle permettant de transférer en continu de l'énergie thermique à un fluide caloporteur (le plus généralement de l'eau).

L'énergie thermique transférée (source de chaleur) est la chaleur dégagée par la combustion de charbon, de fioul, de gaz, du bois, des déchets etc.

II.3- Les autoclaves :

La sicopa possède 4 autoclaves (figure 3) dont les caractéristiques sont les suivantes :

- ✚ Volume : 7600 Litres.
- ✚ Pression de service : 5 bars.
- ✚ Pression d'épreuve : 10 bars.
- ✚ Eau surchauffée comme agent stérilisant.
- ✚ Partie commande dont toutes les étapes de stérilisation ou pasteurisation de tous les produits de SICOPA sont programmés.
- ✚ Une chambre de traitement thermique constituée de deux lignes de roulements d'une douche et de plusieurs orifices d'où l'eau est aspirée.
- ✚ Partie thermodynamique constituée de :
 - ❖ Echangeur
 - ❖ Pompe
 - ❖ Conduites d'aspiration de refoulement

- ❖ Détecteur de température
- ❖ Détecteur de pression
- ❖ Vannes à grand débit
- ❖ Vannes à petit débit
- ❖ Deux soupapes de sécurité



Figure 4 : Les autoclaves:

II.4 - Stockage :

Le stockage est la dernière étape de la production après l'emballage. C'est aussi une étape indispensable pour garder la bonne qualité du produit. C'est pour cela la société **sicopa** consacre une surface importante à l'intérieur de l'usine pour le stockage de la production.



Chapitre 2:

Procédés de production et

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 à 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

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 5g et les grandes plus de 5g.

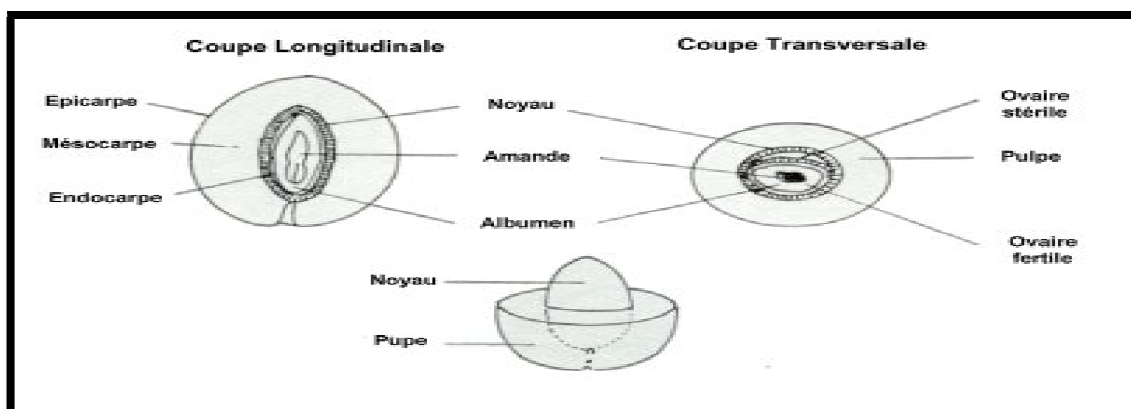
La forme : les olives de forme sphérique sont acceptées sur le marché, bien que certaines olives allongées jouissent également d'un certain crédit.

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.



5 : Coupe transversale et longitudinale d'une olive

Figure

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 "lipogénèse" 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. 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.

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, des cailloux 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).

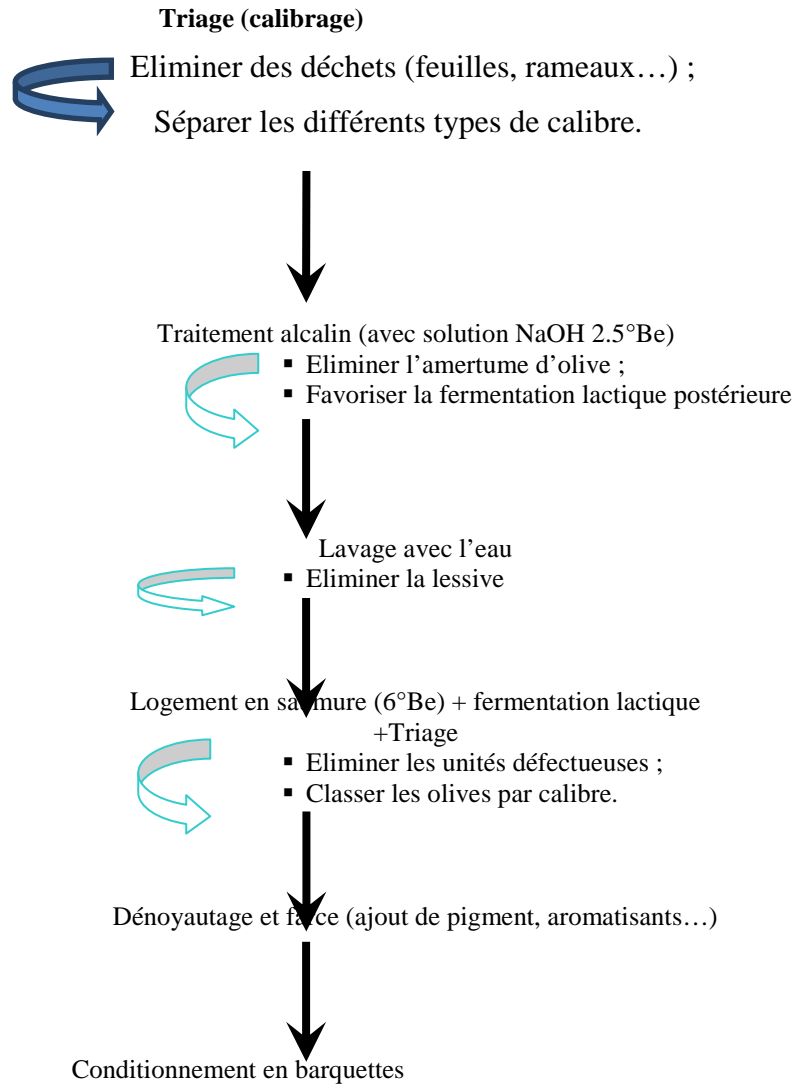
A/Elaboration des olives vertes :

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 :

Cueillette et transport en containers



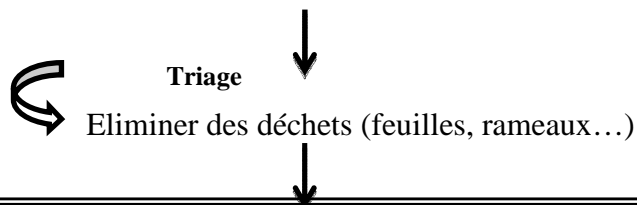


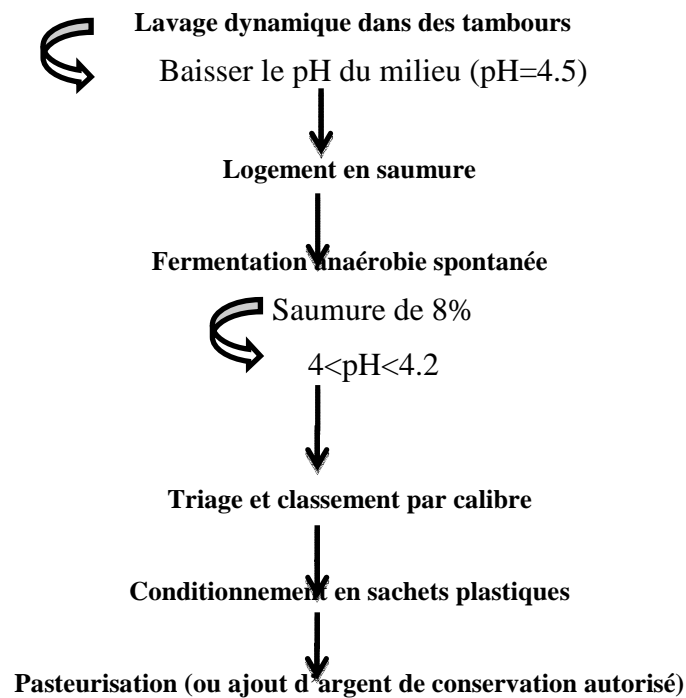
B/Elaboration des olives noires :

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 :

Cueillette et transport en containers





III. Processus d'oxydation des olives vertes tournantes en olives noires.

INTRODUCTION :

Le processus d'oxydation des olives vertes tournantes a commencé à être préparé aux États-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 désamérisent 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.

1. 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.

2. 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 :

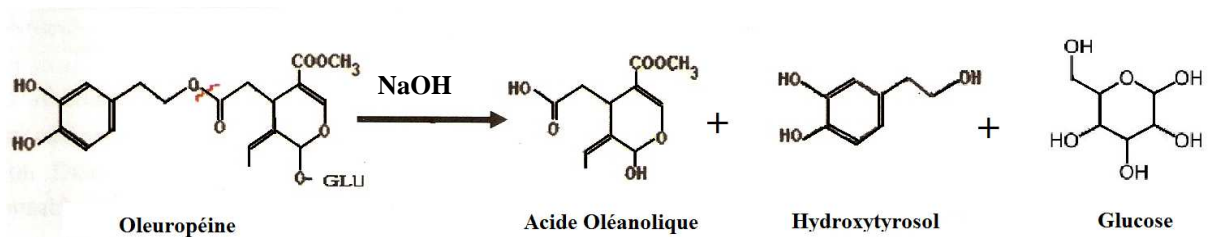


Figure 6 : Réaction chimique de désamérisation

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.

3. 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^{ère} 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.

4. les cuves d'oxydation :

Elles sont de forme parallélépipédique, dont le fond 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.

5. Contrôle effectué à la réception des olives destinées vers l'oxydation :

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

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

- pH ($\text{pH} < 4$) 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).

6. 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.



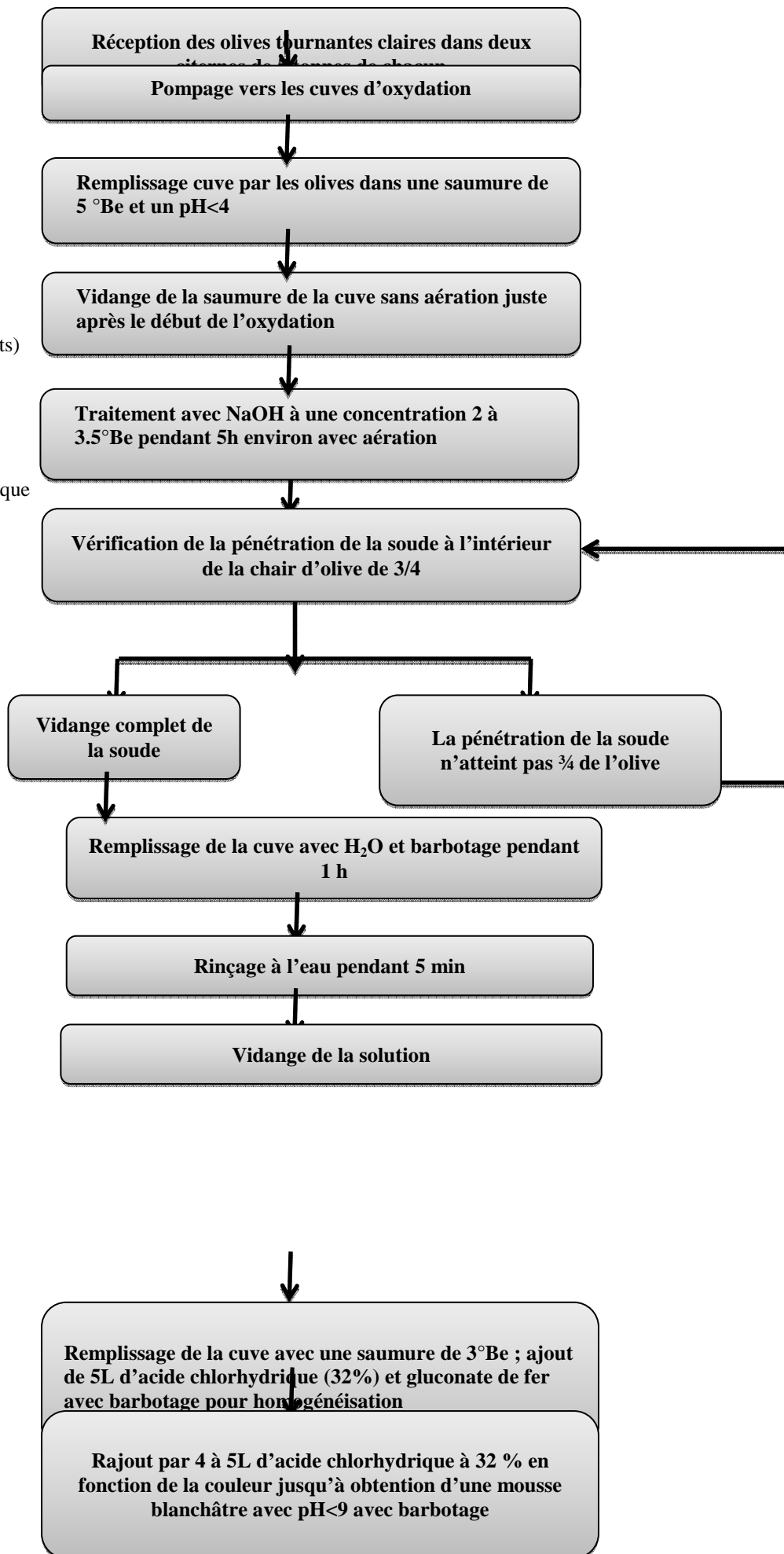
Jour 0

1^{er} jour

Contrôle visuel

(Calibre et déchets)

Après 3h d'attaque



Contrôle de
Couleur la peau
D'olive (noire)
Contrôle pH<9

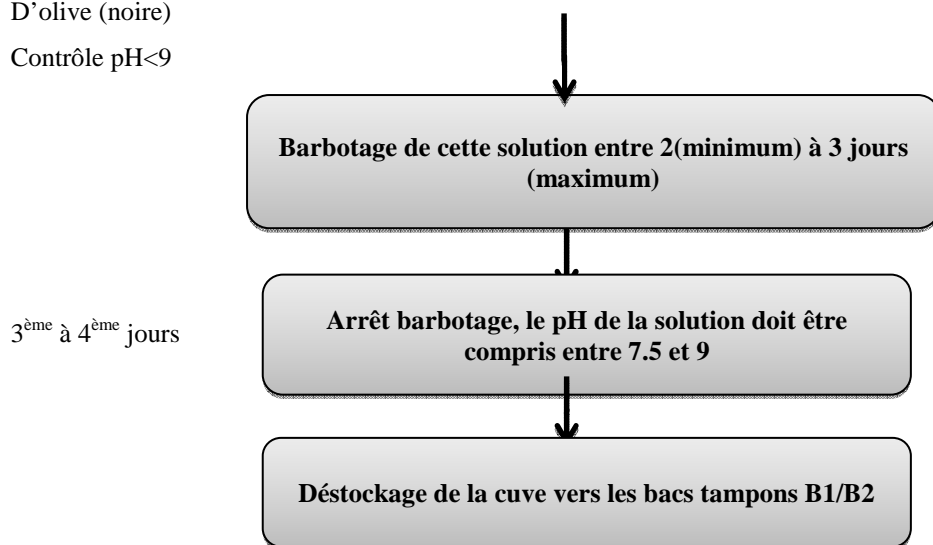


Figure 7 : Schéma des principales étapes de l'opération d'oxydation des olives vertes tournantes

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 en 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 pénétrée 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.

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.

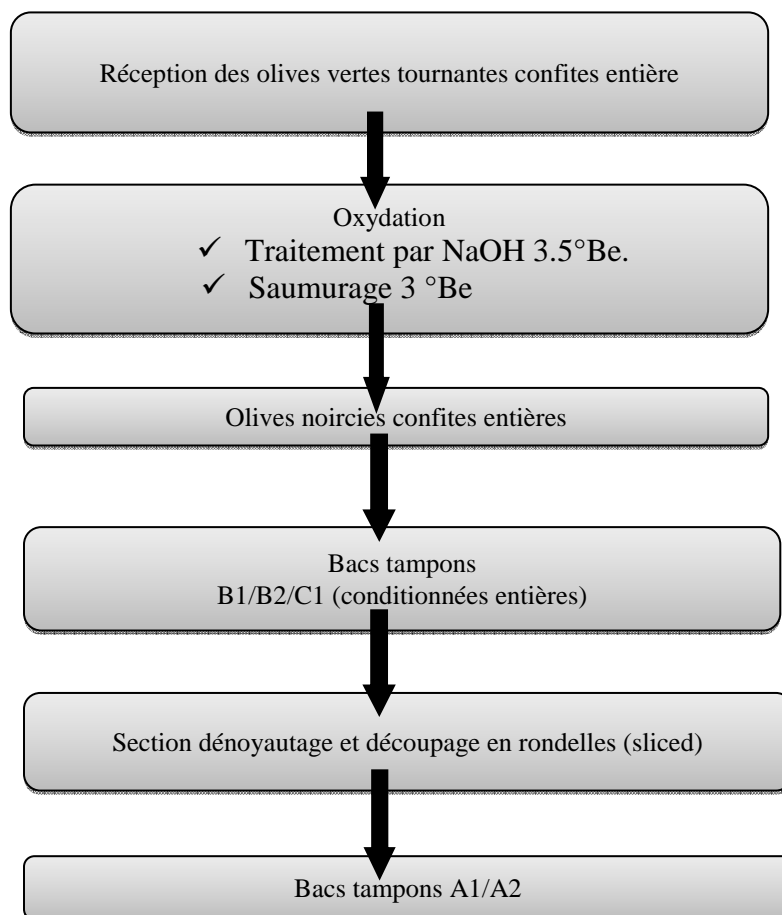
La durée de fixation de la couleur est normalement de 24h.

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 :



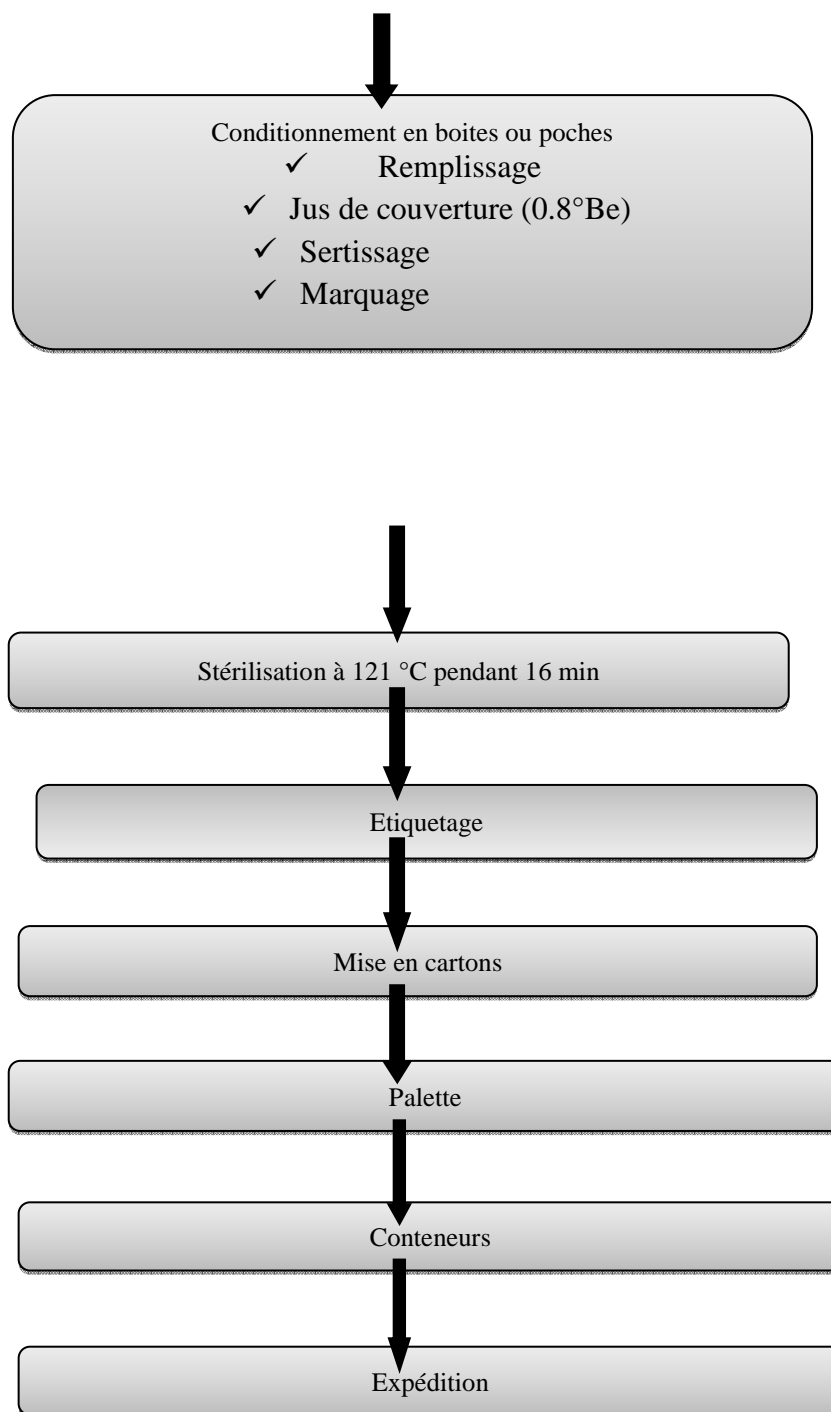


Figure 8 : Schéma des principales étapes de l'opération d'oxydation des olives noires.



Chapitre 3 :

Partie expérimentale

I. La théorie des plans d'expériences.

1. Introduction :

Dans le langage scientifique, expérience signifie, fait attendu ou provoqué de manière à vérifier une hypothèse, une loi, un modèle et parvenir ainsi à une connaissance théorique de la façon dont se déroulent des phénomènes. Lors d'études expérimentales multiparamétriques, 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).

2. 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.

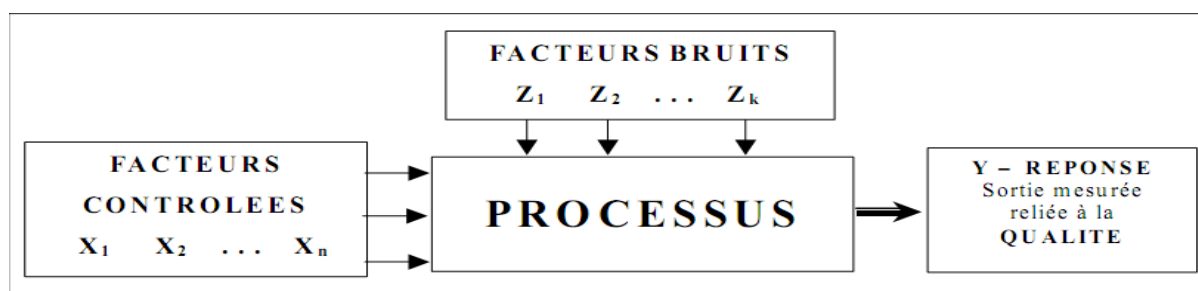


Figure 9 : La boîte noire du processus

- Les objectifs des plans d'expériences sont de :
 - diminuer le nombre d'essais (ou de calculs),
 - connaître les effets des paramètres,



- déduire les paramètres influençant,
- 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 Expériences 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 que l'analyse statistique des résultats de ces essais.

3. 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, 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.

4. 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 cout des essais ;
- Capitalisation du savoir-faire.

5. Domaines d'application :

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

- En sciences physique ;
- En ingénierie ;
- En sciences médicales ;
- En sciences humaines ;
- 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.

6. 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.

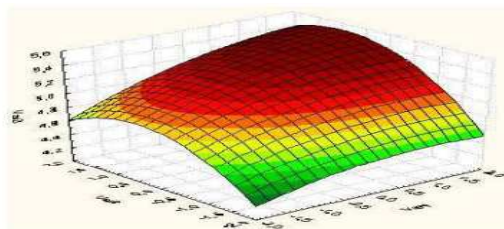


Figure 10: surface de réponse

⇒ 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.

7. 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.

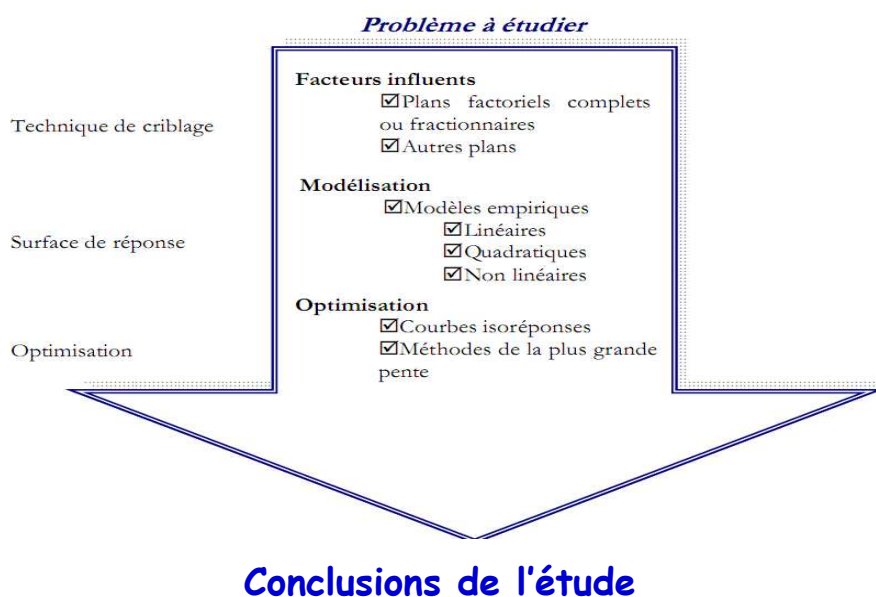


Figure 11 : Démarche méthodologique des PE

8. Sélection des facteurs et choix de leurs niveaux :

8.1- 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.

8.2- 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.

9. 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.

II. Optimisation de procédés d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences.

A- Outils et principe de la méthode :

↳ Régression linéaire multiple :

La régression linéaire 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 X₁, X₂, X₃,..... X_k, le modèle algébrique linéaire qui permettra d'estimer la valeur de Y pour une combinaison quelconque des variables X_i 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_{ij} : 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, une étude et une optimisation de ce procédé seraient nécessaire ; nous avons 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 à 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 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 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 le 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.
- ✚ 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 tournante en olives noires, en variant plusieurs facteurs influents le 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 (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°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).

III. 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 sur le procédé d'oxydation des olives confites et leurs domaines de variation sont les suivants illustrée dans le tableau numéro 2 :



Tableau 2 : 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	20 kg	25 kg
X3=concentration de NaOH	2.8 °Be	3.5 °Be
X4=nombre de recyclage de la soude	3 fois	8 fois
X5=temps d'attaque de NaOH	3,5 heures	4,5 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, pour cela et après une discussion avec les responsables, la réponse est :

➤ **Y= coloration noire de la peau d'olive ;**

Avec évaluation pour chaque essai de :

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

La réponse Y : 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 Y 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^{ère} ligne (ou la 1^{ère} 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 illustrée dans le tableau numéro 3 :

Tableau 3 : 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, illustrée dans le tableau 4 :

Tableau 4 : plan d'expérimentation avec résultats associés

N°	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	coloration peau(Y1)
								unité 1
1	5.00	20.00	2.8	8.00	4.50	36.00	3.00	5.00
2	5.00	25.00	2.8	8.00	3.50	35.00	4.00	6.00
3	3.00	25.00	3.5	8.00	3.50	42.00	3.00	6.00



4	3.00	20.00	3.5	8.00	4.50	30.00	4.00	6.00
5	5.00	20.00	3.5	3.00	3.50	36.00	4.00	7.00
6	5.00	25.00	3.5	3.00	4.50	35.00	3.00	7.00
7	3.00	25.00	2.8	3.00	4.50	42.00	4.00	4.00
8	3.00	20.00	2.8	3.00	3.50	30.00	3.00	3.00

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.

⇒ La réponse Y : coloration noire de la peau d'olive

● Estimation des coefficients du modèle :

L'estimation des coefficients du modèle pour la réponse Y est illustrée dans le tableau 5 ci-dessous :

Tableau 5 : L'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	0.5

✓ Etude graphique des effets :

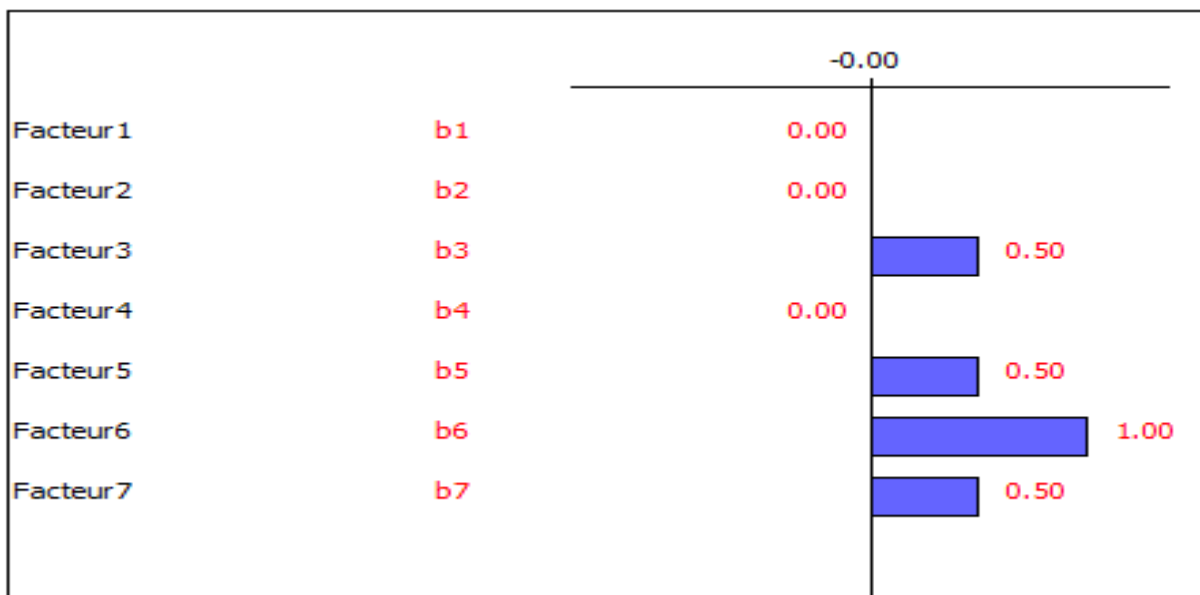


Figure 12 : graphe des effets de la réponse Y

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.

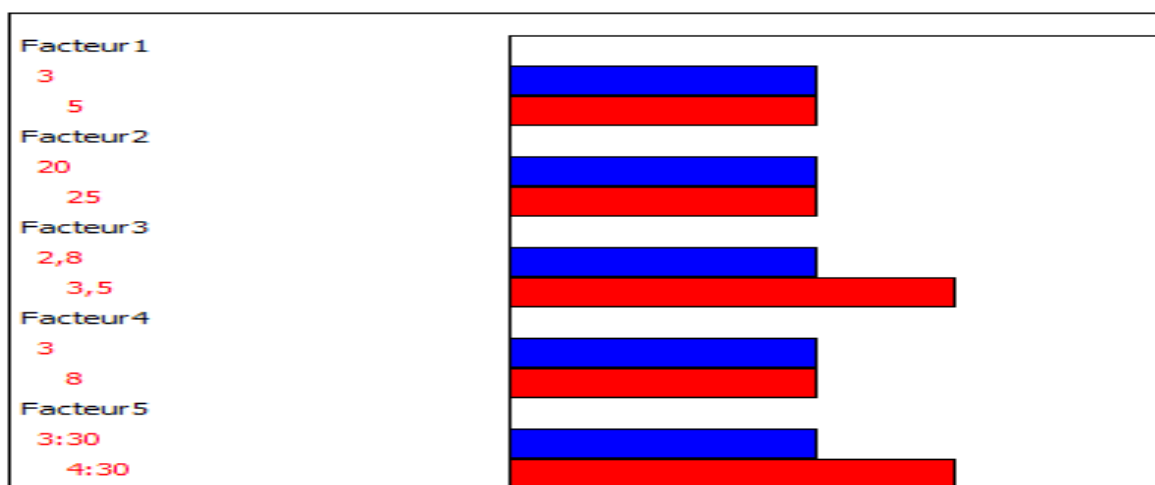
L'analyse de ce graphe montre que quatre paramètres ont une influence assignable sur la coloration des olives.

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 :



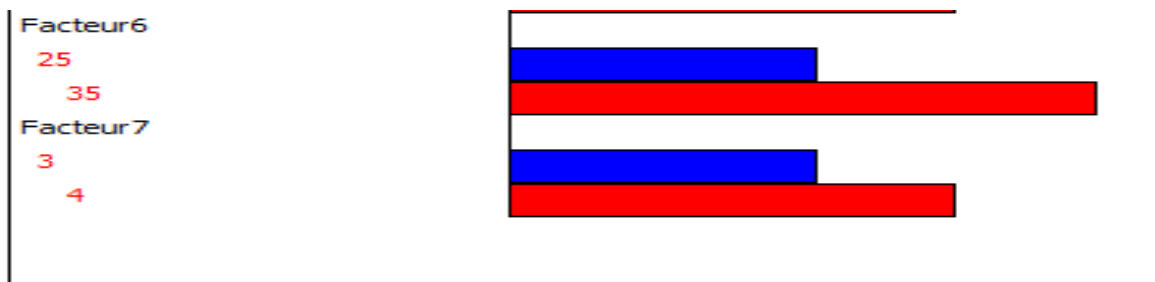


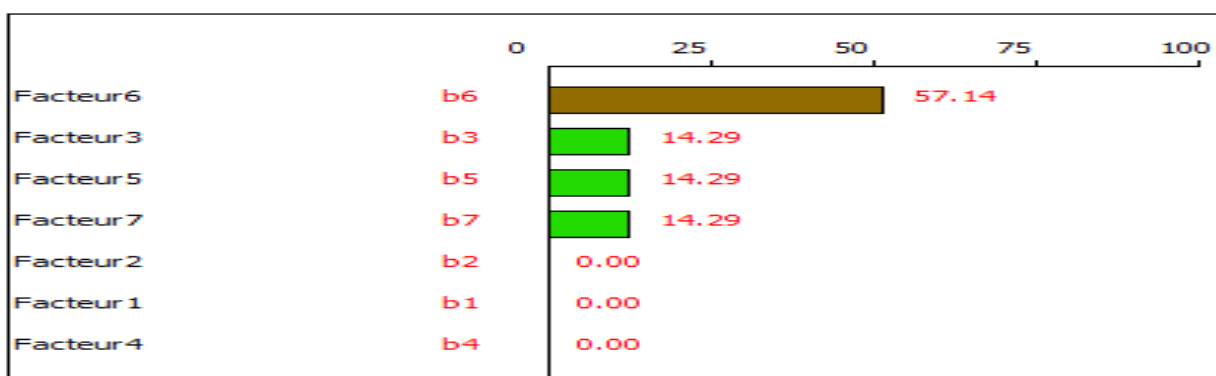
Figure 13 : graphe des effets totaux de la réponse Y

Le graphe ci-dessus montre que :

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

✓ Etude graphique de l'Approche de Pareto :

✓ Effets Pareto individuels



✂ Effets Pareto cumulés

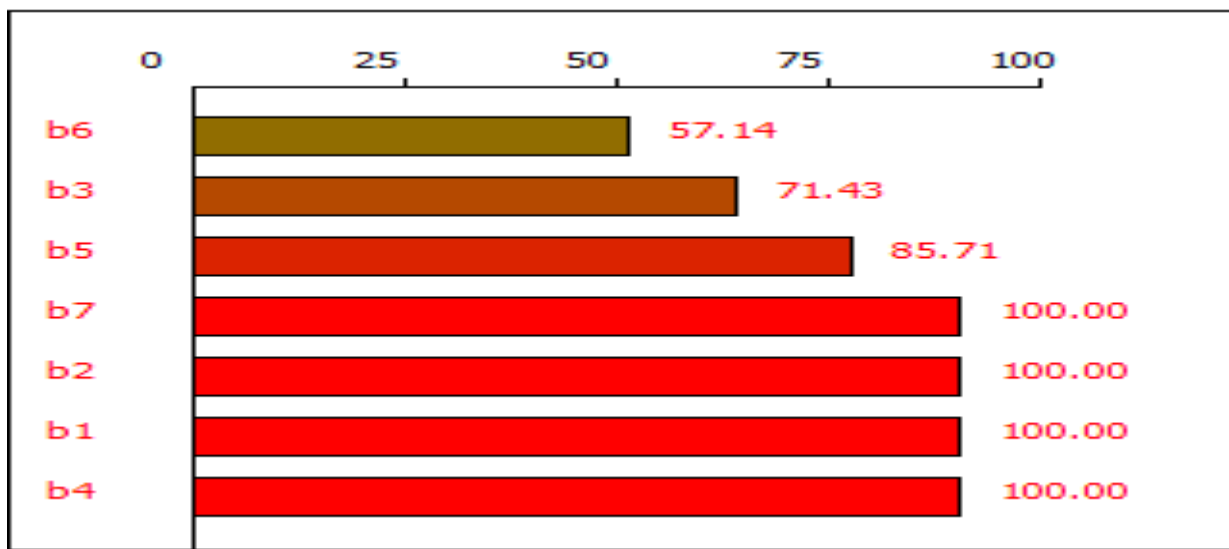


Figure 14 : Graphe des effets Pareto individuels et cumulés

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

✍ Traitement des résultats :

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 générale

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 j'ai effectué une optimisation du procédé d'oxydation des olives confites par la méthodologie des plans d'expériences qui m'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

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

- 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://fr.wikipedia.org/wiki/Olea_europaea
- <http://www.mon-olivier-de-provence.com>
- www.azaquar.com
- www.vulgarisation.net/guide-olive-table-IAA.



UNIVERSITE SIDI MOHAMED BEN ABDELLAH
FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES
Département de chimie

