



TECHNIQUES D'ANALYSE CHIMIQUE ET CONTROLE DE QUALITE (TACCQ)

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Contrôle de qualité des produits intrants et validation
Des instructions de travail à la SICOPA**

Présenté par :

◆ **BOUAYAD KAOUTAR**

Encadré par :

- ◆ Melle **KABBAJ KENZA (Société)**
- ◆ Pr **CHAKROUNE SAID**

Soutenu Le XX Juin 2010 devant le jury composé de:

- - Pr **KANDRI YOUSSEF**
- - Pr **ALILOU EL HOUSSINE**
- -.Pr **CHAKROUNE SAID**

Remerciements

Avant tout développement sur cette expérience professionnelle, je saisis cette occasion pour présenter mes sincères remerciements, à Mr. Chakroune Saïd pour son accompagnement et son appui,

Je tiens à remercier Mr. Le Directeur de SICOPA pour son accueil au sein de la société.

Mes vifs remerciements vont également à Melle Kenza Kabbaj, responsable de laboratoire contrôle qualité pour sa générosité et son aide tout au long de ce stage.

Aussi, je remercie chaleureusement Melle Laila Mourzak et tout le cadre professionnel de SICOPA pour les conseils qu'ils ont pu me prodiguer au cours de ces deux mois et qui ont eu la gentillesse de faire de ce stage

Dédicace:

Je dédie ce travail à:

☞ A mes parents et surtout ma mère qui m'a soutenu et m'a apporté ses conseils durant toute ma vie

☞ A toute ma famille.

☞ A ceux que j'aime et qui sont toujours à mes cotés

Sommaire

Introduction.....	1
Présentation de Sicopa.....	2
Informations générales sur la société	2
Les lignes de production	3
Les marques et produits de SICOPA	4
I. A propos du contrôle de qualité	5
I.1. Introduction	6
I.2. Les caractéristiques d'un contrôle	6
I.3. La fréquence d'un contrôle	7
I.4. Type de contrôle	7
I.5. La position d'un contrôle	8
II. Contrôle qualité des produits intrants	9
II.1. Analyse d'eau de la chaufferie	10
II.1.a. Paramètres physiques	10
i. Température.....	10
ii. Potentiel hydrogène pH	10
iii. Conductivité électrique	11
II.1.b. Paramètres chimiques	12
i. dosage des chlorures	12
ii. Titre hydrométrique total (THT)	13
iii. Titre alcalimétrique (TA, TAC)	15
iv. Dosage des sulfites	18
II.2. Analyse de l'huile	19
II.2.a. Analyse organoleptique	19
II.2.b. Acidité	19
II.2.c. indice de peroxyde	20
II.3. Analyse du vinaigre	23

II.4. Analyse du sorbate de potassium	25
III. validation des instructions de travail a SICOPA	27
III.1. Déssalage des olives et artichauts	28
III.1.a. Principe	28
III.1.b. Mode opératoire	28
III.1.c. Interprétation	28
III.2. Humidité des olives et des câpres	31
III.2.a. Principe	31
III.2.b. Mode opératoire	32
III.2.c. Interprétation	33
Conclusion	36

Introduction

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 dernier 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 ces industriels 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.

Parmi les sociétés leaders dans le domaine agroalimentaire à Fès, on trouve la **Société Industrielle de Conserves et de Produits Agricoles du Maroc : SICOPA** où j'ai effectué mon stage et qui consistait à réaliser des contrôles de qualité des intrants

Ce rapport décrit en détail les étapes et les méthodes de tous ces contrôles ainsi que leurs résultats.

1.PRESENTATION DE L'ENTREPRISE: SICOPA

1.1-Informations générales sur la société :

La **SICOPA** (Société Industrielle de Conserves et de Produits Agricoles du Maroc) 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 Bannaa) à Fès, elle a été créée en 1974 par la famille **Benzakour Knidel**.

Depuis le mois de septembre 2008 ; la **SICOPA** fait partie du groupe Maroc Invest sous la direction de **Mr. Gean François Martinez**.

La **SICOPA** est une S.A.R.L (société à responsabilité limitée) qui possède un capital de 2.300.000.000 DH qui va bientôt augmenter pour devenir une S.A (société Anonyme). Elle emploie environ 150 personnes (y compris les temporaires) et elle dispose d'une unité supplémentaire de stockage et de transformation de certaines matières premières appelée « Pam Food » située sur la Route de SEFROU.

Presque 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, de l'Amérique (comme les états unis)...



1.2- Les lignes 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 de plusieurs produits à la fois ; ces lignes sont :

- ligne 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 surgelés** : elle est spécialisée dans les aliments qui se conditionnent en surgelés (comme les légumes grillés...)
- ligne boîte** : cette ligne fabrique des boîtes de 5 KG 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 mini poivrons avec différentes farces.
- ligne d'oxydation** : elle est spécialisée dans l'oxydation des olives vertes.
- ligne de dénoyautage et découpage en rondelles** : comme son nom l'indique ; cette ligne est spécialisée dans le dénoyautage 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 de Façon Grecque** : cette ligne produit l'olive noire ridée.
- 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 et spécialisée dans le séchage des tomates pour élaborer deux produits : tomates confites et tomates semi séchées surgelées.

1.4-Les marques et produits de SICOPA :



Les marques de SICOPA



La société peut aussi réaliser le conditionnement au nom d'une autre Marque de client :

Les produits :

SICOPA possède une très large gamme de produits et de variétés qui sont refait aux goûts de ses clients, on site :

- les olives de différentes variétés et spécialités
- les légumes grillés et les artichauts
- les câpres

Partie 1 :

*A propos du
contrôle de qualité*

I – CONTROLE DE QUALITE

I-1- Introduction :

« Contrôle : activités telles que mesurer examiner, essayer ou passer au calibre une ou plusieurs caractéristiques d'une entité et comparer les résultats aux exigences spécifiées en vue de déterminer si la conformité est obtenue pour chacune des caractéristiques. » (ISO8402:1994, § 2.15.).

Le contrôle est un acte technique permettant de déterminer la conformité d'un produit. Pour effectuer un contrôle sur un produit, il faut au préalable en déterminer les caractéristiques et choisir les limites ([tolérances](#)) à l'intérieur desquelles le produit est conforme. Il faut que ces limites soient connues par le « contrôleur » qui effectuera le contrôle.

Il implique également qu'à l'issue de l'acte technique de contrôle, une décision soit prise en ce qui concerne la conformité :

- produit conforme
- produit non-conforme qui doit être rejeté
- produit non conforme pouvant être retouché

- produit non-conforme pouvant être accepté en dérogation.

I-2-Les caractéristiques d'un contrôle

Un contrôle est défini par un certain nombre de paramètres :

- La fréquence de contrôle : systématique, par prélèvement
- la ou les caractéristiques du produit qui doivent être contrôlés.
- le type de contrôle : non destructif, destructif (parfois appelé « essai »).
- la méthode de contrôle : par mesure, par comparaison, par appréciation (contrôle visuel par exemple).
- les moyens de contrôle à utiliser : [appareil de mesure](#), référentiel
- l'entité qui réalise le contrôle : personnel de fabrication (autocontrôle) personnel spécialisé, personnel d'encadrement, machine (automatisation du contrôle).

I-3-La fréquence de contrôle

Si un contrôle est effectué de manière systématique sur la totalité (100%) des pièces, il permet d'effectuer un tri et d'éliminer directement les non-conformités. C'est une méthode souvent longue et coûteuse qui ne peut être choisie systématiquement.

Le contrôle par prélèvement a plutôt pour objectif de détecter une dérive de la fabrication. Les méthodes peuvent être empiriques. Dans ce cas l'on choisit une fréquence et une taille de prélèvement du type « x pièces toute les heures », « tous les lots de fabrication » etc. Les méthodes peuvent être de type statistique où des normes spécifiques à ce type de contrôle.

I-4-Type de contrôle

Certains contrôles peuvent être effectués sans détruire la pièce ou l'ensemble qui doit être contrôlé : mesures dimensionnelles, électriques, de couleur etc. De mêmes certaines méthodes de contrôle appelées non destructives ([contrôle par ultrasons](#), [contrôle par ressuage](#) etc.) permettent de contrôler certaines caractéristiques comme la santé matière.

Dans certains cas, il n'est pas possible de contrôler une caractéristique sans détruire le produit à contrôler. Il est donc impossible de contrôler toutes les pièces. Le contrôle destructif d'un nombre limité de produit valide un lot .Dans ce cas le contrôle s'accompagne ou même parfois est remplacé par un contrôle des paramètres de fabrication ([température](#), [pression](#), [intensité électrique](#) etc.) ayant une influence sur l'obtention de la caractéristique ne pouvant être mesuré que par un procédé destructif.

I-5-La position d'un contrôle

Les anciennes versions de la norme ISO 9001 (version 1987 et 1994) prévoyaient trois types de contrôle : à la réception, en cours de réalisation (fabrication) et en finals. Si cette classification est un peu moins explicite dans la dernière version (2000) de cette norme, elle reste pertinente. Chacun de ces trois types de contrôle présente des spécificités.

Le contrôle à réception concerne les matières premières au sens large qui seront utilisées dans la fabrication. Une bonne part de ces contrôles peut être effectuée par le fournisseur lui-même. Celui-ci étant spécialisé dans la production de cette matière, il est généralement plus qualifié et mieux équipé pour effectuer les contrôles et essais sur son produit. Ce système repose sur une contractualisation du plan de contrôle, un système de surveillance souvent à base d'audit ou de réception dans les ateliers du fournisseur. La livraison étant souvent alors accompagnée d'un document (certificat de conformité, procès-verbal d'essais...).

Le contrôle en fabrication répond à plusieurs objectifs : éliminer les non conformité, détecter les dérives et ainsi participer au pilotage de la fabrication. L'élimination des non conformité en cours de fabrication répond à un impératif économique : plus le produit non conforme est rebuté tôt moins la valeur ajoutée est importante.

Mais également certaines caractéristiques ne sont plus accessibles lorsque le produit est fini. Il est donc nécessaire d'effectuer le contrôle avant que la caractéristique ne soit masquée. Mais le contrôle en fabrication est aussi un instrument de pilotage. Il permet de détecter les dérives et ainsi d'apporter les actions correctives. Si cette détection est bien menée, la correction peut être menée avant que la non-conformité n'apparaisse.

Le contrôle final est effectué lorsque le produit est complètement terminé.

Partie 2 :

Contrôle qualité

des intrants et

supports

Technologiques

I. Analyse des eaux de la chaufferie :

Au niveau des bio-industries, l'eau intervient à trois niveaux :

- en tant qu'ingrédient : elle doit être potable voire même stérile
- comme eau de lavage ou de rinçage : elle doit être en contact direct avec l'aliment ou indirecte par l'intermédiaire des machines. Elle doit être potable mais pas trop calcaire ou chargée de métaux pour éviter tout dépôt ou corrosion
- comme support technologique : elle est alors destinée au transport de froid ou de chaleur, mais n'entre pas en contact avec les aliments, en théorie elle n'a pas besoin d'être potable, les critères chimiques sont plus importants (dépôts calcaires, problèmes de la corrosion)

1. 1. Paramètres physiques :

A. Température :

La température de l'eau est un paramètre de confort pour les usagers. Elle permet également de corriger les paramètres d'analyse dont les valeurs sont liées à la température (conductivité notamment).

Les caractéristiques physiques de l'eau dépendent de sa température. Toute variation de celle-ci a des répercussions sur les processus de traitement, mais aussi sur le dimensionnement des équipements et leur exploitation.

B. Potentiel hydrogène pH :

Le pH d'une eau est une indication de sa tendance à être acide ou basique ; il est fonction de l'activité des ions H^+ :

La qualité de l'eau et son pH sont souvent mentionnés dans une même phrase. Le pH est un facteur important dans le traitement de l'eau car certains procédés nécessitent d'être réalisés à un pH spécifique pour être efficaces. Par exemple, les réactions mettant en jeu le chlore, n'ont lieu que pour des pH de l'ordre de 6,5 à 8.

➤ **Mode opératoire :**

- Etalonnage de l'appareil une fois par jour.
- Mesures : faire la lecture après stabilisation du pH.

C. Conductivité électrique :

La conductivité de l'eau fournit une indication de la qualité et de la quantité de matières dissoutes dans l'eau.

La mesure de conductivité de l'eau dépend d'une large variété de substances ou de matières inorganiques solides dissoutes dans les solutions d'eau. Les substances dissoutes communes sont le sodium, chlorures, sulfates, calcium, bicarbonates, nitrates, phosphates, fer, et magnésium. Tous ces matériaux à certaines concentrations ont la capacité de porter un courant électrique.

La conductivité d'une eau est généralement mesurée en micro-Siemens par cm ($\mu\text{S}/\text{cm}$), ou microhms par centimètre (mhos/cm). Approximativement la valeur en $\mu\text{S}/\text{cm}$ correspond à la salinité en mg/l.

Plus une eau est dite pure plus son taux de conductivité sera bas. Une eau douce accusera généralement une conductivité basse et bien au contraire une eau dite dure affichera une conductivité élevée. L'eau pure est donc en réalité un isolant

➤ **Principe :**

La mesure est basée sur le principe du pont de Wheatstone, en utilisant comme appareil de zéro un galvanomètre ou une image cathodique.

➤ **Résultat :**

La conductivité électrique de l'eau est donnée par l'expression $C=K/R$.

Où K est la constante d'étalonnage de la cellule.

C s'exprime en micro-siémens par centimètre ($\mu\text{S}/\text{cm}$).

➤ **Mode opératoire :**

L'analyse s'effectue sur un prélèvement d'eau dont le volume doit être suffisant pour plonger la sonde de conductivité.

Allumer l'instrument. Lorsque l'afficheur indique zéro, l'instrument est prêt pour la mesure de conductivité.

Plonger la sonde dans la solution à mesurer et sélectionner la gamme de mesure en appuyant sur l'un des quatre boutons correspondants.

1. 2. Paramètres chimiques :

A. Dosage des chlorures : méthode de Mohr.

$$[\text{Cl}^-] = \text{Co} \times \text{Ve} / \text{E} \text{ (en mol/l)}$$
$$[\text{Cl}^-] = \text{volume de la lecture} \times 10 \text{ (en } ^\circ\text{F)}$$
$$[\text{Cl}^-] = \text{valeur en } ^\circ\text{F} \times 7.1 \text{ (en mg/l ou ppm)}$$

Pour être dans la norme, la valeur trouvée doit être comprise entre de 300ppm et strictement supérieure à 750ppm

➤ Principe :

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de bichromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent.

➤ Réactifs :

- Solution de bichromate de potassium $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_4$ à 10%.
- Solution de nitrate d'argent N/10.

➤ Mode opératoire :

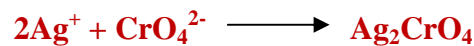
- Introduire 50ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer de 100ml.
- Ajouter 2 à 3 gouttes de solution de chromate de potassium à 10%.
- Verser au moyen d'une burette la solution de nitrate d'argent jusqu'à apparition d'une teinte rougeâtre.
- Arrêter le dosage et prendre le volume de nitrate d'argent.

➤ **Résultats :**



La présence d'AgCl est marquée par un précipité blanc.

Lorsque les Cl⁻ sont entièrement précipités, la première goutte d'AgNO₃ en excès mène à la coloration rouge brique montrant la présence du chromate d'argent Ag₂CrO₄ selon la réaction suivante :



Pour une prise d'essai de 50 ml d'échantillon :

$$C_{\text{Cl}^-} \text{ (mg/l)} = V \times 2 \times 35.5$$

$$V = \text{volume (ml) de AgNO}_3$$

B. THT (Titre Hydrotimétrique Total) :

➤ **Définition :**

La dureté totale de l'eau indique essentiellement sa teneur en ions calcium et magnésium dissous. Lorsque leur valeur est élevée, on parle d'eau dure et quand elle est faible, on parle d'eau douce.

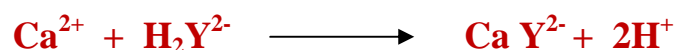
$$\text{THT} = [\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}] \quad ; \quad \text{avec [X] en meq.l}^{-1}$$

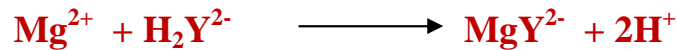
Le calcium associé aux carbonates de l'eau forme du carbonate de calcium très peu soluble qui est à l'origine des problèmes d'entartrage les plus courants.

➤ **Principe :**

La mesure normalisée de la dureté se réalise avec un complexant (EDTA et sels dérivés qui permettent de maintenir en solution les ions calcium et magnésium) en présence d'un indicateur de présence d'alcalino-terreux.

L'EDTA a la propriété de se combiner avec les ions calcium puis magnésium pour former des complexes solubles : des chélates.





Pour que ce dosage se fasse dans de bonnes conditions, il faut se placer en milieu basique afin que l'EDTA ne soit pas protoné. Pour cela on utilisera une solution tampon de pH=10, valeur optimale pour l'utilisation de noir d'Eriochrome T (NET)

➤ **Réactifs :**

- Solution de Noir d'Eriochrome T (NET)
- Solution tampon
- Solution d'EDTA (N/50)

➤ **Mode opératoire :**

- Introduire 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer.
- Ajouter 10 ml de la solution tampon et 3 gouttes du NET. La solution se colore en violet, le pH doit être égal à 10.
- En maintenant une agitation, verser la solution d'EDTA rapidement au début puis goutte à goutte lorsque la solution commence à virer au bleu.
- Vérifier que la coloration ne change pas par addition d'une goutte supplémentaire d'EDTA et noter le volume V versé.

➤ **Résultats :**

Pour une prise d'essai de 50 ml d'échantillon :

$$\text{TH (en } ^\circ\text{F)} = \text{Volume de la lecture} \times 4$$

Avec V : volume de la solution d'EDTA (ml).

$$1^\circ\text{F} = 4 \text{ mg de Ca}^{2+}/\text{l} = 2.4 \text{ mg de Mg}^{2+}/\text{l} = 10 \text{ mg de CaCO}_3/\text{l}.$$

➤ **Fréquence de l'analyse :**

Une fois par semaine voir même par mois pour les eaux de ville.

C TITRE ALCALIMETRIQUE (TA, TAC) :

➤ **Définition :**

Ces deux valeurs permettent de connaître les concentrations en bicarbonates, carbonates et éventuellement en hydroxydes (bases fortes) contenues dans l'eau, d'une autre façon l'alcalinité d'une eau correspond à la présence des bicarbonates, carbonates et hydroxydes.

Le TA dose la totalité des hydroxydes et la moitié des carbonates qui sont alors entièrement transformés en bicarbonates à un pH de 8,3.

Le TAC correspond à la totalité des bicarbonates et des carbonates.

$$TA = [\text{OH}^-] + 1/2[\text{CO}_3^{2-}] \quad ; \quad \text{avec } [X] \text{ en } \text{meq.l}^{-1}$$

$$TAC = [\text{OH}^-] + [\text{CO}_3^{2-}] + [\text{HCO}_3^-] \quad ; \quad \text{avec } [X] \text{ en } \text{meq.l}^{-1}$$

TAC a une importance fondamentale dans la connaissance de la capacité d'entartrage de l'eau et dans le traitement des eaux de chaudières de vapeur.

Le TA et le TAC se mesurent après détermination du pH, sur une prise d'échantillon de 50ml, l'unité est l'hydrotimétrique : °F et doivent respecter la norme suivante :

Paramètre	Norme en °F
TA	20°F < TA < 60°F
TAC	80°F < TAC < 140°F

Tableau 1: Normes des l'analyses de TA et TAC

➤ Principe :

L'alcalinité se mesure à l'aide d'une solution étalon d'acide fort en présence d'indicateurs colorés de pH :

- La phénophtaléine pour le TA, virant du rouge à l'incolore à un pH de 8,3.
- L'hélianthine pour le TAC, virant du jaune à l'orangé à un pH de 4,3.

➤ Réactifs :

- Acide sulfurique 0,1 N.
- Solution de phénophtaléine à 1%.
- Solution de méthylorange (hélianthine) à 1%.

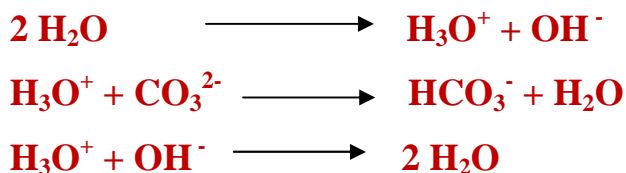
➤ Mode opératoire :

❖ Détermination du TA :

- ✓ Prélever 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer de 250 ml,
- ✓ Ajouter 1 à 2 gouttes de phénophtaléine. Une coloration rose doit alors apparaître ; dans le contraire le T.A est nul, ce qui se produit en général pour les eaux naturelles dont le PH<8,3.
- ✓ Verser ensuite doucement l'acide dans la capsule à l'aide d'une burette, en agitant constamment et ceci jusqu'à décoloration complète de la solution (PH=8,3).
- ✓ Noter le volume V versé.

Explication :

En présence de phénophtaléine (PH = 8.3), par dosage par une solution d'un acide fort H₂SO₄, on va donc avoir :



A ce niveau, on peut mesurer donc les ions OH⁻ et les ions CO₃²⁻ qui correspondent au titre alcalimétrique (TA) mais lorsque le PH< 8.3, le titre alcalimétrique TA est nul.

$$\text{TA (}^\circ\text{F)} = V_{\text{acide sulfurique}} \times 10$$

❖ Détermination du TAC :

- ✓ Utiliser l'échantillon traité précédemment ou le prélèvement primitif s'il n'y a pas de coloration.
- ✓ Ajouter 3 gouttes de méthylorange.

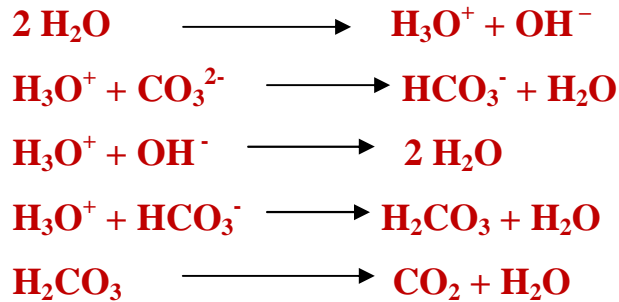
Si pH<4.3, la solution est immédiatement rouge ou orangée : TA=TAC.

Si pH>4.3, la solution est jaune : titrer de nouveau avec le même acide jusqu'au virage du jaune au rouge brique (pH = 4,3).


-Noter le volume V' versé.

Explication :

En présence de méthyle orange, on aura les réactions suivantes :



Le virage du méthyle orange est produit dès que le PH < 4.4, c'est-à-dire dès qu'il apparaît un excès d'acide fort dans le milieu, on mesure donc la somme des ions OH⁻, CO₃²⁻ et des HCO₃⁻; cette détermination correspond au TAC.


$$\text{TAC (}^\circ\text{F)} = V \text{ lecture totale d'Acide Sulfurique} \times 10$$

D. Dosage des sulfites :

Le sulfite est dosé dans plusieurs chaudières à vapeur pour limiter la corrosion des tubes des chaudières par les agents oxydants tel que l'oxygène dissout et le chlore actif. Le sulfite se comporte comme un agent réducteur et réduit l'oxygène dissout et les autres éventuels agents oxydants. Plusieurs constructeurs conseillent une concentration entre 20 et 80 SO₃ mg/l.

Le dosage de sulfites se fait par un kit. Les avantages de l'utilisation de ce dernier sont :

- Une utilisation très simple,
- Un gain de temps et rapidité des résultats (le temps d'analyse est très faible et ne nécessite que quelques minutes),
- Aucune connaissance préalable en chimie n'est nécessaire pour procéder à une analyse.

➤ Mode opératoire :

- rincer l'éprouvette avec l'eau à analyser et le remplir ensuite jusqu'au repère de 5ml.
- Ajouter deux gouttes de réactif A et agiter.
- Ajouter deux gouttes de réactif B et agiter.
- Ajouter la solution de titrage goutte à goutte en agitant le contenu après chaque adjonction. Compter les gouttes jusqu'à virage de l'incolore au bleu. chaque goutte utilisée correspond, sur 5 ml d'échantillon à 2 ppm de SO_3^{2-} .

Titres	pH	T°C	conductivité	TA	TAC	TH	Cl ⁻	SO ₃ ²⁻	Coloration	turbidité
unités			μS/cm	°F	°F	°F	°F	ppm		
Eau bûche alimentaire	7.49	31.7	813	0	0	8	0.29	6	Incolore	Claire
Eau chaudière	11.13	65.1	4.6	20	20	1.78	0.23	6	Blanchâtre	Trouble
Eau château	7.94	23.1	762	1	1	5	0.35	6	Incolore	claire

Tableau 1: Bulletin d'analyses des eaux de la chaufferie

2.-Analyses de l'huile

2.1-Analyses organoleptiques de l'huile:

Le contrôle vise deux paramètres la couleur et l'aspect :

Paramètre	Méthode	Norme
Couleur	Contrôle Visuel	Claire limpide,
Aspect	Contrôle Visuel	pas trouble et absence de cirres

Tableau 2 : normes d'analyses organoleptiques de l'huile.

2.2. Acidité :

➤ Définition :

L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique.

➤ Réactifs:

Ethanol et oxyde diéthylique

Phénophtaléine

KOH ou NaOH 0.1N

➤ Mode opératoire :

- Dans une fiole jaugée, on pèse 5g d'huile.

- Ensuite, on dissout cette prise d'essai dans environ 25 ml du mélange éthanol/oxyde diéthylique et on ajoute 2 gouttes du phénophtaléine.

- Puis, en agitant, on titre par une solution de KOH ou de NaOH de normalité 0.1N.

➤ L'acidité peut être définie comme étant le pourcentage d'acide gras exprimé conventionnellement en acide oléique.

➤ Calcul:

$$\text{Acidité} = (N \cdot V_m \cdot 282) / 10 \cdot P$$

$$\text{Acidité} = (0.6 \cdot 0.1 \cdot 282) / 10 \cdot 5$$

$$\text{Acidité} = 0.33$$

V_m = volume moyen.

P = prise d'essai.

N = normalité de NaOH.

➤ Norme:

Le pourcentage de l'acidité de l'huile doit être inférieur à 1%

2.3. Indice de peroxyde :

➤ Définition:

L'indice de peroxyde est la quantité de produit présent dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par Kg, oxydant l'iodure de potassium dans les conditions opératoires décrites.

L'indice de peroxyde (encore appelé indice de Léa) est recherché pour évaluer l'état de conservation d'une matière grasse au cours du stockage. En effet, les corps gras peuvent s'oxyder en présence d'oxygène et de certains facteurs favorisant (UV, eau, enzyme, trace de métaux,...). Cette oxydation appelée auto-oxydation ou rancissement aldéhydique conduit dans un premier temps à la formation de peroxydes (ou hydroperoxydes) par fixation d'une mole d'oxygène sur le carbone situé en position (α) par rapport à une liaison éthylénique des acides gras insaturés constitutifs de la glycérine.



Ces peroxydes se décomposent ultérieurement en dérivés carbonyles aldéhydes et cétones (responsables de l'odeur de rance) et en divers produits oxygénés (alcools, acides...).

➤ Principe :

Les peroxydes en présence d'iodure de potassium en milieu acide libèrent l'iode qui est ensuite dosé par une solution de thiosulfate de sodium de titre connu T.

L'huile contient des peroxydes (ROOH), qui libèrent leur excès d'atome d'oxygène en milieu acide et en présence de l'ion I⁻.

L'huile et l'eau (qui contient I⁻) ne se mélangent pas. CHCl₃ et CH₃COOH sont miscibles et dissolvent à la fois de l'huile et de l'eau ce qui permet au ROOH de réagir avec KI :



La formation d'I₂ est indiquée par une nette couleur brune.

Pour doser I₂, on ajoute Na₂S₂O₃ qui le réduit selon la réaction :



La fin de la décoloration est difficile à voir car S₄O₆²⁻ et I⁻ sont solubles dans l'eau et incolores.

L'empois d'amidon forme avec l'iode un complexe bleu foncé presque noir.

Le thiosulfate réduit ce complexe foncé : la disparition de la couleur bleue est prise à une goutte près.

IP: L'indice de peroxyde est la quantité présente dans l'échantillon, exprimée en milliéquivalents d'oxygène actif par kg, oxydant l'iodure de potassium dans les conditions opératoires décrites.

Le contrôle s'effectue par la méthode suivante :

Dans un flacon, peser à 0.001g près une masse de l'échantillon conforme au tableau suivant, selon l'indice de peroxyde présumé :

Indice de peroxyde présumé (en meq)	Prise d'essai (en g)
0 à 12	5 à 2
12 à 20	2 à 1.2
20 à 30	1.2 à 0.8
30 à 50	0.8 à 0.5
50 à 90	0.5 à 0.3

Tableau 3 : prise d'essai selon L'IP présumé

➤ **Réactifs :**

- Chloroforme privé d'O₂
- Acide acétique privé d'O₂
- Iodure de potassium (14g de KI poudre dans 10 ml d'eau distillée)
- Thiosulfate de sodium 0.002 N
- Empois d'amidon (dispersion aqueuse à 10 g/l)

➤ **Mode opératoire :**

Dans un flacon, on pèse 5g d'huile et on ajoute 10 ml de chloroforme pour dissoudre l'huile, 15ml d'acide acétique puis 1 ml de la solution d'iodure de potassium.

On bouche le flacon, on l'agite pendant une minute et on l'abandonne pendant 5 min à l'abri de la lumière et à une température comprise entre 15 et 25 °C. Ensuite, on ajoute environ 75 ml d'eau distillée.

En agitant vigoureusement et en présence d'empois d'amidon comme indicateur, on titre l'I₂ libérée avec le thiosulfate de sodium jusqu'à décoloration de la solution.

Parallèlement et simultanément, on effectue un essai à blanc.

➤ **Calcul :**

L'indice de peroxyde exprimé en méq d'oxygène actif par Kg, est donné par la formule :

$$IP = [(V \times N) / m] \times 1000$$

$$IP = [(0.8 * 0.1 / 5)] * 100$$

$$IP = 1.6$$

V_0 = volume de thiosulfate de sodium pour l'essai à blanc.

V_1 = volume de thiosulfate de sodium pour l'échantillon.

N = normalité de thiosulfate de sodium.

m = masse de la prise d'essai en g

➤ Norme:

L indice de peroxyde doit être inférieur à 5%

⇒ Si tous les contrôles montrent de bons résultats, la réception est validée et on donne à ces fûts un numéro de lot ainsi qu'une date de consommation limite

2. Analyse du vinaigre

3.1. But :

Le but est de déterminer la concentration en acide acétique dans le vinaigre utilisé au sein de la SICOPA.

3.2. Mode opératoire :

On étalonne le pH mètre à l'aide de deux solutions tampons : pH=4 et pH=7.

On prépare une solution diluée du vinaigre : à l'aide d'une pipette propre préalablement rincée avec quelques ml du vinaigre à doser, on prélève 10 ml du vinaigre et on complète l'Érlenmeyer à 100 ml par l'eau distillée. Ensuite, on agite vigoureusement pour homogénéiser la solution.

On remplit une burette préalablement rincée par la solution titrante de NaOH (0,1M) et on la place au-dessus d'un agitateur magnétique.

On prélève de la solution diluée un volume de 25 ml et on le met dans un bécher.

On place ce dernier sur l'agitateur magnétique et on met le barreau magnétique à l'intérieur.

On place le pH mètre étalonné dans le bécher tout en veillant à ce qu'il ne touche pas les parois du bécher et le barreau magnétique.

On dose la solution diluée par la soude :

On verse progressivement 1 ml par 1 ml tout en prélevant la valeur du pH à chaque ajout.

Au voisinage d'un pH de 5,5, on ajoute 0,2 ml par 0,2 ml de la solution de NaOH tout en notant toujours l'évolution du pH jusqu'à atteindre un pH basique voisin de 12.

A partir des volumes versés du NaOH et de l'évolution du pH, on trace la courbe pH en fonction de du volume de NaOH versé : $\text{pH} = f(V_{\text{NaOH}})$.

Ensuite, on trace les tangentes de la courbe pour déterminer le volume V_e d'équilibre du NaOH.

3.3. Interprétation des résultats :

A l'équilibre, on :

$$C_{\text{NaOH}} * V_e = C_{\text{acide acétique}} * V_{\text{acide acétique}}$$

$$\Rightarrow C_{\text{acide acétique}} = (0,1 * V_e) / 25$$

$[\text{Acide acétique}]_{\text{massique}} = [\text{acide acétique}]_{\text{molaire}} * M_{\text{acide acétique}}$
avec $M_{\text{acide acétique}} = 64 \text{ g/mol}$.

Le degré de l'acide acétique obtenu est alors :

$$d^\circ = [\text{acide acétique}]_{\text{massique}} / 10$$

V_{NaOH}	pH	V_{NaOH}	pH
28	5.51	60.8	9.34
28.2	5.54	70	9.66
28.8	5.58	70.2	10.02
29	5.58	70.4	10.26
29.2	5.59	70.6	10.41
29.4	5.60	70.8	10.51
29.6	5.61	80	10.68
29.8	5.62	80.2	10.83
30	5.64	80.4	10.93
30.2	5.65	80.6	11.03
30.4	5.67	80.8	11.12
30.6	5.68	90	11.23
30.8	5.70	90.2	11.28
40	5.77	90.4	11.33
40.2	5.86	90.6	11.38
40.4	5.94	90.8	11.42
40.6	6.04	100	11.47
40.8	6.16	100.2	11.52
50	6.28	100.4	11.54

50.2	6.43	100.6	11.59
50.4	6.64	100.8	11.63
50.6	6.99	101.2	11.66
50.8	7.97	101.4	11.70
60	8.78	101.6	11.74
60.2	8.78	101.8	11.78
60.4	9.10	102	11.82
60.6	9.2	102.2	11.89

Tableau 4 : Variation du pH en fonction de volume de soude

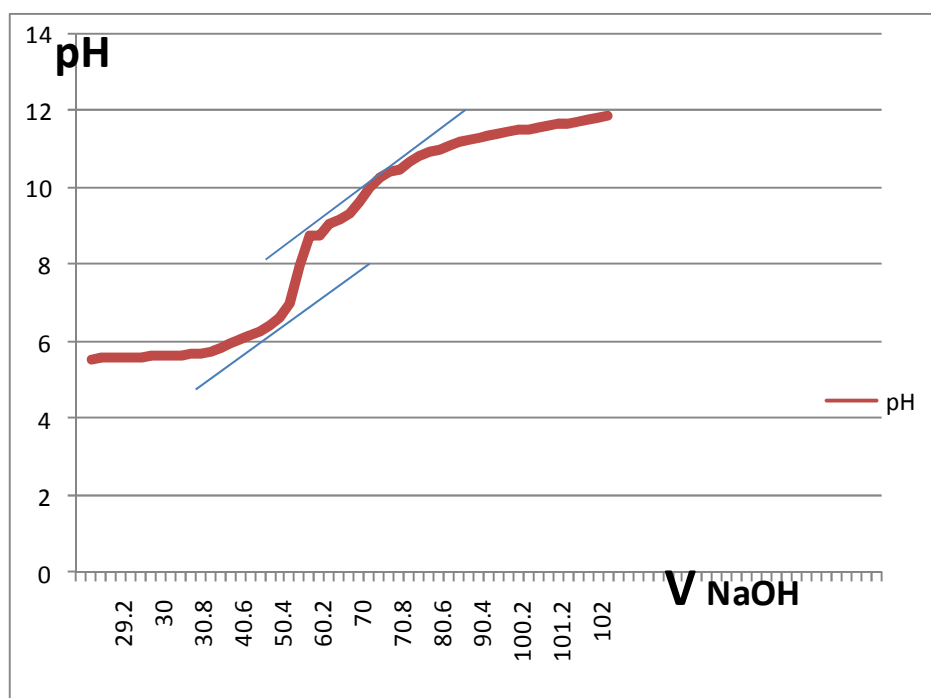


Fig : Variation du pH en fonction de volume de soude

4- analyse du sorbate de potassium

4. 1-caractéristiques générales :

- Date de réception : 25/05/2010
- Fournisseur : dyechem
- Etat hygiénique du moyen de transport et de l emballage : conforme
- Type de conditionnement : plastique en carton
- Conformité étiquetage (nomenclature, N° de lot, poids net, date de production, date d'expiration, adresse....) : conforme
- N° de lot recue(s) : 526370
- Date de production: 13/08/2009
- Date d expiration: 13/08/2011
- Quantité reçue : 8 cartons 200kg

4.2. Test organoleptique :

Aspect (poudre granulée cristalline blanche) : conforme

4.3. Analyses chimiques :

Perte à la dessiccation (pas plus de 1% à 105°C pd 3h) : conforme

Stabilité thermique (aucune modification de couleur après chauffage à 105°C pendant 90min) : conforme

Partie 3 :

*Validation des
instructions de
travail à sicopa*

- validation des instructions de travail à SICOPA:

1-Dessalage des olives et d'artichauts

➤ **Principe:**

- Le but c'est de déterminer la variation du pH et le taux de sel en fonction du temps, ce contrôle permet de connaître l'allure de la fermentation.

➤ **Mode opératoire:**

- Peser 1Kg d'olive ou d'artichauts (600g d'olives ou d'artichauts+ 400g de saumure) après avoir déterminé leurs pH et taux de sel
- Les mettre dans un bocal et les laisser stabiliser
- on redétermine le pH et le taux de sel

➤ **interprétation**

Variation d'Acidité et taux de sel des olives en fonction du temps :

Cette étude permet de contrôler convenablement les processus de fermentation, en effet pour les olives vertes, une baisse rapide de pH des saumures, inhibe le développement des bactéries à partir du pH inférieur à 4.5.

Cette baisse est obtenue par acidification ou par inoculation des bactéries lactiques, ou mieux en appliquant dans l'ordre les deux systèmes.

L'apparition de certaines moisissures entraîne toujours une augmentation du pH. Cette élévation indique que l'altération peut se produire.

Ces altérations peuvent être évitées par :

- respect des règles élémentaires d'hygiène :

en plus des règles d'hygiène il faut :

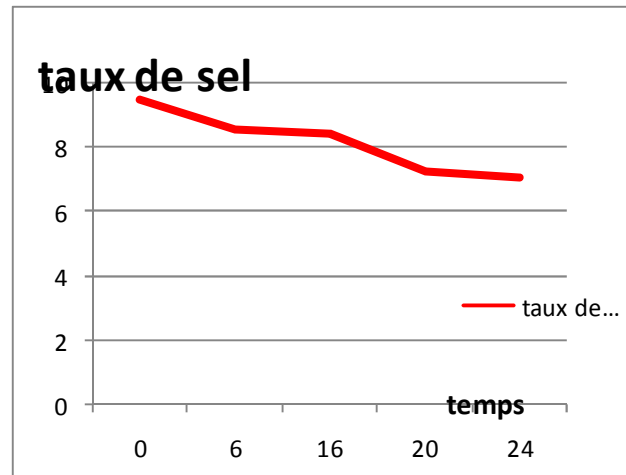
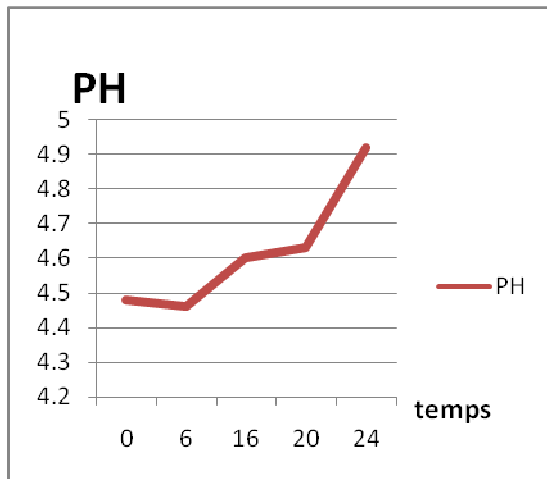
- éviter la présence d'eaux stagnantes ou des déchets organiques à proximité des fûts ce qui constitue un foyer de contamination important.
- Empêcher la contamination ou le transvasement entre les récipients de fermentation quand l'un d'eaux est atteint.
- Contrôler ou suivre régulièrement le processus d'élaboration.
- Retirer des fonds de cuve : la zone inférieure de récipient est un milieu très favorable au développement de clostridia. de plus le pH est également plus alcalin.
- Contrôler le pH : le suivi régulier de ce paramètre permet d'agir rapidement en cas de stabilisation à des valeurs élevées ou des hausses non souhaitables :

- ✓ Les fermentations putrides et butyriques se produisent généralement au cours des premières étapes de fermentation.
- ✓ Pour éviter leur apparition, il est recommandé de baisser rapidement le pH en ajoutant un acide ou un inoculant des bactéries lactiques.
- ✓ La moisissure se manifeste au cours de la conservation du produit déjà fermenté. dans ce cas le pH doit toujours être inférieur à 4.2 unités, le niveau optimal varie de 3.8 à 4.0 unités, si ces valeurs ne sont pas atteintes, il faut ajouter un acide
- Teneur en sel (Na Cl) : pendant la fermentation, le taux de sel doit être maintenu entre 5 et 7%. dès que celle-ci est terminée, la saumure doit être recyclée afin de porter ce taux à 8.5% au minimum
- ✓ Il est important de s'assurer qu'avant le début de l'époque des hautes températures, le pH soit inférieur à 4.2 unités et le Na Cl supérieur à 8.5%

	Olives vertes entières		Olives vertes dénoyautées	
	PH	Le taux de sel	PH	Le taux de sel
t₀	4.48	9.48	4.66	10.17
t=6h	4.46	8.53	4.48	9.93
t=16h	4.60	8.41	4.25	9.46
t=20h	4.63	7.24	4.15	9.30
t=24h	4.92	7.03	4.05	9.18

Tableau 5 : variation d'Acidité et taux de sel des olives en fonction du temps

Olives vertes entières



Olives vertes dénoyautées

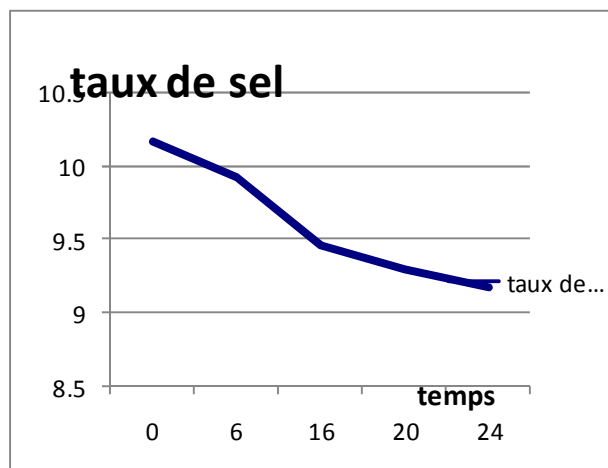
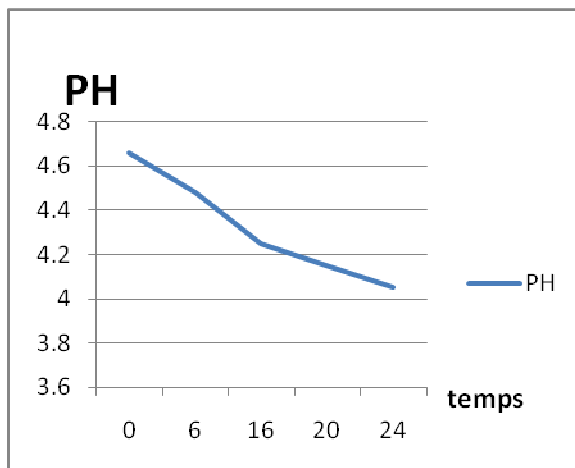


Fig : variation d'Acidité et taux de sel des olives en fonction du temp

Interprétation

** Après 24h, pour les olives vertes dénoyautées, le taux de sel doit varier entre 3 et 5 %

** Après 48h, pour les olives entières, le taux de sel doit varier entre 3 et 5%

DATE	L'HEURE	pH	Taux de sel
13/05/2010	9 :30	4.05	7.96%
14/05/2010	9 :30	4.17	7.71%
16/05/2010	9 :30	4.08	7.36%
17/05/2010	9 :30	4.29	6.89%
17/05/2010	3 :30	3.88	4.85%
18/05/2010	8 :30	4.17	4.44%
18/05/2010	12 :30	4.70	4.20%
19/05/2010	8 :30	4.52	4.00%

Tableau 6 : variation d'Acidité et taux de sel des Artichaut

Artichauts

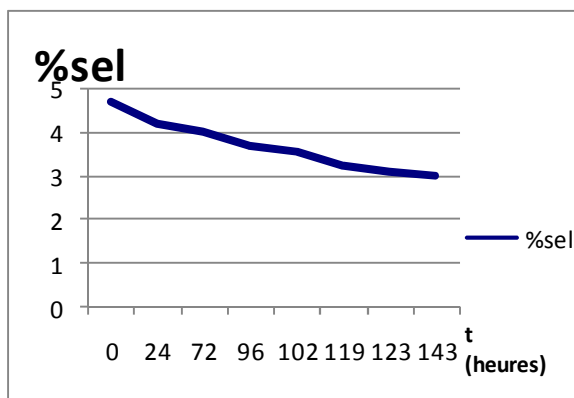
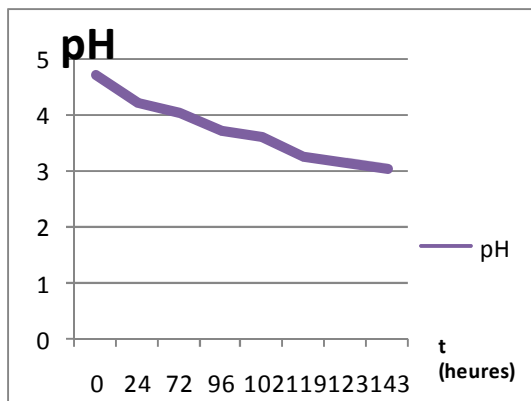


Fig : variation d'Acidité et taux de sel des Artichaut

2-l'humidité des olives et des câpres

➤ Principe:

- objectif c'est de déterminer le degré d humidité des olives afin de savoir la quantité d eaux libre évaporée présente dans ces olives

➤ Mode opératoire:

- Peser 100g des olives
- Placer les olives dans l étuve de façon dispersée

- On fait la pesée des olives au bout de chaque demi-heure pendant 5heures

	% d'Humidité		
temps	OVD	OVE	ONFG
8:50	51.3	52.2	52.4
9:20	48.8	50.8	51.2
9:50	46.3	49.1	50
10:20	43.5	47.2	48.6
10:50	39.3	44.1	46.1
11:20	35.6	42.4	44.3
11:50	32.1	39.9	41.4
12:20	29.2	36.2	39.5
12:50	27.7	34.8	37.9
1:20	26.2	33.6	36.8
1:50	25.2	32.7	36.1

Tableau7 : la variation d'humidité des olives en fonction du temps

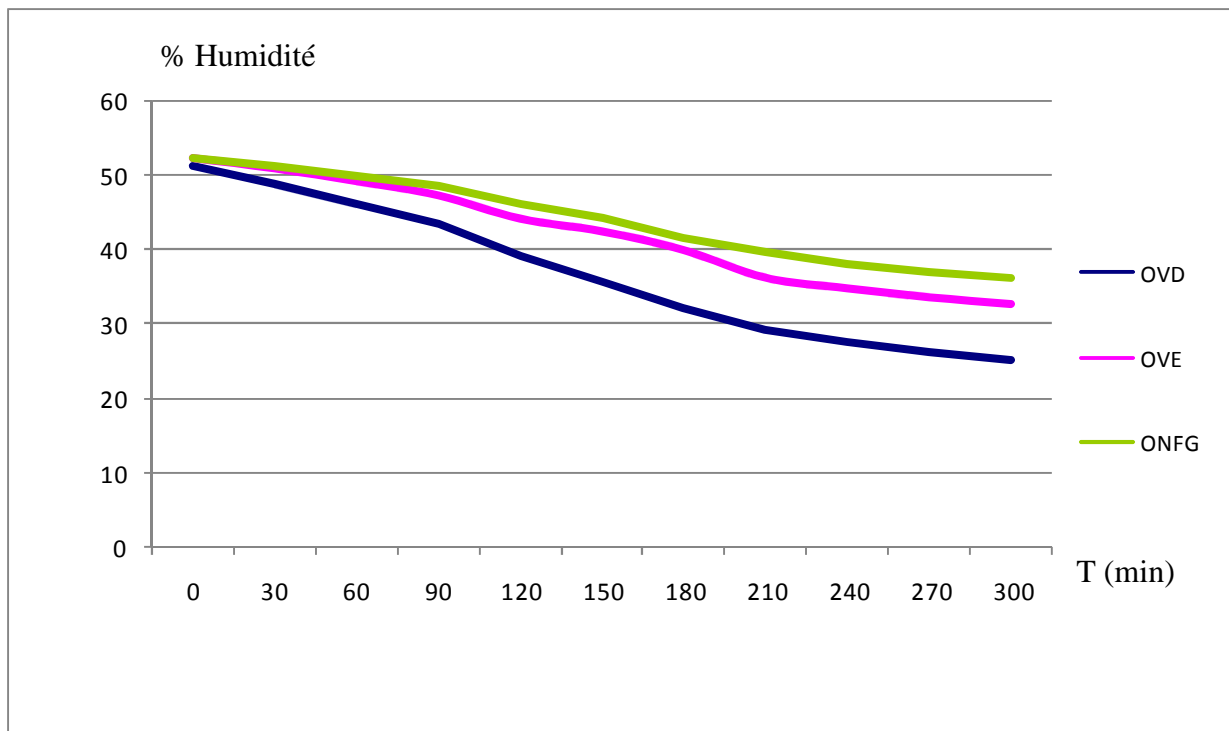


Fig : la variation d'humidité des olives en fonction du temps

Interprétation :

On remarque que le taux d'humidité diminue de façon plus rapide pour les olives vertes dénoyautées que pour les olives vertes entières. Ce taux va se stabiliser à 18.7% au bout de 5h pour les olives vertes dénoyautées. Alors qu'il sera de 26% pour les olives vertes entières

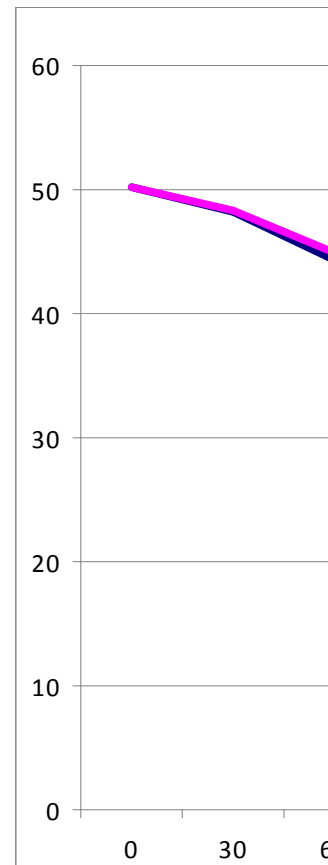
Cette rétention sera encore plus importante pour les olives noires façon grecque dont le taux va se stabiliser à 29.7% au bout de la même période

Ceci montre que les différents traitements subis par les olives peuvent avoir une influence sur sa capacité à absorber ou à retenir l'eau

	Olive slice	câpre
Temps	% d'Humidité	

t ₀	50.2	50,3	50.1	50.2
30 min	48.2	47,7	47.1	48.3
1h	44.3	44 ,4	43.5	44.9
1h:30	40.4	40.9	39.5	41.3
2h	34.8	35.5	33.6	35.3
2h:30	29.2	32.4	30.1	31.2
3h	25.3	28.7	26.3	27.4
3h:30	22.2	23.6	22.9	24
4h	19.7	21.2	18.7	22
4h:30	18.1	19.7	17.2	20
5h	16.9	18.5	16.4	18

Tableau 8 : la variation d'humidité des olives sèches et des câpres en fonction du temps



Variation d'humidité en fonction du temps

Interprétation :

Lors de l'immersion des olives dans la saumure, il se produit une diminution de la teneur en eau dans les olives.

Cette diminution est due essentiellement au phénomène d'osmose. Après cette diminution, un équilibre est atteint entre la saumure et les produits traités à une teneur en eau de 18%.

Conclusion

Les sociétés qui opèrent dans le secteur agroalimentaire, ont besoin d'un programme de contrôle alimentaire, pour garantir que les aliments sont salubres et de bonne qualité, ceci afin d'assurer un statut nutritionnel et sanitaire acceptable pour tous les consommateurs.

Le contrôle alimentaire comporte toutes les activités des entreprises pour assurer la qualité, la salubrité et la loyauté des aliments à toutes les étapes, depuis la réception de la matière première, la transformation, jusqu'à la consommation.

Le contrôle alimentaire est lié à la préservation de la santé des populations, au potentiel de développement économique du pays, ainsi que la réduction de l'altération et des pertes de produits alimentaires, en s'appuyant sur les résultats de ces contrôles.

Par ailleurs, durant ce stage effectué à sicopa, j'ai suivi avec intérêt les différentes étapes de la chaîne de production d'un produit agroalimentaire, j'ai participé aux activités de laboratoire d'analyses physico-chimiques.

Ce stage m'a donc permis d'enrichir mes connaissances théoriques par une fructueuse expérience pratique, il m'a aussi permis d'acquérir un esprit d'équipe, d'où l'intérêt et l'importance du stage de fin d'étude dans l'accomplissement de la formation universitaire.