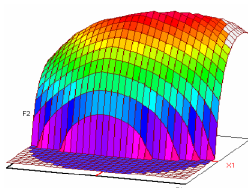




Année Universitaire : 2015-2016



Master Sciences et Techniques CAC Agiq
Chimiométrie et Analyse Chimique : Application à la gestion de la
qualité

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

Optimisation de la conservation des olives vertes
par utilisation du Romarin et par application des
plans d'expériences

Présenté par:

Nour-eddine EL MEGHARI

Encadré par:

- Dr. Abdelatif ABDELLAOUI (CIOCAP)
- Pr. Abdellah FARAH (FST Fès)
- Pr. Amal HAOUDI (FST Fès)

Soutenu Le 9 Juin 2016 devant le jury composé de:

- Pr. Abdellah FARAH
- Pr. Amal HAOUDI
- Pr. Fouad KHALIL

Stage effectué à : CIOCAP

Dédicace

A

Mes parents

Mon frère, mes sœurs

Et mes amis

Remerciements

Je tiens à remercier avec respect et gratitude le directeur général de *CIOCAP* **Dr. Abdelatif ABDELLAOUI** de m'avoir permis de réaliser ces travaux de stage.

Je remercie aussi **Pr. EL Mestafa ELHADRAMI** le responsable de master Chimiométrie et Analyses chimiques : Applications à la gestion de la qualité pour son aide.

Je voudrais remercier également **Pr. Abdallah FARAH** et **Pr. Amal HAOUDI** qui m'ont encadré durant ce stage pour l'aide et les conseils concernant les missions évoquées dans ce rapport.

Un spécial remerciement pour **Pr. Fouad KHALIL** qui a accepté de juger ce travail.

Je remercie aussi l'ensemble de l'équipe pédagogique du Master CAC pour le savoir qu'ils m'ont transmis.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
Chapitre 1 : Etude bibliographique sur les olives	
I. Introduction	3
1. Définition	3
2. Composition de l'olive	3
3. Types d'olives	4
4. Epoque de la récolte	5
5. Les bienfaits de l'olive	5
II. Critères de qualité et de dégradation	6
1. Les critères de qualité	6
2. Les critères de dégradation	7
III. Moyens utilisables pour la conservation des olives	7
1. Conservation par voie chimique	8
2. Conservation par voie physique	9
IV. Traitement des olives vertes	10
1. Procédé de fabrication	10
2. Description du procédé	11
Chapitre 2 : Plan d'expériences	
I. Introduction	16
II. Avantages et domaines d'application des plans d'expériences	16
1. Avantages	16
2. Domaines d'application	17
III. Types des plans d'expériences	17
1. Plan de criblage (Placket-Burmann)	17
2. Plans factoriels complets	18
3. Plan de surface de réponse	19
IV. Démarche suivie	23
1. Choix de la réponse, les facteurs et leurs niveaux	23
2. La réalisation des expériences	24
3. Interprétation des résultats des essais	24
Chapitre 3 : Optimisation de procédé de conservation des olives par les plans d'expériences	
I. Introduction	26
II. Partie expérimentale	26
1. Procédure de l'étude	26
1. Plan de criblage	27
2. Plan de surface de la réponse	31

<i>III. Conclusion</i>	36
<i>CONCLUSION GENERALE</i>	37
<i>ANNEXES</i>	38
<i>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ET WEBOGRAPHIQUES</i>	40
<i>RESUME</i>	41

Liste d'abréviation :

ISO = Organisation internationale de normalisation

ANOVA= Analyse de la Variance

SCE_t = Somme Carrés des Ecart Total

SCE_r = Somme Carrés des Ecart des Résidus

SCE_m = Somme Carrés des Ecart du Model

ddl = degré de liberté

CM_t = Carré Moyen Total

CM_r = Carré Moyen des Résidus

CM_m = Carré Moyen du Model

R^2 = Coefficient de Détermination

R^2_{aj} = Coefficient de Détermination ajusté

F_{cal} = F de Fisher calculée

t_{exp} = t de Student

Introduction générale

Le Maroc est un pays avec 40 % de la population active vivant du secteur agricole. Il dispose d'une surface agricole utile estimée à environ 9500000 ha ce qui représente 95000 km² l'équivalent de 3,11 fois la surface d'un pays comme la Belgique. En effet l'agriculture contribue avec 30% de PIB loin devant le textile, l'énergie ou les produits chimiques, mais avec des variations importantes selon les années en fonction des conditions climatiques. Ses performances conditionnent même celles de l'économie tout entière, par exemple le taux de croissance du pays est fortement corrélé à celui de la production agricole [1].

En avril 2008, le gouvernement marocain a lancé le programme "Plan Maroc Vert". Ce plan définit la politique agricole du royaume pour les dix ans à venir, dans le but de faire l'agriculture un secteur performant apte à être un moteur de l'économie toute entière, lutter contre la pauvreté et de maintenir une population importante en milieu rural.

Le développement de la filière d'olive est l'une des priorités du Plan Maroc Vert. Les objectifs à l'horizon 2020 sont de 1,2 million d'ha et de 2,5 millions de tonnes d'olives produites. Ceci implique à la fois une intensification de la production et une amélioration de la qualité afin de faire face à la concurrence des autres grands pays producteurs. Ce qui amène les entreprises à donner plus de garantie sur la qualité des produits ou de services [2]. 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.

Mon projet de mémoire de fin d'étude mené dans la société *CIOCAPa* comme objectif l'optimisation de la conservation des olives vertes par un antioxydant naturel (*le Romarin*).

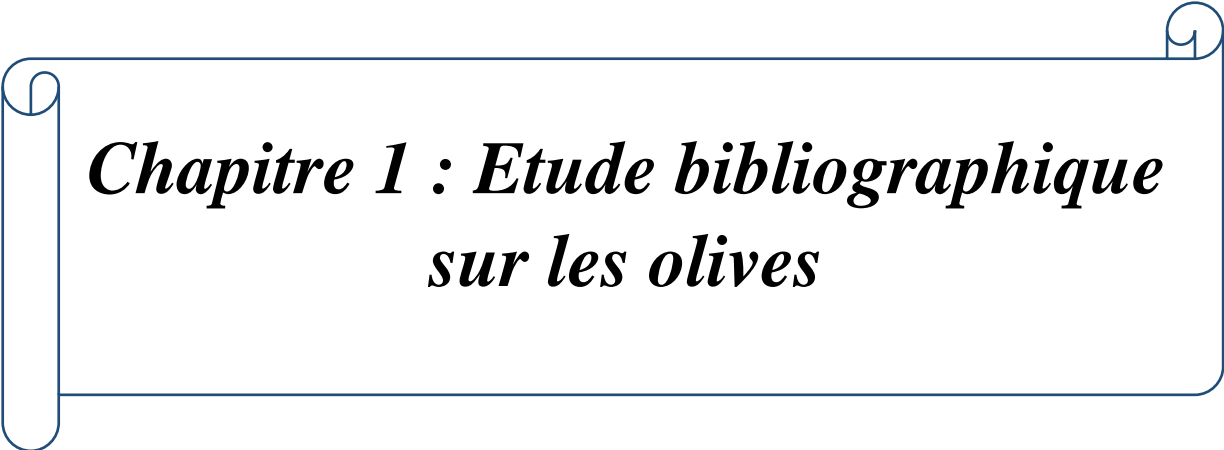
Pour répondre à cet objectif, on va utiliser les plans d'expériences pour l'optimisation de processus de conservation en fonction de l'ensemble des facteurs influents ce procédé.

L'étude que nous avons menée est constituée de 3 chapitres principaux :

Chapitre 1 : Etude bibliographie sur les olives

Chapitre 2 : Plans d'expériences

Chapitre 3 : Optimisation du procédé de conservation des olives par les plans d'expériences

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and a horizontal strip at the top, both ending in small circular curls. The text is centered within this frame.

***Chapitre 1 : Etude bibliographique
sur les olives***

I. Introduction

L'olive est le fruit méditerranéen par excellence. Or, il s'agit aussi d'un fruit très complexe vu sa composition variée : abondantes vitamines et de minéraux, acides gras essentiels, des glucides et protéines. Fruit de l'un des arbres les plus anciens du monde, l'olive est vénérée depuis plusieurs milliers d'années et reconnue pour ses nombreuses vertus tant culinaires, que thérapeutiques.



1. Définition

L'olive de table est le fruit de certaines variétés de l'olivier cultivé particulièrement dans le bassin de la Méditerranée. Du point de vue botanique, l'olive est une drupe, c'est-à-dire un fruit charnu à noyau, tout comme la cerise ou l'abricot, composée d'une pellicule, d'un péricarpe charnu et d'un noyau formé d'une coque dure et d'une amande oléagineuse [3]. *Fig. 1: les olives.*

2. Composition de l'olive

a. Composition physique

L'olive est une drupe constituée de trois couches [3] :

L'épicarpe : c'est la peau de l'olive. Elle est recouverte d'une matière cireuse, la cuticule, qui est imperméable à l'eau, cette dernière est constituée d'alcane, d'alcools aliphatiques, d'aldéhydes aliphatiques, etc.

Le mésocarpe : c'est la pulpe du fruit. Elle est constituée des cellules dans lesquelles vont être stockées les gouttes de graisses qui formeront l'huile d'olive, durant la "lipogenèse" qui dure de la fin août jusqu'à la véraison. Cette pulpe est constituée d'eau, des triglycérides, des sucres, des glucosides et des phénols.

L'endocarpe : c'est le noyau de l'olive.

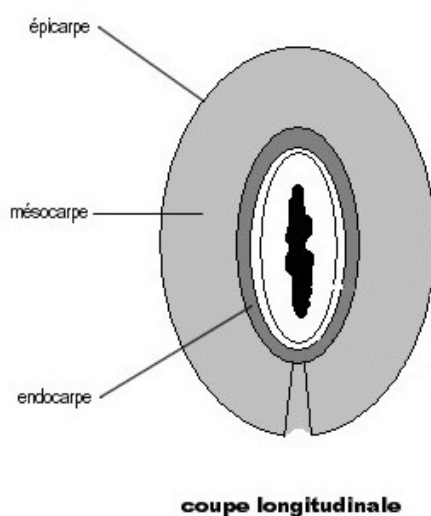


Fig. 2 : composition physique d'olive.

b. Composition chimique

La composition des olives de table varie selon la variété et les conditions climatiques. Les valeurs données ci-dessous ne sont qu'à titre indicatif [4].

Composé	Minimum	Maximum
Poids moyen des fruits	2g	6g
Teneur en huile	20%	28%
Teneur en eau	60%	70%
Protéines	1%	2%
Glucides	8%	12%

Fig. 3 : composition chimique d'olive.

L'olive est un fruit complexe qui contient un nombre très important d'éléments différents, de point de vue chimique, voici les principaux constituants de l'olive [5] :

- Éléments minéraux (*soufre, phosphore, magnésium, calcium, fer, cuivre, manganèse, iode*)
- Vitamines (*A, C, B1 et E*)
- Sucres (*fructose, glucose*)
- Lipides parmi lesquelles deux acides dont la teneur est très importante :
 - ✓ **L'acide oléique** dont la proportion déterminera le classement de notre huile en huile vierge extra ou pas.
 - ✓ **L'acide oléopicrine** qui, par son amertume extrême, rend l'olive à l'état frais impropre à la consommation. Cet acide est également appelé *oléuropéine* ou encore *oléuropéoside*. Sa teneur dans le fruit est de 2% lorsqu'il est vert et va en diminuant au fur et à mesure que le fruit mûri.

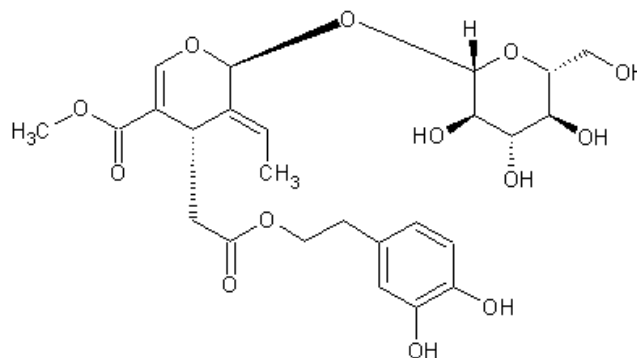


Fig. 4 : Structure de l'acide oléopicrine.

3. Types d'olives

Trois types d'olives sont réceptionnées par les conserveries Marocaines [6] ; il s'agit des :

Olives vertes : fruits de couleur vert franc à vert jaune, brillant ou pruine, récoltés au moment où ils ont atteint leur développement complet mais nettement avant la véraison.

Olives tournantes : fruits cueillis à la véraison et avant complète maturité, encore peu riche en huile, et ayant atteint une teinte légèrement rose clair à violet.

Olives noires: fruits cueillis à maturité, riches en huile, ayant acquis une teinte noire brillante ou mate, non seulement sur la peau mais dans l'épaisseur de la chair.



Olive noire

Olive tournante

Olive verte

Fig. 5 : les trois types d'olive.

Et en ce qui concerne les variétés, 'la picholine marocaine' constitue 90% du patrimoine oléicole national. Le reste, soit 10% est constitué de plusieurs variétés, en particulier 'lapicholine duLanquedoc' et 'dahbia' et quelques variétés espagnoles et italiennes (*picual, frantioi, manzanilla, hojibanca...*) [7].

4. Epoque de la récolte

L'olivier est un arbre auquel le climat bassin méditerranéen convient parfaitement hivers doux, automnes au printemps pluvieux, étés chauds et secs, une grande luminosité. Il lui faut une moyenne annuelle de température comprise entre 13 et 22°C.

L'époque de récolte est différente selon les variétés et les bassins de production. Les olives récoltées trop tôt ont une chair très dure et un goût de "bois". La récolte trop tardive se traduit par la présence d'olives dont l'épiderme est mauve voire noir. L'époque idéale de récolte peut être déterminée pour les olives vertes par l'appréciation de[8] :

- *la couleur* : le fruit est mûr lorsque son épiderme prend une couleur vert-jaune. ;
- *l'adhésion de la chair au noyau* : en coupant le fruit transversalement, on doit pouvoir détacher facilement (ou faire tourner) le noyau de la chair ;
- *la coloration du jus* : en pressant le fruit entre les doigts, le jus doit être laiteux et surtout ne pas être vert.

Généralement la récolte se fait entre les mois d'octobre et janvier.

5. Les bienfaitsde l'olive

• Socio-économique

Il est utilisé pour lutter contre l'érosion, valoriser des terres agricoles et donc fixer les populations dans des zones difficiles d'accès.

Sur le plan économique, la filière de l'olive permet de couvrir 17.63% des besoins du pays en huiles végétales alimentaires avec une production moyenne de 60000 tonnes/an. Elle permet également d'approvisionner des conserveries d'olives produisant en moyenne 120000 tonnes/an dont plus de la moitié est exportée. Il assure aussi une activité agricole qui génère près de 15 millions de journées de travail par an, soit l'équivalent de 60000 emplois permanents [9].

- **Anti-Cholesterol**

L'olive est riche en « bonnes graisses », elle possède 75% d'acides oléiques, qui est un acide gras mono-insaturé. Contrairement aux acides gras saturés plus largement consommé au quotidien, les acides gras mono-insaturés ont un effet bénéfique sur le cholestérol. Les olives sont également très pauvre en cholestérol, elles en contiennent seulement 0,2mg aux 100g [10].

- **Peu calorique**

Avec environ 150Kcal/100g, l'olive est trois à quatre fois moins calorique que la plupart des snacks apéritifs (chips, cacahuètes). Alors cet été on troque le bol de chips contre une poignée d'olives ! [10].

- **Riche en fer**

Consommer 100g d'olives noires permet de couvrir 45,5% des apports journaliers recommandés. Le fer est un minéral essentiel à notre organisme. Il permet d'oxygéner l'organisme et participe à la production des globules rouges [10].

- **Préserve la peau**

La forte teneur en vitamine E contenu dans l'olive permet de lutter contre le vieillissement épidermique. Elle protège également la peau contre les rayonnements ultraviolets du soleil [10].

- **Nettoie le tube digestif**

Les olives nettoient le tube digestif en profondeur et contribuent à l'hygiène interne. L'huile présente dans les olives lubrifie le colon et facilite l'évacuation des selles. Elles sont donc un puissant allié contre la constipation chronique [10].

- **Bénéfique pour les diabétiques**

L'olive est hypoglycémiant, ce qui la rend très intéressante pour les diabétiques. Des études ont permis de constater que l'indice de résistance à l'insuline apparaissait significativement plus faible chez les consommateurs d'huile d'olive [10].

II. Critères de qualité et de dégradation

Les olives de table prêtes à être mises à la consommation doivent avoir conservé les qualités exigées des fruits frais utilisés et qui sont rappelées ci-après:

1. Les critères de qualité

- Elles doivent être saines, charnues, résistantes à une faible pression des doigts, entières, non déformées, non écrasées, de couleur homogène.

- La chair devra en profondeur avoir la même coloration que l'épiderme.
- Elles seront sans tâches autres que les pigmentations naturelles, exemptes de piqûres, meurtrissures ou lésions, qu'elle qu'en soit l'origine.
- Elles devront avoir été cueillies au stade de maturité fixé pour leur catégorie.
- Elles devront être dépourvues de toute odeur ou saveur anormale.

2. Les critères de dégradation

- *Défectuosités de l'épiderme sans affecter la pulpe*

Marques superficielles qui affectent l'épiderme sans pénétrer dans le mésocarpe et ne résultant pas d'une maladie [11].

- *Défectuosités de l'épiderme affectant la pulpe*

Imperfections ou lésions du mésocarpe qui peuvent ou non être associées à des marques superficielles [11].

- *Fruits ridés*

Olives présentées entières, entières farcies, entières dénoyautées, en moitié et en quartiers (sauf présentations et types où les olives ont pour caractéristiques d'être ridées) : ridées à un point tel que leur aspect en est matériellement modifié [11].

- *Fruits mous ou fibreux*

- Olives excessivement ou anormalement molles : une légère pression entraîne une déformation de la pulpe.
- Olives fibreuses :elles se distinguent par une texture anormalement dure [11].

- *Couleur anormale*

Olives dont la coloration diffère nettement de celle qui caractérise le type commercial considéré et de celle de la moyenne des fruits contenus dans le récipient [11].

- *Domages causés par des insectes*

Fruits déformés ou comportant des tâches anormales ou un aspect anormal du mésocarpe [11].

- *Dégâts causés par des soins cultureux anormaux*

Fruits comportant des brûlures accidentelles de l'épiderme [11].

III. Moyens utilisables pour la conservation des olives

La conservation est généralement définie comme une méthode utilisée pour préserver un état existant ou pour empêcher une altération susceptible d'être provoquée par des facteurs chimiques (*oxydation*), physiques (*température, humidité*) ou biologique (*microorganisme*). La vitesse d'altération dépend des caractéristiques «intrinsèques» liées à l'aliment et aux conditions «extrinsèques» qui sont liées à l'environnement.

Les conditions intrinsèques et extrinsèques constituent des barrières (ou des obstacles) au développement des microorganismes ou aux mécanismes d'altération non microbienne. Les

techniques de conservation des aliments reposent sur l'exploitation de ce principe des barrières pour préserver la qualité et la sécurité des denrées alimentaires.

1. Conservation par voie chimique

a. Adjonction des additifs

Un additif alimentaire est défini comme n'importe quelle substance non consommée comme un aliment en soi et non employée comme un ingrédient caractéristique de l'aliment, qu'il ait une valeur nutritionnelle ou non, dont l'addition intentionnelle à l'aliment pour un but technologique dans la fabrication, le traitement, la préparation, l'emballage, le transport ou le stockage devient, ou peu s'attendre raisonnablement à devenir, lui ou l'un de ses dérivés, directement ou indirectement, un composant de cet aliment [12].

Suivant le but qui leur est assigné, on peut classer les additifs en différents groupes :

Conservateurs : Ils prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations dues aux micro-organismes.

Antioxydants : Ils prolongent la durée de conservation des denrées alimentaires en les protégeant des altérations provoquées par l'oxydation, telles que le rancissement des matières grasses et les modifications de la couleur.

Acidifiants : Ils augmentent l'acidité d'une denrée alimentaire et/ou lui donnent un goût acide.

Stabilisants : Ils permettent de maintenir l'état physico-chimique d'une denrée alimentaire.

Les additifs incorporés dans les olives de table selon le codex alimentarius

Type d'additif	Nom d'additif	Concentration maximale
Agents conservateurs	-Acide benzoïque et ses sels de sodium et de potassium.	1g/Kg (en acide benzoïque).
	-Acide sorbique et ses sels de sodium et de potassium.	0.5g /Kg (en acide sorbique).
Agents acidifiant	-Acide lactique.	15g/kg.
	-Acide acétique.	15g/kg.
	-Gaz carbonique.	Limitée par les BPF.
Antioxydants	-Acide L-ascorbique.	0.2g/kg
	-Acide rosmarinique	défini par l'industrie
	-Acide caféique	défini par l'industrie

Stabilisants	-Gluconate de Fer (pour stabiliser la couleur des olives noircies par oxydation).	0.15g/kg (en Fer total dans les fruits).
---------------------	-----------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------------

Tableau 1 : Les additifs autorisés dans les olives de table.

b. Saumure

Les saumures utilisées sont obtenues par la dissolution de chlorure de sodium comestible dans l'eau potable.

La saumure doit être filtrée, propre, dépourvue d'odeurs ou de saveurs anormales parfaitement limpide et exempte de matières étrangères non autorisées [12].

2. Conservation par voie physique

a. Le traitement thermique

- Blanchiment

Le blanchiment a pour but de diminuer la charge microbienne du produit sera fini et ne représente qu'un traitement d'appoint. A lui seul il ne peut garantir la stabilité biologique du produit fini [12].

- Pasteurisation

La pasteurisation et la stérilisation sont des traitements thermiques de stabilisation du produit fini. Des barèmes précis sont calculés pour garantir l'innocuité du produit [12].

b. L'emploi d'une atmosphère protectrice

L'incorporation d'un gaz neutre tel que l'azote et le gaz carbonique lors du conditionnement du produit fini, en sachets ou barquettes étanches, permet de ralentir les différents phénomènes d'altération (oxydation, prolifération microbienne...) [13].

c. Conservation par irradiation

Ioniser c'est soumettre les denrées alimentaires à l'action des radiations fondamentales pour les assainir ou les stériliser, et augmenter leur durée de vie. On peut utiliser des radiations gamma (Cobalt 60, Césium 137) ou des Rayons X [14].

Il y'a trois avantages de l'ionisation pour assainir ou stériliser:

- Traitement à froid: respecte les produits fragiles mieux que le chauffage.
- Traitement des produits déjà conditionnés: pas de recontamination bactérienne.
- Pas de résidus : produits de radiolyse sont instables contrairement aux conservateurs.

IV. Traitement des olives vertes

1. Procédé de fabrication

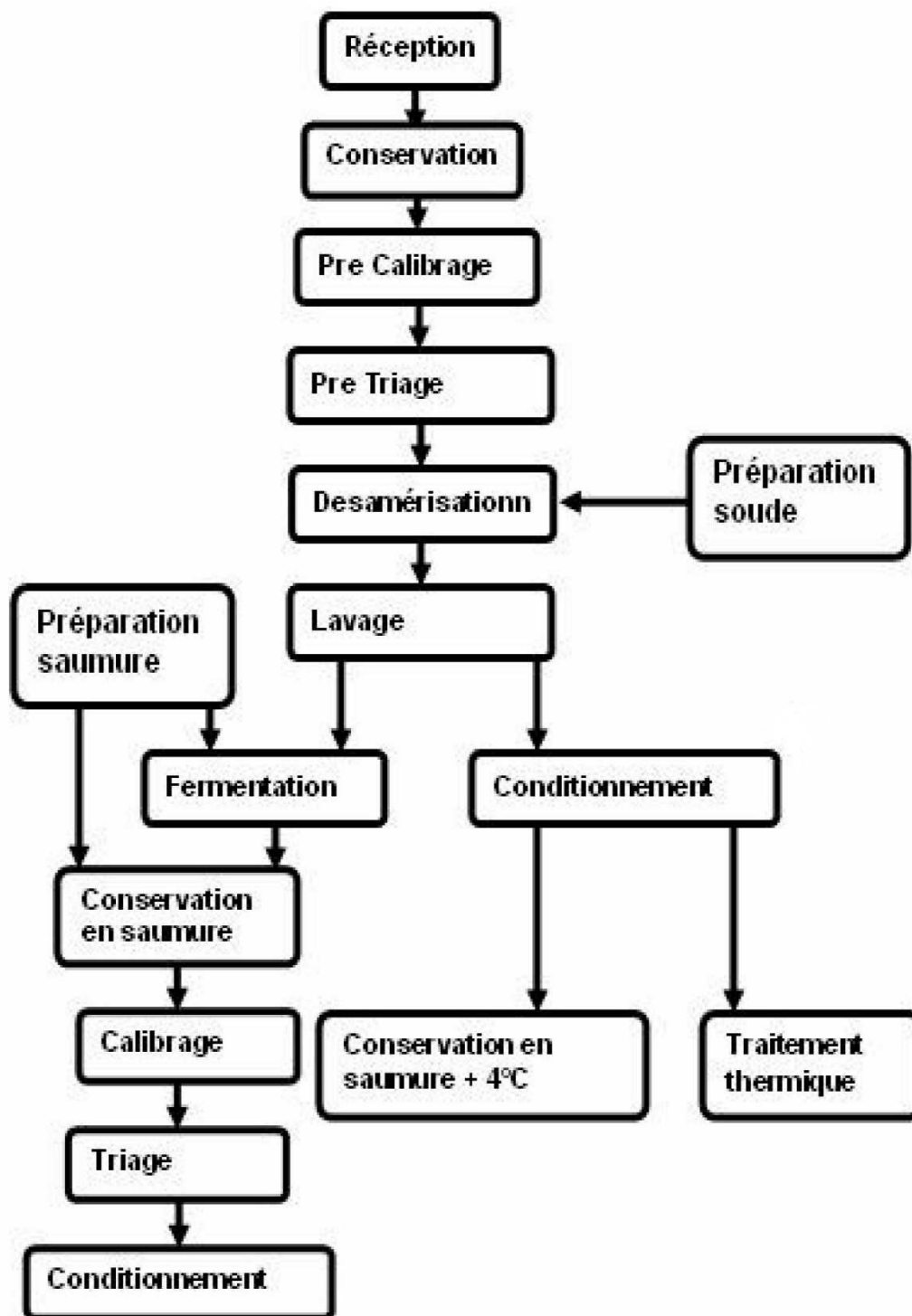


Fig. 6 : Procédé de fabrication des olives verte.

2. Description du procédé

➤ Réception

A l'arrivée à l'usine, les lots constituant le chargement doivent être contrôlés pour :

- L'acceptation ou le refus de la livraison. Ce contrôle est basé sur l'évaluation des critères tels que la taille du fruit, sa forme, les olives endommagées et la teneur en corps étrangers.
- La détermination des conditions opératoires des principales opérations d'élaboration à savoir la désamérisation et la fermentation.

➤ *Stockage*

Le délai entre la récolte et la désamérisation doit être le plus court possible. En moyenne il n'excèdera pas 24 heures à 20°C et 5 jours à 5°C.

➤ *Pré calibrage*

Le calibrage se fait selon la grosseur des fruits. Il s'exprime en nombre de fruits à l'hectogramme. Cette opération se fait dans une machine à câbles divergents.

➤ *Pré Triage*

Le triage des fruits se fait selon les critères suivants : variétés, degrés de maturité, état sanitaire, déformations.

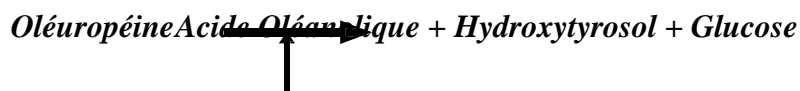
➤ *Désamérisation*

L'élimination de l'amertume a le but d'hydrolyser et rendre soluble l'oléuropéine, qui est le principe amer présent dans les olives. Pendant cette phase l'oléuropéine est scindé en métabolites qui sont successivement lessivés par l'eau pendant le lavage. La désamérisation peut être d'origine chimique comme. Elle se fait selon la réaction suivante:



Hydrolyse Alcaline(NaOH)

Ou d'origine biologique :



Action de la Béta-Glucosidase +Estérases

Pendant la phase d'élimination de l'amertume on utilise la soude en concentration variable, entre 2° et 3°selon la température du milieu, la variété des olives, l'état de maturation des drupes. La solution de soude doit être utilisée à température ambiante, car la préparation provoque une forte augmentation de la chaleur et, si elle est utilisée chaude, elle peut échauder la peau et même détériorer la chair des fruits.

Remarque :

- Les olives doivent être complètement immergées dans la solution de soude. En cas où elles sont exposées partiellement ou entièrement à l'air, elles noirciront rapidement d'une part et d'autre part, elles ne subiront qu'une partielle désamérisation.
- La désamérisation peut être considérée comme terminée lorsque le front de pénétration de la solution dans le mésocarpe des drupes a atteint les 2/3 de la pulpe. Une coupe longitudinale est effectuée sur chaque fruit, la partie du fruit touchée par la lessive de soude prend rapidement une coloration brunâtre. Cette coloration devient rougeâtre si le phénophtaléine est étalé sur la chair de l'olive coupée.
- La durée de l'opération est de 8 à 12 heures. Elle est en fait dépendante de la concentration de la soude dans la solution, de la température, du degré de maturation des olives.

➤ *Lavage*

Après la désamérisation, il faut procéder efficacement au lavage des olives. L'objectif principal est d'éliminer la quasi-totalité de la soude entraînée par l'olive. Il faut cependant bien gérer cette opération de manière à minimiser les pertes de la matière fermentescibles soluble dans le fruit et les composés responsables pour le maintien du pouvoir tampon au cours de la fermentation.

➤ *Fermentation*

Après le lavage adéquat il faut protéger les olives du noircissement causé par l'oxydation à l'air. On procède donc à un égouttage ne dépassent pas 10 mn avant de les introduire dans une saumure titrant 10 à 12 °Be pour la fermentation. L'objectif de cette opération est de stabiliser les olives et leur conférer des caractéristiques organoleptiques meilleures.

La fermentation se fait dans des cuves souterraines ou dans des fûts de 200 litres de volume. Les matériaux utilisés dans la construction de ces équipements doivent être compatibles avec les produits alimentaires.

➤ *Conservation dans la saumure*

Les olives après la fermentation sont conservées dans une saumure titrant 10°Be. On placera les olives dans un local le plus frais possible. Les olives pourront être ainsi conservées pendant une durée déterminée.

➤ *Dénoyautage et l'ajout de la farce*

Le dénoyautage et l'ajout de la farce sont souvent appliqués à l'olive verte. Un contrôle sérieux est nécessaire au niveau de la dénoyauteuse. Un programme de contrôle statistique doit être élaboré et appliqué. Le nombre d'olives défectueuses sortant de la machine doit être inférieur à la limite fixée par le constructeur.

➤ *Calibrage et triage*

Le calibrage est fait dans un calibre à câbles divergents capable de donner des lots d'olives dont le calibre est homogène. L'écart type caractérisant la distribution des calibres est très réduit.

L'opération de triage qui se fait toujours manuellement a pour but d'éliminer toute olive défectueuse qui ne répond pas au critère de qualité consignés dans la procédure du triage...

➤ *Conditionnement et emballage*

C'est une opération qui clôt le processus d'élaboration des olives vertes confites en saumure. Elle doit être conduite dans des conditions d'hygiène requises. Que la présentation se fait dans des emballages hermétiques ou non hermétique, les caractéristiques de la saumure doivent être en conformité avec les bonnes pratiques de fabrication assurant la stabilité des olives.

A decorative frame resembling a scroll, with a blue outline and rounded corners. The frame is open on the left side, and the text is centered within it.

Chapitre 2 : Plan d'expériences

I. Introduction

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

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

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

Définition

La méthodologie des plans d'expériences correspond à une série d'essais définis à partir d'une stratégie optimale permettant la prédiction d'une réponse avec le minimum d'erreurs et un minimum d'essais sur la base d'un modèle postulé [15].

Selon la [Norme ISO 3534-3] ils constituent essentiellement une planification d'expériences, afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique.

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

- *Les facteurs* : variables qui agissent sur le système étudié. Leurs valeurs varient entre borne supérieure (niveau haut) et borne inférieure (niveau bas). L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur.
- *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.

II. Avantages et domaines d'application des plans d'expériences

1. Avantages

Dans l'industrie, la connaissance de la méthode des plans d'expériences apparaît aujourd'hui comme un préalable. Les avantages de la méthode par rapport à une méthode d'expérimentation traditionnelle sont nombreux, notamment [15]:

- ✓ Moins d'essais ;
- ✓ Des essais planifiés ;
- ✓ Connaître les effets des facteurs
- ✓ Précision et optimisation facile des résultats ;
- ✓ Fiabilité et reproductibilité des résultats ;

- ✓ Interprétation graphique simple ;
- ✓ Révélation d'interactions entre paramètres ;
- ✓ Etablir une modélisation mathématique de la réponse.
- ✓ Conclusion fiables ;
- ✓ Amélioration de la qualité des produits et des procédés ;
- ✓ Capitalisation du savoir-faire.

2. Domaines d'application

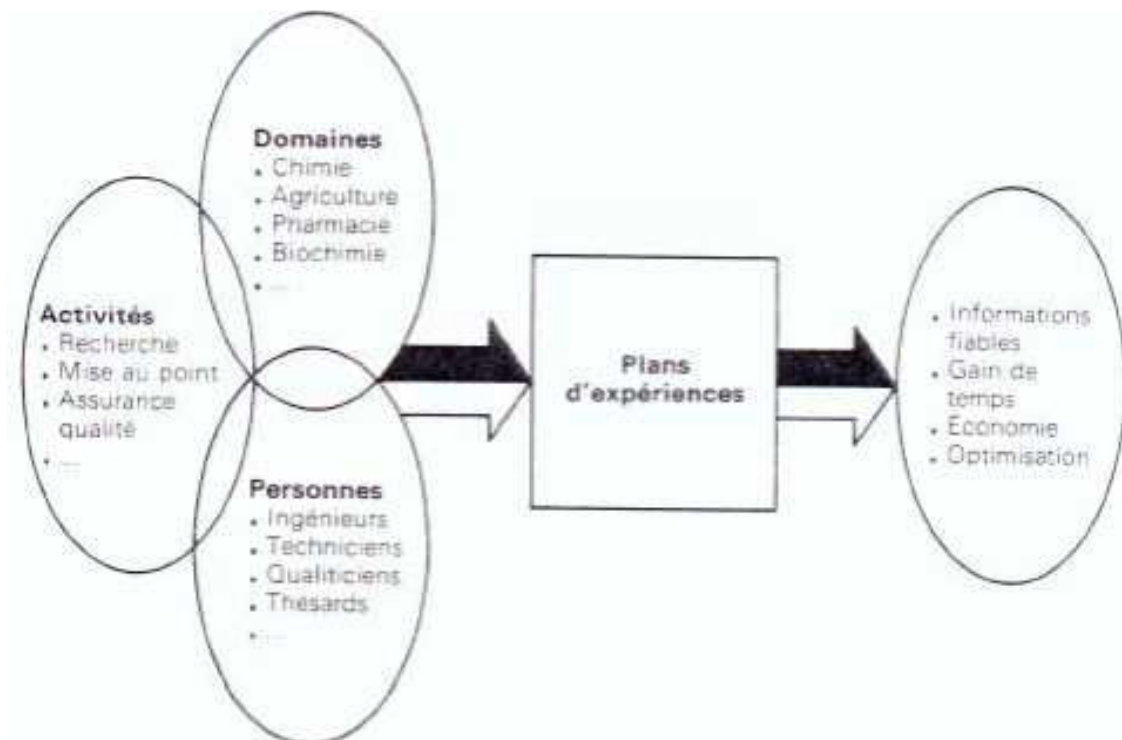


Fig. 7 : Domaines d'application des plans d'expériences.

III. Types des plans d'expériences

1. Plan de criblage : Placket-Burmann

Ce type de plans est conçu 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 on trouve le plan *Placket-Burmann*.

Le plan *Placket-Burmann* permet d'étudier un grand nombre de facteurs en peu d'essais. Leur hypothèse est que l'ensemble des interactions entre facteurs est négligeable face aux effets des facteurs. Autrement dit, ce type de plan permet uniquement d'étudier les effets des facteurs principaux et non les interactions [16].

Ces plans sont basés sur la matrice d'*HADAMARD*.

<i>Expérience</i>	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7
-------------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

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

Tableau 2 : Matrice d'expérience de type Placket-Burmann pour 7 facteurs.

2. Plans factoriels complets

Les plans factoriels complets sont les premiers outils de planification des essais qui ont été mis au point au début du 20ème siècle. Très efficace car les seuls capables de prendre en compte l'ensemble des interactions entre facteur, il trouve à contrario rapidement leur limite au regard du nombre d'essais à réaliser [17].

Le nombre d'expériences se calcule avec la formule suivante : $N = 2^k$

k : nombre de facteurs

La matrice des essais comporte k colonnes et 2^k lignes. Elle se construit de la façon suivante :

- Colonne du 1^{er} facteur : alternance de -1 et +1.
- Colonne du 2^{ème} facteur : alternance de -1 et +1 de 2 en 2
- Colonne du 3^{ème} facteur : alternance de -1 et +1 de 4 en 4
-

Expérience	X_1	X_2	X_3
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1

Tableau 3 : Matrice d'expérience d'un plan factoriel complet pour 3 facteurs.

3. Plan de surface de réponse

Un plan de surface de réponse est un ensemble de techniques avancées de plan d'expériences qui permet de mieux comprendre et d'optimiser la réponse. Ils permettent aussi une bonne modélisation des phénomènes étudiés par des modèles mathématiques du second degré [18].

La méthodologie du plan de surface de réponse est souvent utilisée pour mettre au point des modèles suite à la détermination de facteurs importants à l'aide de plans factoriels

Ils existent plusieurs types de ces plans tels que *les plans composites centrés*, *Box-Behnken* et de *Doehlert*.

a. Les plans composites centrés

Sont des plans de surface de réponse qui peuvent ajuster un modèle quadratique. Ils sont souvent utilisés lorsque le plan demande une expérimentation séquentielle, car ces plans peuvent intégrer des informations provenant d'une expérience factorielle correctement planifiée [18].

- *Le plan factoriel* : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine d'étude.
- *Le plan en étoile* : les points du plan en étoile sont sur les axes et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude.
- *Les points au centre* du domaine d'étude. On prévoit toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude.

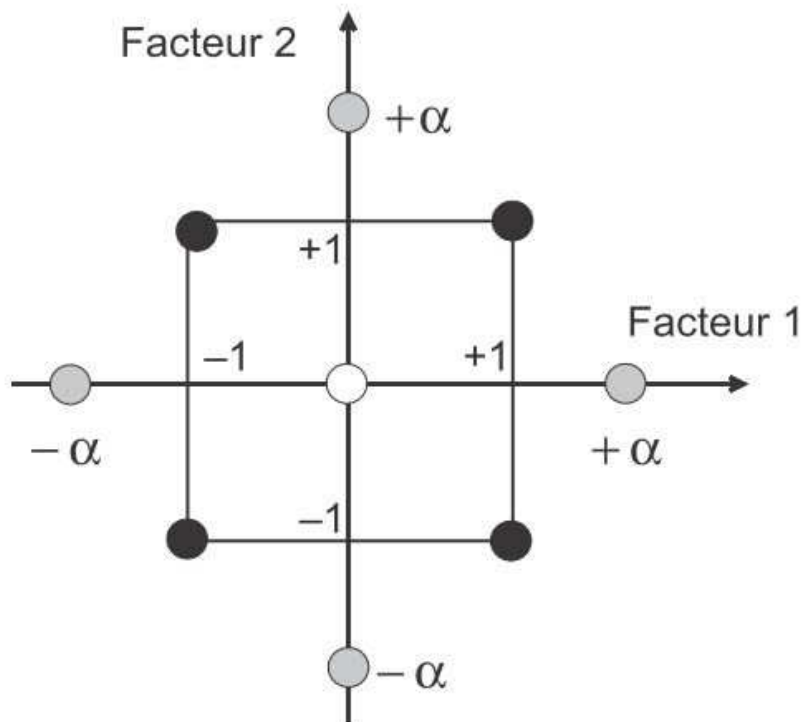


Fig. 8 : Plan composite a2 facteurs.

Les points factoriels sont en noirs, les points en étoile sont en gris clair, les points centraux sont en blanc.

Le nombre total n d'essais à réaliser est la somme des essais du plan factoriel (n_f), des essais du plan en étoile (n_a) et des essais au centre (n_0). Le nombre n des essais d'un plan composite est donné par la relation : $n = n_f + n_a + n_0$

Le nombre de niveaux est 5 pour chacun des facteurs et seulement 3 lorsque l'on a un plan composite à faces centrées.

<i>Expérience</i>	X_1	X_2	X_3
1	-1	-1	-1
2	1	-1	-1
3	-1	1	-1
4	1	1	-1
5	-1	-1	1
6	1	-1	1
7	-1	1	1
8	1	1	1
9	-1	0	0
10	1	0	0
11	0	-1	0
12	0	1	0
13	0	0	-1
14	0	0	1
15	0	0	0

Tableau 4 : Matrice d'expérience d'un plan composite centré pour 3 facteurs.

b. Les plans de Box-Behnken

Les plans de *Box-Behnken* sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité. On peut entreprendre l'étude des k premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués [19].

Ce type de plans possède des combinaisons de traitement qui sont situées aux points centraux des bords de l'espace expérimental et qui requièrent au moins trois facteurs continus. Et comme ces plans comportent souvent moins de points, leur coût peut être moins élevé que celui des plans composites centrés pour le même nombre de facteurs.

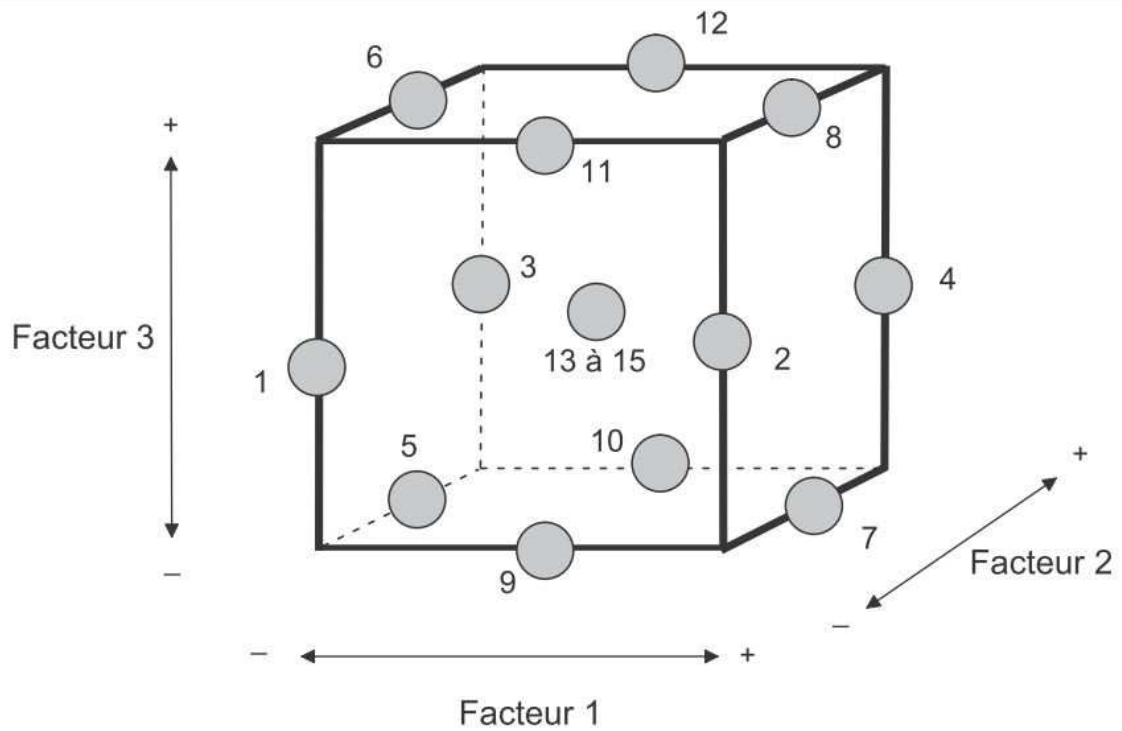


Fig. 9 : Plan de Box-Behnken pour 3 facteurs.

Il y a 12 points d'expériences au milieu des arêtes du cube et trois points au centre. Ces expériences sont regroupées dans le tableau ci-dessus.

<i>Expérience</i>	X_1	X_2	X_3
<i>1</i>	-1	-1	0
<i>2</i>	1	-1	0
<i>3</i>	-1	1	0
<i>4</i>	1	1	0
<i>5</i>	-1	0	-1
<i>6</i>	1	0	-1
<i>7</i>	-1	0	1
<i>8</i>	1	0	1
<i>9</i>	0	-1	-1
<i>10</i>	0	1	-1
<i>11</i>	0	-1	1
<i>12</i>	0	1	1
<i>13</i>	0	0	0
<i>14</i>	0	0	0
<i>15</i>	0	0	0

Tableau 5 : Matrice d'expérience d'un plan Box-Behnken pour 3 facteurs.

c. Plan de Doehlert

Ces plans permettent également l'introduction facile de nouveaux facteurs. Les nouvelles expériences viendront compléter les premières et aucune expérience ne sera perdue. La seule précaution à prendre est de maintenir les facteurs non étudiés à une valeur constante (niveau 0) pendant l'étude des facteurs actifs [20].

<i>Nombre de facteurs</i>	<i>Expérience</i>	X_1	X_2	X_3	X_4
<i>2 facteurs</i>	1	1	0	0	0
	2	-1	0	0	0
	3	0,5	0,866	0	0
	4	-0,5	-0,866	0	0
	5	0,5	-0,866	0	0
	6	-0,5	0,866	0	0
<i>3 facteurs</i>	7	0,5	0,289	0,816	0
	8	-0,5	-0,289	-0,816	0
	9	0,5	-0,289	-0,816	0
	10	0	0,577	-0,816	0
	11	-0,5	0,289	0,816	0
	12	0	-0,577	0,816	0
<i>4 facteurs</i>	13	0,5	0,289	0,204	0,791
	14	-0,5	-0,289	-0,204	-0,791
	15	0,5	-0,289	-0,204	-0,791
	16	0	0,577	-0,204	-0,791
	17	0	0	0,612	-0,791
	18	-0,5	0,289	0,204	0,791
	19	0	-0,577	0,204	0,791
	20	0	0	-0,612	0,791
<i>centre</i>	21	0	0	0	0

Tableau 6 : Matrice d'expérience d'un plan Doehlert pour 4 facteurs.

d. Plans de mélanges

Les plans de mélange sont utilisés lorsqu'on veut étudier des produits composés de plusieurs constituants. L'objectif est de trouver la loi qui régit une ou plusieurs réponses en fonction de la composition du mélange. La somme des proportions massiques ou volumiques des différents constituants est égale à 1 dans le mélange.

Quand on n'impose aucune contrainte aux concentrations des constituants, le domaine expérimental est un simplexe, c'est-à-dire un polyèdre régulier. Pour un mélange de 3

constituants, le domaine expérimental est donc un triangle équilatéral, pour 4 constituants c'est un tétraèdre régulier. On impose fréquemment un minimum et un maximum de concentration pour chaque constituant du mélange.

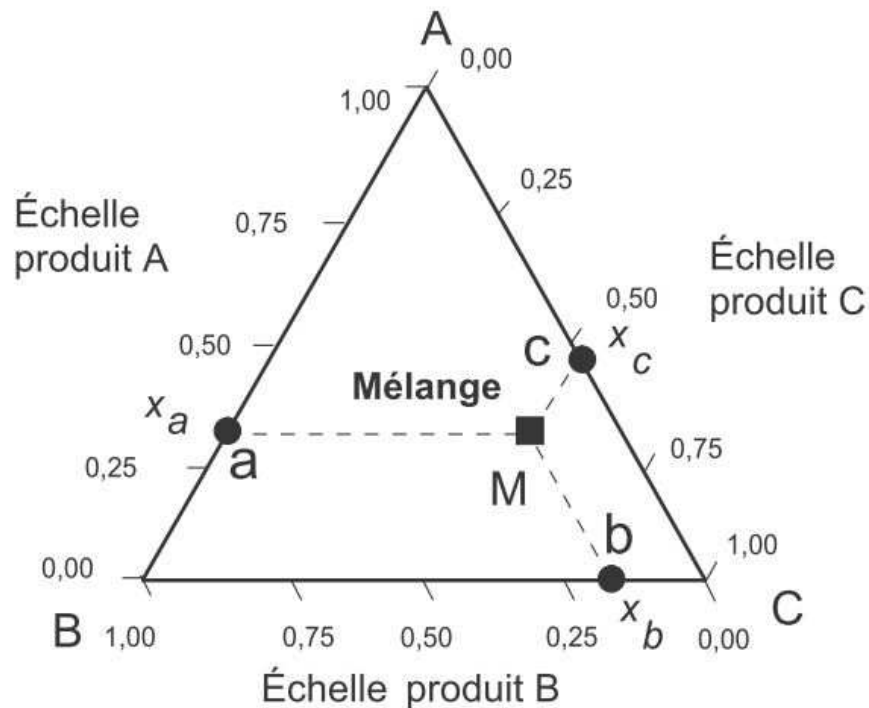


Fig. 10 : Plan de mélanges sans contrainte pour 3 constituants.

IV. Démarche suivie

1. Choix de la réponse, les facteurs et leurs niveaux

L'étude doit avant tout avoir un but précis : minimiser un coût de fabrication, chercher les paramètres influents,...

A ce niveau, il est important de rassembler l'ensemble des personnes ayant à titre divers une connaissance du sujet : l'ingénieur de production, le responsable du laboratoire d'analyses, le technicien en charge de la fabrication, l'opérateur de fabrication... Tous peuvent fournir une information essentielle pour les questions suivantes :

- Choix de la réponse la plus judicieuse.
- Moyens de mesure adaptés.
- Facteurs potentiellement influents.
- Choix du domaine d'étude de ces facteurs.
- Eventuelles interactions à rechercher.
- Contrôle des facteurs non étudiés.

2. La réalisation des expériences

Un soin tout particulier doit être apporté à l'exécution des essais. Si on ne réalise pas personnellement les essais, il faut notamment vérifier que les facteurs contrôlables mais non étudiés soient bien fixés à des valeurs précises. De même si un des facteurs étudiés est un composé chimique, il est bien préférable de ne pas avoir à changer de lot de matière première durant l'ensemble de l'expérimentation.

Généralement on choisit un plan factoriel complet si on a moins de 5 facteurs, s'il y'a plus que 5 on effectue un criblage des facteurs dans un premier lieu.

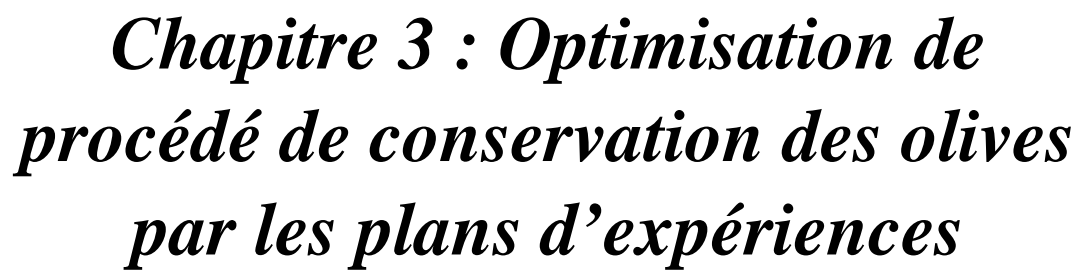
3. Interprétation des résultats des essais

Comme première approche, le plan d'expérience peut être conçu comme un moyen de savoir quels sont les facteurs ou les interactions qui ont une influence statistiquement significative sur la réponse étudiée. L'exploitation des résultats expérimentaux est souvent assez rapide surtout avec un logiciel (dans notre cas on utilise *NEMRODW*).

Le principe de l'exploitation est simple : il consiste à calculer les coefficients du modèle polynomial ; plus la valeur absolue du coefficient est élevée, plus le terme correspondant (facteur simple ou interaction) sera influent sur la réponse étudiée. La difficulté est plutôt de pouvoir distinguer une véritable influence et le rôle de l'incertitude entachant inévitablement toute mesure.

En conclusion de l'étude on fournit la liste des facteurs influents la plupart du temps l'expression du modèle en retenant que les coefficients jugés statistiquement significatifs.

Il est bon de signaler que le modèle obtenu ne peut être utilisé qu'à l'intérieur du domaine d'étude, toute extrapolation est très risquée car elle pourrait apporter des résultats bien différents de ceux attendus.

A decorative border in the shape of a scroll, with a blue outline and rounded corners. The text is centered within this border.

***Chapitre 3 : Optimisation de
procédé de conservation des olives
par les plans d'expériences***

I. Introduction

Dans notre projet on s'est intéressé aux problèmes liés à la conservation des olives vertes, car la société a subi des pertes économiques très importantes. Cette perte est due à l'oxydation des olives vertes. Donc notre objectif principal réside dans l'augmentation du temps de conservation de ces olives en utilisant un antioxydant naturel (*Romarin*).

II. Partie expérimentale

1. Procédure de l'étude

Notre étude consiste à la réalisation des essais sur des olives vertes, en variant plusieurs facteurs influents le processus de conservation, tout en suivant la procédure d'étapes du procédé. La seule chose qu'on va modifier dans le procédé, c'est l'ajout d'un antioxydant plus précisément le *Romarin*.

Cette étude sera réalisée en 2 étapes :

- La première étape (*exploratoire*) qui consiste à un criblage de type *Placket-Burmann* de facteurs potentiellement influents.
- La deuxième étape (*optimisation*) qui a pour but de déterminer les conditions optimales de conservation des olives vertes, en fonction des facteurs choisis. Dans ce cas on va utiliser un plan de surface de la réponse plus précisément un plan de *Box-Behnken*.

a. Qu'est-ce que le Romarin

Le Romarin du latin *Rosmarinus officinalis* «*Rosée de la mère*», C'est un arbrisseau aromatique, poussant à l'état sauvage sur le pourtour méditerranéen, en particulier sur sol calcaire. On peut aussi le cultiver dans les jardins. Il est toujours vert de 1 à 2m et qui peut vivre plus de trente ans[21].



Fig. 11 : Le romarin

b. Les utilisations du Romarin

- le romarin est utilisé dans les aliments cuits, viande et produits de viande, les aliments industriels, sauces.

- On fait avec le romarin, des bains fortifiants. Mais aussi des bains calmants, contre les douleurs des rhumatismes. On peut l'utiliser aussi contre les douleurs d'estomac.
- Il est recommandé pour l'amélioration de circulation sanguine, particulièrement la circulation cérébrale.
- Il peut être utilisé comme un antibactérien, il limite dans ce cas le développement de certains agents pathogènes ;
- Il a également des effets anti-inflammatoires, grâce à l'acide rosmarinique qu'il contient.
- Le romarin possède des antioxydants (*acide rosmarinique et caféique*) qui lui permettent de lutter efficacement contre les radicaux libres [22].

1. Plan de criblage

a. Choix des facteurs et du domaine de variation

Après une analyse de processus et une discussion avec le responsable de service qualité, on a trouvé que les facteurs les plus influents sur le procédé de conservation des olives vertes et leurs domaines de variation sont les suivants:

	<i>Facteurs</i>	<i>Niveau Bas</i>	<i>Niveau Haut</i>
X_1	<i>[NaOH]</i>	2°	3°
X_2	<i>Temps d'attaque par NaOH</i>	8h	12h
X_3	<i>Lavage par l'eau</i>	1 fois (3h)	2 fois (3h)
X_4	<i>Saumure</i>	8°	12°
X_5	<i>Antioxydant (Romarin)</i>	0 g/Kg	2 g/Kg
X_6	<i>Temps total de traitement</i>	6 jours	12 jours

Tableau 7: Les facteurs et leurs niveaux pour le criblage.

b. Choix de la réponse

L'intérêt majeur de la société était d'avoir des olives vertes qui peuvent être conservés le plus longtemps possible. Pour cela et après une discussion avec les responsables, on a décidé que la réponse va être la coloration des olives et elle va être mesurée à l'aide d'une analyse sensorielle, donc on note : **la réponse = coloration des olives**

- Définition de l'analyse sensorielle

L'analyse sensorielle permet d'étudier les caractéristiques sensorielles des produits en faisant intervenir l'homme comme instrument de mesure : examen des propriétés organoleptiques d'un produit par les organes des sens (*odorat, vue, toucher, ouïe, goût*) [23].

Selon les cas, elle peut être menée par des experts et / ou des consommateurs (tests naïfs). Dans notre cas on a choisi un groupe de 10 personnes aléatoires. Ce groupe va tester les produits, ensuite il va les noter de 0 jusqu'à 9. Plus la notation augmente plus l'appréciation augmente.

c. Modèle mathématique postulé

Le modèle polynomial postulé est de premier degré sans interaction:

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

Avec : $b_1, b_2, b_3, b_4, b_5, b_6$, les coefficients successivement des paramètres $X_1, X_2, X_3, X_4, X_5, X_6$.

d. Matrice d'expériences

Les matrices d'expérience sont basées sur les matrices *d'Hadamard* qui existent pour un nombre d'expériences N multiples de 4.

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

La dernière ligne de la matrice *d'Hadamard* est toujours une ligne ne comportant que des signes négatifs. Dans cette étude on a 6 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 3 :

<i>N° Expérience</i>	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6
1	1	1	1	-1	1	-1
2	-1	1	1	1	-1	1
3	-1	-1	1	1	1	-1
4	1	-1	-1	1	1	1
5	-1	1	-1	-1	1	1
6	1	-1	1	-1	-1	1
7	1	1	-1	1	-1	-1
8	-1	-1	-1	-1	-1	-1

Tableau 8 : Matrice d'expérience de Plackett-Burmann en variable réduites.

e. Plan d'expérience

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

<i>N° Exp</i>	<i>[NaOH]</i>	<i>Temps d'attaque par NaOH</i>	<i>Lavage</i>	<i>Saumure</i>	<i>Antioxydant</i>	<i>Temps total de traitement</i>	<i>Note</i>
<i>Unité</i>	<i>Degré Baumé</i>	<i>Heure</i>	<i>Nombre de fois</i>	<i>Degré Baumé</i>	<i>g/Kg</i>	<i>Jours</i>	
1	3°	12	2 (3h)	8°	2	6	6,4

2	2°	12	2 (3h)	12°	0	12	6,7
3	2°	8	2 (3h)	12°	2	6	7
4	3°	8	1 (3h)	12°	2	12	8,2
5	2°	12	1 (3h)	8°	2	12	7,4
6	3°	8	2 (3h)	8°	0	12	6,3
7	3°	12	1 (3h)	12°	0	6	6,5
8	2°	8	1 (3h)	8°	0	6	6

Tableau 9 : plan d'expérimentation avec résultats associés.

f. Traitement des résultats

- Table d'ANOVA

Source de variation	SCE	ddl	CM	F _{cal}	p-value	R ²	R ² _{aj}
Régression	3,5075	6	0,5846	467.6667	3,54%	0.9997	0.998
Résidus	0,0012	1	0,0012				
Total	3,5087	7					

Tableau 10 :ANOVA de criblage.

D'après le tableau d'ANOVA ci-dessus on conclut que le modèle statistique choisi est validé car on a :

- P-value = 3,54% < 5%
- R² > 0.8
- R²_{aj} > 0.7

- Graphe des effets

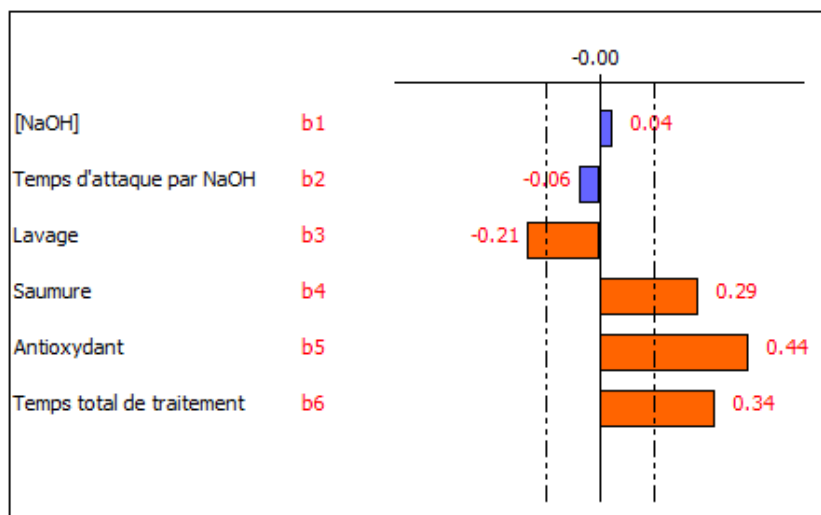


Fig. 12 : Graphe des effets.

L'analyse du graphe des effets montre que l'antioxydant (*Romarin*), le temps total de traitement, la saumure ont un effet significatif et positive sur la réponse. Par contre le lavage a un effet négatif sur la réponse.

- **Diagrammes de Pareto des effets individuels et des effets cumulés**

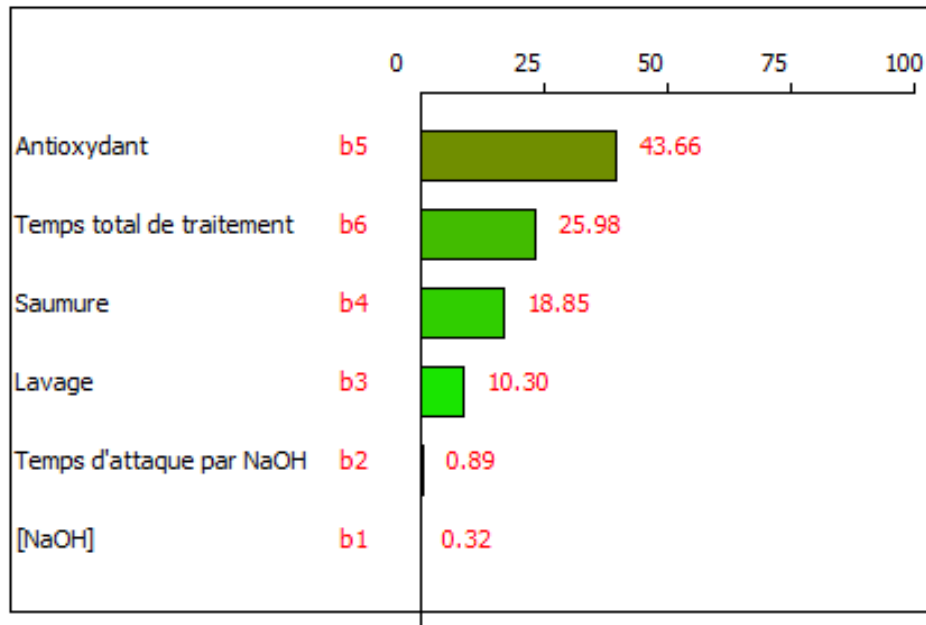


Fig. 13 : Diagramme de Pareto des effets individuels.

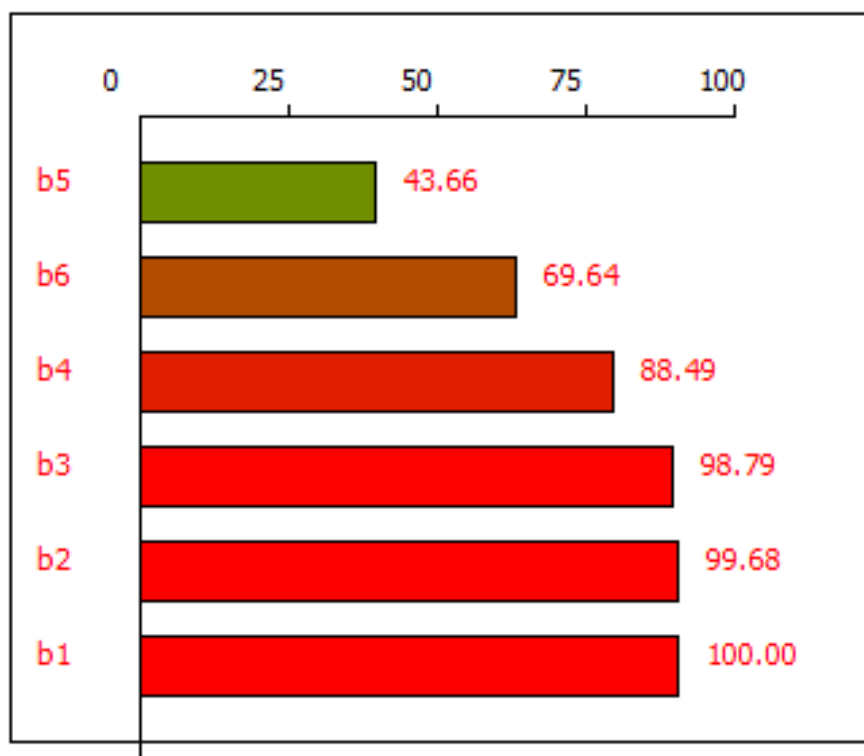


Fig. 14 : Diagramme de Pareto des effets cumulés.

L'analyse des diagrammes de *Pareto* des effets individuels et cumulés confirme ce qu'on a trouvé dans le graphe des effets. En effet il montre que l'antioxydant (*Romarin*), le temps total de traitement, la saumure, le lavage contrôlent environ 100% des effets sur la réponse.

- *Table d'estimation des effets*

<i>Coefficient</i>	<i>Poids</i>	<i>Ecart-Type</i>	<i>t(exp)</i>	<i>p-value</i>
b_0	6,813	0,0125	545	0,12%
b_1	0,037	0,0125	3	20,50%
b_2	-0,062	0,0125	-5	12,50%
b_3	-0,212	0,0125	-17	3,74%
b_4	0,288	0,0125	23	2,77%
b_5	0,437	0,0125	35	1,82%
b_6	0,337	0,0125	27	2,36%

Tableau 11 :estimation des effets de criblage.

D'après le tableau d'estimation des effets les facteurs ayant une statistiquement significative sont :

- b_3 = effet de lavage par l'eau
- b_4 = effet de Saumure
- b_5 = effet de Antioxydant (*Romarin*)
- b_6 = effet de Temps total de traitement

Donc le modèle polynomial obtenu dans cette première étude est le suivant :

$$Y = 6.813 + 0.288*X_4 + 0.437*X_5 + 0.337*X_6$$

g. Conclusion

D'après les résultats trouvés et pour des raisons économiques et techniques on conservera seulement 3 facteurs (Saumure, Antioxydant et Temps total de traitement). On éliminera les 3 autres facteurs dans la prochaine étude et on les fixera dans leur niveau bas.

2. Plan de surface de la réponse

a. Choix des facteurs et du domaine de variation

L'étude qu'on va faire par plan de surface va se limiter seulement sur les 3 facteurs conservés

	<i>Facteurs</i>	<i>Niveau Bas</i>	<i>Niveau Haut</i>
X_1	<i>Saumure</i>	8°	12°
X_2	<i>Antioxydant (Romarin)</i>	0 g/Kg	2 g/Kg
X_3	<i>Temps total de traitement</i>	6 jours	12 jours

Tableau 12 :Les facteurs et leurs niveaux pour le plan de surface de réponse.

b. Matrice d'expériences

Le plan de surface choisi dans notre projet est un plan de *Box Behnken* avec 12 expériences plus une au centre.

<i>Expérience</i>	X_1	X_2	X_3
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1
12	0	1	1
13	0	0	0

Tableau 13 :Matrice d'expérience de Box Behnken en variable réduites.

c. Plan d'expérience

Après avoir réalisé les 13 expériences citées auparavant, on a obtenu les résultats suivant suite un examen par les 10 mêmes personnes pour ne pas avoir des fluctuations très importantes.

<i>Expérience</i>	<i>Saumure</i>	<i>Antioxydant</i>	<i>Temps total de traitement</i>	<i>Note</i>
<i>Unité</i>	<i>Degré Baumé</i>	<i>g/Kg</i>	<i>Jours</i>	
1	8°	0	9	6,7
2	12°	0	9	6,9
3	8°	2	9	7,2
4	12°	2	9	8,2
5	8°	1	6	7
6	12°	1	6	7,2
7	8°	1	12	7
8	12°	1	12	7,8
9	10	0	6	6,9

10	10	2	6	7,1
11	10	0	12	6,9
12	10	2	12	8,4
13	10	1	9	6,6

Tableau 14 : plan d'expérimentation avec résultats associés.

d. Traitement des résultats

- Table d'ANOVA

Source de variation	SCE	ddl	CM	F_{cal}	p-value	R^2	R^2_{aj}
Régression	3,6956	9	0,4106	18.2498	1.8%	0.982	0.928
Résidus	0,0675	3	0,0225				
Total	3,7631	12					

Tableau 16 : ANOVA de plan de surface.

D'après le tableau d'ANOVA ci-dessus on conclut que le modèle statistique choisi est validé car on a :

- P-value = 1.8% < 5%
- $R^2 = 0.982 > 0.8$
- $R^2_{aj} = 0.928 > 0.7$

- Etude graphique des résidus

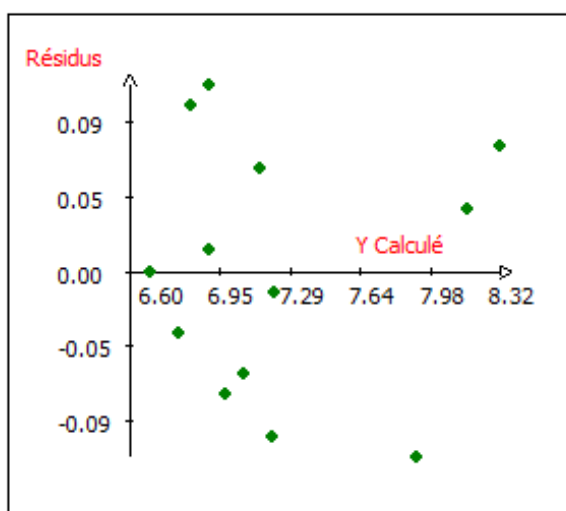


Fig. 15 : Résidus = f(Y Calculé)

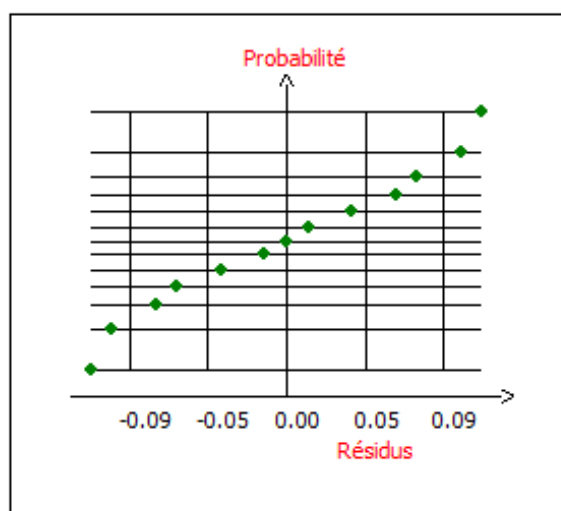


Fig. 16 : Droite d'Henry

L'analyse des résidus (Fig. 15) fait apparaître des dispositions aléatoires des résidus, donc il ne reste pas d'information à extraire.

D'après le graphe (Fig. 16), on remarque que toutes les valeurs des résidus s'alignent bien sur la droite de Henry et suivent une distribution normale, la distribution des valeurs des résidus autour de la droite d'Henry semble bonne.

Donc, le modèle mathématique est validé.

- **Graphe de désirabilité**

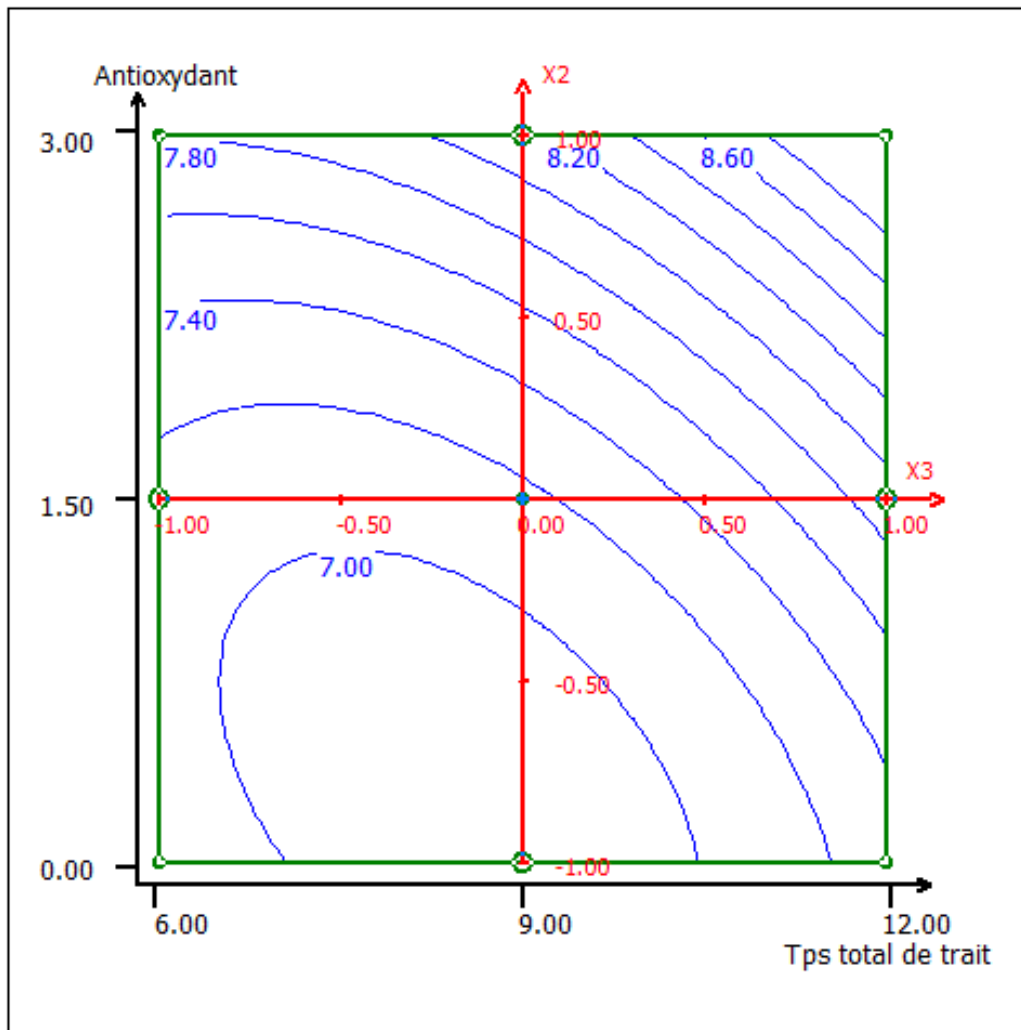


Fig. 17 : Diagramme de désirabilité.

N.B : Dans le graphe 2D de désirabilité ci-dessus le facteur Saumure a été fixé dans son niveau haut c'est-à-dire 12° Be.

L'analyse de ce graphe montre que plus on se dirige vers les niveaux haut des facteurs plus la note augmente c'est-à-dire l'appréciation des évaluateurs augmente.

Donc on doit fixer les 3 paramètres Saumure, Antioxydant, et Temps total de traitement dans leurs niveaux hauts pour une bonne qualité des olives.

- Graphes d'analyse canonique

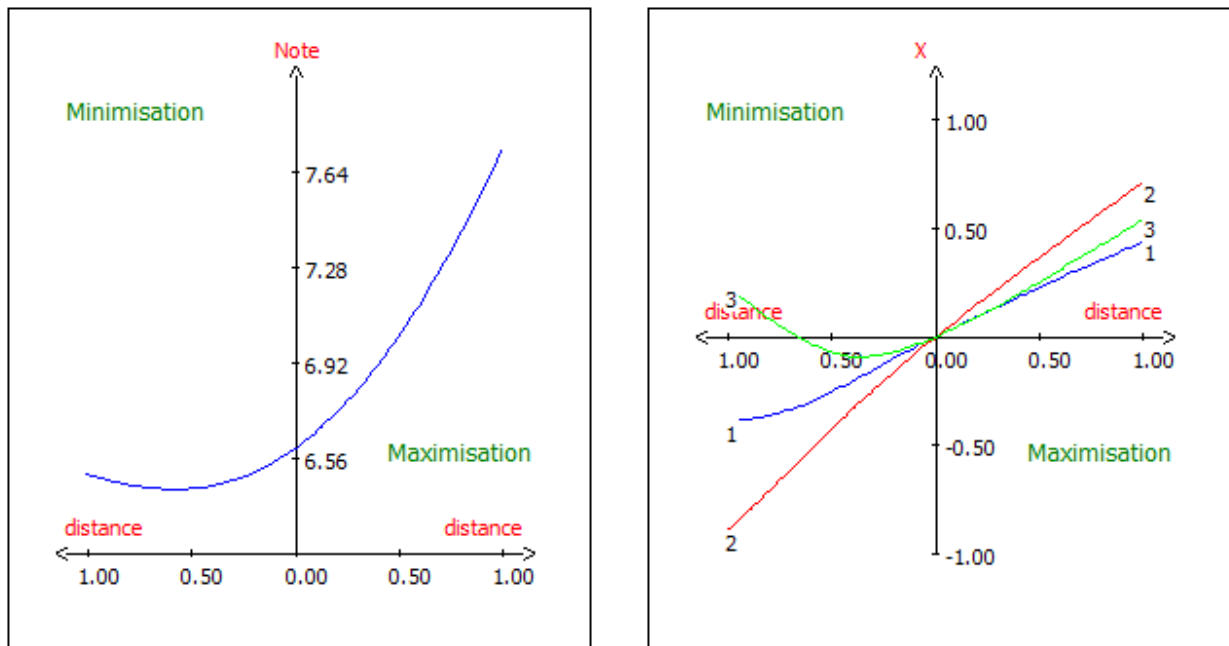


Fig. 18 : Graphes d'analyse canonique.

L'analyse de deux graphes d'analyse canonique confirme ce qu'on a trouvé dans le graphe de désirabilité, en effets plus on se dirige vers les niveaux haut des facteurs plus la note augmente c'est-à-dire l'appréciation des dégustateurs augmente.

Donc on doit fixer les 3 paramètres Saumure, Antioxydant, et Temps total de traitement dans leurs niveaux hauts pour une bonne qualité des olives.

- Table d'estimation des effets

Coefficient	Poids	Ecart-Type	t_{exp}	p-value
b_0	6,6	0,15	44	0,01%
b_1	0,275	0,053	5,19	1,36%
b_2	0,437	0,053	8,25	0,373%
b_3	0,238	0,053	4,48	2,08%
b_{11}	0,287	0,099	2,9	6,3%
b_{22}	0,362	0,099	3,65	3,54%
b_{33}	0,362	0,099	3,65	3,54%
b_{12}	0,200	0,075	2,67	7,6%
b_{13}	0,150	0,075	2	13,9%
b_{23}	0,325	0,075	4,33	2,27%

Tableau 15 :estimation des effets de plan de surface.

D'après le tableau 15 les effetsqu'ils ne sont pas statistiquement significative sont : b_{11} , b_{12} , b_{13}

Donc le modèle polynomial obtenu dans cette étude est le suivant :

$$Y = 6.6 + 0.275X_1 + 0.437X_2 + 0.238X_3 + 0.362X_2^2 + 0.362X_3^3 + 0.325X_2X_3$$

III. Conclusion

A la lumière de précédentes expériences (*Criblage et Optimisation*) et leurs résultats, on peut conclure que les conditions optimales pour avoir une faible oxydation des olives vertes lors de la conservation sont :

	<i>Facteurs</i>	<i>Niveau</i>
X_1	<i>[NaOH]</i>	2°
X_2	<i>Temps d'attaque par NaOH</i>	8h
X_3	<i>Lavage par l'eau</i>	1 fois (3h)
X_4	<i>Saumure</i>	12°
X_5	<i>Antioxydant (Romarin)</i>	2g/Kg
X_6	<i>Temps total de traitement</i>	12 jours

Tableau 17 : Les facteurs et leurs niveaux.

Conclusion générale

L'optimisation du procédé de conservation des olives vertes dans la société *CIOCAP*, en introduisant un nouveau facteur et en étudiant son effet sur le procédé était notre principal objectif dans ce stage.

Le 1^{er} chapitre était l'objet d'une recherche bibliographique sur les olives. Ensuite dans le 2^{ème} chapitre, on a détaillé les différents types des plans d'expériences. Et enfin dans le 3^{ème} chapitre, on a fait une optimisation du procédé de conservation des olives vertes par les plans d'expériences.

L'étude de plan de criblage (*Placket-Burmann*) 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, on a trouvé trois. Ensuite l'étude de plan de surface de réponse nous a permis d'optimiser le procédé et de trouver les conditions optimales de conservation.

Ce stage était une occasion pour mettre en pratique les connaissances que j'ai apprises lors de ma formation en *CAC*. C'était une opportunité de voir une autre face de l'univers industriel des conserves et produits agricoles.

Annexes

Table d'équivalence entre les degrés de l'aéromètre Baumé et la concentration de soude
(*NaOH*)

°Baumé	Concentration de soude en g/l	Concentration de soude en %
1	6,8	0,7
1,1	7,5	0,8
1,2	8,3	0,8
1,3	9	0,9
1,4	9,7	1
1,5	10,5	1
1,6	11,2	1,1
1,7	11,9	1,2
1,8	12,6	1,3
1,9	13,4	1,3
2	14,1	1,4
2,1	14,8	1,5
2,2	15,6	1,6
2,3	16,3	1,6
2,4	17	1,7
2,5	17,8	1,8
2,6	18,5	1,8
2,7	19,2	1,9
2,8	19,9	2
2,9	20,7	2,1
3	21,4	2,1
3,1	22,1	2,2
3,2	22,9	2,3
3,3	23,6	2,4
3,4	24,3	2,4
3,5	25,1	2,5
3,6	25,8	2,6
3,7	26,5	2,7
3,8	27,2	2,7
3,9	28	2,8
4	28,7	2,9

Table d'équivalence entre les degrés de l'aéromètre Baumé et la concentration de sel (*NaCl*)

° Baumé	Concentration de sel en g/l	Concentration de sel en %
0	0	0
0,4	4	0,4
0,8	8	0,8
1,2	12	1,2
1,6	16	1,6
2	20	2
2,4	24	2,4
2,8	28	2,8
3,2	32	3,2
3,6	37	3,7
4	41	4,1
4,4	45	4,5
4,8	49	4,9
5,2	53	5,3
5,6	58	5,8
6	62	6,2
6,4	66	6,6
6,8	71	7,1
7,2	75	7,5
7,6	79	7,9
8	84	8,4
8,4	88	8,8
8,8	93	9,3
9,2	97	9,7
9,6	102	10,2
9,8	104	10,4
10	106	10,6
10,4	111	11,1
10,8	116	11,6
11,2	120,30	12
11,6	124,59	12,4
12	128,89	12,8

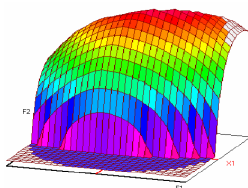
Références bibliographiques et webographiques

- [1] : https://fr.wikipedia.org/wiki/Economie_du_Maroc
- [2] : https://fr.wikipedia.org/wiki/Agriculture_au_Maroc
- [3] : EL BLALEM, C. (2013). Conservation des olives de table en seaux de plastiques, p 7-8.
- [4] : Guide de bonnes pratiques de fabrication des olives de table, version MAI 2007,p 11.
- [5] : <http://www.maison-huile.com/fr/fleurs.php>
- [6] : EL BLALEM, C. (2013). Conservation des olives de table en seaux de plastiques, p 7.
- [7] : EL HAJJOUJI, H. (2007). Evolution des caractéristiques physico-chimiques, spectroscopiques et écotoxicologiques des effluents d’huileries d’olive au cours de traitements biologique et chimique, p 17.
- [8] : Guide de bonnes pratiques de fabrication des olives de table, version MAI 2007,p 11.
- [9] : USAID/Morocco Mission : U.S. Agency for International Development, Développement de la filière olive,Mars 2006, p7.
- [10] : <http://www.femininbio.com/cuisine-recettes/conseils-astuces/vertus-bienfaits-l-olive-80021>
- [11] : Fédération des industries condimentaires de France, Code des bonnes pratiques loyales pour les olives de table, Déc. 2000, p 15-17.
- [12] : EL BLALEM, C. (2013). Conservation des olives de table en seaux de plastiques, p 19-21.
- [13] : Fédération des industries condimentaires de France, Code des bonnes pratiques loyales pour les olives de table, Déc. 2000, p 13.
- [14] : MEJRI, S. (2007). Traitement d’olives par des radiations gamma :effets sur certaines activités enzymatiques et sur la qualité de l’huile extraite, p17-18.
- [15] : GHALLOUT, H. (2014). Optimisation d’oxydation des olives tournantes par la méthodologie des plans d’expériences, p 33-34.
- [16] : <http://www.wikilean.com/Articles/Improve/5-Les-plans-de-Plackett-et-Burman-pour-Screening>
- [17] : <http://www.wikilean.com/Articles/Improve/3-Les-plans-factoriels-complets-pour-screening>
- [18] : <http://support.minitab.com/fr-fr/minitab/17/topic-library/modeling-statistics/doe/response-surface-designs/what-is-a-response-surface-design/>
- [19] : Goupy, J. Creighton, L. Introduction aux plansd’expériences3e édition, p 180.
- [20] : Goupy, J. Creighton, L. Introduction aux plansd’expériences3e édition, p 181.

[21] : http://garriguesauvage.bloguez.com/garriguesauvage/630951/#.VzXCLITJ_Dc

[22] : <https://potagersimon.wordpress.com/>

[23] : www.encyclopedie.fr/definition/analyse/sensorielle



Master ST CAC Agiq

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

Nom et prénom : Nour-eddine EL MEGHARI

Année Universitaire : 2015/2016

Titre : Optimisation de la conservation des olives vertes par utilisation du Romarin et par application des plans d'expériences

Résumé

L'industrie des olives de table est toujours en constante évolution au Maroc. Cette évolution n'empêche pas l'intervention des nouveaux problèmes qui nécessitent des nouvelles méthodes pour les traiter.

La contribution à l'optimisation d'un procédé ainsi que le traitement des défaillances au niveau de la production en utilisant la méthode des plans d'expériences est considérée actuellement comme le moyen le plus efficace disponible dans l'industrie agro-alimentaire pour assurer des résultats fiables avec le moindre coût.

Ce manuscrit présente les résultats de l'optimisation de conservation des olives vertes qui a été effectuée au sein de la société (*CIOCAP*) en appliquant la méthodologie des plans d'expériences.

Mots clés : plans d'expériences, plan de surface, criblage, conservation des olives, olives.