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

Licence Sciences et Techniques (LST)

GENIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

Amélioration de l'oxydation et étude pondérale des olives noires oxydées.

Présenté par :

- TAAYCH MOULOUD

Encadré par :

- Mme : CHARFI IKRAM (Société)
- Pr : MOUGHAMIR KHADIJA (FST)

Soutenu Le 09 Juin 2016 devant le jury composé de:

- Pr MOUGHAMIR KHADIJA.
- Pr KANDRI RODI ADIBA.
- Pr MELLIANI ABDESLAM.

Stage effectué à SICOPA.

Année Universitaire 2015 / 2016

FACULTE DES SCIENCES ET TECHNIQUES FES – SAISS
B.P. 2202 – Route d'Imouzzer – FES
Ligne Directe : 212 (0)5 35 61 16 86 – Standard : 212 (0)5 35 60 82 14
Site web : http://www.fst-usmba.ac.ma

Remerciement **:**

Avant de commencer la rédaction de ce rapport j'adresse mes profonds remerciements à :

- *Mon encadrant sur le lieu du stage Mme IKRAM CHARFI responsable à la SICOPA pour ses orientations, sa disponibilité et les pour la réalisation de ce travail et aboutir à ce résultat.*
- *Mme KHADIJA MOUGHAMIR professeur à FST Fès Saïs pour avoir pris la responsabilité de diriger ce travail et pour le temps qu'elle a sacrifié à sa correction.*
- *Mme ADIBA KANDRI RODI professeur à FST Fès Saïs pour avoir pris la responsabilité de juré ce travail.*
- *Me MELLIANI ABDESLAM professeur à la FST pour son aide la richesse de ses connaissances, son dynamisme et sa compréhension.*
- *Je profite aussi de l'occasion pour remercier tout le personnel de la société qui m'a chaleureusement accueilli et qui m'a aidé à accomplir mon stage dans les meilleures conditions, spécialement YASSIR, YASSIN, ALOUI, ABDOU.*
- *Finalement merci à toute personne qui a participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail..*

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à.

- A mes parents

Qui nous ont donné beaucoup de soutien et d'encouragement, symbolisant pour moi le sacrifice et la source d'où nait la lumière qui éclaire notre vie, et pour qui aucune dédicace n'exprimera la profondeur de notre amour.

- A ma sœur pour son véritable et sincère amour

J'elle souhaite une vie pleine de succès et de bonheur.

- A nos formateurs

Qui nous ont dirigés vers le chemin de succès par leur compréhension et leur conseil.
Veuillez trouver dans ce travail, l'expression de nos profondes reconnaissances et notre estime.

- Aussi

A tous ceux qui se dévouent sans cessa pour m'éclairer la voie et les immenses horizons du savoir et dont la vocation mérite largement mes respects.

Liste des figures :

Figure1 : les principaux produits d'olives.

Figure2 : les câpres.

Figure3 : les minis poivrons**.**

Figure4 : les légumes.

Figure5 : diagramme de la fabrication des olives.

Figure6 : cuve d'oxydation.

Figure7 : machine dénoyautage et découpage.

Figure8 : conditionnement en poche et en boites.

Figure9 : l'autoclave**.**

Figure10: la composition des olives**.**

Figure11: les olives.

Figure12: atelier de l'oxydation.

Figure13: canaux de l'alimentation**.**

Figure14: la réception des olives.

Figure15: cuve d'oxydation.

Figure16: réaction de désamerisation**.**

Figure17: traitement alcalin.

Figure18: suivi de la pénétration de la soude**.**

Figure19: le gluconate de fer

Figure20 : le pourcentage du gain de poids en fonction du calibre.

Figure21 : l'augmentation pondérale et le rendement en fonction du calibre.

Figure22 : les marques de SICOPA.

Liste des tableaux :

Tableau1 : l'identité de le SICOPA.

Tableau2 : les variables du plan d'expérience.

Tableau3 : le plan d'expérience.

Tableau4 : les facteurs optimaux d'oxydation.

Liste des abréviations :

OVD: olives vertes dénoyautes.

ONS: olive noirs Slayt.

Sommaire

Introduction……....6

Objectif……...6

Partie1 : présentation de la société et la transformation des olives…….....7

Introduction……....8

Historique……...…….8

Identité de le SICOPA……..….….9

Organigramme de le SICOPA……....10

L'activité de la SICOPA…….....11

Les olives…….....11

Les câpres…….....11

Les minis poivrons……..12

Les légumes…….12

le processus de transformation des olives……...13

L'oxydation……..…...14

Dénoyautage, découpage…….14

Conditionnement……...……..15

Traitement thermique…….....15

Emballage……16

L'incubation du produit fini……...16

Service de qualité……16

contrôle de qualité ……16

Contrôle de réception……..17

Contrôle au cour de fabrication……...…17

Contrôle du produit fini……...18

partie2 :l'oxydation……..…….19

Généralités sur les olives……...……....20

Définition…….…....20

Composition des olives……...……..20

Oxydation……...……21

Définition……..21

Atelier de l'oxydation…….……..22

Étapes de l'oxydation ……..…...23

Réception des olives……..……..23

Desamerisation des olives ……..24

Lavages ……...……25

Saumurage……...……26

Neutralisation ……...…..26

Fixation du couleur……..26

Les facteurs qui influencent sur l'oxydation…….....27

partie3 : parie pratique……...28

Introduction……...29

Élévation pondérale……29

Cadrage de la matière…….30

Interprétation des résultats…….31

Plan d'expériences…….32

Les conditions de la réussite de l'oxydation……..34

Conclusion…….35

Annexe……...36

Bibliographie……..36

Introduction

L'olivier est la principale espèce fruitière cultivée au Maroc, il se développe sur toutes les régions du pays. Il représente à peu près 54% des superficies arboricoles; soit environ 590.000 ha dont 220.000 ha en zone irriguée (Haouz, Tadla, Souss-Massa, Nador, Boulemane, Oujda, Marrakech, , Bénimellal Ouarzazate, Tafilalet, Essaouira..), 200.000 ha en zone de montagne (Chefchaouen, Taounate, Taza, Tanger, Tétouan, Azilal, Khénifra, Al Hoceima), 100.000 ha en zone bour favorable (Séfrou, El Hajeb, Fès, Meknès, Sidi Kacem, Gharb, Loukkos, Benslimane) et 40.000 ha dispersés entre Safi, Settat, Khémisset et Khouribga. L'olivier joue un rôle socio-économique très important puisque sa culture contribue largement à la formation des revenus agricoles. La variété la plus répandue au Maroc est la Picholine marocaine plus communément appelée "*Beldi* ".Son rendement dépend de l'entretien prodigué et de l'irrigation apportée.

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

L'industrie des olives de table joue un rôle économique important, avec une production moyenne de 80 à 120.000 tonnes par an, dont environ 80% sont destinées à l'exportation, le Maroc est classé le 2ème exportateur mondial d'olives de table après l'Espagne. Actuellement les entreprises sont amenées à donner plus de garantie sur la qualité des produits ou de services .Il ne suffit plus de fabriquer des produits conformes, il devient aussi nécessaire de prouver la capacité de l'entreprise à garantir en continuité cette conformité. Pour cela les entreprises ont besoin de mettre en place le système qualité qui leur permet de garantir « à priori » l'obtention de la qualité requise à moindre coût.

L'objectif ce travail au sein de la société industrielle de conserves et de produits agricoles SICOPA consistera à :

- Suivie le processus de transformation des olives depuis leur réception jusqu'à leur conditionnement en poches.
- Traiter l'étape de l'oxydation des olives vertes, et étudier toutes les facteurs qui influencent sur l'oxydation des olives.
- Etudier le gain de poids des olives vertes après l'oxydation.

Partie 1 :

Introduction générale de la société

Et le processus de transformation

Des olives.

I. Présentation générale :

1. Introduction :

La SICOPA est une société agroalimentaire spécialisée dans la production et la commercialisation des olives marocaines de toutes variétés ainsi que des câpres. Ces produits en conserves plastiques et métalliques sont destines principalement à l'exportation sur les marchés européens.

SICOPA est dotée d'outils industriels des plus performants ans son secteur, lui permettant ainsi d'offrir un produit de <tradition> au gout typiquement méditerranéen qui répond aux exigences qualitatives modernes. Les importations de matières premières, essentiellement l'emballage se font de France et d'Espagne, parfois les boites métalliques pour les conserves sont achetées surplace au Maroc. Ses équipes de recherche élaborent et améliorent les recettes pour satisfaire les clients.

SICOPA située dans le quartier industriel <SIDI BRAHIM> qui se trouve à l'est de la ville nouvelle et au sud de la médina de la capitale spirituelle et culturelle du MAROC : FES

2. Historique de la SICOPA :

1974 : date de création de la SICOPA par la famille BENZAKOUR KNIDEL. A l'époque les méthodes de travail étaient traditionnelles et manuelles.

1984 : dix ans plus tard, la société à la modernisation de ses méthodes et processus de fabrication. Une usine à été créer sous le nom de <PAMFOUD> (SICOPA III actuellement) afin de garantir à la société mère (SICOPA I) la disponibilité permanente des matières premières en stock.

1990 : la SICOPA procède à l'élargissement de sa gamme de produits pour atteindre une clientèle plus diversifiée.

1992 : l'entreprise envisage de s'introduire sur le marché NORD Américain (USA et CANADA).

1994 : l'acquisition de la SICOPA II (SOFIAG) auprès d'un concurrent pour améliorer le traitement de la matière première surtout au niveau du calibrage et de la fermentation.

1997 : la société acquit un matériel de production plus performant pour améliorer la compétitivité d'autant plus qu'elle produit sur commande. Cette amélioration de l'appareil productif permet de faire face aux exigences de la clientèle.

1998 : la construction d'un bloc administratif moderne et l'élargissement des magasins de stockage des matières consommables et d'emballage.

2008 : acquisition de la SICOPA par Maroc Invest, Qui est une société de gestion de fonds d'investissement et filiale de TunIvest Finance Group, leader dans les métiers du capital investissement au Maghreb et en Afrique Subsaharienne.

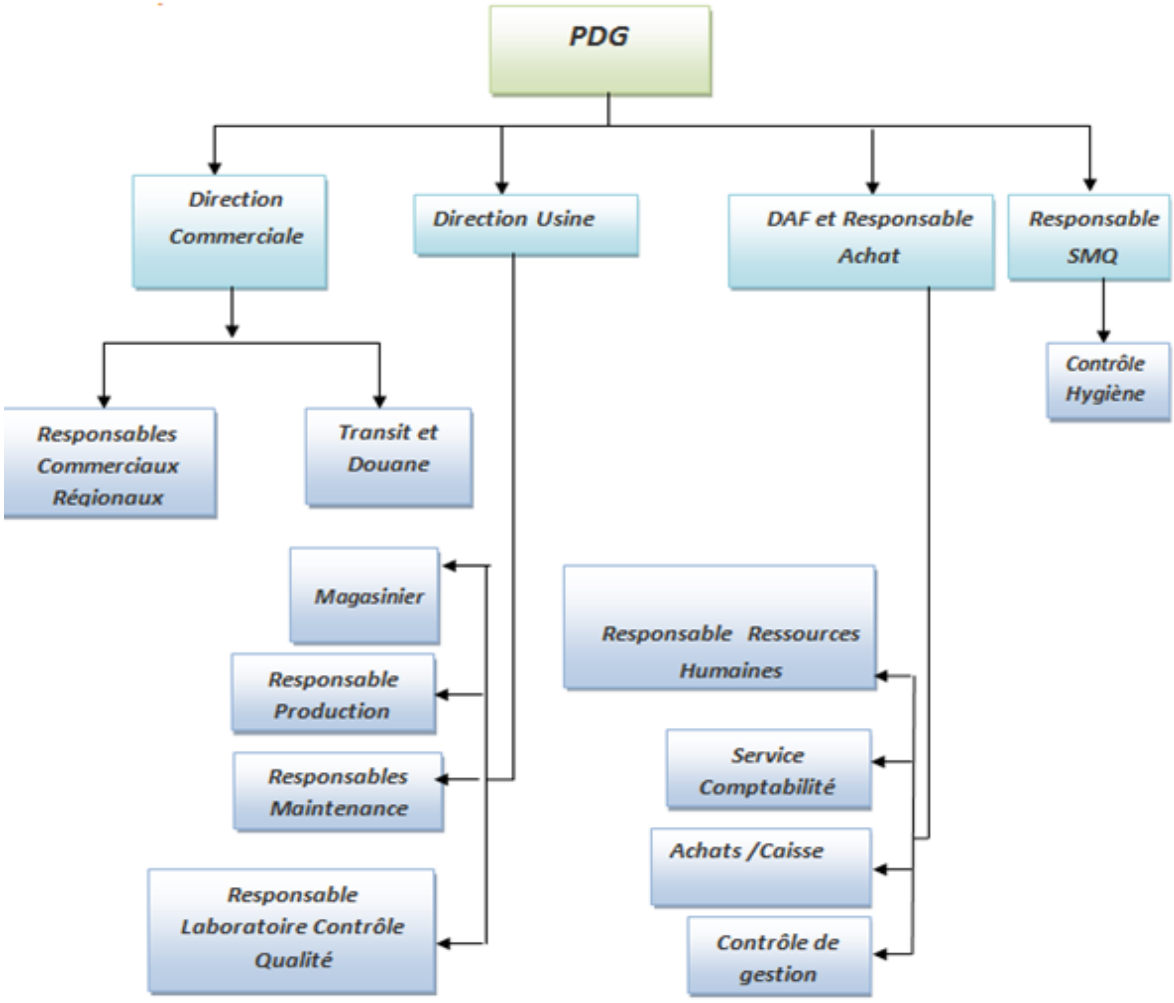
3. *Identité de la SICOPA :*

Tableau1 : fiche technique de SICOPA

Nom de la société	SICOPA
Lieu	FES
Marche vise	International
Siege sociale	Quartier sidi Brahim-rue ibn benaa-BP 2049-30000 Fès-Maroc
Secteur d'activité	Conserverie des olives, câpres, poivrons et légumes grillées…
Date de création	1974
Nom du fondateur	M.ABDERRAHMANE BENZAKOUR KNIDEL
Forme juridique	SOCIETE ANONYME
Capital	80 000 000,00 DH
Chiffre d'affaire	150 000 000 en 2011
Actionnariat	100% MAROC INVEST
Effectif	121 personnes permanentes
Téléphone	+212 5 35 64 46 98
Fax	+212 5 35 73 32 48
E-mail	info@sicopa.com
Site	www.sicopa.com

4. Organigramme de la SICOPA :

Pour mener à bien son activité, SICOPA a mis sur place une structure organisationnelle de gestion selon les taches et les fonctions à accomplir par les différents services. La composition de la structure organisationnelle de SICOPA est la suivante.



Organigramme de la société SICOPA

5. *L'activité de SICOPA* :

L'activité de SICOPA se résume en 4 grandes produits :

a) *Les olives* :

Les olives vertes et tournantes sont traitées en saumure et sont conservées en cuves souterraines à température constante afin de maîtriser leur fermentation. Ce stockage en cuves souterraines peut durer jusqu'à trois jours.

Quant aux olives noires, elles passent par un traitement au sel dans des futs qui leur font perdre 30% de leur poids pour devenir des olives noires **façon Grèce**

La gamme de produits (olives) de SICOPA a pour composition deux types de matières : (OMV) {Olive Marinée Verte} et les (OTC) {Olive Tournante Confite}.

Figure 1 : les principales produits d'olives

b) *Les câpres/ caprons* :

Les câpres et les caprons sont traités en saumure et sont stockés dans des futs selon les calibres. Les câpres et caprons peuvent être conservés trois ans.

La « SICOPA » dispose de tous les calibres.

- Des Câpres de plaines, de couleurs vertes jaunâtres.
- Des Câpres de roches, de couleurs verts grisâtres.

Figure 2 : les carpes

c) ***Les minis poivrons*** :

Les mini poivrons sont épépinés manuellement et nettoyés pour être traités en saumure pendant trois jours. Suite à cette opération, les minis poivrons peuvent perdre 3 à 4 kilos de leur poids dans un fut de 70 kg.

Rouges ou Jaunes à farcir, en saumure ou farcis :

- Aux anchois et/ou au thon
- Au fromage de chèvre, au fromage de vache...

Figure 3 : les minis poivrons.

d) ***Les légumes*** :

Les poivrons, légumes (L'oignon Aubergine, Courgettes, Artichauts …) et tomates confites sont nettoyés et stockés dans la chambre froide positive pour être par la suite découpés en morceaux et grillés.

Les légumes grillés (tranchés) de SICOPA sont cuisinés avec de l'huile de tournesol, de l'ail et des herbes de Provence.

Figure 4' : les courgettes.

Figure 4'' : les aubergines.

Figure 4 : les légumes.

II. *Le processus de transformation des olives* :

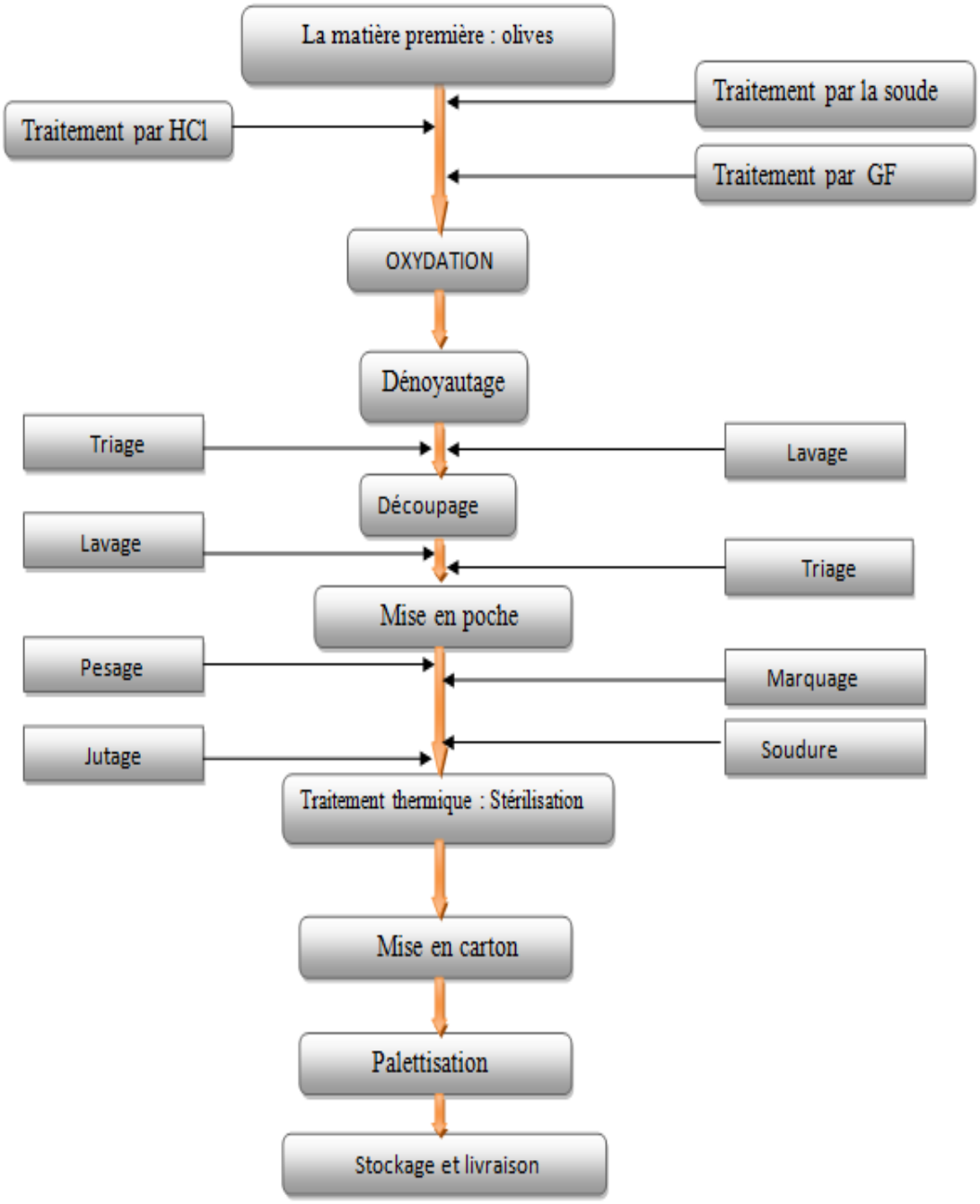


Figure.1 **: Diagramme de la fabrication des ONCS**

Figure 5 : diagramme de la fabrication des olives.

1. *L'oxydation* :

Une fois que les olives tournantes ont passé l'étape de pompage d'oxydation, elles sont traitées par la soude, lavées, saumurées, puis acidifiées par HCL. Finalement, on ajoute le gluconate de fer forme un complexe difficile à hydrolyser par la température d'empêcher la décoloration lors de la stérilisation.

Figure 6 : cuve d'oxydation.

2. *Dénoyautage et découpage :*

Comme son nom l'indique, cette ligne est spécialisée dans le dénoyautage et le découpage des olives. Après pompage des olives noircies par oxydation dans les bacs tampons, elles sont acheminées vers la trémie (dispositif en forme de pyramide renversée destiné au stockage ou au passage de matières solides en vrac), elles sont dénoyautées, triées, découpées en rondelles puis finalement acheminées dans un tapis élévateur pour être stockées dans des bacs tampons ou passées à la zone de conditionnement en poches.

Figure 7 : les machines de dénoyautage et découpage

3. Conditionnement :

- **En poches :** Les olives découpées en rondelles sont remplies dans des poches avec leur jus de couverture, passées sous un détecteur rayon x afin de détecter la présence de corps étrangers dans les poches, puis stérilisées, étiquetées, emballées, palettisées et en fin stockées pour être expédiées.
- **En boites :** Après remplissage des olives dénoyautées, tranchées ou entières dans les boites, ces dernières passent par un sertissage, ces boites sont ensuite rangées dans des chariots, stérilisées, étiquetées, conditionnées dans des cartons, puis stockées avant d'être expédiées.

Figure 8 : conditionnement en poches et en boites.

4. Traitement thermique :

La stérilisation est une technique destinée à éliminer tout genre microbien d'une préparation, en le portant à haute température de 100°C à 180°C.

Le but de la stérilisation est de conserver les propriétés gustatives, nutritives, les caractéristiques de texture et de couleur ainsi que la comestibilité et d'éviter d'éventuelle intoxication.

Pour stériliser un tel produit il faut maîtriser 3 paramètres :

- La température.
- La pression.
- Le temps.

Les poches marquées sont rangées dans des chariots, pour être stérilisé dans un autoclave (récipient à parois épaisses utilisé pour atteindre une stérilité microbiologique). Ces poches doivent subir les conditions suivantes :

- Une température de 121°C.
- la pression de 1.8 bar.
- le temps : 16 mi

Remarque : Après stérilisation le produit suive un refroidissement.

Figure 9 : l'autoclave.

5. *Emballage :*

Cette opération se fait manuellement à SICOPA, chaque carton regroupe 10 poches. Et enfin les cartons sont stockés pour être expédié.

Exemple : Composition de la poche :

- Poids brute : 1600g
- Poids net égoutté : 936g±15g
- Poids du jus de couverture : 700g
- Poids de la poche : 20g

6. *l'incubation du produit fini :*

L'incubation c'est le temps nécessaire pour s'assurer que le produit ne présent aucune anomalie bactériologique ou physique. A la SICOPA les produits finis (ONCS en poche) sont incubé à une température ambiante dans le magasin de produit fini pendent 10 jours avant de livré au client.

III. *Service de qualité :*

1. *contrôle de qualité :*

Le contrôle de la qualité fait partie des bonnes pratiques de fabrication. Il concerne l'échantillonnage, les spécifications, le contrôle, ainsi que les procédures d'organisation de documentation et de libération qui garantissent que les analyses nécessaires et appropriées ont réellement été effectuées et que les matières premières, les articles de conditionnement et les produits ne sont pas libérés pour l'utilisation, la vente et l'approvisionnement sans que leur qualité n'ait été jugée satisfaite.

Ce service a aussi un rôle axial dans la société par ses activités qui implique une collaboration étroite avec les services internes commerciaux (satisfactions clientèle), étude, production, méthode et maintenance (problème technique), ou avec des entreprises clientes, ainsi que des contacts fréquents avec les fournisseurs et sous-traitants.

2. contrôle de réception :

Pendant la récolte des olives qui se fait manuellement, le remplissage des caisses doit être au niveau ¾ pour éviter l'entassement des fruits.

Ce contrôle à la réception se fait afin de faciliter le suivi. Il contient des renseignements concernant le fournisseur, le matricule du camion, la région, le poids net, la tare, la date et l'heure d'arrivée, la coloration, le pourcentage des déchets…

Le laboratoire de qualité contrôle aussi le goût, le pH, le calibre, le taux de sel et la couleur. Sans oublier les contrôles qui portent généralement sur la pureté des produits :

- Contrôle de conservateurs (sorbate de potassium, acide lactique…).
- Contrôle des additifs (acide ascorbique, acide lactique, vinaigre…).

3. Contrôle au cour de la fabrication :

- **Saumurage :** Le laboratoire s'occupe des mesures de la densité et contrôle la pureté et la qualité de la saumure, ainsi que me PH et le pourcentage de sel.
- **Contrôle du traitement thermique :** Consiste à contrôler la température à l'intérieur des blancheurs à l'aide des thermocouples ; quant aux autoclaves ils sont équipés de thermo enregistreurs qui donne des diagrammes permettant aussi de contrôler la température et la pression.
- **Contrôle de sertissage :** C'est l'étape la plus importante dans une conserverie, vu les risques de contamination causée par manque d'étanchéité.
- **Test de pression :** Ce test a pour but de déterminer la résistance des boites, pour cela on utilise une pompe manuelle munie d'un nanomètre, on injecte l'air à l'intérieur de la boite qui est mise dans un bas d'eau pour détecter toutes les fuites. Exemple des minis poivrons.

4. Contrôle du produit fini :

Ce contrôle est basé sur la mesure du poids brute, poids net égoutté, volume du jus de couverture et du pH. Puis un prélèvement de 100g d'olives afin de calculer le pourcentage des olives rondelles, déchets, rouge, pédoncule, ridées…

Le contrôle du taux de sel est fait également en dosant le produits par du nitrate d'argent.
(On met dans un bêcher : 0.5 ml de Na Cl + 10 ml d'eau distillé + 2 gouttes du colorant, le dosage est fait par du nitrate d'argent).

Partie 2 : l’oxydation des olives.

1. Généralités sur les olives :

a. Définition :

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

- ✓ **Un épicarpe** : l'épiderme de fruit imperméable a l'eau
- ✓ **Mésocarpe ou pulpe** : dans laquelle les gouttelettes d'huile s'accumuler au cours de la maturation
- ✓ **Un noyau** : qui contient l'Amand, la face externe est creusée de sillons.

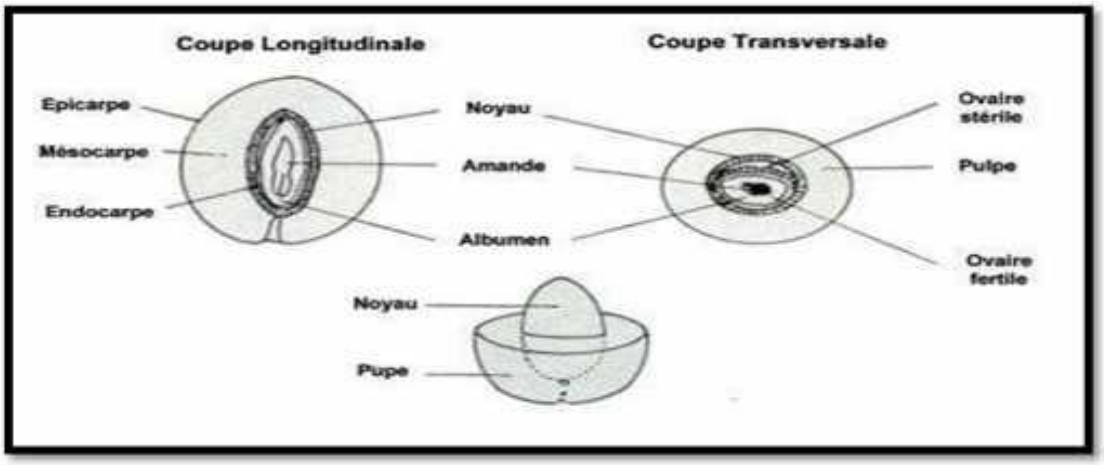


Figure 10 : photo de la composition de l'olive.

b. Composition de l'olive :

L'olive est compose en générale de :

- ✓ **L'eau** : c'est le composant principal de la pulpe, elle représente 70% à 75% du poids total de la pulpe
- ✓ **Les matières grasses** : représentent 17 à 30% du poids du fruit en fin maturité. elles sont localisées dans la pulpe et l'amande.
- ✓ **Les acides amines ou protéines** : représente environ 1.5% de la pulpe d'olive, certaines de ces protéines sont hydrosolubles d'autres ne le sont pas.
- ✓ **Les composés phénoliques** : sont contenus dans le fruit à une concentration assez élevée représentant 1.5% du poids de la pulpe. Ils sont en partie responsables du gout amer et aigre-doux des olives fraiches. Le composé phénolique le plus important est l'oleuropeine qui est à l'origine de l'amertume de l'olive.

- ✓ **Les vitamines** : A, C, B1 et E sont présentes dans la pulpe de l'olive.
- ✓ **Les substances inorganiques** : la pulpe de l'olive est riche en substance inorganiques dont la potassium. Le calcium, le magnésium. Le chlore. Le phosphore. etc.…

Figure 11 : les olives.

2. *l'oxydation :*

a. *Définition:*

L'ensemble des opérations ont pour objet la désamérisation des olives claires tournantes et la transformation de la coloration des olives vers le noir par barbotage. Les olives noircies par oxydation sont des olives obtenues à partir du fruit n'ayant pas atteint leur pleine maturité (olives vertes tournantes) elles deviennent noires et désamériser par l'enchainement des étapes de procédé d'oxydation avec un traitement à la lessive alcaline de la soude (NaOH) et l'aération (barbotage) dans les bassins d'oxydation.

b. *L'atelier de l'oxydation*

L'atelier de l'oxydation de SICOPA composé de :

- ✓ 20 cuves opérationnelles.
- ✓ 2 cuves de stockage de la soude.
- ✓ 2 citernes de stockage da la soude recycle.
- ✓ Canaux de l'alimentation à différentes couleurs.

Figure 12 : atelier de l'oxydation.

Remarque : les canaux de l'alimentation dans l'atelier de l'oxydation se différent par leur contenu, il existe en générale 6 canaux :

- ✓ Gris : l'alimentation de la cuve de la matière première.
- ✓ Rouge : l'alimentation en saumure.
- ✓ Noir : le retour de la saumure.
- ✓ Verte : lier à la citerne de l'eau douce.
- ✓ Bleu : pour l'activation de l'aération (barbotage).
- ✓ Blanc : l'alimentation de la soude avec concentration qui ne dépasse pas 3.5

Figure 13 : les canaux de l'oxydation.

3. Etapes d'oxydation des olives claires tournantes :

a. Réception des olives claires Tournantes.

La matière première est apportée à l'usine de SICOPA en camion en vrac. Il existe des tuyaux liés aux cuves d'oxydation par l'intermédiaire d'un système de motopompe, afin de pomper les olives vers les cuves d'oxydation qui doivent être remplie en saumure pour éviter un choc excessif des olives avec les murs de bassins de traitement.

Cependant avant de lancer le processus d'oxydation, il est nécessaire de faire un contrôle des caractéristiques physicochimiques des olives tournantes provenant de la branche SICOPA 3 : PAM FOOD, ces contrôles portent sur la vérification de plusieurs paramètres tels que :

- **Taux de sel** : il doit être entre 7et 8%
- **pH** : il doit être au voisinage de 4
- **Le gout** : doit être naturel
- **La couleur :** doit être homogène, verdâtre
- **Le calibre** : pour le contrôle du calibre on prend comme échantillon 100g d'olives et on compte le nombre d'unités correspondants afin de vérifier le calibre donné par les contrôleurs de la SICOPA 3 : PAM FOOD. Les calibres existant généralement la SICOPA sont : 19-21, 22-25, 30-33, 34-37, 38-42, ≥42.

Figure 14 : la réception des olives.

Figure 15 : cuve d'oxydation.

b. ***Désamérisation des olives :***

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

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

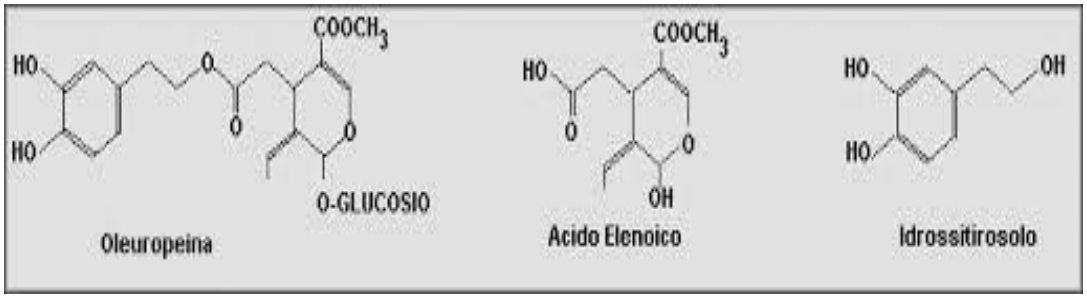


Figure 16 : réaction chimique de la désamérisation.

La préparation de la soude diluée se fait une journée avant l'utilisation parce que la soude dégage la chaleur et provoque une réaction exothermique La concentration de la soude dépend de la qualité des olives (les olives plus mures demandant une concentration plus basse) La désamérisation se fait en deux étapes :

- **Etape 1 :** Préparation de la soude caustique vierge ou recyclé à une concentration de 1,5 à 3,5 ° Be (1°Be = 10 g/l). On utilise l'aéromètre pour avoir la concentration désiré de la soude qui varie selon la saison. Par exemple à une température chaude on diminue la Concentration de la soude.

- **<u>Etape 2</u> :** après 1h30 sous l'action de l'aération, la soude commence à pénétrer dans la pulpe de l'olive. Pour évaluer le degré de pénétration de la soude, quelques unités sont prélevées est coupées longitudinalement. Sur chaque section, on ajoute une goutte de la phénophtaléine la partie attaquée donne une coloration violette, c'est à dire que la soude commence à pénétrer Dans la pulpe d'olives, la vérification de cette étape ce fait à SICOPA visuellement, c'est pratique et plus rapide en faisant des coupes longitudinales, l'observation de la zone brune indique le degré d'attaque de la soude.

Figure 17 : <u>traitement alcalin.</u>

En règle générale après 3h environ, on arrête la désamérisation lorsque la soude à Compétemment pénétré dans le mésocarpe des drupes de 2/3 ou 3/4 de la pulpe, c'est-à-dire lorsque les 80% de l'olive deviennent sombre

.

Figure 18 : <u>suivi de la pénétration de la soude.</u>

c. ***<u>Lavages :</u>***

Après la vidange de la soude deux lavages avec de l'eau sont effectués et chaque lavage dure 1h. Le lavage à pour but d'éliminer toute la lessive alcaline collante à la surface extérieure et une partie de celle ayant pénétré à l'intérieur des olives.

d. ***Saumurage :***

L'intérêt de cette étape c'est la préservation de la texture des olives, l'augmentation de la densité de la solution pour favoriser un bon barbotage et de garder un bon gout. Cette opération se réalise avec la saumure de 3°Be avec aération (barbotage) pendant 15 min.

e. ***Neutralisation :***

Réalisée par l'ajout de l'acide chlorhydrique (HCl) à 32% afin de neutraliser le résidu de la soude et ainsi diminuer le pH à une valeur de 4.5 à 5.7.

f. ***Fixation de la couleur :***

L'addition de gluconate de fer (1kg pour chaque 1000kg d'olive) pour fixer la couleur noire des olives due a l'oxydation par l'O_2 de l'air barboté.13

Le gluconate de fer($C_{12}H_{24}FeO_{14}$) est un additif alimentaire E 579 ayant trois classes fonctionnelles :

- Régulateur alimentaire
- Fixateur de couleur
- Conservateur alimentaire

La réaction d'oxydation du gluconate ferreux :

$$Fe^{2+} \longrightarrow Fe^{3+} + 1e^{-}$$

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

Figure 19 : le gluconate de fer

- ***Remarque :***

Toutes les opérations sont accompagnées d'un barbotage grâce à un suppresseur à la fin d'oxydation les olives oxydées renvoyés aux bacs :

- ✓ **B1, B2 == >** ligne de dénoyautage et découpage des olives noires **(ONCS**)
- ✓ **C1**==> linge de conditionnement en boite des olives noires confites entier **(ONCE)**

Il ya aussi les bacs A1 et A2 où sont stockés les olives dénoyautées et les olives

Slices.

4. *Les facteurs influençant le processus d'oxydation.*

Cette partie va nous permettre d'étudier les divers facteurs qui influencent l'oxydation des olives, dans le but d'optimiser ce processus on va élaborer un plan d'expérience. Ces facteurs sont :

- La concentration de NaOH.
- La concentration de HCl.
- Quantité d'olives.
- La température.
- Le temps d'attaque de NaOH.
- Quantité de gluconate de Fer.
- Temps total de traitement.
- La taille des olives.
- Le Débit d'air.

Partie3 : Partie pratique

1. ***introduction***.

Cette partie traitera les changements liées à la transformation d'olives vertes en olives noires qui se fait grâce au procédé d'oxydation le changement principale est l'élévation pondérale qui en résulte, qui est un facteur déterminant pour la suite des opérations, et de la gestion de stock et la distribution dans les emballages, ceci est réalisé grâce à des expériences sur 20 Kg d'olives vertes de différents calibres dans le but d'amélioré et d'optimiser certaines paramètres dans ce processus.

2. ***L'élévation pondérale des olives au cours de l'oxydation.***

La zone d'oxydation des olives au sein de SICOPA subie plusieurs étapes, on a effectué quelque expériences suivantes.
On note :

$$\alpha = \frac{\Delta \varepsilon}{M}$$

- α : coefficient d'élévation du poids.
- M : la masse totale d'échantillon en _.
- $\Delta \varepsilon$: le gain de poids après oxydation.

➢ ***Expérience 1 : calibre 22/25.***

Pesée initiale : 20000g.
Pesée finale : 21194g.

Une élévation pondérale de 1194g.

Application numérique : $\alpha = \frac{1194}{21194} * 100 = 5.63\%$.

L'élévation pondérale représente 5.63%.

➢ ***Expérience 2 : calibre 26/29.***

Pesée initiale : 20000g.
Pesée finale : 21124g.

Une élévation pondérale de 1124g.

Application numérique : $\alpha = \frac{1124}{21124} * 100 = 5.32\%$

L'élévation pondérale représente 5.32%.

- ***Expérience 3 : calibre 34/37.***

Pesée initiale : 20000g.
Pesée finale : 20752g.

Une élévation pondérale de 752g.

Application numérique : $\alpha = \frac{752}{20752} *100 = 3.62\%$.

L'élévation pondérale représente 3.62%.

- ***Expérience 4 : calibre 30/33.***

Pesée initiale : 20000g.
Pesée finale : 21000 g.

Une élévation pondérale de1k g.

Application numérique : $\alpha = \frac{1}{21} *100 = 5\%$.

L'élévation pondérale représente 5% .

- ***Expérience 5 : calibre : tout venant (mélange).***

Pesée initiale : 20000g.
Pesée finale : 20850g.

Une élévation pondérale de 850 g.

Application numérique : $\alpha = \frac{850}{20850} *100 = 4\%$

L'élévation pondérale représente4%.

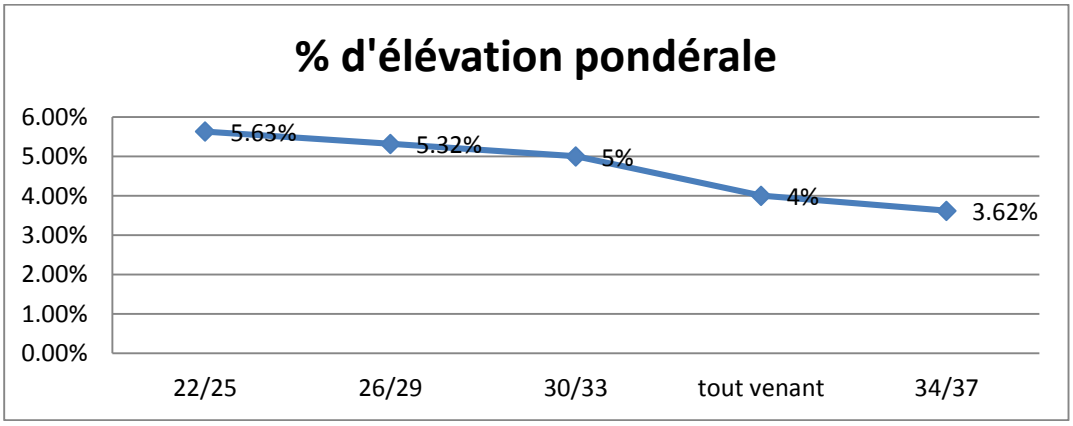


Figure 20 : le pourcentage de l'élévation pondérale en fonction du calibre.

3. Cadrage de matière.

Cette étude s'appuie sur la suivie des olives après oxydation et jusqu'à le conditionnement Pour vérifier et respecter le rendement qu'il faut pour chaque calibre. La suivie et la distribution des olives dans les poches, après oxydation les olives subissent un traitement mécanique qui est le dénoyautage ainsi que l'élimination de quelques parties d'olives qui représente les déchets, ceci est réalisé grâce à un bilan de matière.

On notera : $$rendement = \frac{M2}{M1} * 100$$

- M1 : poids des olives après oxydation.
- M2 : poids totale dans les poches.

Experience1 : calibre 22/25.

- Calcul de M1 :
  Poids de la charge total avant l'oxydation : 14190kg.
  Poids de la charge total après l'oxydation :
  M1= 14190+14190* α
  M1=14190+14190*5.63.
  M1= 14988,89.
- Calcul de M2 :
  On a 5758 boites de 1.56kg.
  M2=5758*1.56
  M2=8982kg.
- Rendement :
  Rendement=$\frac{M2}{M1} * 100$
  AN : rendement= $\frac{8982}{14988} * 100$=59.92%

Experience2 : calibre 34/37.

- Calcul de M1 :
  Poids de la charge total avant l'oxydation : 19620kg.
  Poids de la charge total après l'oxydation :
  M1= 19620+19620* α /100
  M1=19620+19620*3.62/100.
  M1= 20330,34.
- Calcul de M2 :
  On a 11957 boites de 1.56kg.
  M2=11957*1.56
  M2=18652.98kg.
- Rendement :
  Rendement=$\frac{M2}{M1} * 100$
  AN : rendement= $\frac{18652.98}{20330} * 100$=91,75%

➢ ***Experience3 : calibre tout venant.***

- Calcul de M1 :

  Poids de la charge total avant l'oxydation : 15910kg.

  Poids de la charge total après l'oxydation :

  $$M1= 15910+15910*\ \alpha/100$$

  $$M1=15910+15910*4/100.$$

  $$\boxed{M1=16546,4\ .}$$

- Calcul de M2 :

  On a 7501 boites de 1.56kg.

  $$M2=7501*1.56.$$

  $$\boxed{M2=11701.56kg.}$$

- Rendement :

  $$Rendement=\frac{M2}{M1}*100$$

  AN : $$rendement=\frac{11701.56}{16546.4}*100=\boxed{70.7\%}$$

4. ***Interprétation des résultats :***

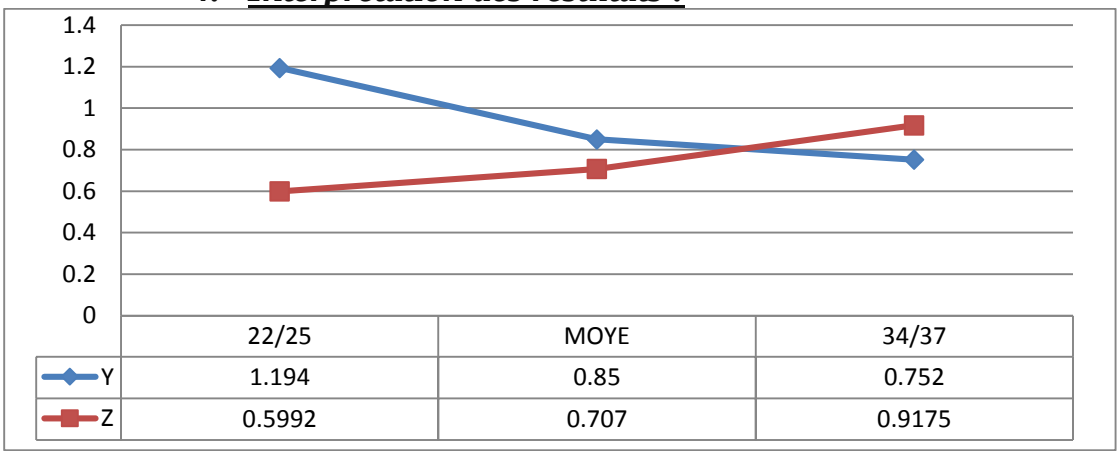


Figure 21 : le gain du poids et le rendement en fonction du calibre

D'après ce graphe, l'élévation pondérale généré suite au processus d'oxydation n'est pas constant, et ceci est due a la différence de calibre, en effet plus le calibre est grand plus le gain de poids est important et vice versa. Aussi le rendement varie selon le calibre étudié. Contrairement au gain le rendement diminue lorsqu'on a un grand calibre.

5. *Plan d'expérience :*

On nomme **plan d'expériences** la suite ordonnée d'essais d'une expérimentation, chacune permettant d'acquérir de nouvelles connaissances en contrôlant un ou plusieurs paramètres d'entrée pour obtenir des résultats validant un modèle avec une bonne économie (nombre d'essai le plus faible possible, par exemple).

On présentant les paramètres qui influencent l'oxydation de différent quantité et pourcentage par le tableau suivant :

Facteurs	**Niveau-**	**Niveau+**
[Na Cl] = X1	**2,5 ° Be**	**4° Be**
Maturité d'olive = X2	**Octobre-Mai**	**Mai-septembre**
[NaOH] = X3	**2° Be**	**3,5°Be**
Quantité d'olives = X4	**5 T**	**6 T**
La température = X 5	**12°C**	**45°C**
Temps d'attaque NaOH = X6	**2 h**	**6,5 h**
Quantité de gluconate de fer= X7	**3 Kg**	**8 Kg**
PH = X8	**6 ,5**	**8,5**
Taux de pénétration NaOH = X9	**3 /4**	**Jusqu'au noyau**
Temps total de traitement = X10	**2 Jours**	**4 Jours**

Tableau 2 : les variables du plan d'expérience.

On cherche les réponses de ce logiciel est plus précisément obtenir la couleur noire.

Numéros d'expérience	X1	X2	X3	X4	X5	X6	X7	X8	X9	X10
1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1
2	-1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1	-1
3	1	-1	1	1	-1	1	1	1	-1	-1
4	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	1	-1
5	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	1
6	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1
7	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1
8	1	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1
9	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	1	1
10	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1

Tableau 3 : le plan d'expérience.

Remarque : dans ce tableau (-1) correspond au niveau(-) , et (+1) correspond au niveau (+).
Les réponses trouvées sont :

1- Marron claire.

2- Marron.

3- Marron foncé.

4- Brune.

5- Brune foncé.

6- Noire claire.

7- Noire.

D'après ces résultats la coloration noire des olives correspond à l'expérience N° 7.

Les valeurs optimales à utiliser pour améliorer la qualité d'olives oxydées est présentée dans le tableau suivant :

Facteurs	Les valeurs optimales
Concentration de NaCl	4°Be
Maturité d'olive	Octobre-Mai
Concentration de NaOH	2°Be
Quantité d'olives	5T
La température	45°C
Temps d'attaque NaOH	2h
Quantité de gluconate de fer	8kg
PH	6.5
Taux de pénétration NaOH	3 /4
Temps total de traitement	4 Jours

Tableau 4 : les facteurs optimaux d'oxydation.

6. *Les conditions de la réussite de l'oxydation des olives.*

Pour arriver à un produit irréprochable et au gout typique de l'olive BELDI_Marocain, il faut respecter quelques règles de base à savoir :

Bien choisir la matière première. Les olives doivent répondre aux critères de qualités Suivantes :

- Elles ne devront pas être flétries par le froid ce qui les rend impropre à la salaison.
- Elles doivent être cueillies bien avant leur complète maturité, de préférence juste après la véraison. Une olive trop verte restera amère et de couleur trop pale.

- Elles ne devront pas être grosse ou obèses à cause d'une irrigation exagérée ou d'une année trop pluvieuse. Ces grosses olives se conservent très mal et n'ont pas de gout. Elles devront toutefois avoir une taille suffisante pour mieux réussir leur élaboration et répondre aux exigences du marché.
- Bien contrôler la température. Qui est un paramètre important et qui a un impact direct sur la réussite de l'opération.
- Bien respecter les règles de l'hygiène. Toutes les altérations qui risquent de compromettre le processus d'élaboration des olives sont d'origine microbiologiques et dont les agents ne sont pas présentes naturellement dans les olives. Leur présence et du uniquement due à la négligence du staff technique et des ouvriers. Pour éviter toute contamination, il faut se conformer aux préalables du programme HACCP, il faut en effet :

-Ecarter des olives sales, abimées ou fermentées.

-S'assurer de la potabilité de l'eau. Toute eau non potable est impropre à l'utilisation.

-Assurer le nettoyage et désinfection des locaux et des équipements.

-Exiger l'hygiène du personnel.

- Bien contrôler le niveau de la saumure dans les futs ou les cuves de fermentation, les olives doivent être absolument couvertes par la saumure. Si le niveau a baissé à cause de l'évaporation, il faudra procéder à l'ouillage de façon à éviter que les olives ne soient en contact avec l'air ou avec la pellicule de moisissures qui se forme naturellement à la surface du liquide. L'ouillage consiste à rajouter de l'eau.

7. ***Conclusion :***

Ce stage à la société industrielle de conserve d'olive et de produit agricoles m'a permis d'enrichir mes connaissances théoriques et pratiques et m'a offert une bonne préparation à mon insertion professionnelle.

Au cours de ce stage j'ai eu l'occasion de suivre les étapes de traitement et de conserve des produits agricole et de réaliser les contrôles qualité en bonnes conditions.

Après mon rapide intégration dans l'équipe, j'ai découvert que le service de production n'est pas le seule pilier dans une entreprise d'agro-alimentaire, mais que tous les services sont vital pour l'entreprise : le service qualité n'en fait pas l'exception, avec les fiches à remplir, il n'est pas difficile d'avoir une non-conformités des normes exigés par le client , et avec la recherche de nouvelles façon d'améliorer la qualité du produit ou même vers la recherche de nouveau produit il n'est pas difficiles de trouver de nouveau clients . Le service maintenance est aussi primordial pour le bon déroulement de la production et pour perfectionnement du travail.

Nous avons voulu maitriser les paramètres qui influencent sur le gain de poids des différents calibres après oxydation.

Un rendement correspondant a chaque calibre d'olives a été calculé dans le cadre de suivie et de cadrage de matière.

Le gain en poids généré suite au processus d'oxydation n'est pas constant, et ceci est du à la différence de calibre. En effet, plus le calibre est grand plus le gain de poids est important et plus le calibre grand plus le rendement diminue et vice versa.

A partir de l'analyse des résultats des plans d'expériences, nous avons pu déduire les valeurs optimales permettant d'améliorer la qualité des olives à SICOPA. Ainsi, la connaissance du processus d'oxydation nous permettra une bonne gestion de stock aussi bien que d'éviter les pertes et les imprévus.

Enfin, je tiens à exprimer ma satisfaction d'avoir pu travaillé dans de bonnes conditions matérielles et un environnement agréable et j'espère que j'ai apporté une valeur ajouté à la société.

Bibliographie :

- Bibliothèque de la FST.
- Fiche de laboratoire de SICOPA.
- Rapport des stages déjà effectués dans la société.

Web sites :

- Site internet : www.huiles-et-olives.fr
- Site de la société WWW.SICOPA.COM.
- Encyclopédie Wikipédia

Annexe :

- Il existe plusieurs marques de la société on peut citer :

Figure 22 : les marques de SICOPA.

- Le marquage des poches et des boites se fait selon la commande des clients.
- La concentration de NaOH et de NaCL est donne par le °Be qui correspond à 10mg/l.
- La saumure est préparée à partir du vinaigre, acide citrique et l'acide lactique.